

# Chemisches Zentralblatt.

1934 Band I.

Nr. 2.

10. Januar.

## A. Allgemeine und physikalische Chemie.

**John R. Sampey**, *Ein Weg zur modernen Theorie der Lösungen*. Für den analyt. Unterricht schlägt Vf. vor, eine Verb. zwischen der ARRHENIUSschen Theorie u. der modernen Theorie der Lsgg. durch den Hinweis auf die Wrkkg. von Neutralsalzen bei der H-Katalyse, die additiven Eigg. starker Elektrolyte u. den Zusammenhang zwischen Krystallbau u. Ionenanziehung in der Lsg. herzustellen. (J. chem. Educat. 10. 677—78. Nov. 1933. Birmingham, Alab., Howard Coll.) R. K. MÜLLER.

**Charles W. Stillwell**, *Einige Kapitel in Krystalchemie für Studenten der ersten Semester*. Teil I. Ionen- u. Molekülkrystalle, ihre Strukturen u. Eigg. (Röntgenmethode; Krystallbldg. durch Erstarrung u. Fällung; Ionenkrystalle [Gitter]; Polarisierung; Beziehung zwischen Gittertyp, Größe u. Polarisierbarkeit der Ionen; physikal. Eigg. der Ionenkrystalle. Nichtionogene Krystalle. — Tabellen: Atom- u. Ionenradien, Klassifikation der Krystalle. (J. chem. Educat. 10. 590—99. 1933. Urbana, Univ. of Illinois.) SKALIKS.

**Thomas H. Hazlehurst jr.**, *Demonstration der Ammoniakverbrennung*. (J. chem. Educat. 10. 639. Okt. 1933. Betlehem, Penns., Lehigh Univ.) SKALIKS.

**M. G. Mellon**, *Für den Chemiker wichtige nichtchemische Veröffentlichungen*. In der prakt. Chemie u. chem. Technologie treten nicht selten Fragen auf, über die in der bekannten chem. Literatur keine ausreichende Auskunft zu finden ist; es sind das besonders Fragen aus der Physik, dem Maschinenbau u. der Elektrotechnik. Eine Reihe von wichtigen Veröffentlichungen auf diesen Gebieten, Zeitschriften, Bücher, Patentschriften u. a. werden aufgezählt, u. zwar vorwiegend solche in englischer Sprache. (J. chem. Educat. 10. 619—21. Okt. 1933. Lafayette, Indiana, Purdue Univ.) SKAL.

**Arthur Bramley**, *Bandenspektrenmessungen der Massen*. Zur Best. der Massen der Elemente können drei voneinander verschiedene Methoden benutzt werden. 1. Der Massenspektrograph, bei dem sich aus der Bewegung eines Ions die M. ableiten läßt. 2. Die Zertrümmerungsverss., die die M. eines Elementes unter der Voraussetzung bestimmen lassen, daß die Massen u. Energien der anderen Reaktionsglieder bekannt sind. 3. Die Bandenspektren, die das Verhältnis der Massen eines Isotops angeben. Im Falle von Li<sup>7</sup> sind die nach den beiden ersten Methoden bestimmten Massen in völliger Übereinstimmung mit der Rk.  $\text{Li}^6 + \text{H}^2 \rightarrow 2 \alpha\text{-Teilchen}$ . Im Falle von Be bestimmen die beiden ersten Methoden nicht mit der Rk.  $\text{Be}^9 + \alpha\text{-Teilchen} \rightarrow \text{C}^{12} + \text{Neutron}$  überein, um die M. des Be zu berechnen. Bei B findet sich eine Übereinstimmung der ersten mit der dritten Methode, wogegen sich die nach der zweiten Methode berechneten Massen als kleiner zeigen. Der Umwandlungsmechanismus lautete:  $\text{B}^{11} + \text{Proton} \rightarrow 3 \alpha\text{-Teilchen}$ . Die Unterschiede zwischen den Massen, die nach der spektrograph. u. der Zertrümmerungsmethode bestimmt worden sind, rühren wahrscheinlich von der Erzeugung von  $\gamma$ -Strahlen her oder von einem der Kerne, die in die Umwandlungsrk. in einem angeregten Zustand mit längerer Halbwertszeit eintreten. Es wird an Hand dieser Ergebnisse die Bandenspektrentheorie näher geprüft, um zu erkennen, ob diese Unterschiede grundsätzliche Bedeutung besitzen. Bei dieser Betrachtung wird auch auf die Änderung des Wirkungsradius des Kerns eingegangen, die bei Änderung der M. des Isotops auftritt. (Physic. Rev. [2] 44. 309—10. 15/8. 1933. Swarthmore, Pennsylvania, Franklin Inst.) G. SCHMIDT.

**William D. Harkins** und **Clinton Doede**, *Ein Apparat zur Abtrennung von Isowasserstoff-(Deuterium-)oxyd durch Elektrolyse*. Der App. besteht im wesentlichen aus 2 konzent. Ni-Rohren von 2,5 bzw. 10,6 cm Durchmesser, die im Zwischenraum etwa 3,5 l einer alkal. Lsg. enthalten u. zugleich als Elektroden dienen. Durch das innere Rohr strömt W. zur Kühlung. Eine große Anzahl solcher App. wird hintereinandergeschaltet. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4330—31. Okt. 1933. Chicago, Univ.) ZEISE.



**Frank H. Spedding, C. D. Shane und Norman S. Grace**, *Feinstruktur von  $H_{\alpha}^2$* . Vff. benutzen  $H_2O$  mit 50%  $H^2$  u. untersuchen die Feinstruktur von  $H_{\alpha}^1$  u.  $H_{\alpha}^2$ . In beiden Fällen zeigen Unsymmetrien in den Mikrophotometerkurven das Vorhandensein einer dritten Komponente an. Für den Wert von  $e/m$  geben vorläufige Messungen einen kleineren Betrag als  $1,758 \cdot 10^7$  cl.-magn. Einheiten. (Physic. Rev. [2] **44**. 58. 1/7. 1933. Univ. of California Dep. of Chem., Astronomy and Physics.) SCHNURMANN.

**John T. Tate und Philip T. Smith**, *Ein Versuch zum Nachweis eines Helium-isotops*. Bei den Verss. zum Nachweis der Radioaktivität des Be ist auf die Möglichkeit hingewiesen worden, daß  $He^5$  ein Prod. des Zerfalles bilden kann u. somit in alten Be-Mineralien gefunden werden kann. Die Verss. der Vff. wurden mit einem großen Be-Krystall, dessen Alter auf mehr als  $3 \cdot 10^8$  Jahre geschätzt wurde, ausgeführt. Der Krystall wurde durch Erhitzen entgast. Die massenspektroskop. Analyse des nicht absorbierten Gases ergab  $He^4$ . Im Falle, daß  $He^5$  vorhanden ist, würde dessen Konz. weniger als 1:40 000 in bezug auf  $He^4$  betragen. Zur Prüfung der Apparatur wurde gewöhnliches  $H_2$  auf das  $(H^2 H^1)^+$ -Molekularion hin geprüft. (Physic. Rev. [2] **43**. 672. 15/4. 1933. University of Minnesota.) G. SCHMIDT.

**W. S. Finkelstein und P. W. Kurnossowa**, *Die Beziehung zwischen der Komplexbildung, der Solvation und der Bildung von elektroleitfähigen Systemen. II. Ebullioskopische Untersuchungen des Systems: Dimethylpyrron—Halogenide der Elemente der V. Gruppe — Benzol*. (I. vgl. C. 1931. I. 905; vgl. C. 1933. II. 1310.) Die ebullioskop. Unters. der ternären Systeme: As- bzw. Sb-Halogenid ( $AsCl_3$ ,  $AsBr_3$ ,  $SbCl_3$  u.  $SbBr_3$ )-Dimethylpyrron-Bzl. ergab, daß in allen 4 untersuchten Systemen die Bldg. einer den elektr. Strom leitenden Komplexverb. anzunehmen ist, da die Depression niedriger als theoret. zu erwarten, unter Berücksichtigung der Dissoziation in Ionen, gefunden wurde. Bei den Sb-Halogeniden konnte weiter eine Autosolvation beobachtet werden, wobei bei Zugabe von Dimethylpyrron ein zunehmender Zerfall des Autosolvats stattfindet. (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. A. Shurnal obschtschei Chimii] **3** (65). 121—33. 1933. Dnjepropetrowsk, Inst. f. physikal. Chem.) KLEVER.

**K. Herrmann**, *Röntgenbilder flüssiger Krystalle in magnetischen und elektrischen Feldern*. Inhaltlich ident. mit den C. 1930. II. 1493; 1932. I. 1483 referierten Arbeiten. (Ergebn. techn. Röntgenkunde **2**. 23—30. 1931. Charlottenburg.) SKAL.

**W. Kast**, *Vergleich der Röntgenbilder der krystallin-flüssigen und der normal-flüssigen Phase derselben Substanz*. Es wurden Aufnahmen mit streng monochromat. Cu-Strahlung (nach Vorzerlegung an einem Steinsalzkrystall), mit einem Parallelstrahlenbündel von 0,3 mm Durchmesser u. einer Präparatdicke (Schmelze des *p*-Azoxyanisol in einem Gefäß mit einem Boden aus Acetylcellulosefilm) von etwa 0,5 mm gemacht. Zwischen den Bildern der n.-fl. u. der krystallin-fl. Phase ist kein wesentlicher Unterschied zu finden. Das Bild der anisotropen Schmelze zeigt nur eine der größeren D. entsprechende geringe Verlagerung des Intensitätsmaximums zu größeren Winkeln (19,8 gegen 19,3°) u. eine etwas kleinere Gesamtintensität. Es müssen also in beiden Fällen Gruppen geordneter Moll. mit etwa gleicher Mol.-Zahl existieren. Diese Textur scheint für den fl. Zustand überhaupt charakterist. zu sein, während der Unterschied zwischen der krystallin-fl. u. der n.-fl. Phase in der Struktur der Mol.-Gruppen liegen muß, derart, daß die Gruppen der n.-fl. Phase isotrop, die der krystallin-fl. dagegen stark anisotrop sind. (Naturwiss. **21**. 737. 13/10. 1933. Freiburg i. Br., Physikal. Inst. d. Univ.) SKALIKS.

**G. Tammann**, *Die isotherme Krystallisation oder Umwandlung gegebener Massen in Abhängigkeit von der Zeit*. Der Elementarvorgang bei der Krystallisation oder bei polymorphen Umwandlungen ist die Bldg. von Krystallisations- oder Umwandlungszentren, von denen aus die Krystallisation oder Umwandlung sich in der M. ausbreitet. Diese Geschwindigkeiten wachsen mit der Unterkühlung zuerst an. Bei isothermer Krystallisation oder Umwandlung können sich nun die Zentren 1. nur an der Oberfläche der Schmelze oder des sich umwandelnden Stückes bilden (Gießen von Metallen in Formen, deren Temp. genügend weit unter der des F. der krystallisierenden M. liegt oder Umwandlung von monoklinen in rhomb. Schwefel unter einer Mischung von  $CS_2$  u. Terpentinöl bzw. von weißem in graues Sn unter einer Pinksalzlsg.) oder 2. regellos verteilt in der betreffenden M. Im 1. Falle wächst die krystallisierte bzw. umgewandelte Menge zuerst proportional mit der Zeit, bis schließlich die Krystallfäden durch die ganze M. hindurchgehen u. dann die Menge des in der Zeiteinheit krystallisierenden oder sich Umwandelnden immer kleiner wird. Im 2. Falle ist die in der Zeiteinheit umgewandelte



Menge zuerst gering, wächst aber dann sehr stark an u. nimmt dann, wenn sich die umgewandelten Teile berühren, wieder stark ab (vgl. FRAENKEL u. GOEZ, C. 1925. I. 2602). Bei isothermem Verlauf der Umwandlung ist das nach  $z$ -Sekunden umgewandelte Vol.  $V_z$ , wenn sich in einer Sekunde spontan  $n$ -Umwandlungszentren bilden:  $V_z = n \cdot (\pi/6) r^3 \cdot z^2 (z+1)^2/4$ . Voraussetzung ist:  $V_z$  klein gegenüber dem Gesamtvolumen. Die Kurve  $V_z = f(z)$  hat einen Wendepunkt, der ungefähr bei der Zeit der ersten Kugelberührung liegt. Beispiele für einen solchen Umwandlungsverlauf ergeben sich, wenn in dem sich umwandelnden Stoff Umwandlungszentren bei tieferer Temp. erzeugt werden u. dann bei erhöhter Temp. die Umwandlung verfolgt wird (Beispiel: monokliner Schwefel in rhomb. u. umgekehrt,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ , Zerfall von  $\text{Al}_2\text{Zn}_3$ , Perlitbildg. in Ni- u. Mn-haltigem Austenit). (Z. anorg. allg. Chem. 214. 407—13. 27/10. 1933. Göttingen, Inst. f. physikal. Chem.)

E. HOFFMANN.

**A. Sievert** und **W. Petzold**, *Das System Cadmiumnitrat-Salpetersäure-Wasser*. Im ternären System  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{HNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  bestimmen Vff. die Isothermen bei 0, 15, 25, 35, 45 u. 50° u. gewinnen so einen Überblick über die Sättigungsverhältnisse innerhalb dieses Temp.-Bereiches. In dem Temp.-Intervall von 0—50° sind 4 Dreiphasengebiete zu unterscheiden: 1.  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ -Lsg.-Dampf, 2.  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ -Lsg.-Dampf, 3.  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ -Lsg.-Dampf, 4.  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ -Lsg.-Dampf. Unterhalb 0° sind noch weitere 4 Dreiphasenfelder anzunehmen, in denen neben Lsg. u. Dampf Eis bzw.  $\text{HNO}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$  bzw.  $\text{HNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  bzw.  $\text{HNO}_3$  im Gleichgewicht vorhanden ist. Die Vierphasenlinien schneiden sich zwischen 0 u. 50° nicht, sämtliche ternäre eutekt. Punkte u. Umwandlungspunkte liegen unterhalb 0°. Die Vierphasenlinie  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ - $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ -Lsg.-Dampf ist eine eutekt. Linie, die zwei Vierphasenlinien  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ - $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ -Lsg.-Dampf u.  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ - $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ -Lsg.-Dampf sind Umwandlungs-(peritekt.)-linien. Im Sättigungsfeld des Tetrahydrats gibt es innerhalb bestimmter Konz.-Intervalle auf jeder Isotherme für eine gegebene Säurekonz. zwei an Nitrat gesätt. Lsgg. verschiedener Zus., ebenso für eine gegebene Nitratkonz. zwei gesätt. Lsgg. verschiedenen Säuregeh. Die Löslichkeit des  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  nimmt isotherm ab mit steigender Säurekonz. innerhalb des Dihydrat- u. des Anhydridfeldes. Prakt. unl. ist  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  in reiner 100%ig.  $\text{HNO}_3$ . Vff. erhielten mit sämtlichen Bodenkörpern metastabile Gleichgewichte. Die im ternären System aufgefundenen  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ -Hydrate, Enneahydrat, Tetrahydrat, Dihydrat sind die gleichen wie die, deren Existenz im binären (vgl. C. 1933. II. 493) System  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  nachgewiesen wurde. Saure Nitrate des Cd existieren nicht. (Z. anorg. allg. Chem. 214. 396—402. 27/10. 1933. Jena, Chem. Inst. d. Univ.)

E. HOFFMANN.

**Henry G. Denham** und **Clifford V. Fife**, *Das ternäre System Mercurioxyd-Stickstoffpentoxyd-Wasser*. Vff. untersuchen mit Hilfe der SCHREINEMAKERSCHEN Restmethode das ternäre System  $\text{Hg}_2\text{O} \cdot \text{N}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$  bei 25°. Je nach der Konz. der Lsgg. an  $\text{Hg}_2\text{O}$  u.  $\text{N}_2\text{O}_5$  treten als Bodenkörper  $2 \text{Hg}_2\text{O} \cdot \text{N}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $5 \text{Hg}_2\text{O} \cdot 3 \text{N}_2\text{O}_5 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ ,  $4 \text{Hg}_2\text{O} \cdot 3 \text{N}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\alpha\text{-Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  u.  $\beta\text{-Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  auf.  $\text{Hg}_2\text{O} \cdot \text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ist nach Vff. ident. mit dem von LEFORT beschriebenen Salz. Eis mit 2 Moll.  $\text{H}_2\text{O}$  (vgl. J. Pharm. chim. 8 [1845]. 5);  $\text{Hg}_2\text{O} \cdot 3 \text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ident. mit dem von MARGNAC beschriebenen Salz (Ann. Chim. Phys. 27 [1849]. 332); neu dagegen finden Vff.  $2 \text{Hg}_2\text{O} \cdot 3 \text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ . Die Existenz der  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Form des n. Nitrats  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  geht auch aus der graph. Wiedergabe der D. der Lsg. gegen den Gesamtanteil an  $\text{N}_2\text{O}_5$  in Lsg. hervor. Zahlreiche Hydrate, die, einer Forderung von REUSZ zufolge, in dem ternären System  $\text{Hg}_2\text{O} \cdot \text{N}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$  vorhanden sein sollten, konnten Vff. nicht nachweisen. (J. chem. Soc. London 1933. 1416—19. Okt. Canterbury Univ. College, Christchurch, New Zealand.)

E. HOFFMANN.

**W. E. Garner** und **C. H. Moon**, *Die Beschleunigung der Zersetzung von festen Stoffen durch Emission aus Radium*. (Vgl. C. 1933. II. 11.) Keimbildungsgeschwindigkeit u. Fortpflanzungsgeschwindigkeit einer Rk. sind für die Geschwindigkeit der Zers. von festen Stoffen verantwortlich. Es ist bekannt, daß beide von der Temp., bei der die Rk. vor sich geht, weitgehend beeinflusst werden. Die thermale Zers. von Bariumazidkristallen kann nun, wie Vff. zeigen, wesentlich beschleunigt werden, wenn 1 mg Radium eingeschlossen in eine dünnwandige Glasröhre in nächste Nähe des Bariumazids gebracht wird. Entgegen der Erwartung zeigte sich, daß durch das Radium im wesentlichen nur die Fortpflanzungsgeschwindigkeit beschleunigt wird, nicht aber die Keimbildungsgeschwindigkeit. Es entstehen nicht mehr Keime, wohl aber wachsen die einzelnen schneller. Die Induktionsperiode wird von 120 Min. auf 60 Min. herabgesetzt. Der gleiche Vers. ausgeführt mit knallsaurem Hg statt Bariumazid zeigt keinerlei



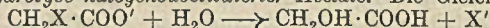
Wrgk. des ausstrahlenden Ra auf die therm. Zers. des knallsauren Hg. Die Zers.-Geschwindigkeit u. die Induktionsperiode bleiben die gleichen. (J. chem. Soc. London 1933. 1398—1400. Okt. Bristol, Univ.) E. HOFFMANN.

H. N. Stephens, *Die Primärreaktion bei der Autoxydation.* (Vgl. C. 1933. I. 2908.) Die von STAUDINGER u. LAUTENSCHLÄGER (C. 1931. II. 1670) gewählte Strukturformel für das durch Anlagerung von O<sub>2</sub> an die C=C-Bindung gebildete energie-reiche Peroxydmol. steht nicht in Widerspruch mit der vom Vf. entwickelten Theorie, sondern stellt nach seiner Ansicht — soweit dies durch Strukturformeln überhaupt möglich ist — wahrscheinlich die befriedigendste Lsg. des Strukturproblems dar. (J. phys. Chem. 37. 655. Mai 1933. Minneapolis, Minn., Univ., School of Chem.) R. K. MÜLLER.

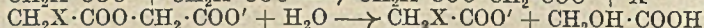
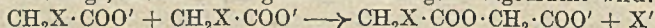
Henri Muraour, *Über die Theorie der Explosionsreaktionen.* (Vgl. C. 1933. II. 494.) Zusammenfassende Schilderungen der Vorgänge bei der Explosion verschiedener Explosivstoffe vom reaktionskinet. Standpunkt. (Rev. gén. Sci. pures appl. 44. 567 bis 571. 31/10. 1933.) JUZA.

Wilhelm Manchot, *Induzierte Reaktionen und die höheren Eisenoxyde.* Gegenüber den Angaben von HALE (C. 1930. I. 2998) hält Vf. an seiner früher (C. 1928. I. 2041) geäußerten Ansicht fest, daß bei der Oxydation von Fe<sup>2+</sup> mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in Ggw. von KJ als Acceptor zwei (nicht drei) Äquivalente J<sub>2</sub> pro Atom Fe auftreten. (J. phys. Chem. 37. 655—56. Mai 1933. München, T. H., Anorg. Lab.) R. K. MÜLLER.

H. M. Dawson und W. Lowson, *Die Induktionsperiode bei der Bildung von Glykolsäure durch Hydrolyse halogensubstituierter Acetate.* Die Gleichung:



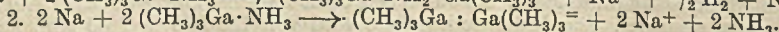
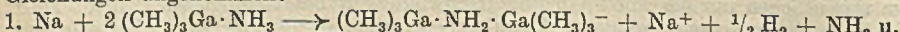
trägt nicht der Tatsache Rechnung, daß die Bldg. von Glykolsäure mit einer Induktionsperiode verbunden ist. Diese läßt sich jedoch durch die Annahme erklären, daß eine Zweistufenrk. vorliegt, die durch folgende Gleichungen ausgedrückt wird:



Die Abspaltung des Br aus Bromacetat als Bromid beruht auf dem gleichzeitigen Ablauf der Rkk. vom Typus I u. II (vgl. DAWSON u. DYSON, C. 1933. I. 3157). Die Unters. der Bldg. von Chlorid u. Glykolsäure in den Anfangsstadien der Hydrolyse was. Na-Chloracetatlg. führt zu Ergebnissen, die mit der Annahme übereinstimmen, daß die Glykolsäurebldg. zum Teil einer Zweistufenrk. unterliegt, bei der das Chlorid Prod. der 1., Glykolsäure das der 2. Stufe ist. Die beobachtete Verzögerung der Glykolsäurebldg. entspricht einer Induktionsperiode von 3000 Min. (Proc. Leeds philos. lit. Soc. 2. 435—39. Juli 1933. Physical Chem. Lab.) CORTE.

H. W. Thompson und N. S. Kelland, *Die Oxydation von Triäthylphosphin.* (Vgl. C. 1933. II. 3381.) Die Oxydation des Triäthylphosphins ist eine Kettenrk. Explosion findet in einem krit. Druckbezirk statt. Bei sehr niedrigen Drucken tritt häufig eine sehr langsame Rk. auf, die als Oberflächenrk. erkannt wird. Temp.-Erhöhung u. Gefäßvergrößerung bewirken Erniedrigung der krit. Druckgrenze. Der Wert  $p\text{Pät}_3\cdot p\text{O}_2$  ist nicht konstant, dagegen  $p^6\text{Pät}_3\cdot p\text{O}_2$ . Die Wrgk. eines indifferenten Gases wird mit Ar u. N<sub>2</sub> untersucht, u. es wird ebenfalls eine Erniedrigung der krit. Druckgrenze festgestellt. Es wird folgendes Rk.-Schema aufgestellt: 1.  $\text{Pät}_3 + \text{O}_2 \longrightarrow$  akt. Zentren A; 2.  $\text{A} + \text{O}_2 \longrightarrow$  inakt. Moll.; 3.  $\text{A} + \text{Wand} \longrightarrow$  inakt. Moll.; 4.  $\text{A} + \text{N}_2 \longrightarrow$  inakt. Moll.; 5.  $\text{A} + \text{Pät}_3 \longrightarrow$  Rk.-Prod.  $\longrightarrow \alpha \text{A}$ . Für die Explosionsgrenze wird die Gleichung:  $k_3 + k_2[\text{O}_2] + k_4[\text{N}_2] + (1 - \alpha)k_5[\text{Pät}_3] = 0$  abgeleitet. Bei Abwesenheit eines indifferenten Gases fällt  $k_4[\text{N}_2]$  fort. Es scheint, daß O<sub>2</sub> in zweifacher Weise wirkt, daß aber sein desaktivierender Einfluß im Gas (Rk. 2) die geringere Bedeutung besitzt. (J. chem. Soc. London 1933. 1231—36. Sept. Oxford, Univ.-Museum, Old Chem. Dep.) GAEDE.

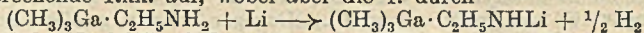
Charles A. Kraus und Frank E. Toonder, *Die Wirkung von Natrium auf Trimethylgallium und Dimethylgalliumchlorid in flüssigem Ammoniak.* Vf. untersuchen die Wrgk. von Na auf Trimethylgallium in fl. Ammoniak. Die Apparatur ist ausführlich beschrieben. Für den Mechanismus des Red.-Prozesses werden folgende Gleichungen angenommen:



Je nach den Vers.-Bedingungen findet die 1. Rk. zu 60—100%, auf totales Ga berechnet,



statt u. die 2. zu 30—0%. Wird Trimethylgallium mit Li in Äthylamin behandelt, treten entsprechende Rkk. auf, wobei aber die 1. durch



dargestellt wird.  $\text{Na}_2[(\text{CH}_3)_3\text{Ga}]_2$  reagiert mit  $\text{NH}_4\text{Br}$  unter Entw. von H-Atomen, deren Menge den Na-Atomen äquivalent ist u. Zurückbildg. des Trimethylgalliums. Das entsprechende Li-Salz zers. sich unter Bldg. von Li-Trimethylgalliumäthylamin. Dimethylgalliumchlorid wird durch 1 Atomäquivalent Na entsprechend der Gleichung:  $(\text{CH}_3)_2\text{GaCl} + \text{Na} \longrightarrow (\text{CH}_3)_2\text{Ga} + \text{NaCl}$  reduziert.  $(\text{CH}_3)_2\text{Ga}$  verbindet sich mit  $\text{NH}_3$  u. wird bei  $-33^\circ$  fest erhalten. Es findet ein innerer Oxydations-Red.-Prozeß statt:  $(\text{CH}_3)_2\text{Ga} \cdot \text{NH}_3 \longrightarrow (\text{CH}_3)_2\text{GaNH}_2 + \frac{1}{2} \text{H}_2$ , der bei Zimmertemp. sehr rasch verläuft. Wird Dimethylgallium mit 2 Atomäquivalenten Na behandelt, so entsteht erst Dimethylgallium, das weiter nach  $(\text{CH}_3)_2\text{Ga} \cdot \text{NH}_3 + \text{Na} \longrightarrow (\text{CH}_3)_2\text{Ga} \cdot \text{NaNH}_2 + \frac{1}{2} \text{H}_2$  reagiert. Durch  $\text{NH}_4\text{Br}$  wird Dimethylgalliumammin regeneriert, worauf beim Verdampfen des Lösungsm. innere Oxydation-Red. erfolgt unter Entw. von  $\text{H}_2$ . (J. Amer. chem. Soc. 55. 3547—54. Sept. 1933. Providence, Rhode Island, The Chem. Lab. of Brown Univ.)

GAEDE.

**H. M. Dawson und N. B. Dyson**, *Mechanismus der Substitution in organischen Verbindungen. Abtrennung des Broms aus Bromessigsäure und den Bromacetaten*. (Vgl. C. 1933. I. 3157.) Die kinet. Unters. bei der Substitution des Br durch OH-Gruppen in Lsgg., die Bromacetationen ( $A'$ ) u. Bromessigsäuremoleküle ( $HA$ ) enthalten, ergeben, daß 4 Rkk. gleichzeitig stattfinden. In jedem Fall wird Br in der 1. Stufe der Rk. frei. Die beobachtete Geschwindigkeit wird durch die Gleichung:

$$v = v_1 + v_2 + v_3 + v_4 = k_1 [A'] + k_2 [A']^2 + k_3 [HA] + k_4 [HA] [A']$$

dargestellt, wobei störende Effekte durch Rk.-Prodd. oder durch Veränderung der Natur des Rk.-Mediums eliminiert sind. Es wird die Substitution des Br aus Bromessigsäure in Ggw. einer starken Säure untersucht, ferner aus Mischungen von Bromessigsäure u. Na-Bromacetat oder aus freier Bromessigsäure. Es werden dabei Bedingungen gewählt, daß eine der vier Rkk. die vorherrschende ist u. die obige Gleichung sich derart vereinfacht, daß die Geschwindigkeitskoeff. einzeln bestimmt werden können. Aus sehr verd. neutralen Bromacetatlsgg. läßt sich  $k_1$  bestimmen, aus konzentrierteren  $k_2$ , in Bromessigsäurelsgg. mit Zusatz einer starken Säure  $k_3$  u. in schwach konz. Lsgg. äquivalenter Mengen Bromessigsäure u. Na-Bromacetat  $k_4$ . Es zeigt sich, daß in Ggw. starker Säure die Rk. eindeutig monomolekular verläuft. In der freien Bromessigsäurelsg. macht sich eine allmähliche Verzögerung der Rk. bemerkbar, da hier durch Freiwerden des HBr u. Abnahme der Konz. von Bromacetationen eine zweite Rk. einsetzt. Die gleichen Ergebnisse werden mit Chloressigsäure erzielt. In Na-Bromacetatlsgg. wird ein allmähliches Anwachsen der Rk.-Geschwindigkeit festgestellt u. auf die Wrkg. der Glykolsäure zurückgeführt. Werden äquivalente Lsgg. von Bromessigsäure u. Bromacetat in verschiedenen Verhältnissen gemischt, zeigen die durch Auftragen der Geschwindigkeit gegen die Konz. erhaltenen Kurven ein Maximum. (J. chem. Soc. London 1933. 1133—43. Sept.)

GAEDE.

**B. Sisskind und I. Kasarnowsky**, *Untersuchungen über die Löslichkeit der Gase*. II. Mitt. *Löslichkeit des Argons*. (I. Mitt. vgl. C. 1931. II. 3431.) Vff. berichten über Messungen der Löslichkeit von Argon in homologen Reihen von Alkoholen (n-Propyl-, n-Butyl-, Isobutyl-, sek.-Butyl-, Isoamyl-, n-Hexyl-, n-Oktyl-, sek.-Oktyl-, Benzylalkohol u. Cyclohexanol), Ketonen (Aceton, Methyläthyl-, Methylpropyl-, Diäthyl-, Methylhexyl-, Äthylpropylketon u. Cyclohexanon), arom. u. cycl. KW-stoffen (Benzol, Toluol, Xylol, Cyclohexan, Methylcyclohexan) u. Benzyläther. Die Unters.-Temp. beträgt  $0^\circ$  mit folgenden Ausnahmen: in Ggw. von Cyclohexanol  $25^\circ$ , Cyclohexanon  $0$  u.  $25^\circ$ , Cyclohexan u. Methylcyclohexan  $25^\circ$ , Benzol  $7^\circ$  u. Toluol  $0$  u.  $7^\circ$ , der Druck in den meisten Fällen 50 at, daneben gebrauchen Vff. auch Drucke von 25, 75, 100 u. 125 at. Die Resultate zeigen folgende Zusammenhänge zwischen der Löslichkeit u. den Molekularkonstanten Dipolmoment u. Polarisierbarkeit: Bei gleichem oder prakt. gleichem Dipolmoment (homologe Reihe der Alkohole, der Ketone, unpolare arom. u. cycl. KW-stoffe) nimmt die Löslichkeit von Argon mit steigender Polarisierbarkeit des Lösungsm. zu. Bei prakt. gleicher Polarisierbarkeit zeigt sich ein Anwachsen der Löslichkeit mit dem Dipolmoment des Lösungsm. (Benzylalkohol u. Benzaldehyd). Die Löslichkeit verschiedener Edelgase (Helium, Neon, Argon, Krypton, Xenon, Niton) in dem gleichen Lösungsm. ist um so größer, je größer die Polarisierbarkeit des Edelgases ist. Ein Vergleich der Resultate zeigt, daß das Dipolmoment entgegen den Forderungen der elektrost. Theorie hier nur von untergeordneter Bedeutung ist.



(Die Löslichkeit des Argons [in Molenbrüchen ausgedrückt] ist z. B. im unpolaren Benzol größer als in Methyl-, Äthyl-, Propylalkohol, in Toluol größer als in Aceton, in Pentan sogar 163 mal größer als in W.) Dagegen ist von größter Bedeutung als Molekularkonstante die Polarisierbarkeit. Dies steht in Übereinstimmung mit der Theorie der VAN DER WAALSschen Kräfte von LONDON (vgl. C. 1930. II. 1491 u. 1931. I. 1057). (Z. anorg. allg. Chem. 214. 385—95. 27/10. 1933. Moskau, Karpow-Inst. f. physikal. Chem., Labor. f. anorgan. Chem.) E. HOFFMANN.

**Maurice E. Krahl**, *Die Abhängigkeit der Krystallisationsgeschwindigkeit von der Molekularstruktur*. Die linearen Krystallisationsgeschwindigkeiten von 34 strukturell verwandten arom. Verb. wurden gemessen (Methode der wandernden Grenze). Unter isomeren Verb. hat die höchstsymm. Verb. die größte Krystallisationsgeschwindigkeit. Die Temp. u. Dauer des Schmelzens, mehrfach wiederholtes Schmelzen u. die Dauer der Alterung einer Schmelze haben keinen Einfluß auf die Krystallisationsgeschwindigkeit. (J. Amer. chem. Soc. 55. 1425—29. April 1933. Baltimore, Maryland, JOHNS HOPKINS Univ.) SKALIKS.

**W. S. Hinegardner**, *Nadelförmige Krystalle von Natriumchlorid*. Kurz vor Erscheinen der C. 1932. II. 969 referierten Notiz von TAUBER u. KLEINER hat Vf. auf halbtrockenem Kieselsäuregel in einem Becherglas, das mit einem Uhrglas bedeckt beiseite gestellt war, nadelförmige Krystalle von prakt. reinem NaCl beobachtet (Abbildung). Das Gel war aus Na-Silicat u. HCl gewonnen. (J. Amer. chem. Soc. 55. 1461—62. April 1933. Perth Amboy, New Jersey, The Roessler & Hasslacher Chem. Co.) SKALIKS.

**G. Tammann und G. Bandel**, *Die photographische Entwicklung von Gleitlinien auf deformierten Silberchloridkrystallen*. Ein entwickelbares Bild wird auf der photograph. Platte außer durch Einw. von Licht auch durch mechan. Beanspruchung, Druck, Bearbeitung mit stumpfem Glasstab usw., hervorgerufen. Biegt man eine Gußlamelle von AgCl, so verschieben sich Teile der Krystallite gegeneinander, auf der planen Oberfläche der Krystallite bilden sich Gleitlinien, die beim Entwickeln stärker geschwärzt werden, als der übrige Teil der Oberfläche. Diese stärkere Schwärzung ist nicht verursacht von einem capillaren Eindringen der Entwicklerfl. zwischen den beiden Gleitebenen u. einem dadurch bedingten stärkeren u. längeren Einwirken der Entwicklerfl. in den Spalten als auf der planen Krystallitenoberfläche, auch nicht von einer größeren Rk.-Fähigkeit der AgCl-Moll. an den Gleitebenen. Vf. führen die Entstehung der Schwärzung vielmehr darauf zurück, daß das geschm. AgCl unbekannte Beimengungen enthält, welche den Entw.-Vorgang, die Entstehung der Schwärzung beschleunigen, weil die Ausscheidung dieser Beimengungen, an denen die Gußlamelle aus AgCl übersätt. ist, an den Gleitebenen bevorzugt eintritt. Eine Annahme, daß diese Ausscheidungen aus Ag bestehen, ist nicht wahrscheinlich. AgBr, das im Verhältnis zum AgCl sehr spröde ist, zeigt die Schwärzung auf den Gleitlinien auch, nur weniger regelmäßig ausgebildet. (Z. anorg. allg. Chem. 214. 403—06. 27/10. 1933. Göttingen, Inst. f. physikal. Chem.) E. HOFFMANN.

**S. C. Blacktin**, *Gegenseitige Einwirkung von Rußfilms und Öl*. Die von COSTE (C. 1933. II. 3384) beim Auftreffen eines Öltropfens auf eine dünne Rußschicht beobachteten Muster hat Vf. schon früher (C. 1932. II. 513) beschrieben. Sie sind noch besser ausgebildet, wenn man den Öltropfen nicht auffallen läßt, sondern vorsichtig aufbringt. Die Ausldg. des Musters wird von verschiedenen Faktoren (Viscosität, Dampfdruck, Aufbringungsart, Absetzgeschwindigkeit usw.) beeinflußt. (Nature, London 131. 873—74. 17/6. 1933. Sheffield.) R. K. MÜLLER.

**D. Malcolm Carding**, *Gegenseitige Einwirkung von Rußfilms und Öl*. (Vgl. vorst. Ref.) Vf. nimmt an, daß bei den Beobachtungen von BLACKTIN u. COSTE sich zwei verschiedene Effekte überlagern: die Bldg. von konzentrischen Zonen u. (bei Fall des Tropfens aus 2—3 cm Höhe) Gasentw. Die Unters. der letzteren in Luft u. in NH<sub>3</sub> läßt darauf schließen, daß es sich nicht um Gase handelt, die am Ruß adsorbiert waren, sondern um solche, die zwischen einzelnen Lagen des Rußfilms eingeschlossen waren. (Nature, London 132. 317—18. 26/8. 1933. Cambridge, Clare College.) R. K. MÜ.

**Hans Geiger**, *Der Einfluß der Atomphysik auf unser Weltbild*. **Ernst Lehmann**: *Der Einfluß der Biologie auf unser Weltbild*. Stuttgart: Kohlhammer 1933. (32 S.) gr. 8°. = Deutsche Gegenwart u. ihre geschichtl. Wurzeln. 5. = Öffentliche Vorträge d. Univ. Tübingen. Sommersem. 1933. M. 1.35.



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

**John Zeleny**, *Der Angriff auf das Atom*. Allgemeinverständlicher Überblick über den Stand der Atomphysik. (Sci. Monthly **37**. 338—43. Okt. 1933. Yale Univ.)

LESZYNSKI.

**G. Pöschl und E. Teller**, *Bemerkungen zur Quantenmechanik des anharmonischen Oscillators*. (Z. Physik **83**. 143—51. 14/6. 1933. Göttingen, Inst. f. theoret. Physik u. Inst. f. physikal. Chemie.)

SKALIKS.

**R. C. French**, *Polieren von Metallen*. Vf. untersucht die Struktur polierter Oberflächen von *Cu*, *Ag*, *Au* u. *Cr* mittels Elektronenbeugung. Bei den geätzten Metallen werden scharfe Beugungsringe erhalten, die die üblichen Abstände in den Krystallflächen ergeben. Nach dem Polieren sind diese Ringe breiter u. gehen endlich in 2 breite Ringe über. Dies steht im Einklang mit der Annahme von BEILBY, daß die Oberfläche polierter Metalle amorph ist. Durch das Polieren wird die Größe der Krystalle vermindert, wodurch die Beugungsringe verbreitert werden, u. endlich werden die Atome aus ihrer Anordnung im Krystallgitter verschoben in eine Anordnung, die durch die Größe der Atome bestimmt wird. Der Atomabstand in der Oberfläche kann von dem in n. Zustand beträchtlich differieren. — Die Auffassung von KIRCHNER (C. 1932. II. 283), nach der das Polieren in einer Ebnung der Oberfläche unabhängig von der Verkleinerung der Krystalle besteht, wird abgelehnt. — Beim Polieren von *Cu*- u. *Cr*-Einkrystallen erfolgt Bruch der Struktur. (Proc. Roy. Soc., London. Ser. A. **140**. 637—52. 1/6. 1933.)

LORENZ.

**H. Raether**, *Elektroneninterferenzen an geschmirgellen und polierten Flächen*. (Mit Hilfe von streifend auf die bearbeitete Fläche treffenden Elektronen wurden die Veränderungen studiert, welche Oberflächen von polykrystallinen Metallen (*Cu*, *Ag*, *Ni* u. *Stahl*) u. Spaltflächen von Nichtmetallen (*NaCl*, *CaCO<sub>3</sub>* u. *CaF<sub>2</sub>*) durch mechan. Bearbeitung erfahren. Hierbei trat ein wesentlicher Unterschied zwischen Metallen u. Nichtmetallen auf. Die Spaltflächen der Isolatoren, die zuvor Einkrystallreflexionen gaben, lieferten geschmirgelt Pulverdiagramme, nach Ausglättung durch Polieren ausgeprägte Faserstruktur u. stellenweise sogar Einkrystallreflexionen. Die Metalle geben zwar geschmirgelt ebenfalls Pulverinterferenzen, deren Ringe bei Verwendung feinsten Schmirgelpapiers sich etwas verbreitern infolge Verringerung der Höhe der Krystallzacken, durch die der Elektronenstrahl hindurchtritt. Hingegen liefern hochglanzpolierte Metallflächen Pulverdiagramme mit 2 breiten Interferenzringen, deren zugehörige Netzebenenabstände den ursprünglichen Gitterabständen nicht zugeordnet werden können u. sich bei den verschiedenen Metallen nur wenig unterscheiden. Diese gleichartige Struktur der obersten Metallschicht könnte vielleicht als Übergang eines krystallinen Zustandes in einen fl. gedeutet werden (vgl. FRENCH, vorst. Ref.). Ein den polierten Flächen gleiches Interferenzbild liefern gedrückte u. gehämmerte Metalle. (Naturwiss. **21**. 547. 22/7. 1933. München, Inst. f. theoret. Physik.)

SKALIKS.

**Siegfried Flüge**, *Zur Theorie der Bremsung schneller Elektronenstrahlen*. Der Zusammenhang zwischen Energie u. durchsetzter Schichtdicke wird für schnelle Elektronenstrahlen ( $E \gg mc^2$ ) aufgesucht u. an Hand zweier numer. durchgerechneter Beispiele, (*Pb*, *W*.) kurz besprochen: Die Energie eines Strahls schneller Elektronen nimmt längs seines Weges annähernd linear ab. (Z. Physik **85**. 693—96. 14/10. 1933. Frankfurt a. M., Inst. f. theor. Phys. d. Univ.)

KOLLATH.

**W. W. Wetzel**, *Der quantenmechanische Wirkungsquerschnitt für die Heliumionisierung durch Elektronenstoß*. Vf. wendet die BORNsche Stoßtheorie (ohne Wechselwirkungskräfte) an. Das aus dem gestoßenen Atom herausgeschleuderte Elektron wird mathemat. durch eine ebene Welle dargestellt. Die berechneten Wirkungsquerschnitte werden mit den experimentell von SMITH (C. 1931. II. 822) bestimmten verglichen. Das Maximum der berechneten Kurve liegt bei 75 V, das der gemessenen bei 110 V. Die Berücksichtigung der Anteile für die Ionisierung u. Anregung würde wahrscheinlich das berechnete Maximum nach höheren Spannungen verschieben. (Physic. Rev. [2] **44**. 25—30. 1/7. 1933. Minnesota, Univ.)

SCHNURMANN.

**J. R. Dunning und G. B. Pegram**, *Über Neutronen aus einer Beryllium-Radium-Emanationsquelle*. Vf. berichten über neuere Verss. mit *Be*-*RaEm*-Neutronen unter Verwendung eines linearen Verstärker-Oscillographen mit einer dünnwandigen Ionisationskammer. Es wurden die Absorptionskurven aufgenommen für *C*, *Al*, *Pb*, *Cu* u. Paraffin bis zu 21 cm Dicke, u. für 4 cm Dicke einer weiteren Anzahl von anderen Elementen. Die Reststreuung wurde auf etwa 1% herabgemindert. Da die Absorption



hauptsächlich aus Streuung besteht, ist die Form der Kurven eine Funktion der Art u. der Verteilung des Materials, u. sie müssen als Winkelstreuungsfunktionen u. Mehrfachstreuung der Neutronen dargestellt werden. Die Messungen sind im allgemeinen in Übereinstimmung mit theoret. Betrachtungen über die Streuung als elast. Zusammenstoß zwischen Neutron u. Kern auf wellenmechan. Grundlage. Der Radius für das Neutron ist hierbei zu etwa  $1,3 \cdot 10^{-13}$  cm angenommen worden. Weitere Streuverss. sind mit C, Al, Cu, Sn u. Pb bei Winkeln zwischen  $45$  u.  $135^\circ$  durchgeführt worden. Wird ein Neutronenbündel durch ein magnet. Feld von  $10\,000$  V geschickt, so wird keine meßbare Ablenkung beobachtet. Bei der Best. der Winkelverteilung der Neutronenemission sind angenähert doppelt so viel Neutronen in Vorwärtsrichtung als in Rückwärtsrichtung beobachtet worden nach Filterung durch  $5$  bzw.  $8$  cm Pb. (Physic. Rev. [2] 44. 317. 15/8. 1933. Columbia, Univ.)

G. SCHMIDT.

**Arthur Bramley**, *Die Möglichkeit der Emission positiver Elektronen aus dem Kern durch  $\gamma$ -Strahlen*. Neue Verss. verschiedener Autoren haben zu der Annahme geführt, daß die Neutronen u. die positiven Elektronen wesentliche Bestandteile bilden, aus denen die Kerne aufgebaut sind. Enthält der Kern Bestandteile kleiner M., so wie die positiven Elektronen, so wird eine photoelektr. Emission dieser Teilchen erwartet, wenn der Kern mit genügend harten  $\gamma$ -Strahlen bestrahlt wird. Der photoelektr. Effekt für eine bestimmte Frequenz ist hauptsächlich durch die M. des Bestandteiles u. die Bindungsenergie bestimmt. Aus der Formel für den Wirkungsquerschnitt, die auf wellenmechan. Grundlage erhalten wird, geht hervor, daß die M. des Teilchens für die Best. der Wirksamkeit dieses Prozesses von ausschlaggebender Bedeutung ist. Diese Formel in Verb. mit der Kenntnis der oberen Grenze der Bindungsenergie ( $5 \cdot 10^6$  eV) zeigt, daß der photoelektr. Effekt der positiven Elektronen mit  $\gamma$ -Strahlen stattfinden kann, die bei radioakt. Quellen zur Verfügung stehen. Ist jedoch der Kern aus schweren Teilchen zusammengesetzt, z. B. Protonen, so wird die Wirksamkeit der photoelektr. Emission der Protonen bei Beschießung mit  $\gamma$ -Strahlen vernachlässigbar. (J. Franklin Inst. 216. 427—28. Okt. 1933. Philadelphia, Franklin Institut.)

G. SCHMIDT.

**R. H. Crist und G. A. Dalin**, *Austauschreaktionen von Proton und Deuton*. Bei der Analyse von Deutonen-reichem  $H_2$  zirkuliertes W., das  $1\%$  Deutonen enthielt, mit gewöhnlichem  $H_2$  durch ein Quarz-Rohr bei  $800^\circ$  während mehrerer Tage. Der  $H_2$  wurde dann vom ursprünglichen W. getrennt. Die Aufnahmen der atomaren Entladung dieses  $H_2$  u. des gewöhnlichen  $H_2$  wurden daraufhin mit einem Gitter vorgenommen. Befand sich gewöhnlicher  $H_2$  im Entladungsrohr, so war die Deutonlinie  $H^2\beta$  sehr gering im Vergleich zu der Protonlinie  $H^1\beta$ . Wurde dagegen das Entladungsrohr mit dem vorbehandelten  $H_2$  gefüllt, so nahm die Deutonlinie  $H^2\beta$  beträchtlich an Intensität zu. (J. chem. Physics 1. 677. Sept. 1933.)

G. SCHMIDT.

**Joan J. Placinteanu**, *Zur Theorie des Neutrons*. Ergänzend zu bereits mitgeteilten Unterss. (vgl. C. 1933. II. 3384) wird unter Benutzung der DIRACschen Gleichung des Elektrons negativer kinet. Energie die Wechselwirkungsenergie berechnet, sowie die M. des Neutrons durch die Massen des Protons u. des Elektrons dargestellt. Ebenso läßt sich die Kopplungsenergie sowie der Radius des Neutrons berechnen. Die erstere beläuft sich auf  $1 \cdot 10^6$  eV, während für die letzte Größe  $4,43 \cdot 10^{-13}$  cm erhalten wird. Diese Werte stimmen sehr gut mit den aus der Erfahrung anzunehmenden überein. Durch das vom Vf. angegebene Verf. wird der Massendefekt bestimmt u. ein Nachweis von Zuständen negativer, kinet. Energie ermöglicht. Die Elektronen positiver Ladung, die nach DIRAC Zuständen negativer Energie äquivalent zu setzen sind, sind nach bereits durchgeführten Verss. als reell anzusehen. Der Spin dieser Partikel wird im Einklang mit der HEISENBERGschen Annahme gleich  $\frac{1}{2}$  gefunden. (Z. Physik 84. 370—79. 31/7. 1933. Jassy, Seminar für mathemat. Physik.)

G. SCHMIDT.

**Alfred Landé**, *Neutronen im Atomkern*. I. Unter der Annahme, daß der Kern aus  $\alpha$ -Teilchen, Neutronen u. entweder keinem oder einem Proton besteht im Gegensatz zu dem früheren Aufbauschema, dessen Kernbestandteile  $\alpha$ -Teilchen, Elektronen u. 0, 1, 2, 3 Protonen bilden, wird auf einige Eigg. hingewiesen, die sich auf das period. System beziehen. Der berechnete Massendefekt der Isotopen eines einfachen Elementes weist ein genaues lineares Anwachsen mit dem At.-Gew. auf. Die Massendefektdifferenz der Isotopen eines jeden Elementes ist ziemlich konstant durch das gesamte period. System für Elemente mit gerader Ordnungszahl. Die absoluten Werte der Massendefekte ergeben eine Potential-Energiekurve, die gleichförmig mit wachsender



Kernladungszahl abnimmt. Im Gebiet der radioakt. Substanzen steigt die Energiekurve wieder an. Nach dem vom Vf. angegebenen Modell unterscheiden sich die Isotopen eines Elementes nur durch die Anzahl der eingelagerten Neutronen. Die Bindungsenergie pro Neutron ist ziemlich konstant durch das period. System u. etwa 0,009 Masseneinheiten für Elemente mit gerader Kernladungszahl. Für viele Fälle zeigen die Isotopen den Aufbau einer vollkommenen äußeren Schale von 8 oder 12 Neutronen an u. weisen auch in anderen Fällen darauf hin, daß eine Schalenstruktur der Neutronenanordnung besteht. Mittels des vom Vf. vorgeschlagenen Neutronenstrukturschemas findet die empir. Regel, daß Elemente ungerader Kernladungszahl keine Isotopen mit geradem At.-Gew. besitzen, ihre Erklärung. (Physic. Rev. [2] 43. 620—23. 15/4. 1933. Ohio State University.) G. SCHMIDT.

**Alfred Landé**, *Neutronen im Atomkern*. II. In der früheren Arbeit des Vf. (vgl. vorst. Ref.) ist der Schluß gezogen worden, daß in vielen Fällen das leichteste Isotop eines Elementes eine Neutronenanordnung in mehr oder weniger geschlossenen Schalen besitzt. Die schwereren Isotope zeigen die Anlagerung eines Neutrons nach dem anderen an, bis mit dem schwersten Isotop eine neue äußere Schale voll besetzt ist. In der vorliegenden Arbeit wird die Anzahl der Neutronen in den Kernen durch folgendes Kernmodell erklärt. Bis zur Kernladungszahl 16 füllen die Neutronen eine 1. Schale mit höchstens 2 Neutronen aus. Für die Kernladungszahl 17—28 ist eine weitere Schale von 4 Neutronen zulässig. Für die Kernladungszahl 32—36 befinden sich die Neutronen in einer 3. Achterschale. Zwischen den Kernladungszahlen 36 u. 40 muß angenommen werden, daß die inneren Schalen mit 2 weiteren Neutronen besetzt sind. Das gleiche gilt für das Kernladungsgebiet von 50—54. Durch das besondere Verh. der Bindungsenergie in einigen Fällen ist diese nachträgliche Neutronenauffüllung nachgewiesen worden. Es wird darauf hingewiesen, daß die Intensitätsverteilung der Isotopen deren Stabilität in bezug auf  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Umwandlungen erkennen läßt. (Physic. Rev. [2] 43. 624—26. 15/4. 1933. Ohio State Univ.) G. SCHM.

**Harold Walke**, *Die Existenz eines Neutrons mit der Masse 2*. Aus den Verss. verschiedener Autoren ist auf die Möglichkeit der Existenz von ungeladenen Einheiten der M. 2 als sek. Bausteine im Kernaufbau hingewiesen worden. Der Vf. zeigt, daß solch ein Neutron der M. 2 bereits beobachtet worden ist. HARKINS, GANS u. NEWSON (C. 1933. II. 10) u. KURIE (C. 1933. II. 1639) haben Aufnahmen der Zertrümmerung von N-Atomen durch Neutronen erhalten. In jeder Versuchsreihe befindet sich eine Aufnahme, die wegen der Länge der Rückstoßbahn des B-Kernes bemerkenswert ist. Für die Energie des auftretenden Neutrons wird aus diesen Aufnahmen der Wert von  $16 \cdot 10^6$  u.  $17 \cdot 10^6$  eV gefunden. Bei den Verss. von KURIE rührt das Neutron von Be her, das von Po- $\alpha$ -Teilchen beschossen worden ist. Bei den CHADWICKSchen Zertrümmerungsverss. von H u. N durch Neutronen wird die kinet. Energie der  $\alpha$ -Teilchen zu  $5,25 \cdot 10^6$  eV angenommen. Die maximale Energie, die solchen Neutronen übertragen werden kann, berechnet sich dann zu  $8,0 \cdot 10^6$  eV. Wird dagegen nach den Verss. von KURIE als kinet. Energie der Po- $\alpha$ -Teilchen der Wert von  $5,4 \cdot 10^6$  eV angenommen, so wird eine maximale Energie von  $12,3 \cdot 10^6$  eV für das Neutron erhalten, wobei  $4,7 \cdot 10^6$  eV unberücksichtigt geblieben sind. Die gefundenen Werte von  $17 \cdot 10^6$  eV für die Energie der Neutronen finden durch die Annahme eines Neutrons der M. 2 mit einer Energie von  $16 \cdot 10^6$  eV ihre Erklärung. (Nature, London 132. 242—43. 12/8. 1933. Washington, Singer Laboratories Exeter.) G. SCHMIDT.

**F. W. Brown, J. H. Bartlett jr. und C. G. Dunn**, *Die Ladungsverteilungen für die normalen Atome von Bor und Neon*. Für die n. Atome von Ne, F u. O sind die HARTREE-Wellenfunktionen bereits berechnet worden. In der vorliegenden Arbeit werden ähnliche Funktionen für n. B-Atome aufgestellt, u. es wird gezeigt, wie sich durch eine Interpolationsmethode die Wellenfunktionen für n. C- u. N-Atome mit ausreichender Genauigkeit berechnen lassen. Im Falle von n. B ergeben sich die Energieparameter der 1 s-, 2 s- u. 2 p-Elektronen zu 15,50, 0,910 bzw. 0,446. Außerdem werden die Werte der radialen Funktionen der 1 s- u. 2 s-Elektronen für die Atome B, F u. Ne aufgestellt. (Physic. Rev. [2] 44. 296—99. 15/8. 1933. Univ. of Illinois.) G. SCHM.

**Alex Hoffmann**, *Größenunterschied der Ionen von Zirkonium und Hafnium*. Im Rahmen einer Unters. über Substanzen mit Perowskitstruktur wurde eine vergleichende Messung der Ionen  $Zr^{4+}$  u.  $Hf^{4+}$  vorgenommen. Die hierzu angewandten Verb.  $SrZrO_3$  u.  $SrHfO_3$  wurden aus reinstem  $ZrO_2$  bzw.  $HfO_2$  dargestellt. Gitterkonstanten:  $4,089 \pm 0,003$  bzw.  $4,069 \pm 0,003$  Å. Man kann hieraus schließen, daß



der Radius des  $\text{Hf}^{4+}$  um 0,01 Å kleiner ist als der des  $\text{Zr}^{4+}$ . (Naturwiss. 21. 676. 15/9. 1933. Göttingen, Mineralog.-Petrograph. Inst. d. Univ.) SKALIKS.

**W. Bothe**, *Die künstliche Umwandlung von Magnesium durch  $\alpha$ -Strahlen*. (Nach gemeinsam mit **H. Klarmann** ausgeführten Versuchen.) (Helv. physica Acta 6. 444—45. 14/10. 1933. Gießen. — C. 1933. II. 2636.) G. SCHMIDT.

**W. Messerschmidt**, *Atomzertrümmerung durch Ultrastrahlung*. Bei der Ausschaltung störender Strahlen von der Meßapparatur (einem Stahlzylinder von 30 l Inhalt) wurde die Zertrümmerung von Atomkernen durch Ultrastrahlen beobachtet. Die Intensitätsverss. mit Pb, Fe u. Al als Panzer haben ergeben, daß die Atome des jeweiligen Panzerstoffes zertrümmert werden. (Umschau Wiss. Techn. 37. 804—05. 7/10. 1933. Halle.) G. SCHMIDT.

**Ernst Lenz**, *Analyse der Absorptionskurve der Ultrastrahlung*. Vf. entwickelt eine Methode, nach welcher eine Strahlung auf Grund ihrer Absorptionskurve in einfacher Weise in ihre Komponenten zerlegt werden kann, auch bei allseitiger Inzidenz u. unter Berücksichtigung der Streustrahlung. Mit dieser Methode wird eine Analyse der Absorptionskurve der Ultrastrahlung nach den Messungen von REGENER (C. 1933. II. 331) ausgeführt. Es ergeben sich Komponenten mit den Absorptionskoeff. von  $0,79 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{g}$  u. von  $0,21 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{g}$  in W. für die harte Strahlung, von  $4,6 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{g}$  u. von  $9,6 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{g}$  in Luft für die weiche Strahlung. (Z. Physik 83. 194—213. 14/6. 1933. Stuttgart, Techn. Hochsch.) G. SCHMIDT.

**J. H. Sawyer jr.**, *Die sekundären und tertiären Teilchen, die von den Höhenstrahlen erzeugt werden*. Mittels einer Anordnung von GEIGER-Zählern wurde nach gestreuten Höhenstrahlen in einem Raumgebiet um einen Fe-Block gesucht. Ein Zähler befand sich oberhalb der Metallplatte während 2 weitere Zähler nebeneinander angeordnet sich darunter befanden. Ein Streueffekt konnte nicht nachgewiesen werden. Durch das Einschalten der Metallplatte nahm die Zahl der Dreifachkoinzidenzen zwischen den Zählern zu. Das Anwachsen der Anzahl der Dreifachkoinzidenzen erreichte ein Maximum u. nahm bis auf den Wert 0 ab, wenn die Dicke der Metallplatte zunahm. Dieser Effekt wurde mit Platten aus Pb, Sn u. Al beobachtet. Er war am größten im Falle von Pb u. am kleinsten bei Al. Diese Ergebnisse können unter der Annahme erklärt werden, daß die Sekundärteilchen aus der Luft über der Versuchsanordnung tertiäre Teilchen in der Metallplatte erzeugen, die durch die unteren Zähler laufen. Der Absorptionskoeff. der in Luft erzeugten Sekundärteilchen betrug 0,5, derjenige der in Pb erzeugten Tertiärteilchen belief sich auf 2,58. (Physic. Rev. [2] 44. 241—45. 15/8. 1933. Texas, Houston, Rice Inst.) G. SCHMIDT.

**John Tandberg**, *Höhenstrahlung und Blitze*. Es wird auf die Möglichkeit eines Zusammenhanges zwischen der Blitzentladung u. den Höhenstrahlen hingewiesen. Dringen Höhenstrahlungsteilchen durch die Atmosphäre, so ionisieren sie die Luft u. bereiten Leitungsbahnen für die Blitze vor. Für den unregelmäßigen Verlauf der Blitzentladung werden Erklärungen angeführt. (Nature, London 132. 712. 4/11. 1933. Stockholm, Electrolux Lab.) G. SCHMIDT.

**P. Debye**, *Streuung von Röntgen- und Kathodenstrahlen*. Es wird die exakte Berechnung der kohärenten u. inkohärenten Streuintensität des H-Atoms dargestellt, dann werden diese Größen auf Grund der THOMAS-FERMI-Näherung, die für alle Atome den kohärenten u. inkohärenten Anteil mit je einer Tabelle bequem u. in den meisten Fällen genau genug liefert, für Atome mit beliebiger Elektronenzahl berechnet. Dies wird für Röntgenstrahlen wie auch für Kathodenstrahlen, wo man die gleichen allgemeinen Tabellen wie bei Röntgenstrahlen benutzen kann, durchgeführt, wobei die charakterist. Unterschiede bei der Streuung der beiden Strahlenarten besonders diskutiert werden. (Ergebn. techn. Röntgenkunde 3. 11—25. 1933. Leipzig.) SKALIKS.

**H. Seemann**, *Erregung der Röntgenstrahlen*. Die Erregung von Röntgenstrahlen nach verschiedenen Methoden, ihre Vor- u. Nachteile u. maßgebenden Faktoren werden auf Grund der Erfahrungen des Vf. kurz besprochen. Zahlreiche Abbildungen. (Ergebn. techn. Röntgenkunde 3. 80—97. 1933. Freiburg i. Br.) SKALIKS.

**E. O. Wollan**, *Eine neue Methode zur Messung der Intensität der Comptonstrahlung*. Die neue Methode besteht in der Verwendung von 3 passenden Absorptionsfiltern aus den Oxyden der Elemente Zr, Y u. Sr (flache Scheiben aus den feingepulverten Oxyden mit Paraffin als Bindemittel). Die Messungen wurden mit Mo-Strahlung an den Gasen Ar, O<sub>2</sub> u. N<sub>2</sub>, sowie an einer Anzahl fester Elemente u. Verbb. (die im Original nicht genannt sind) ausgeführt (Ionisationspektrometer). Die unverschobenen Mo K $\alpha$ -Linien werden vom Zr-Filter gut durchgelassen, aber vom Y-Filter absorbiert. In ähnl-



licher Weise wird die bei einem Streuwinkel von 120° verschobene  $K\alpha$ -Linie vom Y-Filter durchgelassen, dagegen vom Sr-Filter absorbiert. Die Filterdicke läßt sich durch Ausprobieren so festlegen, daß die Intensität der durchgelassenen Strahlung außerhalb des Gebietes der Absorptionsbanden bei allen Filtern für gleiche Wellenlänge gleichen Absolutwert hat, so daß die Differenz der Ablesungen mit den verschiedenen Filtern direkt (nach gewissen Korrekturen) die Intensität der verschobenen bzw. unverschobenen Strahlung liefert. — Ein Vergleich des bei den Gasen gemessenen Intensitätsverhältnisses mit der wellenmechan. Theorie ergab befriedigende Übereinstimmung. (Helv. physica Acta 6. 270—73. 1933. Zürich, E. T. H.) SKALIKS.

**Osvald Lundquist**, *Röntgenemissionsspektrum und chemische Bindung. II. Untersuchungen über das  $K\alpha_1, \alpha_2$ -Dublett des Chlors.* (I. vgl. C. 1932. II. 3671.) (Vgl. auch den vorläufigen Bericht: C. 1933. I. 1083.) Es wird eine Umkonstruktion der in I. (l. c.) früher angegebenen Sekundärstrahlröhre beschrieben. Der Abstand Brennfleck-Sekundärstrahler ist etwas vermindert, u. ferner können die Bezugslinien mit Kathodenstrahlanregung aufgenommen werden. Die Expositionszeit ist dadurch auf etwa  $\frac{1}{3}$  der mit der älteren Röhre erforderlichen verkürzt. — Folgende Verb. sind mit der neuen Röhre untersucht worden:  $LiCl, NaCl, KCl, CaCl_2, FeCl_3, CuCl_2, ZnCl_2, SrCl_2, CdCl_2, BaCl_2, NaClO_3, KClO_3, NaClO_4, KClO_4$ . Die Lage des Cl-Dubletts ist innerhalb jeder der 3 Verbindungsgruppen dieselbe, u. der Komponentenabstand ist bei  $s\ m\ t\ l\ i\ c\ h\ e\ n$  Verb. übereinstimmend im Mittel 2,97 X-E. Dagegen ist das Chloratdublett im Mittel 2,19 X-E., das Perchloratdublett 2,93 X-E. gegen das Chloriddublett nach kürzeren Wellen hin verschoben. (Z. Physik 83. 85—91. 6/6. 1933. Lund, Physikal. Inst.) SKALIKS.

**G. K pferle**, *Beitrag zur Frage der Anwendung von Verst rkerschirmen in der R ntgenspektroskopie.* Es wurde die Wirksamkeit von Verst rkerschirmen in Abh ngigkeit von der Wellenl nge u. der Intensit t der erregenden R ntgenstrahlen untersucht. Homogene Strahlungen: Ag  $K\alpha_1 = 560$  X-E., Zr  $K\alpha_1 = 784$  X-E. u. Br  $K\alpha_1 = 1040$  X-E. Filme: 1. LAUE-, 2. Ultra-Ixo-, 3. Agfa-, 4. EGGERT-Film (besonders hergestellter, einseitig begossener Film mit sehr d nnem Celluloidtr ger). Sinigran-, Dura- u. Amplifierst rkungsfolien wurden angewandt, sie sind im untersuchten Gebiet alle gleich wirksam. LAUE-Film erf hrt keine me bare Verst rkung, Agfafilm die st rkste. Die Verst rkung ist am gr o ten bei gro en Intensit ten u. harten Strahlen. Aber auch bei recht weicher Strahlung (1000 X-E.) ist die Anwendung von Verst rkerschirmen unter Umst nden vorteilhaft. (Z. Physik 83. 79—84. 6/6. 1933. Freiburg i. Br., Univ., Inst. f. physikal. Chemie.) SKALIKS.

**R. W. James**, *Die absolute Bestimmung der Atomformfaktoren durch Versuche mit Kristallen.* Es wird eine Ableitung der Atomformfaktoren zun chst f r die klass. Streuung angegeben, die dann durch Einf hrung der SCHR DINGER-Funktion auf die nichtklass. Streuung erweitert wird. Zum Schlu  werden die neuesten Berechnungsmethoden der Atomformfaktoren, besonders die von HARTREE, besprochen u. mit den experimentellen Ergebnissen verglichen. (Ergebn. techn. R ntgenkunde 3. 32—45. 1933. Manchester.) SKALIKS.

**R. Brill**, * ber r ntgenographische Bestimmung von Gr o e und Form submikroskopischer Kristalle.* Ausf hrliche Darst. der C. 1931. II. 1455 referierten Arbeit. (Ergebn. techn. R ntgenkunde 2. 115—26. 1931. Ludwigshafen a. Rh., Forsch.-Lab. Oppau d. I. G. Farbenind.) SKALIKS.

**George Glockler**, *Ein neuer Typ von Kristallstrukturmodellen.* Die Modelle werden aus senkrecht stehenden Cellophanscheiben aufgebaut. Die Atome sind als schwarze oder wei e Punkte auf dem Cellophan markiert. (Rev. sci. Instruments [N. S.] 4. 529. Okt. 1933. Univ. of Minnesota.) SKALIKS.

**C. Gottfried**, *Neuere Ergebnisse der R ntgenforschung auf anorganischem Gebiet.*  berblick  ber die wichtigsten r ntgenograph. Arbeiten im Jahre 1929 u. in der 1. H lfte von 1930. Literaturverzeichnis. (Ergebn. techn. R ntgenkunde 2. 183—99. 1931. Heidelberg.) SKALIKS.

**J. D. Bernal**, *Ergebnisse der modernen Metallforschung.* Zusammenfassende  bersicht. — I. Unters.-Methoden. II. Metall. Typen, Strukturen u. Eigg. III. Charakterisierung der metall. Typen durch die Art der Bindungskr fte. IV. Theorie des metall. Zustandes. V. Theorie der Leitf higkeit. — Umfangreiche Tabellen: 1. Gittertypen, 2. Strukturen u. Eigg. der metall. Elemente u. Verb., 3.  bersicht  ber die metall. Elemente (period. System), 4. die wichtigsten r ntgenograph. untersuchten bin ren



intermetall. Systeme. (Ergebn. techn. Röntgenkunde 2. 200—239. 1931. Cambridge.) SKALIKS.

A. J. Bradley, *Die Krystallstruktur von Legierungen*. Übersicht über die interessantesten Fragen. (Sci. Progr. 23. 253—68. Okt. 1933. Manchester, Univ.) SKAL.

Bertil Borén, *Röntgenuntersuchung der Legierungen von Silicium mit Chrom, Mangan, Kobalt und Nickel*. In einem Hochfrequenzofen im Vakuum erschmolzene Legierungen wurden nach der Pulver-, LAUE- u. Drehkrystallmethode mit Cr K- u. Fe K-Strahlung untersucht. — Im System Cr-Si treten 4 intermediäre Phasen auf. Cr<sub>3</sub>Si kristallisiert kub. mit  $a = 4,555 \text{ \AA}$ . Im Elementarkörper befinden sich 8 Atome; Koordinaten: 2 Cr in 0 0 0,  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$ ; 6 Si in  $0 \frac{1}{2} \frac{1}{4}$ ,  $\frac{1}{4} 0 \frac{1}{2}$ ,  $\frac{1}{2} \frac{1}{4} 0$ ,  $0 \frac{1}{2} \frac{3}{4}$ ,  $\frac{3}{4} 0 \frac{1}{2}$ ,  $\frac{1}{2} \frac{3}{4} 0$ . Die 2. intermediäre Phase scheint recht verwickelt zu sein, weder Zus. noch quadrat. Form konnten festgestellt werden. Sie tritt nur bei Temp. unterhalb etwa 1000° auf. Die 3. Phase, CrSi, ist FeSi (vgl. PHRAGMÉN, Jernkontorets Ann. 107 [1923]. 131) vollkommen analog.  $a = 4,620 \text{ \AA}$ . Raumgruppe T<sup>4</sup>; 8 Atome im Elementarwürfel. Die Atome nehmen 2 vierzählige Lagen (6a nach WYCKOFF) ein mit den Parameterwerten  $u_{Cr} = 0,136$ ,  $u_{Si} = 0,846$ . Die Struktur kann als ein Molekülgitter betrachtet werden. Die letzte intermediäre Phase ist CrSi<sub>2</sub>. Der hexagonale Elementarkörper enthält 9 Atome u. hat die Kantenlängen  $a = 4,422$ ,  $c = 6,351 \text{ \AA}$ . Raumgruppe D<sub>6h</sub><sup>4</sup>. Cr in  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{5}{6}$ ,  $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$ ,  $\frac{1}{2} 0 \frac{1}{6}$ ; Si in  $u \frac{5}{6}$ ,  $2 \bar{u} \frac{1}{2}$ ,  $u 2 u \frac{1}{6}$ ,  $\bar{u} u \frac{5}{6}$ ,  $2 u u \frac{1}{2}$ ,  $\bar{u} 2 \bar{u} \frac{1}{6}$ ;  $u = \frac{1}{6}$ . Cr löst ein wenig Si unter Kontraktion des Gitters, dagegen scheint Si kein Cr zu lösen. — Im System Mn-Si treten 3 intermediäre Krystallarten auf: Mn<sub>3</sub>Si, MnSi u. MnSi<sub>2</sub>. Mn<sub>3</sub>Si ist hexagonal;  $a = 6,898$ ,  $c = 4,802 \text{ \AA}$ . Der Elementarkörper enthält 16 Atome. Die genauere Strukturbest. ist noch nicht in Angriff genommen. MnSi hat FeSi-Struktur mit  $a = 4,548 \text{ \AA}$ . Parameterwerte  $u_{Mn} = 0,138$ ,  $u_{Si} = 0,846$ . MnSi<sub>2</sub> ist tetragonal u. ist dem FeSi<sub>2</sub> nicht analog.  $a = 5,513$ ,  $c = 17,422 \text{ \AA}$ . Wahrscheinlich sind 16 MnSi<sub>2</sub> im Elementarkörper vorhanden. Si scheint kein Mn lösen zu können. — Das System Co-Si enthält nur 2 intermediäre Phasen. Co<sub>2</sub>Si kristallisiert rhomb., Raumgruppe C<sub>2v</sub><sup>9</sup> oder V<sub>h</sub><sup>18</sup>.  $a = 3,730$ ,  $b = 4,908$ ,  $c = 7,095 \text{ \AA}$ . Der Elementarkörper enthält wahrscheinlich 12 Atome, u. die Phase hat die oben angegebene Zus. Co<sub>2</sub>Si. (Es gelang nicht, die Phase homogen zu erhalten.) Die andere Phase, CoSi, hat FeSi-Struktur.  $a = 4,438 \text{ \AA}$ . Parameterwerte  $u_{Co} = 0,140$ ,  $u_{Si} = 0,843$ . Sowohl kub. als auch hexagonales Co lösen Si unter Kontraktion der Gitter. Umgekehrt vermag Si das Co u. Ni unter Kontraktion des Si-Gitters zu lösen. — Das System Ni-Si ist ziemlich kompliziert, Vf. hat es noch wenig untersucht. Bis jetzt ist nur das Auftreten einer Verb. NiSi konstatiert worden, sie ist analog FeSi.  $a = 4,437 \text{ \AA}$ . (Ark. Kem., Mineral. Geol. Ser. A 11. Nr. 10. 28 Seiten. 1933. Stockholm, Inst. f. allg. u. anorg. Chem. d. Univ.) SKALIKS.

Winfried Schmidt, *Über thermische Ausdehnungsmessungen an Eisen mittels Röntgenstrahlen*. Es wird eine Röntgenkammer für höhere Temp. beschrieben, mit der die Gitterparameter des Elektrolyteisens bis zu 1435° gemessen werden. Die Heizung der Probe (Draht) geschieht durch zwei der Durchstrahlungsstelle der Probe möglichst nahestehende Öfen mit W-Drahtwicklung. Zur Temp.-Messung dienen an der Probe angeschweißte Thermoelemente aus Pt-PtRh. Um Oxydation des Fe zu vermeiden, ist die Kamera direkt an das Hochvakuum der Elektronenröhre angeschlossen. — Es werden gemessen: die Gitterparameter der  $\alpha$ -Phase zwischen 20 u. 735°, der  $\beta$ -Phase von 795—890°, der  $\gamma$ -Phase von 920—1400° u. der  $\delta$ -Phase bei 1400 u. 1435°. Die Parameter des  $\alpha$ -Fe steigen nahezu linear bis zu 745° an. Im Gebiet der magnet. Umwandlung (CURIE-Punkt), bei etwa 770°, ist deutlich ein steilerer Anstieg der Gitterparameter mit der Temp. zu beobachten. Keine Gitterkontraktion in der von BACH (C. 1929. II. 1131) angegebenen Größenordnung. Die gemessenen Gitterparameter des  $\delta$ -Fe schließen sich den Werten des  $\beta$ -Fe sehr gut an. In einer Kurve wird die Änderung des Vol. pro Atom von Fe mit der Temp. wiedergegeben. Die Raumverminderung beim Übergang  $\beta \rightarrow \gamma$  beträgt etwa 1%, die Raumvermehrung beim Übergang  $\gamma \rightarrow \delta$  ungefähr 0,4%. Die Ausdehnungskoeff. werden berechnet. (Ergebn. techn. Röntgenkunde 3. 194—201. 1933. Dortmund, Forsch.-Inst. d. Vereinigten Stahlwerke A.-G.) SKALIKS.

Gunnar Hägg und Ingrid Sucksdorff, *Die Krystallstruktur von Troilit und Magnetkies*. Ausführliche Mitt. über die C. 1933. I. 3279 ref. Arbeit. Die neue Art von festen Lsgg., die Vf. in den Magnetkiesen (Phyrrhotinen) gefunden haben, wird Subtraktionsphase genannt. (Bisher waren feste Lsgg. bekannt, die unter Addition



[Einlagerung] oder Substitution von Atomen entstehen.) (Z. physik. Chem. Abt. B 22. 444—52. Sept. 1933. Stockholm, Inst. f. allg. u. anorgan. Chemie d. Univ.) SKAL.

**Gunnar Hägg und Anna-Lisa Kindström**, *Röntgenuntersuchung am System Eisen-Selen*. (Vgl. vorst. Ref.) Nach einer Beschreibung der Darst. der Präparate u. ihrer chem. Analyse, die sich als sehr schwierig erwies, werden die Ergebnisse der Röntgenunters. mitgeteilt (Fokussierungsverf. mit CrK-Strahlung): Bei 50 Atom-% Se treten 2 intermediäre Phasen auf. Die eine ist unterhalb einer Temp. zwischen 300 u. 600° stabil u. besitzt B 10-Struktur (PbO-Typus). Die Elementarzelle ist einfach tetragonal u. enthält 2 Fe-Atome in den Lagen 0 0 0,  $\frac{1}{2}$   $\frac{1}{2}$  0 u. 2 Se-Atome in  $0 \frac{1}{2} u$ ,  $\frac{1}{2} 0 \bar{u}$  ( $u = 0,26$ ). Die höchstsymm. Raumgruppe ist  $D_{4h}^{17}$ . Identitätsperioden:  $a = 3,765$ ,  $c = 5,518$  Å. Bei Se-Gehh. oberhalb 50 Atom-% ist diese Phase nicht stabil. — Oberhalb der genannten Temp. existiert eine Phase mit B 8(NiAs)-Struktur. Sie vermag Se unter beträchtlicher Gitterkontraktion zu lösen u. wird dann auch bei niedrigeren Temp. stabil. Bei etwa 53 Atom-% Se tritt eine Deformation ein, so daß aus der orthohexagonalen Elementarzelle der B 8-Struktur eine monokline Zelle entsteht. Mit wachsendem Se-Geh. wird die Deformation größer u. erreicht bei etwa 55—56 Atom-% ein Maximum. Sie geht dann zurück, bis die Phase bei 57,5 Atom-% Se ihre Se-reichste Homogenitätsgrenze erreicht. Die Gitterkontraktion ist bis zu dieser Grenze stetig. Vergleiche zwischen beobachteten u. aus den Röntgendaten berechneten D.-Werten machen es wahrscheinlich, daß hier eine feste Lsg. vom Subtraktionstyp vorliegt (vgl. vorst. Ref.). Die Lsg. von Se in FeSe beruht also auf dem Auftreten von Lücken im Fe-Gitter. — Inzwischen 57,5 u. 100 Atom-% Se scheint keine stabile intermediäre Phase zu existieren. (Z. physik. Chem. Abt. B 22. 453—64. Sept. 1933.) SKALIKS.

**O. Stierstadt**, *Krystallstruktur und elektrische Eigenschaften*. III. *Gitterbau und Leitfähigkeit von Bi-Binkristallen bei longitudinaler Magnetisierung*. (II. vgl. C. 1933. II. 3394.) Wie beim Transversaleffekt (vgl. II., I. c.), so zeigt sich auch bei longitudinalem Feld, daß unter dem Einfluß eines Magnetfeldes sich der Bau eines Metallkristallgitters in seinen Einzelheiten deutlich in der elektr. Leitfähigkeit ausprägt, was ohne äußeres Feld nicht der Fall ist. (Z. Physik 85. 697—707. 14/10. 1933. Hannover, Physikal. Inst. d. Techn. Hochsch.) SKALIKS.

**J. F. Keggin**, *Struktur des Moleküls der 12-Phosphorwolframsäure*. Die Kristallstruktur wurde röntgenograph. nach der Pulvermethode bestimmt. Die P-Atome befinden sich in den Mittelpunkten von tetraedr. Gruppen aus 4 O-Atomen, während jedes W-Atom annähernd im Mittelpunkt eines deformierten Oktaeders aus 6 O-Atomen liegt. Das komplexe Säureanion hat eine Koordinationsstruktur, es besteht aus einer zentralen  $PO_4$ -Gruppe u. 12  $WO_6$ -Gruppen als Umgebung, die O-Atome gemeinsam haben; die Gesamtsymmetrie des Komplexes ist  $T_d$ . Die 12  $WO_6$ -Oktaeder bestehen aus 4 Gruppen von je 3  $WO_6$ , die um eine trigonale Achse angeordnet sind. Der Bau des Anions  $PW_{12}O_{40}^{-3}$  wird noch genauer beschrieben u. durch Zeichnungen erklärt. — In der teilweise dehydratisierten Säure mit 6 oder 7  $H_2O$  pro Mol., die in vorliegender Arbeit untersucht wurde, befinden sich die Säureanionen in einer körperzentrierten kub. Packung:  $T_d^3$ . Identitätsperiode:  $a = 12,14 \pm 0,005$  Å. Das Kristallwasser füllt die Lücken der Packung aus. Die für diese Struktur berechneten Intensitäten stimmen mit den experimentell bestimmten gut überein. — Die der Kristallstruktur entsprechende Formel der Säure ist  $H_3PW_{12}O_{40}$ ; sie wird vielleicht am besten  $H_3P(W_3O_{10})_4 \cdot n H_2O$  geschrieben, wodurch ausgedrückt wird, daß das Anion eine modifizierte tetraedr.  $PO_4^{-3}$ -Gruppe ist, in welcher jedes O durch eine  $W_3O_{10}^{-2}$ -Gruppe ersetzt ist. Jede  $W_3O_{10}^{-2}$ -Gruppe besteht aus 3  $WO_6$ -Oktaedern, die O-Atome mit anderen Oktaedern gemeinsam haben. (Nature, London 131. 908—09. 24/6. 1933. Manchester, Univ., Physikal. Lab.) SKALIKS.

**J. F. Keggin**, *Struktur der Krystalle der 12-Phosphorwolframsäure*. In der vorst. referierten Arbeit wurde die Struktur der teilweise entwässerten Säure bestimmt; in der vorliegenden Arbeit wird (ebenfalls nach der Pulvermethode) die W.-haltige Verb.  $H_3PW_{12}O_{40} \cdot 30 H_2O$  untersucht: farblose Oktaeder aus wss. Lsg. bei Zimmertemp. Kante des Elementarwürfels:  $a = 23,281 \pm 0,002$  Å. 8 Moll. Inhalt. Die Säureanionen besetzen Punktlagen, die der Diamantstruktur entsprechen. Die Struktur dürfte der von HOARD (C. 1933. I. 2513) für Salze der 12-Phosphormolybdän- u. 12-Silicomolybdänsäure gefundenen entsprechen. (Nature, London 132. 351. 2/9. 1933. Manchester, Univ.) SKALIKS.



**W. T. Astbury**, *Die röntgenographische Deutung der Faserstruktur.* (Sci. Progr. **28**. 210—28. Okt. 1933. — C. 1933. II. 955.) SKALIKS.

**P. Debye** und **H. Menke**, *Untersuchung der molekularen Ordnung in Flüssigkeiten mit Röntgenstrahlung.* Neben einer ausführlicheren Darlegung der allgemeinen Grundlagen werden die C. 1932. II. 2790 referierten experimentellen Ergebnisse an Hg mitgeteilt. (Ergebn. techn. Röntgenkunde **2**. 1—22. 1931. Leipzig.) SKALIKS.

**H. Mark**, *Die interferometrische Untersuchung der Molekülgestalt.* Inhaltlich ident. mit den C. 1931. I. 1874. II. 1103 referierten Abhandlungen. (Ergebn. techn. Röntgenkunde **2**. 43—52. 1931. Ludwigshafen a. Rh.) SKALIKS.

**Otto Beeck**, *Die Erzeugung von neutralen Strahlen von mehreren Hundert Ionen-Volt-Äquivalent, die absolute Messung ihrer Intensität und die Ionisierungsfunktion der Argon-Strahlen in Argon.* Die experimentellen Unterss. sowie die theoret. Betrachtungen haben zu der Annahme geführt, daß die Möglichkeit der Ionisierung eines Atoms durch ein stabiles Atom oder Ion gleicher Energie am größten ist, wenn das Atom von einem Atom gleicher Art getroffen wird. Vf. hat eine Methode ausgearbeitet zur Erzeugung eines starken monochromat. Bündels von Atomstrahlen bis zu mehreren Hundert Ionen-Volt-Äquivalent, dessen absol. Intensität durch eine Thermomethode gemessen wird. Zuerst wird die Ionisierungsfunktion von  $\text{Ar}^0$  in Ar untersucht, u. zwar zwischen 350 u. 650 Ionen-Volt-Äquivalent. Es wurden etwa 4-mal so große Ionisierungswerte gefunden, wie bei den Zusammenstößen von  $\text{K}^+$  u. Ar bei den gleichen Energien. (Physic. Rev. [2] **44**. 317. 15/8. 1933. California Inst. of Techn.) G. SCHMIDT.

**J. M. W. Milatz**, *Über den Einfluß von Raumladungserscheinungen bei der Messung von Anregungsfunktionen.* Beschreibung einer Methode zur Messung der Geschwindigkeit von Elektronenbündeln u. Anwendung zur Best. von Raumladungen, die bei der Messung der Anregungsfunktion der metastabilen Ne-Zustände störend wirken. (Z. Physik **85**. 672—75. 30/9. 1933. Utrecht, Physikal. Inst. d. Reichsuniv.) ZEISE.

**L. S. Ornstein** und **H. C. Burger**, *Intensitätsverhältnis von Balmer- und Paschenlinien.* II. Frühere Messungen (vgl. C. 1930. II. 2610) des Intensitätsverhältnisses von BALMER- u. PASCHEN-Linien, die keine Bestätigung der SCHRÖDINGERSCHEN Theorie erbrachten, werden wiederholt. Dabei ergibt sich für die eine Lichtquelle derselbe Wert wie früher, für die andere jedoch ein abweichender Wert; eine Erklärung ist hierfür noch nicht möglich. (Z. Physik **83**. 177—78. 14/6. 1933. Utrecht, Physikal. Inst. d. Reichsuniv.) ZEISE.

**Louis Harris**, **W. S. Benedict** und **G. W. King**, *Form und Schwingungsfrequenzen des Moleküls  $\text{NO}_2$ .* Als wichtigstes Argument gegen die von BAILEY u. CASSIE (C. 1933. I. 3283) angenommene lineare Gestalt des Mol.  $\text{NO}_2$  betrachten die Vff. die Kompliziertheit der Feinstruktur der Absorptionsbanden im Sichtbaren u. Ultraviolett. Die isolierte  $\text{NO}_2$ -Bande bei 2491 Å hat gut entwickelte Zweige, die den Rotationen um 2 verschiedene Trägheitsachsen entsprechen. Mit größerer Auflösung fanden die Vff. noch Anzeichen für eine 3. Trägheitsachse u. für eine stumpfwinklige Form des Mol. (Winkel an der Spitze größer als  $110^\circ$ ). Bei  $751,1$  u.  $1321,1 \text{ cm}^{-1}$  treten schwächere Banden von fast gleicher Struktur auf, die nach quantitativen Messungen des Temp.-Koeff. der Absorption zum Grundzustand gehören u. vermutlich die Grundfrequenzen  $\nu_2$ ,  $\nu_1$  sind ( $\nu_3 = 1621 \text{ cm}^{-1}$ ). Aus den ultraroten Daten ergibt sich keine so sichere Antwort auf die Frage nach der Gestalt des Mol. Da alle ultraroten  $\text{NO}_2$ -Frequenzen im  $\text{N}_2\text{O}_4$ -Spektrum wieder erscheinen, kann die Bindung zwischen den beiden  $\text{NO}_2$  nicht stark genug sein, um die Bindung in jedem  $\text{NO}_2$  merklich zu ändern. (Nature, London **131**. 621. 29/4. 1933. Cambridge, Mass., Res. Inst. of Phys. Chem. Inst. of Techn.) ZEI.

**C. R. Bailey** und **A. B. D. Cassie**, *Gestalt und Schwingungszahlen des Stickstoffdioxidmoleküls.* Erwiderung auf die Kritik von HARRIS, BENEDICT u. KING (vorst. Ref.). Die von diesen als Grundschwingungen angesehenen Frequenzen von  $751 \text{ cm}^{-1}$  u.  $1321 \text{ cm}^{-1}$  gehören nach LOWRY u. SUTHERLAND zu  $\text{N}_2\text{O}_4$  bzw.  $\text{NaNO}_2$ .  $641 \text{ cm}^{-1}$  ist als eine Grundschwingung des gradlinigen  $\text{NO}_2$ -Moleküls anzusehen. (Nature, London **131**. 910—11. 24/6. 1933. London, Univ. Coll.) GUGGENHEIMER.

**Ramón G. Loyarte**, *Die Anregungsspannungen des Argons.* Für das Ar-Atom wurden die einer Anzahl opt. bekannter Übergänge entsprechenden Potentiale bestimmt u. Potentiale, die auf das Vorhandensein bisher unbekannter Niveaus deuten. Für das Potential 12 V wurde mittels bekannter Niveaus u. opt. nichtklassifizierter Linien der ihm möglicherweise entsprechende Term berechnet. So wurden vier bisher nicht klassifizierte Linien mittlerer Intensität genau bestimmt. (An. Soc. cient. argent. **115**. 341—66. 1933.) SCHNURMANN.



**A. H. Pfund**, *Die optischen Eigenschaften von metallischen und kristallinen Pulvern*. Das vom Vf. für die Herst. von Bi-Schwarz ausgearbeitete Verf. (C. 1930. II. 3729) wird auf die folgenden Elemente ausgedehnt: Au, Ag, Ni, Cu, Zn, Cd, Pb, Sb, Se u. Te. Gasdruck: 3–5 mm, H<sub>2</sub> oder Luft. Die Metalle wurden auf dünnen Nitrocellulosemembranen aufgefangen. Die Durchlässigkeit der Schichten für ultrarotes Licht wird gemessen. Sie ist, wie namentlich das Verh. des bei verschiedenen Drucken dest. Se zeigt, von der Korngröße abhängig. Als Lichtfilter sind die schwarzen Metalle dem MgO überlegen. Zwischen der Ultrarotdurchlässigkeit einiger Metalle mit derselben Durchlässigkeitsgrenze im kurzwelligen Gebiet (Se, Te, Bi, Zn) u. deren elektr. Widerstand besteht eine Parallele. Zn-Schwarz läßt im Spektralgebiet 1–14  $\mu$  weniger als 1% Licht durch (ebenso reflektiert es weniger als 1%), zwischen 40–70  $\mu$  weniger als 5%. NaCl, bei 3 mm Druck dest., ist blaßgelb durchsichtig. Nach Luftzutritt nimmt der Film eine tiefere Farbe an. Durch Verweilen der Schicht in feuchter Luft wird ihre Ultrarotdurchlässigkeit vermindert (Kornvergrößerung durch Rekrystallisation?). Radiometer können dadurch für langwelliges Ultrarot empfindlich gemacht werden, daß man auf den Flügeln NaCl u. darüber TiCl niederschlägt. Quarzpulver mit einer Teilchengröße von 5  $\mu$  besitzt in dünner Schichte eine relativ scharfe Durchlässigkeitsbande bei 7,3  $\mu$ . Polierter Quarz zeigt bei derselben Wellenlänge ein Minimum der Reflexion (weniger als 1%). Für Calcitpulver (Teilchengröße 7  $\mu$ ) liegt ein ebensolches Durchlässigkeitsmaximum u. Reflexionsminimum bei etwa 6,2  $\mu$ . (J. opt. Soc. America 23. 375–78. Okt. 1933. JOHNS HOPKINS UNIV.) KUTZELNIGG.

**K. S. Krishnan** und **B. Mukhopadhyay**, *Pleochroismus und Doppelbrechung in Krystallen*. BRAGG erklärt die starke Doppelbrechung einiger Carbonate u. Nitrate durch die Wechselwrkg. der induzierten Dipole. Diese kann noch unter einem etwas anderen Gesichtspunkt betrachtet werden. Wenn man sich auf das sichtbare Gebiet u. das nahe Ultraviolett beschränkt, dann ist die Wrkg. einer Änderung der Eigenfrequenzen der Ionen äquivalent; für Nitrat-, Carbonat- u. ähnliche Ionen wachsen die Eigenfrequenzen für Schwingungen in Richtung ihrer Achsen, für dazu senkrechte Schwingungen nehmen sie ab. Daraus folgt für die erstgenannten Schwingungen die kleinere Brechbarkeit. — Beim Übergang vom Sichtbaren zum Ultraviolett sollte man erwarten, daß die Absorption der Ionen für Schwingungen senkrecht zur Achse früher beginnt als für Schwingungen parallel der Achse. Das wurde tatsächlich bereits früher gefunden (C. 1930. II. 1340). Vf. haben nun die Absorption verschiedener anderer Krystalle untersucht (*Calcit, Dolomit u. Ankerit*; ferner *Aragonit u. KClO<sub>3</sub>*). Alle zeigen Pleochroismus im Ultravioletten, der mit abnehmender Wellenlänge stärker wird; die Schwingungen parallel der opt. Achse werden weniger absorbiert als die dazu senkrechten. — In starkem Gegensatz dazu stehen Anhydrit, Cölestin, Baryt u. Selenit, die prakt. keinen Pleochroismus zeigen; bei diesen Krystallen ist die Doppelbrechung bekanntlich gering. (Nature, London 132. 411. 9/9. 1933. Calcutta.) SKALIKS.

**William J. Jones**, **Walter Cule Davies** und **W. J. Cecil Dyke**, *Brechungswerte flüssiger Phosphorverbindungen*. Vf. teilen tabellar. die Brechungsindizes u. Mol.-Refr. von P, P<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, PCl<sub>3</sub>, POCl<sub>3</sub>, PSCl<sub>3</sub>, PBr<sub>3</sub> u. 60 organ. P-Verbb. u. die daraus ermittelten Atom- u. Gruppenrefraktionen mit. Als mittlere Werte (zuerst nach GLADSTONE-DALE, dann nach LORENZ-LORENTZ) ergeben sich für die D-Linie folgende Atomrefraktionen: P: 14,23, 9,14; O in  $\equiv C-O-P$  =: 1,38, 0,98; O in  $\equiv P \rightarrow O$  =: -2,13, -1,15; O in  $=P(\rightarrow O)-O-P(\rightarrow O)$  =: 3,31, 1,00; S in  $\equiv P \rightarrow S$ : 11,43, 6,23; S in  $\equiv C-S-P$  =: 14,22, 7,49; Cl: 10,21, 5,71; P in Trialkylphosphinen: 14,23, 9,14; P in Phenylalkylphosphinen: 17,32, 9,81; P in p-Tolyldialkylphosphinen: 17,93, 10,20; P in p-Äthylphenylalkylphosphinen: 18,56, 10,40; P in p-Xyllyldialkylphosphinen: 18,01, 9,93; P in p-Methoxyphenylalkylphosphinen: 18,64, 10,39; P in p-Phenoxyphenylalkylphosphinen: 20,51, 9,83; P in Trialkylorthophosphiten: 9,72, 7,09; P in Trialkylorthophosphaten: 4,85, 4,39; Oktett C<sub>3</sub>P: 10,954. (J. phys. Chem. 37. 583–96. Mai 1933. Cardiff, Univ. Coll., Tatam Lab.) R. K. MÜLLER.

**Kurt Hans von Klitzing**, *Ein experimenteller Beitrag zur Kenntnis der magneto-optischen Drehung des Nickels*. FARADAY-Effekt u. KERR-Effekt werden an Ni im ultraroten Spektralgebiet in Abhängigkeit von der Wellenlänge, magnet. Feldstärke u. Temp. gemessen. Beim KERR-Effekt scheint die Drehung der Polarisationsbene weitgehend der Magnetisierung proportional zu sein. Der Verlauf der Rotationsdispersion ist bei beiden Effekten derselbe, aber mit entgegengesetztem Drehsinn. (Z. Physik 85. 240–52. 4/9. 1933. München.) ZEISE.



**H. Gordon Rule, Mary M. Barnett und James P. Cunningham, Untersuchungen über Lösungsmittel.** VII. Drehvermögen von Äthyltartrat in Abhängigkeit vom Lösungsmittel, von der Konzentration, dem Assoziationsgrad und der Temperatur. (VI. vgl. C. 1933. II. 526.) Die Unterss. der früheren Arbeiten werden am Äthyltartrat fortgesetzt. Das Drehungsvermögen wird bei verschiedenen Konz. in folgenden Lösungsmitteln gemessen:  $s\text{-C}_6\text{H}_5(\text{CH}_3)_3$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{OMe}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$ ,  $\text{C}_6\text{H}_6$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{J}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CN}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{NO}_2$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{CHO}$ . Es ergibt sich, daß mit wachsendem Dipolmoment die Rechtsdrehung zunimmt. Die Konz.-Abhängigkeit des Drehungsvermögens ist in einem Diagramm dargestellt. Im nichtpolaren Medium ist das Drehungsvermögen in sehr verd. Lsgg. sehr klein, in hochpolaren Lsgg. ist es bei großer Verdünnung besonders groß. Erschwert wird ein exakter Vergleich der weniger polaren Lösungsmm. durch auftretende Maxima u. Minima in den Kurven oder durch Assoziation des Esters, doch ist die Tatsache deutlich zu erkennen, daß die Änderung der Drehung, die bei Vergrößerung der Esterkonz. stattfindet, in derselben Richtung verläuft, wie in dem Fall, daß bei geringer Konz. die Polarität des Mediums höher wird. Es werden frühere Unterss. in aliphat. Lösungsmm. (vgl. PATERSON, C. 1908. I. 1672) diskutiert u. ein analoges Verh. festgestellt. Bei Temp.-Erhöhung konvergieren die Kurven, die die Abhängigkeit des Drehungsvermögens von der Temp. darstellen, gegeneinander, während die Kurve des homogenen Esters zwischen beiden liegt. (J. chem. Soc. London 1933. 1217—23. Sept. Edinburgh, Univ.) GAEDE.

**Erich Tiede und Heinz Lüders, Lumineszenzfähige Aluminiumoxyde und ihre kristallochemischen Beziehungen zu den natürlichen und synthetischen Edelsteinen vom Korundtypus und deren Färbungen.** Die mit dem  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (Korund) isomorphen Sesquioxide des Ti, Fe, V u. Ga geben mit diesem fluoreszenzfähige Systeme (Kathodenstrahlen-Erregung!), verhalten sich also ebenso wie  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  u.  $\text{Rh}_2\text{O}_3$  (vgl. E. TIEDE u. R. PIWONKA, C. 1931. II. 2424). — Das weinrot fluoreszierende  $\text{Ti}_2\text{O}_3$ -Präparat wird erhalten, indem man  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  mit 0,05%  $\text{TiO}_2$  verreibt u. in einem mit  $\text{TiCl}_4$  beladenen  $\text{H}_2$ -Strom bei 1000° glüht; stahlblaues bis tintenblaues Pulver, das nicht nachleuchtet. Glüht man dasselbe Gemisch an der Luft bei 1350°, so erhält man einen  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti-Phosphor}$ , der immer noch Spuren von  $\text{Ti}_2\text{O}_3$  enthält. Diese Lumineszenzerscheinungen können zum Ti-Nachweis in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -haltigen Prodd. herangezogen werden. Der Ti-Phosphor besitzt in Analogie zu den Pt- u. Mn-Phosphoren 2 Emissionsbanden. — Die Banden der verschiedenen Fluorophore zeigen auffallend analogen u. symm. Bau. Die durchschnittliche Bandenausdehnung läßt sich mit der zunehmenden Deformation der Fluorophore in der Richtung der langen Rhomboederachse in Beziehung setzen, wodurch man folgende Reihe erhält:  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ga}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3\text{-Ti}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-Rh}_2\text{O}_3\text{-V}_2\text{O}_5$ . — Um die Eigg. der Präparate mit denen der synthet. u. der natürlichen Edelsteine vom Korundtypus zu vergleichen, wurden die Pulver im verbesserten Kathodenstrahlrofen nach TIEDE geschmolzen. Natürliche Rubine leuchten im Gegensatz zu den künstlichen Rubinen niemals nach, was für eine ideale Mischkristallbildg. in jenen spricht. Die gelbrote Farbe der siames. Rubine ist auf die Anwesenheit von  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  neben  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  zurückzuführen.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  in isomorpher Einlagerung ergab in der Schmelzprobe gelbe bis gelbbraune Farbe. — Der geschmolzene  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ -Fluorophor ist farblos. — V-Präparate gaben graugrüne Schmelzen, die im Kunstlicht violettrot erscheinen. Der „alexandritartige Saphir“ stimmt mit dem durch  $\text{V}_2\text{O}_5$  isomorph gefärbten  $\text{Al}_2\text{O}_3$  überein. — Blau gefärbte Prodd. (künstliche Saphire) können bei möglichst isomorpher Einlagerung von  $\text{Ti}_2\text{O}_3$  in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  auch ohne Fe-Zusatz erhalten werden. Das Fe erleichtert offenbar nur den Übergang des Ti in die Sesquioxystufe. (Ber. dtsch. chem. Ges. 66. 1681—89. 8/11. 1933. Berlin, Chem. Inst. der Univ.) KUTZELNIGG.

**A. Jabłoński, Ausbeute der anistokesschen Fluoreszenz in Farbstoffen.** Die Beobachtung von KAUTSKY (C. 1932. I. 2440), daß energet. isolierte (z. B. adsorbierte) Farbstoffe Phosphoreszenz zeigen, deutet Vf. so: In solchen Moll. liegt unter dem n. ein metastabiler Anregungszustand, so daß die angeregten Moll. entweder zum Grundzustand zurückkehren (Fluoreszenz) oder zu dem metastabilen Zustand übergehen können. Da die Übergangswahrscheinlichkeit von diesem zum Grundzustand sehr klein ist, so werden bei hohen Tempp. zahlreiche Moll. vom metastabilen in den Anregungszustand gehoben werden u. von hier aus nach einiger Zeit zum Grundzustand zurückkehren (Phosphoreszenz bei Zimmertemp.). Bei tiefen Tempp. wird der direkte Übergang vom metastabilen zum Grundzustand u. (mit sehr kleiner Wahrscheinlichkeit) auch der umgekehrte Übergang stattfinden. Diese schwache langwellige Absorptionsbande muß in Lsgg. völlig inakt. sein, da hier der metastabile Zustand aus-



gelöscht wird. (Nature, London 131. 839—40. 10/6. 1933. Warschau, Inst. f. Exper.-Physik d. Univ.)

W. Baumann und Reinhard Mecke, Das ultrarote Sonnenspektrum von  $\lambda$  10000 bis  $\lambda$  7600 A.E. Leipzig: J. A. Barth 1934. (56 S.) 4<sup>o</sup>. nn M. 12.—

G. Bodtker-Naess und O. Hassel, Ionenabstände in Kristallen von Komplexsalzen mit Fluoritstruktur. Oslo: Dybwad in Komm. 1933. (12 S.) gr. 8<sup>o</sup>. = Avhandlingar utgitt av det Norske Videnskaps-Akademi i Oslo. I. Mat.-naturvid. Kl. 1933, Nr. 7. nn Kr. 1.50.

### A<sub>3</sub>. Elektrochemie. Thermochemie.

H. Staub, *Untersuchung der dielektrischen Eigenschaften des Seignettesalzes mittels Röntgenstrahlen*. Kurze Mitt. über die C. 1933. II. 991 referierte Unters. (Helv. physica Acta 6. 254—56. 1933. Zürich, E. T. H.) SKALIKS.

H. Dziejewski, *Metallbogen in Luft*. Vf. hat in Fortsetzung einer früheren Arbeit (vgl. C. 1931. II. 2428) die der Elektromotor. entgegengesetzt gerichtete Kraft (C. E. K.) im Metall-Lichtbogen für verschiedene Elektrodenmaterialien (W, Ta, Mo, Cu, Ni, Fe) bei gleicher Elektrodenform in Abhängigkeit von der Lichtbogenlänge, dem Durchmesser der Elektroden u. der Stromstärke untersucht. Die an der Kathode u. an der Anode gemessenen C. E. K.-Werte sind für alle untersuchten Metalle in ihrer Größe u. ihrem Vorzeichen konstant, vorausgesetzt, daß die Bogenbedingungen wie Druck, Bogenlänge, Stromstärke, Außentemp., Oberflächenzustand der Elektroden, die gleichen sind. Aus seinen Resultaten schließt Vf., daß die C. E. K. in einer dünnen Haut lokalisiert ist, die den Elektroden unmittelbar anliegt, in Übereinstimmung mit Überlegungen von DUDDELL u. HAGENBACH-WEHRLI (z. B. Z. Physik 26 [1924]. 23). (Acta phys. polon. 2. 51—58. 1933. Warschau, I. Phys. Inst. der École Polytechnique.) KOLLATH.

P. Jaulmes, *Die Zunahme der Flüchtigkeit flüchtiger Säuren in wässriger Lösung durch die Wirkung der Elektrolyte, die ein gemeinsames Ion mit der Säure besitzen*. (Vgl. C. 1933. I. 29.) Es wird der Gang der Ionisation einer flüchtigen Säure unter dem Einfluß kleiner Mengen starker Säuren berechnet. Es ergibt sich  $(T - A)/T = K/L$ , wobei  $T$  die gesamte molekulare Konz. der flüchtigen Säure bedeutet,  $A$  die Konz. der Anionen,  $K$  den Dest.-Koeff., den die Messung ergibt u.  $L$  den früher (C. 1933. II. 3544) gemessenen Dest.-Koeff. der nicht ionisierten Säure. Eine analoge Wrkg. üben Na-Formiat u. Na-Acetat auf die Flüchtigkeit der Ameisensäure bzw. der Essigsäure aus. Die experimentellen Ergebnisse stehen im Einklang mit der Theorie. Es wird die Menge der Säure bestimmt, die nötig ist, um die Dissoziation einer flüchtigen Säure grade zum Verschwinden zu bringen u. zwar der Zusatz von Weinsäure zu Essigsäure oder Ameisensäure. Bei der letzteren zeigt es sich, daß die Stärke der Weinsäure nicht genügt, die Dissoziation völlig zurückzudrängen.  $H_2SO_4$  dagegen ist bei beiden Säuren anwendbar. Es wird die Wrkg. der Temp.-Änderungen besprochen. Derartige Verss., an Ameisen-, Essig- u. Propionsäure ausgeführt, ergeben, daß in diesem Fall der Dest.-Koeff. der Säure sich während der ganzen Dauer der Dest. nicht ändert. (J. Chim. physique 30. 347—55. 25/5. 1933. Lab. de Chimie Physique de la Faculté des Sciences de Montpellier.) GAEDE.

Charles A. Kraus und W. Harlow Kahler, *Eigenschaften elektrolytischer Lösungen*. VI. Die Leitfähigkeit von Natriumtriphenylstannid, Natriumtriphenylgermanid und Triphenylmethylnatrium in flüssigem Ammoniak. (V. vgl. C. 1933. II. 1311.) Es wird die Leitfähigkeit der Na-Salze von Triphenylzinn ( $NaSn(C_6H_5)_3$ ), Triphenylgermanium ( $NaGe(C_6H_5)_3$ ) u. Triphenylmethyl ( $NaC(C_6H_5)_3$ ) in fl. Ammoniak bestimmt. Die Salze erleiden unter den Meßbedingungen keine merkliche Ammonolyse. Dagegen sind diese Salzlsgg. in großen Verdünnungen instabil, besonders Triphenylmethylnatrium. Am stabilsten ist Na-Triphenylstannid. Daher lassen sich die Dissoziationskonstanten nicht genau berechnen. Die Salze sind sehr starke Elektrolyte. Die Dissoziationskonstante von Na-Triphenylstannid ist ungefähr  $4 \times$  so groß wie die von  $NaBrO_3$ . (J. Amer. chem. Soc. 55. 3537—42. Sept. 1933.) GAEDE.

Charles A. Kraus und Edmund G. Johnson, *Eigenschaften elektrolytischer Lösungen*. VII. Die Leitfähigkeit von Natriumtrimethylstannid und von Natriumsalzen bestimmter Phenole und Thioalkohole in flüssigem Ammoniak. (VI. vgl. vorst. Ref.) Gemessen werden die Na-Salze von Trimethylzinn, Phenol,  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Naphthol, Äthylmercaptan u. Thiophenol bei  $-33^\circ$ .  $NaSn(CH_3)_3$  ist ähnlich instabil wie das entsprechende Triphenylsalz. Ein Vergleich der Leitfähigkeiten der beiden Salze ergibt,



wie erwartet, daß das Trimethylsalz der schwächere Elektrolyt ist. Die Meßergebnisse u. die berechneten Konstanten für die übrigen Salze sind tabellar. wiedergegeben. Die Dissoziationskonstante von Na-Phenolat ist  $3,82 \cdot 10^{-4}$ , für  $\beta$ - u.  $\alpha$ -Naphtholat 6,50 bzw.  $8,08 \cdot 10^{-4}$ . Der Einfluß der größeren Naphthylgruppe auf die Dissoziationskonstante ist deutlich zu erkennen. Der Unterschied zwischen der  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Form zeigt, daß nicht nur die Größe, sondern auch die Verknüpfung von Substituent u. Zentralatom auf die Dissoziationskonstante bestimmend wirkt. Der Ersatz des Sauerstoffatoms durch das größere Schwefelatom führt zu einer Vergrößerung der Dissoziationskonstanten der entsprechenden Derivv. Für Na-Äthylsulfid ist  $K = 22,5 \cdot 10^{-4}$ , für Na-Thiophenolat  $36,0 \cdot 10^{-4}$ . Letzteres gleicht dem stärksten anorgan. Elektrolyten NaBrO<sub>3</sub> mit  $K = 35,0 \cdot 10^{-4}$ . (J. Amer. chem. Soc. 55. 3542—47. Sept. 1933. Providence, Rhode Island, The Chem. Lab. of Brown Univ.) GAEDE.

**Charles A. Kraus und Paul B. Bien**, *Eigenschaften elektrolytischer Lösungen*. VIII. Die Leitfähigkeit einiger ternärer Salze in flüssigem Ammoniak. (VII. vgl. vorst. Ref.) Es wird die Leitfähigkeit folgender Salze in fl. NH<sub>3</sub> bei —33° gemessen: Dinatriumtetraphenyldistannid Na<sub>2</sub>[Sn(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>, Dikaliumdiphenylhydrazid K<sub>2</sub>(NC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, Mononatriumketyl NaOC(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, Diphenyloxymethylnatrium NaOCH(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, Benzophenondinatrium (Dinatriumketyl) Na<sub>2</sub>OC(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>. Die Leitfähigkeitskurven sind graph. dargestellt. Alle Salze sind sehr schwache Elektrolyte. Mononatriumketyl u. Benzophenondinatrium zeigen annähernd gleiche Ionisation. Mononatriumketyl ist kein einfacher binärer Elektrolyt, es scheint ein binär-ternäres Gleichgewicht zu existieren. Das Salz leitet besser als Diphenyloxymethylnatrium. Danach scheint die Konst. dieser Salze eine wesentliche Rolle zu spielen. Dikaliumbenzhydrazid ist schwächer als Benzophenondinatrium, es ist hier ein ternäres Gleichgewicht vorhanden. Dinatriumtetraphenyldistannid leitet verhältnismäßig gut. Bei niedrigen Konz. nähert sich die Leitfähigkeit der des Na-Triphenylstannids. Es wird Dissoziation des Anionkomplexes angenommen, Gleichgewicht zwischen (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>Sn<sup>—</sup> u. [(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>Sn]<sub>2</sub><sup>—</sup>. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3609—14. Sept. 1933. Providence, Rhode Island, The Chem. Lab. of Brown Univ.) GAEDE.

**Raymond M. Fuoss und Charles A. Kraus**, *Eigenschaften elektrolytischer Lösungen*. IX. Die Leitfähigkeit einiger Salze in Benzol. (VIII. vgl. vorst. Ref.) Vff. konstruieren ein Leitfähigkeitsgefäß, das erlaubt, Konz. unterhalb  $10^{-6}$ -n. mit einer Genauigkeit von wenigen % zu messen (vgl. I. C. 1933. I. 1746). Gemessen werden Tetraisoamylammoniumrhodanid, -pikrat, -jodid, -bromid, -chlorid u. -fluorid in Bzl. bei 25° u. Konz. von 0,02—0,000001-n. Die Leitfähigkeit folgt in einem nichtpolaren Elektrolyten dem Massenwirkungsgesetz. Für Pikrat, Rhodanid, Jodid u. Bromid werden Minima in der Leitfähigkeit u. der Anstieg der Kurven nach beiden Seiten gefunden. Für Chlorid u. Fluorid ist die Stelle des Minimums fixiert, während der Kurvenast für noch größere Verdünnungen nicht gegeben ist. Die Dissoziationskonstanten sind von der Größenordnung  $10^{-18}$ . Innerhalb der Halogenide ist Jodid das stärkste Salz,  $K = 5 \cdot 10^{-18}$  u. Fluorid das schwächste,  $K = 6 \cdot 10^{-19}$ . Es wird die Beziehung zwischen der Struktur der Elektrolyte u. ihren Leitfähigkeitskurven in Lösungsm. mit niedriger DE. diskutiert. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3614—20. Sept. 1933. Providence, Rhode Island, The Chem. Lab. of Brown Univ.) GAEDE.

**E. P. Flint und Lansing S. Wells**, *Die Aktivitätskoeffizienten des Hydroxylions in Calciumhydroxydlösungen bei 30°*. (Vgl. C. 1929. I. 1672.) Bei 30° wird die EK. der Kette H<sub>2</sub> | Ca(OH)<sub>2</sub> (c) | KCl (gesätt.) | HgCl + Hg für Konz. von Ca(OH)<sub>2</sub> von 0,050—1,199 g CaO/l gemessen. Zur Berechnung des Fl.-Potentials Ca(OH)<sub>2</sub> (c) | KCl (gesätt.) wird die korrigierte HENDERSONSCHE Formel angewandt. Unter Zugrundelegung der Messungen von RIEHM (C. 1932. II. 2932) wird der Wert für das Potential des gesätt. Kalomelhalbelementes bei 30° zu —0,2384 V bestimmt. Es ergibt sich nun der Wert für das Potential des Halbelementes H<sub>2</sub> | Ca(OH)<sub>2</sub> (c). Diese Ergebnisse sind tabellar. wiedergegeben. Die Abhängigkeit des pH der Ca(OH)<sub>2</sub>-Lsgg. u. der Aktivitätskoeff. ( $\gamma_{\text{OH}^-}$ ) von der Konz. sind graph. dargestellt. Die Aktivitätskoeff. werden durch die Gleichung:  $-\log_{10} \gamma_{\text{OH}^-} = A \sqrt{\mu} - B \mu$ , wobei  $A = 0,512$  u.  $B = 1,096$ , befriedigend wiedergegeben. Bei 0,0198-molarer Ca(OH)<sub>2</sub>-Konz. sind die individuellen Ionenaktivitätskoeff.:  $\gamma_{\text{Ca}^{++}} = 0,49$ ;  $\gamma_{\text{OH}^-} = 0,87$ . Ca(OH)<sub>2</sub> ist eine starke Base. Die Dissoziationskonstante des W.,  $K_w$ , wird bei 30° zu  $1,72 \cdot 10^{-14}$  bestimmt. (Bur. Standards J. Res. 11. 163—71. Aug. 1933. Washington.) GAEDE.

**T. H. Mead, O. L. Hughes und Harold Hartley**, *Die Leitfähigkeit von Tetramethylammoniumsalzen in Methyl- und Äthylalkohol*. Vff. führen eingehende Messungen



der Leitfähigkeiten von Tetramethylammoniumsalzen in Methylalkohol u. A. aus (vgl. WALDEN, C. 1925. I. 2057). Die Reindarst. der Salze ist beschrieben. Gemessen werden: *Tetramethylammoniumchlorid*, *-bromid*, *-jodid*, *-perchlorat*, *-pikrat*, *-rhodanid*, *-nitrat* in Methylalkohol u. dieselben Salze mit Ausnahme des Jodids u. des Perchlorats in A. bei 25° in Verdünnungen von 0,0001—0,0015-n. Die Messungen werden nach der Methode von MURRAY-RUST u. HARTLEY (C. 1930. I. 1273) ausgeführt. Die Ergebnisse sind tabellar. wiedergegeben. Die Beweglichkeit des Tetramethylammoniums ist in Methylalkohol 70,1 u. in A. 28,3. Die Abweichungen von der DEBYE-HÜCKEL-ONSAGERSCHEN Gleichung sind bei den Tetramethylammoniumsalzen in beiden Alkoholen beträchtlich größer als bei den Tetraäthylammoniumsalzen. Es ist starke Ionenassoziation vorhanden. Es wird die WALDENSche Regel diskutiert u. gezeigt, daß während WALDEN für Tetramethylammoniumsalze in verschiedenen Lösungsm.  $l_0 = 0,317$  findet, der Wert in Methylalkohol 0,382 u. in A. 0,305 beträgt. Der Einfluß geringer Mengen W. ist kleiner als erwartet. Das wird darauf zurückgeführt, daß die Ionen in W. kleiner sind als in Methylalkohol u. daß daher keine Proportionalität zwischen Leitfähigkeit u. Viskosität bestehen kann (vgl. HUGHES u. HARTLEY, C. 1933. II. 2796). (J. chem. Soc. London 1933. 1207—14. Sept. Oxford, Balliol College u. Trinity College, Phys.-Chem. Lab.) GAEDE.

**Per Ekwall und Anders Ringbom**, *Überführungsmessungen an wässrigen Lösungen alkylierter Ammoniumpikrate*. (Vgl. C. 1933. II. 2796.) Vff. ergänzen die Messungen von WALDEN an den alkylierten Ammoniumpikraten durch Best. der HITTORFSCHEN Überführungszahl einiger alkylierter Ammoniumpikrate in wss. Lsg., um dadurch die Anteile der betreffenden Ionen am Stromtransport direkt zu bestimmen. Untersucht werden Ammonium-, Mono-, Di-, Tri- u. Tetramethylammonium- u. Tetraäthylammoniumpikrat bei 25°. Es wird die Abhängigkeit der Fehlergrenze HITTORFSCHER Überführungszahlen von der Genauigkeit angewendeter Analysemethoden diskutiert. Die Analyse der Pikrate erfolgt titrimetr. mit  $TiCl_3$ . Die Apparatur zur Best. der Überführungszahlen ist genau beschrieben. Aus den von EKWALL (C. 1932. II. 2603) ermittelten Grenzwerten der äquivalenten Leitfähigkeit der Salze werden die Überführungszahlen des Pikrations theoret. berechnet. Sie sind niedriger als die experimentellen Werte. In einer Diskussion der theoret. Berechnungsweise zeigen Vff., daß das Prod.  $l_{Pikrat} \cdot \eta = 0,267$  nicht gelten kann. Eine neu durchgeführte Rechnung wird auf den Wert 0,490 für die Überführungszahl des Kaliumions in KCl bei 25° (vgl. MAC INNES, C. 1931. II. 19) u. den bekannten Grenzleitfähigkeiten einiger anorgan. Chloride u. Pikrate aufgebaut. Es ergibt sich  $l_{Pikrat} \cdot \eta = 0,2746$  u.  $l_{Pikrat} = 30,72$  bei 25°, während aus den Überführungszahlen u. den früher ermittelten Grenzwerten der Leitfähigkeit die Beweglichkeit des Pikrations zu 30,8 berechnet wird. Vff. betonen, daß das gesamte Tatsachenmaterial darauf hinweist, daß die Beweglichkeit des Pikrations höher sein muß als sie bisher angesehen worden ist u. weist auf die Konsequenzen hin, die sich dadurch für die Werte der Kationen ergeben. (Acta Acad. Aboensis math. phys. 7. Nr. 9. 1—22. 1933. Physikal.-Chem. Inst. d. Abo Akademi.) GAEDE.

**A. Thielemann**, *Über ein neues galvanisches Element*. (Vgl. KELLER, C. 1931. II. 2430.) Vf. untersucht das Braunstein-Bleielement in verschiedenen Elektrolyten. Kapazitätsbestst. ergeben, daß die Anwendung von 2-n.  $HNO_3$ , einer einfachen Platte aus metall. Pb u. einer Braunsteinelektrode aus Naturbraunstein mit Graphit u. Elektrolyt angerührt, die bestmögliche Kapazität des Elementes erreichen läßt. Der Spannungsabfall wird auf die Puppe (Red. zu  $Mn_2O_3$  u.  $MnO$ ) u. auf den Säureverbrauch zurückgeführt. Zweimaliges Erneuern der Säure während einer Erholungspause bewirkt Vergrößerung der Kapazität, wobei die erste Säuremenge zur Regeneration der Puppe, die zweite zu erneuter Strom- u. Spannungslieferung dient. Durch Zusatz von Rodinal- oder Glycinentwickler, von  $Na_2SO_3$ ,  $Na_2S_2O_3$ ,  $(NH_4)_2S$  oder  $H_2S$  gelingt es, die Auflsg. der Pb-Elektrode zu verhindern u. dadurch die Lebensdauer des Elementes zu vergrößern. Auf dem Pb hat sich eine Schutzschicht von PbS gebildet. Es muß immer eine ständige geringe Konz. von  $H_2S$  vorhanden sein. Es wird ein Element, dessen Elektrolyt Rodinalentwickler enthält, zum Vergleich neben einer Taschenlampenbatterie entladen. Bei 7-std. Dauerentladung mit 0,1 Amp. ist die Spannung des Taschenlampen-elementes um 0,6 V gefallen, die des Rodinalelementes nur um 0,2 Volt. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 39. 783—91. Okt. 1933. Berlin, Physikal. Inst. d. Univ.) GAEDE.

**G. W. Vinal und M. Langhorne Howard**, *Die Wirkung des Glasbehälters auf die elektromotorische Kraft des Westonnormalelements*. Da es sich herausgestellt hatte, daß



die Westonnormalelemente je nach dem Glas, aus dem sie hergestellt waren, sich in bezug auf die Konstanz der EK. sehr verschieden verhalten, wird durch Zusatz von gepulvertem Glas verschiedener Sorten zur Mercurousulfatpaste untersucht, wie weit tatsächlich das Glas eine Rolle spielt. Beobachtet wird ein Gelbwerden der Paste, ein niedrigerer Anfangswert der EK. u. ein allmähliches Anwachsen der EK. In den neutralen Elementen ist die Wrkg. des Bleiglasses zwar am stärksten, doch wirken die übrigen Gläser fast ebenso stark. Anders ist es bei den  $\frac{1}{10}$ -n. sauren Elementen. Sie erweisen sich mit Ausnahme des Bleiglasses als viel stabiler. Die Säure verhindert hier die Hydrolyse des Mercurousulfats. Ferner wird die Wrkg. des Zusatzes von Cadmiumoxyd, Bleioxyd (PbO), Al-, Ca-, Na-, Mg-Sulfat u. Borsäure auf die EK. untersucht. Es zeigt sich auch hier, daß die Wrkg. in den sauren Elementen schwächer ist als in den neutralen. PbO zeigt die größten Abweichungen, die in einem Falle von  $MgSO_4$  übertroffen werden. Hysteresis u. Temp.-Koeff. werden an sämtlichen genannten Elementen untersucht, sie zeigen analoge Abweichungen. Die hier in wenigen Monaten beobachteten Änderungen laufen parallel mit den Änderungen der Westonelemente aus verschiedenen Glassorten in Jahren. (Bur. Standards J. Res. 11. 255—75. Aug. 1933. Washington.)

GAEDE.

**J. A. V. Butler** und **G. Armstrong**, *Die Kinetik der Elektrodenvorgänge. II. Reversible Reduktions- und Oxydationsprozesse.* (I. vgl. C. 1933. I. 1255.) Zur weiteren Festigung der Ergebnisse ihrer ersten Arbeit, untersuchen Vff. die Kinetik der Prozesse, bei denen Depolarisatoren in verschiedenen Mengen in der Lsg. vorhanden sind, u. zwar wird die kathod. Red. von Methyleneblausgg. verfolgt u. das kathod. u. anod. Verh. von Chinhydrongsg. an Pt-Elektroden. Es werden einige typ. Kurven für die Änderung des Potentials mit der Zeit bei kathod. Polarisation der Elektrode in  $\frac{1}{10}$ -m.  $H_2SO_4$ , 0,04% Methyleneblau enthaltend, wiedergegeben. Am Beginn wird ein kleiner schneller Anstieg des Potentials festgestellt. Es folgt eine Periode mit langsamer Änderung, die um so kürzer ist u. bei negativerem Potential verläuft, je größer der Strom. Es setzt dann ein rascher Anstieg des Potentials ein, bis sich schließlich ein fast konstanter Wert einstellt. Dieser liegt über dem reversiblen Wasserstoffpotential, aber etwas unterhalb des Wertes der Wasserstoffüberspannung bei derselben Stromdichte. Das Übergangsphänomen wird bei allen Stromdichten beobachtet, doch ist der Wechsel bei starkem Strom sehr rasch. Es werden Stromspannungskurven konstruiert, von denen jede einem bestimmten Intervall zwischen Strombeginn u. Beobachtungszeit entspricht. Die „Übergangsstromdichte“ ist eine Funktion dieser Zeit. Ändert sich diese Zeit von 0,2—500 Sek., nimmt der Wert des Übergangsstroms annähernd um das Hundertfache ab. Es wird angenommen, daß das reversible Potential durch direkten Elektronenübergang zwischen der Elektrode u. reduzierter u. oxydierter Substanz nach einem von BUTLER (C. 1924. II. 2123) beschriebenen Mechanismus entsteht. Es werden Gleichungen abgeleitet, die die Beobachtungen wiedergeben. Die Größe der Potentialänderung während des Durchgangs des Stroms  $i$  wird durch  $i - i' = B \cdot d v / d t$  beherrscht, wobei  $i'$  der Depolarisationsstrom u.  $B$  die Kapazität der Doppelschicht ist. Änderungen der Depolarisationskonz. bewirken Änderungen des reversiblen Potentials. Nach Ausbildung der Diffusionsschicht wird die Größe der Potentialänderung durch die Gleichung:

$$V = \text{const.} - [R T / 2 F] \cdot \log (q_0 - i t + \alpha + \beta t)$$

wiedergegeben.  $q_0$  = Anfangskonz. an der Elektrodenoberfläche,  $\alpha$  u.  $\beta$  sind Konstanten, die in erster Näherung der Konz. des Methyleneblaus proportional sind. Es wird die kathod. u. anod. Polarisation der Lsgg. von Chinhydrin in  $\frac{1}{10}$ -m.  $H_2SO_4$  untersucht, um eine Bestätigung dieser Beziehungen für ein reversibles System zu erhalten, in dem die oxydierte u. die reduzierte Form der Substanz von Anfang an vorhanden sind. Die kathod. Kurven gleichen denen des Methyleneblaus. Bei der anod. Polarisation werden zwei Depolarisationsprozesse beobachtet. Der erste wird dem Vorgang  $C_6H_4(OH)_2 = C_6H_4O_2 + 2 H^+ + 2 e$  zugeschrieben, der zweite der Ausbildung einer Sauerstoffschicht u. ist in Teil I ausführlich beschrieben. Es wird gefolgert, daß Red.- u. Oxydationsprozesse in einem reversiblen System symmetr. sind u. einen ähnlichen Mechanismus haben. (Proc. Roy. Soc., London. Ser. A. 139. 406—16. 1933. Edinburgh, Univ.)

GAEDE.

**Sherlock Swann jr.**, *Die elektrolytische Reduktion von Ketonen in Eisessig. I. Reduktion aromatischer Ketone.* Es wird die elektrolyt. Red. von Benzophenon in Schwefelsäure-Eisessiglgg. an Kathoden aus Cd, Sn, Pb, Bi, Hg, Al, Zn, C, Ni, Cu u. Fe untersucht. Das Hauptprod. der Red. ist Benzpinakolin. Als beste Bedingungen



für die Red. werden angegeben: Eine Konz. der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in Eisessig von 30%, eine Stromdichte von 0,3 Amp./qcm u. eine Temp. von 60—80° (Trans. electrochem. Soc. 64. 8 Seiten. 1933. Sep.)

**A. Glazunov und E. Bartuněk**, *Die lineare Geschwindigkeit der kathodischen Abscheidung bei der Elektrolyse einiger Bleisalze (Elektrolyse unter dem Mikroskop. V.)* (IV. vgl. C. 1933. II. 1313.) Bei der Elektrolyse von PbCl<sub>2</sub>, Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> u. Pb-Acetat nimmt die lineare Krystallisationsgeschwindigkeit (KG) bei der kathod. abgeschiedenen Pb mit steigender Konz. u. fallender Stromdichte ab. Beim Acetat wird die KG durch Gelatinezusatz herabgedrückt; bei PbCl<sub>2</sub> ist Gelatine unwirksam, da sie durch Cl<sub>2</sub> gefällt wird. Es werden mkr. Aufnahmen der Pb-Ndd. gezeigt. (Chem. Listy Vědu Průmysl 27. 172—75. 25/4. 1933. Píbram, Bergakad., Inst. f. theoret. Metallurgie.)

R. K. MÜLLER.

**W. S. Sebborn**, *Die Natur der schwammigen Zinkniederschläge, die bei der Elektrolyse wässriger Zinksulfatlösungen erhalten werden.* Die Bldg. von Zn-Schwamm ist mit der Entstehung von Zn(OH)<sub>2</sub> an der Kathode verknüpft. An horizontalen Elektroden u. in ruhender Lsg. werden noch bei Stromdichten kompakte Ndd. erhalten, bei welchen an vertikalen Elektroden schon Schwammbldg. eintritt, da das Zn(OH)<sub>2</sub> durch die H<sub>2</sub>-Blasen von der Kathode ferngehalten wird. Dieses Ergebnis bestätigt die Annahme von FÖRSTER u. GÜNTHER [1898], wonach aus Zn<sup>++</sup> u. OH<sup>-</sup> an der Kathode Zn(OH)<sub>2</sub> entsteht, das durch den Nd. okkludiert wird u. dadurch das Krystallwachstum verzögert. (Trans. Faraday Soc. 29. 825—29. Aug. 1933. London, Sir J. CASS Techn. Inst.)

KUTZELNIGG.

**K. W. Grigorow**, *Über die magnetischen Eigenschaften des elektrolytischen Eisens.* An auf Kupferröhren bzw. Molybdän elektrolyt. niedergeschlagenem Fe werden die Stromdichte, Dicke des Nd., Unterlage u. Erwärmung in ihrer Einw. auf die magnet. Bigg. untersucht. Mit der Stromdichte wächst die Koerzitivkraft. Von der Dicke ist die Koerzitivkraft u. die Remanenz unabhängig. Dauernde Erwärmung auf 100 bis 150° übt keinen Einfluß aus. Bei 400—500° findet eine Erhöhung, bei Temp. über 700° eine Erniedrigung der Koerzitivkraft statt. (Physik. Z. Sowjetunion 3. 418—20. 1933. Leningrad, Physik. Techn. Inst. des Urals.)

H. V. SCHWARZE.

**Arthur F. Scott und Charles M. Blair jr.**, *Magnetische Suszeptibilitäten von Chlorwasserstoff- und Lithiumchloridlösungen.* Es werden nach der Zylindermethode die Suszeptibilitäten von HCl- u. LiCl-Lsgg. über ein größeres Konz.-Gebiet gemessen. Beim HCl ergeben sich keine Andeutungen der von FARQUHARSON (C. 1931. II. 2431) gefundenen Maxima u. Minima in der Suszeptibilitäts-Konz.-Kurve; diese verläuft vielmehr im Gebiet von 5—28% HCl streng linear. Es ergibt sich  $\chi_{\text{Mol.}} = -22,0 \cdot 10^{-6}$ . Beim LiCl verläuft die Kurve nicht geradlinig, sondern sie besteht aus 2 geradlinigen, in den Nullpunkt mündenden Stücken, die sich über den Bereich von 0—19% LiCl einerseits u. 28—44% LiCl andererseits erstrecken u. zu  $\chi_{\text{Mol.}}$ -Werten von —27,0 bzw. —25,4  $\cdot 10^{-6}$  führen. Zwischen 19 u. 28% liegt ein Übergangsbereich; die Grenzen dieses Gebiets entsprechen den Zuss. LiCl · 6 H<sub>2</sub>O bzw. LiCl · 10 H<sub>2</sub>O. Der Grund für diese Anomalie, für die sich eine Analogie in der Dichtekurve findet, dürfte in Hydratation u. Schwammbldg. zu suchen sein. (J. physic. Chem. 37. 475—82. April 1933. Houston [Texas], The Rice Inst.)

KLEMM.

**E. Vogt**, *Die Suszeptibilitäten paramagnetischer Lösungen.* Zu der Kritik von GORTER (C. 1933. II. 836) gegen die Deutung der Verss. von FAHLENBRACH werden einige Gegeneinwände erhoben, die Vf. zu dem Ergebnis führen, daß „diese Momentänderungen nicht von ganz unübersehbaren Komplexbildungen herrühren, sondern daß der Zusammenhang zur Quantentheorie der Ionenmomente noch recht deutlich hervortritt.“ Vf. gibt aber zu, daß die Darst. im  $1/\chi$ -T-Diagramm wenig rationell ist u. daß man bei Lsgg. aus den  $1/\chi$ -T-Geraden nicht ohne weiteres Magnetonzahlen berechnen darf. (Physik. Z. 34. 687—88. 1/9. 1933. Marburg [Lahn], Phys. Inst. d. Univ.)

KLEMM.

**P. W. Selwood**, *Einfluß von Licht auf die paramagnetische Suszeptibilität.* Vf. prüft mit einer auf 0,005% empfindlichen Anordnung an FeCl<sub>3</sub>-, CrCl<sub>3</sub>- u. Nd(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>-Lsgg. die Verss. von BOSE u. RAHA (C. 1931. I. 3658) über den sog. „photomagnet. Effekt“ nach. In Übereinstimmung mit GORTER (C. 1932. II. 2156) wird festgestellt, daß bei der Belichtung, die unter Ausschaltung der infraroten Strahlung erfolgte, kein Ansteigen eintritt, sondern nur ein ganz geringer Abfall, der seiner Größe nach der gemessenen Erwärmung der Lsgg. durch die Strahlung entspricht. Gegen die Erklärung, die BOSE u. RAHA für den — durch diese Verss. widerlegten — Effekt



geben, lassen sich auch theoret. Einwände erheben. (Nature, London 131. 761—62. 27/5. 1933. Princeton, N. J., Frick Chem. Lab.)

KLEMM.

**B. Kurtschatow und I. Kurtschatow**, *Der untere Curie-Punkt in Seignettesalz*. Seignettesalz zeigt zwischen  $-15$  u.  $-20^\circ$  einen Abfall der DE. Zur Aufklärung dieses Verh. wurde die Abhängigkeit des Moments von der Feldstärke in sehr schwachen Feldern für Wechselstrom von 50 Perioden untersucht. Dabei fanden sich zwei Maxima bei  $-15$  u.  $22,5^\circ$ . Ähnliche Maxima fanden sich bei Mischkrystallen mit dem entsprechenden  $\text{NH}_4$ -Salz; bei reinem  $\text{NH}_4$ -Salz fehlten sie. Vf. vermuten, daß diese Maxima mit der spontanen Orientierung der Dipole zusammenhängen. Bei tiefen Temp. liegen die Dipole infolge der Wechselwrgg. im Gitter fest, beim „unteren“ Curiepunkt beginnt das Gebiet spontaner Orientierung, beim „oberen“ Curiepunkt verschwindet diese dann wieder infolge der Wärmebewegung. (Physik. Z. Sowjetunion 3. 321—34. 1933. Leningrad, Phys.-techn. Inst. z. Erforschung des Aufbaues der Materie.)

KLEMM.

**L. Bergmann**, *Der optische Nachweis der Oberschwingungen eines Quarzkrystals nach der Methode von Debye und Sears und seine Anwendung zur Schallgeschwindigkeitsmessung in Flüssigkeiten*. Mit einer im wesentlichen gleichen Vers.-Anordnung wie bei DEBYE u. SEARS (C. 1933. I. 182) wurden die Oberschwingungen eines piezoelekt. Quarzkrystals zur Erregung der Schallwellen in der Fl. ausgenutzt. Es gelingt dann ohne Schwierigkeiten, zu höheren Schwingungszahlen zu kommen, u. ferner kann man mit einem einzigen Krystall verschiedene Schallfrequenzen erzeugen u. jeweils die zugehörigen Abstände der Beugungsspektren vom Zentralbild messen. Trägt man diese Abstände in logarithm. Koordinaten in Abhängigkeit von den elektr. gemessenen Wellenlängen auf, so läßt sich durch die Meßpunkte eine Gerade mit der Neigung  $45^\circ$  gegen die Abszisse hindurchlegen. Auf dieser Geraden kann man dann zu einer bestimmten elektr. Wellenlänge, d. h. zu einer genau definierten Schallfrequenz, den zugehörigen Abstand des Beugungsspektrums vom Zentralbild ablesen u. zur Berechnung der Schallgeschwindigkeit verwenden. Für Xylol ergab sich auf diese Weise 1288 m/sec. (Berechnung aus adiab. Kompressibilität u. D. gibt 1253.) Die Schallgeschwindigkeit ändert sich im Frequenzbereich  $1 \cdot 10^8$ — $25 \cdot 10^6$  nicht merklich. Weiter sind Ergebnisse von Messungen in W., NaCl-Lsgg. u. Chlf. mitgeteilt. (Physik. Z. 34. 761—64. 15/10. 1933. Breslau, Physikal. Inst. d. Univ.)

SKALIKS.

**Walter C. Michels**, *Bemerkung zum Akkomodationskoeffizient für Helium*. Vf. weist darauf hin, daß der von ihm gefundene Wert für den Akkomodationskoeff. (0,17) als Maximalwert für reines W anzusehen ist. Vf. hält selbst den Wert von ROBERTS (0,06) für richtig, der mit den theoret. Überlegungen von COMPTON-LAMAR gut übereinstimmt. (Physic. Rev. [2] 44. 604. 1/10. 1933. Bryn Mawr, Pennsylvania, Dep. of Phys., Bryn Mawr College.)

KOLLATH.

**K. Bennewitz und J. J. Windisch**, *Eine neue Methode zur Bestimmung der Dichte von aggressiven Flüssigkeiten unter hohem Druck, im besonderen der kritischen Dichte von Stickstofftetroxyd*. Benötigt wurde ein genauer Wert von  $D_{\text{Krit}}$  von  $\text{N}_2\text{O}_4$ , für den bisher nur eine Schätzung (0,66) vorlag. Bei der Aggressivität von  $\text{N}_2\text{O}_4$  u. dem hohen Druck (ca. 100 at) versagen die üblichen Methoden. Vf. arbeiten in einem Quarzrohr; in der Fl. befindet sich ein kleiner Glasschwimmer mit fixiertem Eisenkern; Gesamt-D. ( $s_0$ ) wenig höher als die der Fl. ( $s_{\text{Fl}}$ ). Durch eine Magnetspule wird die scheinbare M. des Schwimmers bis auf die der Fl. erniedrigt. Die dazu nötige Stromstärke in der Magnetspule  $i_0$  folgt nach Eichverss. zu  $i_0 = k\sqrt{s_0 - s_{\text{Fl}}}$  auf ca.  $1\%$  genau. Aus Gesamtmasse  $\text{N}_2\text{O}_4$ ,  $s_{\text{Fl}}$ ,  $v_{\text{Fl}}$  u. Gesamtv. ist dann  $s_{\text{Gas}}$  zu berechnen. Näheres s. Original. Krit. Temp.  $158,4^\circ$ , dem Literaturwert  $158,2 \pm 0,2^\circ$  entsprechend. Nach der Regel vom geraden Durchmesser extrapoliert sich für  $D_{\text{Krit}}$  0,570. Bis  $140^\circ$  gilt die Regel streng. (Z. physik. Chem. Abt. A. 166. 401—15. Okt. 1933. Jena, Chem. Lab., phys.-chem. Abt.)

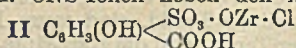
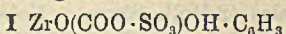
W. A. ROTH.

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

**Satya Prakash**, *Darstellung und Eigenschaften von Gallerten des sulfosalicylsauren Zirkoniums*. In Fortsetzung früherer Unterss. über die Bldg. von kolloidalen Lsgg. von sulfosalicylsaurem Quecksilber (vgl. C. 1930. II. 3005) berichtet Vf. über entsprechende Verss. mit sulfosalicylsaurem Zirkonium. Die Lsgg. des Zirkoniumoxychlorids sind auch bei Verdünnung beständig u. zeigen selbst nach langer Zeit keine Opaleszenz. Beim Vermischen der konz. Lsgg. von Zirkoniumoxychlorid u. Sulfo-



salicylsäure entsteht eine farblose Lsg. Wird nun bis zu einer bestimmten Verdünnung W. zugefügt, so tritt plötzliche Opalescenz ein u. schließlich ist die ganze Lsg. undurchsichtig. Nach einiger Zeit setzt sich ein Nd. ab u. die überstehende Fl. ist klar. Es ist Vf. durch genaue Regulierung der Konzentrationsverhältnisse gelungen, nicht nur ein beständiges kolloidales Sol, sondern auch durchsichtige, glasartige Gele von Zirkoniumsulfosalicylsäure zu erhalten. Bei den Verss. wurden eine 50/0<sub>0</sub>ig. Lsg. von 5-Sulfosalicylsäure, C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>·SO<sub>3</sub>H·OH·COOH, 2 H<sub>2</sub>O, welche frei von Sulfat war u. eine fast gesätt. Lsg. von Zirkoniumoxychlorid, entsprechend 310,68 g ZrO<sub>2</sub> pro Liter, benutzt. Die Ausgangslsgg. wurden gut durchmischt u. dann stehen gelassen. Es wurden systemat. Verss. mit 0,5, 1,5 u. 2,0 cem der Sulfosalicylsäurelsg. u. 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5 cem W. auf 1 cem der ZrOCl<sub>2</sub>-Lsg. durchgeführt. Es zeigte sich, daß bei zunehmender Menge W. u. ebenfalls von Sulfosalicylsäure die Zeit, in der sich die Zirkoniumgallerte absetzt, entsprechend abnimmt, die Opalescenz aber zunimmt. Auch Temperaturerhöhung begünstigt das Absetzen des Gels, was bei einer Versuchslsg. von 1 cem ZrOCl<sub>2</sub>-Lsg., 2 cem W. u. 1 cem Sulfosalicylsäurelsg. bei 30° 19 Stdn., bei 80° aber nur 1 Min. dauerte. — Einige der dargestellten Zr-Gallerten sind ebenso durchsichtig wie die Quecksilbersalicylsäuregallerten, aber beim Altern werden sie zäher als diese. Auch unterliegen die Zr-Gele keiner Synäresis, da sie aus stärker konz. Ausgangslsgg. gewonnen werden. Läßt man die Zr-Gallerte sich bei hoher Temp. absetzen, so wird eine undurchsichtige M. erhalten. Indessen wird ein durchsichtiges, bei gewöhnlicher Temp. dargestelltes Gel, wenn es nach einigen Tagen höheren Temp. ausgesetzt wird, nur sehr langsam opalisierend; hierin ist das Zr-Gel ziemlich temperaturbeständig. — Vf. untersuchte noch den Einfluß einiger Ionen auf das Absetzen des Zr-Gels. In Ggw. von einwertigen Ionen [Zusatz von KCl, auch Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] ist das Sol der Zirkoniumsulfosalicylsäure bemerkenswert beständig. In Ggw. von (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oder eines anderen Sulfats tritt schnell Koagulation ein u. das Gel bildet sich in geringer Zeit. Die in Ggw. von Sulfaten erhaltenen Gele sind stärker opalisierend. Der Einfluß von Citrationen ist sehr stark, schon durch Zusatz sehr geringer Mengen wurden nur noch gefällte Prodd. erhalten, aber keine Gallerten. Es ergibt sich somit, daß Zirkoniumsulfosalicylsäure ein positiv geladenes Sol bildet, im Gegensatz zum sulfosalicylsauren Hg. Weiterhin gehen Zr-Sole u. Gele, wenn sie zur Trockne eingedampft werden, beim Zugeben von W. nicht wieder in den kolloidalen Zustand zurück. Auch das schnellere Absetzen bei höheren Temp. steht im Gegensatz zum Hg-Gel, das sich umgekehrt langsamer absetzt. Cl-, Br-, CN- u. CNS-Ionen heben den kolloidalen



Charakter des Hg-Sulfosalicylsäuregels auf, den des Zr-Gels nicht. — Das Zirkoniumsulfosalicylsäuregel wird nur bei Anwendung der freien Säure erhalten, nicht mit dem neutralen Na-Salz; es entsteht nur in stark sauren Lsgg. Vf. schlägt für die Zirkoniumsulfosalicylsäure Formel I oder II vor. (J. Indian chem. Soc. 10. 281—85. Juni 1933. Allahabad, Univ. [Orig.: engl.].)

STOLPP.

**Wilfried Heller und Hans Zocher, Über die transversale magneto-optische Anisotropie einiger kolloider Lösungen. II. Das Eisenoxydsol.** (I. vgl. C. 1933. I. 2924.) Bei den Eisenoxydsolen sind die Effekte der magnet. Doppelbrechung stärker als bei allen anderen bisher untersuchten magneto-opt. akt. kolloiddispersen Systemen; diese Sole sind infolgedessen für eine ausführliche Unters. des MAJORANA-Effektes besonders geeignet. Vff. unterscheiden vier Typen von Eisenoxydsolen: 1. α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sole, 2. α-FeOOH-(Goethit)-Sole, 3. Sole mit bas. Salzen als disperser Phase z. B. „FeOCl“ u. 4. Sole mit chem. heterogener disperser Phase (GRAHAMsche Sole). Diese vier Typen von Solen, deren Doppelbrechung in Abhängigkeit von der angelegten Feldstärke gemessen wird, unterscheiden sich voneinander folgendermaßen durch ihre Doppelbrechung: die α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sole geben immer positive Doppelbrechung u. erreichen schon bei niedriger Feldstärke ihren Grenzwert. Die Doppelbrechung der FeOOH-Sole ist bei niedrigen Feldstärken immer positiv, bei höheren Feldstärken wird sie negativ. Die gealterten Sole geben im wesentlichen negative Doppelbrechung; diese Erscheinung ist darauf zurückzuführen, daß die Formanisotropie der Sole während des Teilchenwachstums immer geringer wird. Die Sole der Gruppe 3 geben stets positive Doppelbrechung. Das Verh. der Sole 4 ist als Überlagerung der anderen Typen meist sehr kompliziert. — Nach längerem Stehen nimmt die spezif. Doppelbrechung nach dem Boden des Gefäßes zu immer stark zu. Bei heterodispersen Goethitsolen beeinflußt neben der Teilchengröße auch die verschiedene große Wachstumsgeschwindigkeit der Teilchen den Grad



der Doppelbrechung in den verschiedenen Schichten. Vff. untersuchen ferner die Anisotropie von den bei der Koagulation entstandenen Teilchenaggregaten; diese sind je nach der angewendeten Koagulationsmethode u. den gewählten Koagulationsbedingungen isotrop oder anisotrop. Durch mechan. Koagulation erhält man stets anisotrope Teilchenaggregate, hingegen entstehen bei der Elektrolytkoagulation isotrope Aggregate nur dann, wenn die Koagulationsgeschwindigkeit sehr klein ist. Es wurde ferner die Temp.-Abhängigkeit der Anisotropie untersucht:  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sole zeigen mit steigender Temp. eine Abnahme der Effekte. Bei Goethitsolen ist die Temp.-Abhängigkeit sehr kompliziert; so kann bei heterodispersen Solen dieser Art bei tiefen u. hohen Feldstärken der Temp.-Koeff. der Doppelbrechung verschiedenes Vorzeichen haben. — Die Abhängigkeit der Doppelbrechung von Goethitsolen von der Größe des Feldes wird durch die Dispersität der Kolloidteilchen beeinflusst; bei kleinen Partikeln wachsen positive u. negative Doppelbrechung mit dem Quadrat der Feldstärke an; größere Teilchen verursachen Sättigung bei höheren Feldern. Es wurde ferner von den Vff. die Orientierungsfähigkeit u. Einstellgeschwindigkeit der Eisenoxydteilchen im magnet. Feld u. der Einfluß von verschiedenen Faktoren (Licht, Solverdünnung u. a.) auf die Größe u. Veränderungsgeschwindigkeit der Anisotropie untersucht. Ferner wird kurz die Dispersion der Anisotropie u. die Strömungsdoppelbrechung der verschiedenen Eisenoxydsolen besprochen. (Z. physik. Chem. Abt. A. 166. 365—81. Okt. 1933. Berlin-Dahlem, K.-W.-I. f. physikal. u. Elektrochemie.) JUZA.

**Elrid Gordon Young und Forrest Fairbrother Musgrave**, *Die Bildung und Zersetzung der Gele von Harnsäuresalzen*. Vff. untersuchen die Bedingungen für die Übersättigung, Gel-Bldg. u. Krystallisation von Salzen der Harnsäure mit LiOH, NaOH, KOH, NH<sub>3</sub> u. zahlreichen organ. Basen. Die günstigste Temp. für die Übersättigung liegt bei 80—90°; die Temp. der Gel-Bldg. ändert sich mit der Konz. des Salzes zwischen 0 u. 40°. Die Gel-Bldg. ist auf ein pH-Bereich von 6—8 beschränkt; während der Gel-Bldg. wird die Rk. mehr alkal. Durch potentiometr. Titration werden die Dissoziationskonstanten der Harnsäure bestimmt:  $K_1 = 8 \cdot 10^{-6}$ ,  $K_2 = 7 \cdot 10^{-10}$  u. möglicherweise  $K_3 = 6 \cdot 10^{-11}$ . Die organ. Basen lassen sich nach ihrer Fähigkeit zur Gel-Bldg. mit Harnsäure in drei Gruppen einteilen: 1. spontane Gel-Bldg. (z. B. CH<sub>3</sub>NH<sub>2</sub>), 2. Gel-Bldg. nach Zusatz von Elektrolyten (z. B. (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>NOH oder Pyridin), 3. keine Gel-Bldg. (z. B. Chinolin); die Basizität ist zwar ein wichtiger Faktor, erklärt aber nicht den Unterschied der Gruppen 1. u. 2. — Die Gele krystallisieren meist nach wenigen Minuten bis mehreren Wochen, abhängig von der Natur der Base u. der Konz. der Harnsäure. Die krystallinen Prodd. sind saure Harnsäuresalze (2 Moll. Säure, 1 Mol. Base). — Bei höherer Temp. wird die Harnsäure durch Basen mit  $K_b = 10^{-8}$  in monomolekularem Verhältnis gel. Diese Lsgg. können stark übersättigt werden; die Salze liegen in ihnen wahrscheinlich in molekularer Dispersion vor. Beim Abkühlen bilden diese übersätt. Lsgg. innerhalb bestimmter Konz.-Bereiche Gele, wobei unter Freiwerden von Base ein saures Salz entsteht; schließlich krystallisiert das saure Salz. (Biochemical J. 26. 941—53. 1932. Halifax, Dalhousie Univ., Dept. of Biochemistry.) LORENZ.

**E. N. Fox**, *Über Kohäsionskräfte in Böden*. (Vgl. C. 1933. I. 1597.) Mittels des einfachen Modells von POKROWSKI u. BULYTSCHEW können negative Werte für die Kohäsionskräfte zwischen zwei Teilchen nicht abgeleitet werden, u. dieses muß bei einer Vereinigung der Menisken durch ein komplizierteres ersetzt werden. Auf Grund mathemat. Unters. wird die Behauptung aufrecht erhalten, daß die an der Berührungsfäche Luft : W. tätigen Kräfte berücksichtigt werden müssen. (Kolloid-Z. 63. 226—28. 1933. Garston [Engl.], Building Research Stat.) LUTHER.

**M. Warlet**, *Adsorption einiger Silber- und Quecksilbersalze durch Zuckerkohle*. Die Adsorption u. Desorption von AgNO<sub>3</sub> u. HgCl<sub>2</sub> an Zuckerkohle wird in wss. Lsgg. (Höchstkonz. 0,1-mol.) bei Zimmertemp. gemessen. Für die Adsorptionsisothermen gilt die Formel von FREUNDLICH:  $A = k T^{1/n}$  ( $A$  = adsorbierte Menge pro g Kohle,  $T$  = Titer der Lsg.), mit  $k = 19$ ,  $n = 2,24$  für AgNO<sub>3</sub> u.  $k = 84$ ,  $n = 2,24$  für HgCl<sub>2</sub>. Das Metall wird als Base u. als Salz adsorbiert. Nur ein Teil des Metalles wird in reinem W. desorbiert, wobei sich wieder ein Gleichgewicht zwischen Kohle u. Lsg. einstellt. Dieser Teil ist anscheinend in Form des Salzes adsorbiert gewesen. (Bull. Soc. chim. Belgique 42. 127—40. März 1933. Liège, Lab. de Chimie Physique.) ZEISE.

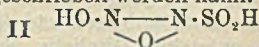
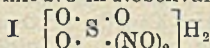
**John Bradshaw Taylor und Irving Langmuir**, *Die Verdampfung von Atomen, Ionen und Elektronen aus Cäsiumschichten auf Wolfram*. Mit Präzisionsmethoden zur Best. des von adsorbierten Cs-Atomen besetzten Teils  $\theta$  der Oberfläche eines Wolframdrahtes wird die Emissionsgeschwindigkeit von Atomen, Ionen u. Elektronen als



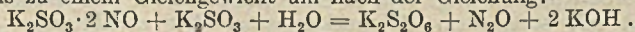
Funktionen von  $\Theta$  u.  $T$  (Drahttemp.) gemessen. Der Unters. werden 2 Postulate zugrunde gelegt, die durch die Ergebnisse gerechtfertigt werden: 1. In einer vollständigen einatomigen Cs-Schicht soll ein adsorbiertes Cs-Atom auf 4 W-Atome kommen. 2. Alle Eig. einer adsorbierten Schicht (Oberflächenphase) auf einer Metallfläche von gegebener Zus. sollen im Idealfalle eindeutig durch  $\Theta$  u.  $T$  bestimmt sein, auch dann, wenn die Schicht nicht mit dem Dampf im Gleichgewicht steht. — Ergebnisse: Die Verdampfungsgeschwindigkeit der Cs-Atome ( $\nu_a$ ) nimmt rasch mit  $\Theta$  u.  $T$  zu. Bei niedrigen Drahttemp. u. hohen Cs-Dampfdrucken strebt die Konz. der adsorbierten Cs-Atome einem Grenzwert von  $3,563 \cdot 10^{14}$  Atome pro qcm der wahren Oberfläche zu, entsprechend dem obigen Verhältnis. Diese Schicht ( $\Theta = 1$ ) zeigt alle Eig. einer wahren einatomigen Bedeckung. Die Bldg. einer 2. Schicht beginnt nur bei Drahttemp., die nahezu dem gesätt. Cs-Dampfe entsprechen. Für diesen u. den allgemeineren Fall einer polyatomaren Schicht wird eine Theorie gegeben u. durch Verss. gestützt. Die nach CLAUDIUS-CLAPEYRON berechnete Verdampfungswärme der adsorbierten Cs-Atome beträgt für  $\Theta = 0$  2,83 eV (65,1 kcal), für  $\Theta = 0,67$  1,93 eV u. für  $\Theta = 1$  1,77 eV. Die Drahtoberfläche ist nach geeigneter Alterung bis auf etwa 0,5% akt. Stellen homogen. — Aus der gemessenen Elektronen- u. Ionenemission wird das Kontaktpotential  $V_c$  berechnet; abgesehen von sehr konz. Adsorptionsschichten stimmen diese Werte von  $V_c$  völlig mit denen überein, die aus der Verdampfungsgeschwindigkeit neutraler Atome berechnet werden. Die Verss. zeigen, daß der gesätt. Ionenstrom von einem reinen W-Draht, der auf 1200 bis 1500° absol. erhitzt ist, ein genaues Maß für die pro sec auf den Draht treffenden Atome darstellt. Der Kondensationskoeff. ( $\alpha$ ) der auftreffenden Atome wird für  $\Theta = 0$  bis  $\Theta = 1$  gleich 1 gefunden. Das bedeutet, daß die auftreffenden u. die schon adsorbierten Atome zahlreiche Sprünge auf der Drahtoberfläche machen; die erforderliche Aktivierungsenergie, um 1 Cs-Atom von einer Adsorptionsstelle zu einer benachbarten springen zu lassen, beträgt 0,6 eV (14 kcal). Diese Oberflächenwanderung wird mit den irregulären Ionenverdampfungsgeschwindigkeiten in Verbindung gebracht, die beobachtet werden, wenn 2 Cs-Oberflächenphasen verschiedener Konz. vorhanden sind. — Schließlich werden noch „Übergangseffekte“, bei denen sich  $\Theta$  mit der Zeit ändert, gefunden u. erklärt. (Physic. Rev. [2] 44. 423—58. 15/9. 1933. General Electric Co., Res. Lab.) ZEISE.

## B. Anorganische Chemie.

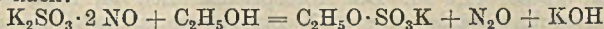
Ernst Weitz und Fritz Achterberg, Zur Kenntnis der stickoxydschwefligen Säure. I. Mitt. Die Unters. der stickoxydschwefligen Säure bzw. deren Salze u. ihrer Eig. wird vorgenommen im Hinblick darauf, ob ihr die komplexe Struktur entsprechend der Formel I mit NO in Nebervalenzbindung zugeschrieben werden kann. Diese Formel



hat der Formel II von HANTZSCH (vgl. Ber. dtsh. chem. Ges. 38 [1905]. 3081) voraus, daß sich mit ihr das unterschiedliche Verh. der Stickoxydsulfite im Vergleich zu den organ. Isonitraminen erklären läßt, die gegen Säuren relativ beständig sind, dagegen mit Alkali leicht unter Bldg. von Hyponitrit gespalten werden, während die Stickoxydsulfite gegen Alkali beständiger sind. — Trocken erhitzt zerfallen die Stickoxydsulfite schnell u. manchmal explosionsartig zum Teil in Sulfat u.  $\text{N}_2\text{O}$ , aber auch zu 70—80% in Sulfit u. NO, u. bei dem Zerfall in Lsg. ist besonders bei dem Na-Salz u. besonders bei Ggw. von Alkali die Zers. in Sulfit u. NO neben der in Sulfat u.  $\text{N}_2\text{O}$  festzustellen, was sich auch in dem Verh. FEHLINGScher Lsg. gegenüber bemerkbar macht. Es zeigte sich, daß die Stickoxydsulfite in alkal. Lsg. in der Wärme von Permanganat oxydiert werden zu Sulfat u. Nitrit, u. daß diese Oxydation zur quantitativen Best. der Säure in allen ihren Salzen anwendbar ist. Die Stickoxydsulfite setzen sich mit Sulfit bis zu einem Gleichgewicht um nach der Gleichung:



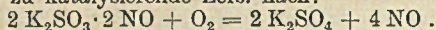
Diese Rk. wird als Sulfurierung der schwefligen Säure aufgefaßt, ebenso wie die Umsetzung mit A. nach:



(vgl. DIVERS u. HAGA, Ber. dtsh. chem. Ges. 38 [1905]. 1877) u. mit anderen organ. Verb. (vgl. RASCHIG, Schwefel- u. Stickstoffstudien [1924]), die auch bei diesen in saurer Lsg. schneller als in alkal. verläuft. Vff. nehmen an, daß Stickoxydkaliumsulfid auch trocken mit Sulfit in diesem Sinne reagiert, denn bei Präparaten, die von der



Darst. her noch etwas Sulfid enthielten, setzte nach einigen Tagen stürm. ein exothermer Zerfall ein. Sulfidfreie Präparate erleiden unter dem Einfluß von Luftsauerstoff eine ohne beträchtliche Wärmetönung verlaufende u. durch geringe Säuremengen ( $\text{HCl}$ -Dampf oder  $\text{KHSO}_4$ ) zu katalysierende Zers. nach:



Diese Rk. verläuft sehr langsam; die Säurespaltung in Sulfat u.  $\text{N}_2\text{O}$  findet erst statt, wenn man das Prod. in W. gibt. Es bleibt unentschieden, ob eine primäre Oxydation des Sulfids vorliegt oder ob primär die Oxydation des  $\text{NO}$  u. die darauffolgende Wechsellwkg. höherer Stickoxyde mit dem Sulfid anzunehmen ist. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1718—27. 8/11. 1933. Gießen u. Halle, Chem. Inst. d. Univ.) ELSTNER.

**Ernst Weitz und Fritz Achterberg**, *Zur Kenntnis der stickoxydschwefeligen Säure*. II. Mitt. (I. vgl. vorst. Ref.) Die Unters. beschäftigt sich mit den Stickoxydsulfiten solcher Schwermetalle, die an sich imstande sind, mit  $\text{NO}$  ein komplexes Kation zu bilden. Diese Salze zeigen allgemein eine besonders leichte Zersetzlichkeit, aber ein Austausch des  $\text{NO}$  konnte nur bei der Einw. von Stickoxydkalium auf eine wss. Suspension von  $\text{Fe(II)}$ -Sulfid festgestellt werden. Es entstand dabei das ROUSSINSche Salz  $\text{KFe}_4\text{S}_3(\text{NO}) \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Dieses gibt mit  $\text{AgNO}_3$  eine Fällung von  $\text{Ag-Hyponitrit}$ , enthält also wohl einen Teil der  $\text{NO-Gruppen}$  als Hyponitritrest  $\text{ON:NO}$ . Da aber eine Abspaltung von untersalpetriger Säure aus den Stickoxydsulfiten ohne die Anwesenheit eines Red.-Mittels nie beobachtet wurde, nehmen Vf. an, daß das  $\text{NO}$  als solches ausgetauscht wird. — Beim Versetzen von Stickoxydkaliumsulfid mit MOHR-schem Salz scheidet sich nach vorübergehender Rotfärbung ein rötlichgelbes Salz aus, das, sobald man es zu trocken versucht, unter schwacher Verpuffung zerfällt. Es bildet sich  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{SO}_3 \cdot 2 \text{NO})_3$ . Das entsprechende  $\text{Na-Salz}$  konnte nicht als Fällung erhalten werden; es scheint ll. u. wie in allen anderen untersuchten Fällen noch zersetzlicher zu sein als das  $\text{K-Salz}$ . Die Umsetzung von ammoniakal.  $\text{Fe(II)-Salz}$ lsgg. mit Stickoxydkaliumsulfid führte zu Prodd., bei denen das Verhältnis  $\text{K:Fe}$  zwischen 3 u. 4 liegt, u. in denen kein  $\text{NH}_3$  eingelagert ist. Leitet man Stickoxyd in eine Suspension von  $\text{Fe(II)-Sulfid}$  in  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ -Lsg., so findet zwar eine stürm. Aufnahme des  $\text{NO}$  statt, es entsteht aber nicht ein  $\text{Fe-Stickoxydsulfid}$ , sondern das  $\text{Fe(II)}$  wird oxydiert u. dabei Hydroxylamin gebildet. In ammoniakal. Lsg. entsteht zunächst eine Rotfärbung, dann tritt aber rasch Zers. ein, wobei  $\text{Fe(OH)}_3$  ausfällt, die Bldg. von Hydroxylamin aber nicht zu beobachten ist. — Die Umsetzung von Stickoxydkaliumsulfid mit  $\text{Co(II)-Salzen}$  führt in neutraler Lsg. zu Gemischen von  $\text{K}_4\text{Co}(\text{SO}_3 \cdot 2 \text{NO})_3$  u.  $\text{K}_2\text{Co}(\text{SO}_3 \cdot 2 \text{NO})_2$ , verläuft aber in ammoniakal. Lsg. so, daß zuerst Rotfärbung auftritt. Es setzt schnelle Gasentw. ein u. es konnten nur Ndd. undefinierter Zus. erhalten werden. Mit  $\text{Cu(II)-Salzen}$  ist ebenfalls zuerst Rotfärbung u. schneller Zerfall in Sulfat u.  $\text{N}_2\text{O}$  festzustellen. Mit  $\text{La-Salzen}$  entstehen anscheinend mehrere farblose u. beständige  $\text{K-Doppelsalze}$ . Luteokobaltchlorid führt zu  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl} \cdot \text{SO}_3 \cdot 2 \text{NO}$  u. mit Luteochromchlorid entstehen ähnliche Salze. Außerdem wurden  $\text{K}_4\text{Zn}(\text{SO}_3 \cdot 2 \text{NO})_3$  u.  $\text{K}_4\text{Mn}(\text{SO}_3 \cdot 2 \text{NO})_3$  dargestellt, vgl. GEHLEN (C. 1932. II. 1765). (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1728—33. 8/11. 1933. Gießen u. Halle, Chem. Inst. d. Univ.) ELSTNER.

**Naojirō Ishii**, *Untersuchungen über die Cuproammoniaklösung*. VI. Gleichgewichtszusammensetzung der Cuproammoniaklösung. (V. vgl. C. 1933. II. 2975.) Aus der nach dem Luftblaseverf. erhaltenen Lsg. wird der  $\text{Cu-Überschuß}$  bei längerem Stehen durch Zers. entfernt u. eine Gleichgewichtskonz. erreicht, die von der  $\text{NH}_3$ -Konz. u. der Temp. abhängt; je niedriger die Temp., desto höher ist die Gleichgewichtskonz. Es kann sich hierbei nicht um das Gleichgewicht der Rk.  $\text{Cu(OH)}_2 + 4 \text{NH}_3\text{OH} \rightleftharpoons [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2 + 4 \text{H}_2\text{O}$  handeln. Die  $[\text{Cu}]$ -Konz.  $S'$  hängt von der  $[\text{NH}_3]$ -Konz.  $A$  (beide Konzz. in  $\text{mg-Mol/100 ccm}$ ) ab nach der Gleichung  $S' = C \cdot A^{0,702}$ , wobei die Konstante  $C$  folgende Werte hat: bei  $15^\circ$  0,188, bei  $20^\circ$  0,136, bei  $29^\circ$  0,0816, bei  $48^\circ$  0,0465. — VII. Einfluß von Rohrzucker auf die Kupferkonzentration. Die stabilisierende Wrkg. des Rohrzuckers auf den  $\text{Cu-NH}_3$ -Komplex zeigt sich in einer Zunahme der  $[\text{Cu}]$ -Konz. (bei gleicher  $[\text{NH}_3]$ -Konz.) mit steigendem Rohrzuckerzusatz. Mit zunehmender  $[\text{NH}_3]$ -Konz. (120—340  $\text{mg-Mol/100 ccm}$ ) nimmt die Zahl der an ein Rohrzuckermol. gebundenen  $\text{Cu-Atome}$  von 3,2 auf 11,9 zu. Der Absorptionsbereich der Lsgg. wird bei Zuckerzusatz durch Verschiebung der unteren Absorptionsgrenze nach längeren Wellenlängen verengert. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 36. 487 B—90 B. Sept. 1933. Kiryu, T. H., Abt. f. angew. Chemie. [Orig.: engl.]) R. K. MÜLLER.

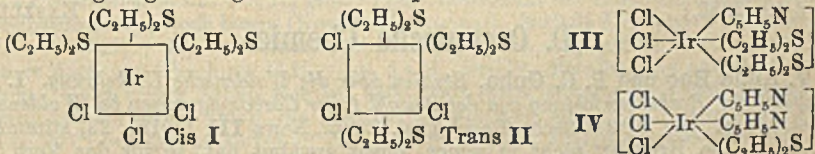
**Lothar Wöhler, K. Ewald und H. G. Krall**, *Die Sulfide, Selenide und Telluride der sechs Platinmetalle*. Durch Erhitzen der Chloride der  $\text{Pt-Metalle}$  mit überschüssigem



S, Se oder Te bzw. beim Erhitzen der Chloride im H<sub>2</sub>S-Strom werden die folgenden Verbb. erhalten: 1. IrS<sub>3</sub>, 2. IrS<sub>2</sub>, 3. IrS, 4. IrSe<sub>3</sub>, 5. IrSe<sub>2</sub>, 6. IrTe<sub>3</sub>, 7. IrTe<sub>2</sub>, 8. Rh<sub>2</sub>S<sub>5</sub>, 9. Rh<sub>2</sub>Se<sub>5</sub>, 10. RhTe<sub>2</sub>, 11. RuS<sub>2</sub>, 12. RuSe<sub>2</sub>, 13. RuTe<sub>2</sub>, 14. OsS<sub>2</sub>, 15. OsSe<sub>2</sub>, 16. OsTe<sub>2</sub>, 17. PdS<sub>2</sub>, 18. PdS, 19. PdSe<sub>2</sub>, 20. PdTe<sub>2</sub>, 21. PtS<sub>2</sub>, 22. PtS, 23. PtSe<sub>2</sub>, PtTe<sub>2</sub>. Überschüssiger S wurde durch Extraktion mit Na<sub>2</sub>S-Lsg., das überschüssige Se durch Auskochen mit 0,5-n. KCN-Lsg. u. das Te mit 0,5-n. HNO<sub>3</sub> entfernt. 3. entsteht bei dem therm. Abbau von 1. u. 2. bei 750°, 5. entsteht aus 4. bei 400° u. 7. aus 6. bei 600°. Zwischen OsS<sub>2</sub> u. RuS<sub>2</sub> u. den Metallen gibt es nach den Abbauverss. keine beständigen Zwischenstufen. Das schwarzgraue PdS<sub>2</sub> gibt bei mäßigem Erhitzen (oberhalb 450°) S ab, bei 600° entsteht es aus dem Chlorid u. S quantitativ. Es ist hellsilberglänzend u. zum Unterschied zu dem Disulfid in Königswasser beständig. Da das PtCl<sub>4</sub>-S-Gemisch leicht explodierte, wurde zur Unters. der Pt-Sulfido zunächst das Tetrachlorid im H<sub>2</sub>S-Strom behandelt u. das erhaltene Prod. dann im evakuierten Rohr mit überschüssigem S erhitzt. Die Beständigkeit der dargestellten Verbb. nimmt mit wachsendem Atomgewicht des Metalloids ab. Von dem über die beständigste Wertigkeitsstufe der Metalle (Ir<sup>IV</sup>, Rh<sup>III</sup>, Pd<sup>II</sup>, Pt<sup>II</sup>, Ru<sup>IV</sup> u. Os<sup>IV</sup>) gebundenen Metalloid nehmen Vff. an, daß es polysulfidähnlich gebunden ist. Der Mangel solcher polysulfidähnlichen Salze bei Ru u. Os wird auf deren Neigung zur Anionenbildung bei Betätigung der höheren Wertigkeitsstufen zurückgeführt. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1638—52. 1/11. 1933. Darmstadt, Techn. Hochsch.)

ELSTNER.

**Prafulla Chandra Rây, Nadiabehari Adhikari und Ranajit Ghosh, Komplezverbindungen des Iridiums.** Teil II. Verbindungen mit organischen Sulfiden und Pyridin. (I. vgl. C. 1932. II. 3073.) Vff. haben gefunden, daß Iridiumtetrachlorid bei der Rk. mit organ. Sulfiden zunächst Chlor verliert u. daß diese Rk. in Ggw. von A. schneller verläuft (l. c.). Dieser Vers. wurde nun in anderen Lösungsmm. wie Aceton, Bzl. u. Chlf. ausgeführt. Es zeigte sich, daß in Aceton die gleiche Verb. IrCl<sub>3</sub>·3(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>S entsteht u. zwar schon in der Kälte. In Chlf. tritt keine Rk. ein, nur in Ggw. von Feuchtigkeit eine sehr schwache. In Bzl. findet auch bei langem Schütteln unter Erhitzen keine Einw. statt; das Iridiumchlorid reagiert analog Platinchlorid bei Abwesenheit von A., Aceton usw. mit Methyl- u. Äthylsulfid bzw. -disulfid unter Entw. von HCl. Vff. nehmen an, daß Iridiumchlorid in der Lsg. zunächst reduziert wird u. sich erst dann mit dem vorhandenen Sulfid umsetzt. Die Red. wird auch durch etwas Chlor in der Lsg. nicht beeinträchtigt. Bei der beschriebenen Rk. (l. c.) zwischen Äthylsulfid u. Iridiumtetrachlorid in Ggw. von h. A., wurde außer der Verb. IrCl<sub>3</sub>·3(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>S vom F. 131° noch eine andere Substanz in geringer Menge erhalten. Die Ausbeute wurde jedoch durch Arbeiten in der Kälte erhöht. Dieser Körper besitzt die gleiche chem. Zus. wie das Hauptprod., unterscheidet sich von ihm aber in Löslichkeit, Farbe u. F. Beim Umkrystallisieren aus h. Aceton wurde er in braunroten Nadeln erhalten; in gepulvertem Zustand, sowie beim Ausfällen aus einer Lsg. ist er hellfleischfarben u. so bis zu 200° beständig. Im Gegensatz zu dem andern Prod. vom F. 131° ist er unl. in Bzl. Für die zwei Isomeren von IrCl<sub>3</sub>·3(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>S kommen die Formeln I u. II in Betracht. — Da nach den Unters. DELEPINES über Iridiumkomplezverbb. die Cis- bzw. Transverbb. orange bzw. rot sind, wäre die Konst. der orange Verb. (F. 131°) I, die der roten (F. 171°) II. Durch Einw. von Pyridin auf I wurden zwei orangegelbe Verbb., III u. IV, erhalten. Die Lsgg. in Aceton geben mit AgNO<sub>3</sub> keinen Nd. Die dritte (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>S-Gruppe konnte nicht durch Pyridin ersetzt werden. Die FF. von I, III u. IV steigen mit dem Ersatz von (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>S durch Pyridin an. — Mit Benzylsulfid setzt sich Iridiumtetrachlorid unter Bildung von IrCl<sub>3</sub>·3(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>S um, auch hier entstand in geringer Menge ein roter Körper.



Versuche. IrCl<sub>3</sub>·3(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>S (rote Form), II, aus IrCl<sub>4</sub> u. Äthylsulfid in A. bei Zimmertemp. Nach 12 Tagen wurde die tiefrote Lsg. im Vakuum über CaCl<sub>2</sub> eingengt. Braunrote Krystalle aus Chlf.-Aceton, F. 171°; in gepulvertem oder gefälltem Zustand fleischfarben. — IrCl<sub>3</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>N·2(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>S (III), durch rückfließendes Erhitzen von I in Bzl. u. Pyridin. Glitzernde gelbe Krystalle aus Aceton, F. 171—172°. — IrCl<sub>3</sub>·



$2 C_5H_5N \cdot (C_2H_5)_2S$  (IV). I wurde mit Pyridin im geschlossenen Rohr vier Stdn. auf  $120-125^\circ$  u. nochmals vier Stdn. auf  $145-150^\circ$  erhitzt. Krystalle aus h. Chlf., F.  $260^\circ$ . —  $IrCl_3 \cdot 3 (C_6H_5 \cdot CH_2)_2S$ , aus  $IrCl_3$ , Benzylsulfid u. A., hellgelbe Krystalle aus Bzl., F.  $201^\circ$ . —  $Ir_2Cl_6 \cdot 4 (C_6H_5)_2S$ . Diese schon beschriebene Verb. (l. c.) wurde auf anderem Wege durch Einw. von Äthylsulfid auf Ammoniumiridiumchlorid in W. u. A. erhalten. Der F. wurde aber durch häufiges Umkrystallisieren aus Chlf. mit  $222^\circ$  (unter Zers.) gefunden, nicht  $207^\circ$ , wie (l. c.) angegeben. (J. Indian chem. Soc. 10. 275—79. Juni 1933. Calcutta [Orig.: engl.]) STOLPP.

## C. Mineralogische und geologische Chemie.

Paul H. Dunn, *Parallelstreifungen auf geätzten Kalksteinoberflächen*. (Amer. J. Sci. [Silliman.] [5] 26. 442—46. Okt. 1933.) ENSZLIN.

V. Agafonoff, *Die mediterranen Roterden Frankreichs und ihre Muttergesteine*. Die Entstehung der französ. Roterden aus Dolomiten u. reinen Kalken unter dem Einfluß des Mittelmeerklimas wird eingehend behandelt. Die Roterden stellen einen selbständigen Untertyp der Mittelmeerzone dar. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 197. 693—95. 2/10. 1933.) ENSZLIN.

S. R. Nockolds, *Einige theoretische Betrachtungen über das Verhalten von Fremdstoffen in sauren Magmen*. Die Vorgänge werden diskutiert, die stattfinden, wenn Fremdstoffe in ein pluton., saures Magma gelangen. Eine große Rolle spielen hierbei die flüchtigen Stoffe des Magmas, die ein Medium niedriger Viscosität zwischen dem exogenen Einschluß u. dem Magma erzeugen. Dieses Medium erleichtert die Diffusion der Stoffe zwischen dem Einschluß u. dem Magma („reziproke Rk.“). Die einzelnen Vorgänge u. Rkk. werden genauer besprochen. (J. Geology 41. 561—89. Aug./Sept. 1933. Manchester, Univ.) SKALIKS.

W. A. Wachramejew und A. W. Peiwe, *Die Kalisalzlager von Gaurdak-Ljalimkam*. Geol.-mineralog. Unters. (Kali [russ.: Kalii] 2. Nr. 4. 4—21. Mai 1933.) KLEVER.

A. P. Karpinski, *Über die Goldspuren in dem Zentralgebiete des europäischen Teiles der U.S.S.R.* Kurzer Bericht über die vorhandenen Daten über Au-haltige Gesteine. (C. R. Acad. Sci., U. R. S. S. Ser. A. [russ.: Doklady Akademii Nauk S. S. S. R. Sser. A.] 1932. 383—86. Leningrad, Akad. d. Wissensch.) KLEVER.

—, *Die Radiumerze in Belgisch-Kongo*. An Ra-Erzen wurden in Belg.-Kongo gefunden: Kasolit (Pb-Silicouranat), Curit (Pb-Uranat), Becquerelit ( $UO_3 \cdot 2 H_2O$ ), Uranit (Cu-Phosphouranat), Parsonsit ( $2 PbO \cdot UO_3 \cdot P_2O_5 \cdot H_2O$ ), Stasit ( $4 PbO \cdot 8 UO_3 \cdot P_2O_5 \cdot H_2O$ , D. 5,013), Dewindit (Zus. wie Stasit, D. 4,8). Die einzelnen Phasen der Aufbereitung der Erze werden beschrieben. (Ind. chimique 20. 741. Okt. 1933.) R. K. MÜ.

W. P. Russakow, *Über den Radium- und Thoriumgehalt von Phosphoriten*. Die Radioaktivität der untersuchten Phosphorite erwies sich bedingt durch einen Ra-Geh., welcher je nach der Struktur u. dem Ursprung des Phosphorits verschieden groß sein kann (im Mittel  $20,08 \cdot 10^{-10}\%$ ). Das Ra läßt sich durch  $20\%$ ig. HCl bis zu  $61\%$  des Ra-Geh. der Phosphorite auslaugen, während die wss. Auszüge nur  $0,4\%$  des Ra aufwiesen. Weiter ergab sich, daß die Emanationsmethode zur Best. des Ra-Geh. um  $67\%$  höhere Werte ergab als die Best. mittels  $\alpha$ -Strahlen. Eine Anreicherung von Th in den Phosphoriten konnte nicht beobachtet werden. (C. R. Acad. Sci., U. R. S. S. Ser. A. [russ.: Doklady Akademii Nauk S. S. S. R. Sser. A.] 1933. 25—33.) KLEVER.

Stuart H. Perry, *Fall eines Meteoriten in Süd-Carolina*. Beschreibung eines sphärolit. Chondriten, dessen Fall am 1. Juli 1933 bei Cherokee Springs beobachtet wurde. Das Gewicht des Meteoriten beträgt 5,4 kg. (Science, New York [N. S.] 78. 312. 6/10. 1933.) ENSZLIN.

## D. Organische Chemie.

V. Anna Rao und P. C. Guha, *Studien über die Waldensche Umkehrung*. I. Abhängigkeit der Reaktionsrichtung von der Anzahl freier Carboxylgruppen bei Waldenschen Umkehrungen. Die HORTONsche Regel (vgl. Chem. News 111 [1915]. 29) stimmt für viele Rkk., die HORTON nicht in seiner Arbeit erwähnt hat, so für das Verh. von  $\beta$ -Chlorpropionsäure gegen NaOH u.  $Ag_2CO_3$  im Vergleich mit dem Verh. von *l*-Chlorbernsteinsäure gegenüber den gleichen Reagenzien (vgl. MC KENZIE u. CLOUGH, J. chem. Soc. London 93 [1908]. 811). Die Tatsache, daß eine opt.-akt. Hydroxyverb. durch  $SOCl_2$  u. anschließend  $Ag_2O$  ausnahmslos in ihren Antipoden verwandelt wird, stimmt gut mit der HORTONschen Regel überein, denn nach dieser sind  $SOCl_2$  u.  $Ag_2O$  in



ihrem Verh. stets verschieden; ruft  $\text{SOCl}_2$  eine Änderung des Drehungssinnes hervor, so ist dies nicht der Fall bei der Einw. von  $\text{Ag}_2\text{O}$  auf die entsprechende Cl-Verb. u. umgekehrt. Der Unterschied zwischen einer Monocarbonsäure u. ihrem Ester im opt. Verh. gegen ein bestimmtes Reagens stimmt ebenfalls mit der HORTONSCHEM Regel überein, da die Zahl der freien COOH-Gruppen in einem Fall ungerade, im anderen gerade ist. Dagegen steht diese Regel im Widerspruch zur FRANKLANDSCHEM Einteilung der opt.-akt. Oxycarbonsäuren in 2 Klassen, je nachdem ob sie durch Einw. von  $\text{SOCl}_2$  eine Änderung ihres Drehungssinnes erfahren oder nicht (J. chem. Soc. London **103** [1913]. 713. u. **105**. [1914] 1101). Die Verb. der 1. Klasse tragen kein Phenyl in direkter Bindung am asymm. C, während dies bei der 2. Klasse der Fall ist; denn sie fordert, daß a) eine Verb. mit Phenyl am asymm. C in die 1. Klasse fällt, wenn sie eine gerade Anzahl von COOH hat, u. daß b) eine Verb. ohne Phenyl am asymm. C in die 2. Klasse fällt, sofern sie eine ungerade Anzahl freier COOH besitzt. Das bis jetzt vorhandene Vers.-Material steht mit keiner Theorie in voller Übereinstimmung. Die HORTONSCHE Regel steht ferner in Widerspruch zur Hypothese von BILMANN, die fordert, daß  $\text{HNO}_2$ ,  $\text{NOCl}$  u.  $\text{NOBr}$  auf freie Aminosäuren n. u. auf deren Ester anormal wirken. Es sollten sich also *l-Asparaginsäure* u. *l-Serin* gegen  $\text{HNO}_2$  gleich verhalten, während sie dies nach HORTON nicht tun dürften, was auch der Fall ist, während andererseits alle anderen untersuchten Fälle über die Einw. von  $\text{NOBr}$  auf Aminosäuren u. deren Ester mit der BILMANNSCHEM Hypothese übereinstimmen. Die Unterss. von SENTER (J. chem. Soc. London **107** [1915]. 638) bzgl. des Einflusses von Lösungsm. auf die Änderung des Drehungssinnes bei WALDENSCHEN Umkehrungen sprechen ebenfalls gegen die HORTONSCHE Regel, die einen derartigen Einfluß nicht in Betracht zieht. An den von BANGROFT u. DAVIS (C. **1931**. II. 2595) bzgl. des Einflusses der Konz. des Reagens auf den Drehungssinn des akt. Prod. WALDENSCHER Umkehrung gemachten Beobachtungen läßt sich die Gültigkeit der HORTONSCHEM Regel nicht zeigen. Vff. führen 142 Beispiele auf, die in der Mehrzahl zugunsten der Regel sprechen (vgl. Original). Vff. führen weiter an, daß der Hauptfehler der Regel darin besteht, daß der Drehungssinn zur Feststellung der Rk.-Richtung benutzt wird. Wird an die Stelle von Drehungssinn Konfiguration gesetzt, so gehorchen weit mehr Rkk. dieser Regel. Der Unterschied im Verh. einer freien Säure u. ihres Esters gegen ein bestimmtes Reagens wurde von verschiedenen Autoren beobachtet, u. die HORTONSCHE Regel wird diesem eigenartigen Verh. gerecht. Doch wurde von FISCHER (Ber. dtsh. chem. Ges. **41** [1908]. 889) festgestellt, daß dieser Unterschied nicht immer hervortritt. Von 25 untersuchten Estern scheinen 16 nicht zu der Regel zu passen. Werden  $\text{HNO}_2$  oder  $\text{Ag}_2\text{O}$  u. W. als hydroxylierende Mittel verwendet, so ist kein Fall bekannt, der mit der Regel übereinstimmt. Auch das vermeintliche konstante Reagens  $\text{PCl}_5$  verhält sich nicht immer konstant. Weitere Einzelheiten vgl. im Original. Vff. kommen zu dem Schluß, daß die HORTONSCHE Regel den Tatsachen nicht gerecht wird. (J. prakt. Chem. [N.F.] **138**. 167—83. 1933. Bangalore, Indian Inst. of Science, Chem. Abt.) CORTE.

F. O. Rice und M. Denise Dooley, *Die thermische Zersetzung organischer Verbindungen vom Standpunkt freier Radikale*. IV. *Die Dehydrierung von Paraffinkohlenwasserstoffen und die Stärke der C—C-Bindung*. (III. vgl. C. **1933**. II. 1331). Besteht die Dehydrierung von Äthan wirklich nur in der Abspaltung von molekularem  $\text{H}_2$  unter Bldg. des entsprechenden Olefins, so muß eine deutliche Beziehung zwischen der Struktur eines KW-stoffes u. der Größe des Dehydrierungsprozesses bestehen. Die Ergebnisse für mehrere KW-stoffe zeigen, daß die Struktur des KW-stoffes keinen Anhalt für das Ausmaß der Dehydrierung gibt. So gibt Propan 23%  $\text{H}_2$ , aber *n-Butan* nur 4,5%, *Isobutan* 26,4% die jedoch nicht auf das tertiäre H-Atom zurückzuführen sind, da *2,3-Dimethylbutan* nur 3%  $\text{H}_2$  gibt. Vom Standpunkt der freien Radikale aus ist die Übereinstimmung jedoch besser (Kurve vgl. Original). Zerfällt Äthan nach der Gleichung  $\text{C}_2\text{H}_6 \rightarrow \text{C}_2\text{H}_5 + \text{H}_2$ , so sollten Metallspiegel nicht angegriffen werden, während, wenn es nach der Gleichung  $\text{C}_2\text{H}_6 \rightarrow 2\text{CH}_3$  zerfällt, Metallspiegel aufgelöst werden müssen. Ganz reines Äthan löst bei 850—950° rasch Metallspiegel auf, woraus Vff. folgern, daß bei dieser Temp. die letztere Rk. vor sich geht. Die Aktivierungsenergie (906 u. 960°) beträgt im Mittel 79 500 ± 3000 cal. Die Aktivierungsenergie der Dissoziation von Äthan in  $\text{CH}_3$ -Gruppen u. die gemessene Aktivierungsenergie von Äthan liegen sehr dicht beieinander, folglich geht entweder die Bldg. von Äthylen u.  $\text{H}_2$  aus Äthan über freie Radikale oder die Bldg. freier Radikale u. die einfache Abspaltung von  $\text{H}_2$  gehen gleichzeitig vor sich. (J. Amer. chem. Soc. **55**. 4245—47. 1933. Baltimore, Maryland, JOHNS HOPKINS Univ.) CORTE.



**F. O. Rice** und **A. L. Glasebrook**, *Das freie Methylenradikal*. Zers. von  $\text{CH}_2\text{N}_2$  im Ä.-Strom bei  $650^\circ$  lieferte Prodd., die mit Hg keine Hg-organ. Verb. bildeten, obwohl Sb-Spiegel schon bei einer Ofentemp. von  $450^\circ$  von den Zers.-Prodd. entfernt wurden. Bei  $700^\circ$  entstand *Dimethyl-Hg* (identifiziert als  $\text{CH}_3\text{-HgJ}$  nach Jod-Zusatz). Vff. folgern aus diesen Resultaten, daß das bei der Zers. entstehende  $\text{CH}_2$  sich nicht mit Hg zu  $\text{Hg} = \text{CH}_2$  verbindet, da Addition an diese Verb.  $\text{HgJ-CH}_2\text{J}$  geben sollte. Bei Temp. von  $700^\circ$  u. höher entreibt die  $\text{CH}_2$ -Gruppe einem Äthermol. ein H-Atom u. liefert so eine  $\text{CH}_3$ -Gruppe. — Wurde die Zers. bei  $500^\circ$  vorgenommen, wobei keine  $\text{CH}_3$ -Gruppen entstehen, so wurden einige Metallspiegel angegriffen (Sb, Te), andere nicht (Zn, Cd, Pb). Es scheint möglich, die Bruchstücke durch Kombination mit Te zu identifizieren oder auch mit CO, wobei Ketten entstehen sollte. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4329—30. 1933. Baltimore, Maryland, Johns Hopkins Univ.) CORTE.

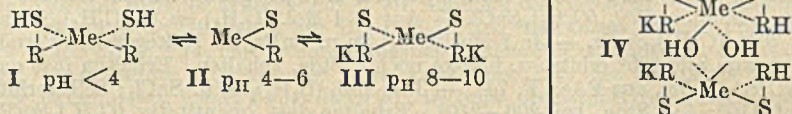
**Chas. Allen Thomas** und **Wm. H. Carmody**, *Polymerisation von Diolefinen mit Olefinen*. II. *Funktion des Pentens-(2) bei der Polymerisation von Isopren*. (I. vgl. C. 1932. II. 1771.) Durch Behandlung des Tetrabromids mit Zn-Staub gewonnenes reines Isopren geht bei Einw. von  $\text{AlCl}_3$  allmählich zu einem großen Teil in ein gelatinöses unl. Polymeres über. HCl beschleunigt die Rk. u. begünstigt die Bldg. von l. Polymerem. Ebenso wirken Zusätze, die die Auflsg. des  $\text{AlCl}_3$  in Isopren bewirken, wie Isoprenhydrochlorid oder Äthylacetat. Man ist demnach berechtigt, die früher beschriebene Wrkg. von Penten-(2) auf die Polymerisation des Isoprens als Lösungsm.-Wrkg. anzusehen. Tatsächlich erhält man bei der Polymerisation in Naphthalsg. in Ggw. von Penten fast ausschließlich l. Polymeres, wenn man durch geeignete Rk.-Bedingungen dafür sorgt, daß der  $\text{AlCl}_3$ -Pentenkomplex stets gel. ist. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3854—56. 1933. Dayton [Ohio], Thomas and Hochwalt Laboratories.) OG.

**William M. Malisoff** und **Ernest M. Marks**, *Thermisches Verhalten von in Kohlenwasserstoffen gelösten Schwefelverbindungen*. II. *n-Butylsulfid in Benzol*. (I. vgl. C. 1932. I. 211.) In Fortsetzung früherer Unters. (l. c.) wurde *n-Butylsulfid* in Bzl.-Lsg. zers. Die angewandten Temp. waren  $400^\circ$ ,  $450^\circ$ ,  $485^\circ$ ,  $500^\circ$ ,  $515^\circ$ , die Konz. 0,025, 0,05, 0,15-, 0,3-molar, die Zersetzungszeiten 5, 15, 25, 50 Sekunden. Es wurden reines *n-Butylsulfid* vom Kp.  $186\text{—}189^\circ$  u. thiophen- sowie  $\text{CS}_2$ -freies Bzl. vom F.  $5,458^\circ$  benutzt. Die Vers. wurden in einem besonders konstruierten elektr. Ofen ausgeführt bei Temp.-Abweichungen von nicht mehr als  $\pm 3^\circ$  bei  $500^\circ$  u. mehrst. Versuchsdauer. Arbeitsweise u. Analysenmethode vgl. l. c. Es wurden Analysen auf  $\text{H}_2\text{S}$ , Mercaptane u. unzers. Butylchlorid gemacht, qualitativ wurde auf Thiophen u. freien Schwefel geprüft. — Vff. geben umfangreiches zahlenmäßiges u. graph. Material über das Ergebnis ihrer Unters. Das *n-Butylsulfid* ist in Bzl. bei  $400^\circ$  in 0,05-m. Lsg. bis zu 50 Sek. beständig. Bei  $450^\circ$  tritt leichte Zers. ein u. selbst bei  $515^\circ$  wurden während 30 Sek. nicht mehr als 20% in  $\text{H}_2\text{S}$  übergeführt. Bis zu  $515^\circ$  u. 50 Sek. Versuchsdauer wurden an schwefelhaltigen Zersetzungsprodd. nur  $\text{H}_2\text{S}$  u. Mercaptan gefunden, nur in Ggw. eines großen Überschusses an  $\text{H}_2\text{S}$  bildete sich freier Schwefel u. Thiophenderivv. Die Zers. ist viel geringer als die der niederen aliph. Mercaptane. Der Zersetzungsprozeß scheint zum mindesten teilweise heterogen zu sein, da er durch höhere Konz. (0,15—0,3-m.) u. längere Versuchsdauer (15—35 Sek.) begünstigt wird. Aluminiumoxyd wirkt katalyt., wobei die Menge des gebildeten  $\text{H}_2\text{S}$  zu- u. die des Mercaptans abnimmt. Die Zers. geht in Bzl.-Lsg. schneller vor sich als in *n-Heptan*. Bzl. fördert also die Zersetzungs-geschwindigkeit trotz seiner Stabilität oder aber *n-Heptan* wirkt verzögernd; die Frage ist jedoch erst zu klären, wenn die geplanten entsprechenden Vers. mit Butylsulfid allein durchgeführt sind. Vff. kommen zu der Annahme, daß evtl. eine Adsorption des Butylsulfids, jedoch nicht der Reaktionsprodd., an Glas stattfindet. (Ind. Engng. Chem. 25. 780—83. Juli 1933. Philadelphia, Pa., Atlantic Refining Company.) STOLPP.

**Maxwell Schubert**, *Über an der katalytischen Oxydation von Thioisäuren beteiligte komplexe Systeme*. Eisenkomplexe spielen bei der katalyt. Oxydation von Thioisäuren durch  $\text{O}_2$  zu Disulfidsäuren als Zwischenprodd. eine Rolle. Über den Mechanismus dieser Katalyse äußern sich die Theorien von MICHAELIS u. von CANNAN u. RICHARDSON, die beide einen Ablauf der Katalyse in 3 Stufen annehmen. Hiervon unterscheidet sich die vom Vff. dargelegte Theorie in der Ansicht über die Konst. der intermediär an der Oxydation beteiligten Metallkomplexe. Die Grundlage dazu bildet die unter Luftausschluß mögliche Isolierung verschiedener zweiwertiger Eisenkomplexe der Thio-glykolsäure, in welchen die Bindungsfähigkeit des Metalls vom  $\text{pH}$  der Rk.-Lsg. abhängt. Die Bindung des Fe an S wird von der Ionisation der SH-Gruppe bestimmt. Ähnliche



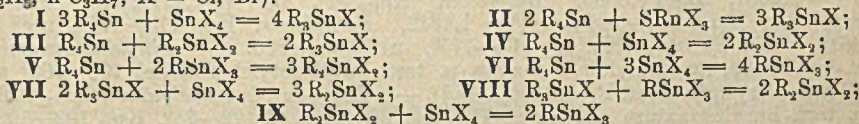
Verhältnisse liegen vor beim Ersatz von Thioglykolsäure durch Cystein oder von Fe(II) durch Co(II). Vf. schlägt Formulierung I, II, III vor. Mit S-Benzyleystein kann Co(II) nur die Verb. der Zus.  $\text{Co}[\text{OOC}\cdot\text{CH}(\text{NH}_2)\text{CH}_2\cdot\text{S}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{C}_6\text{H}_5]_2$  bilden, da die Bindung des Metalles an S nach III unter Bldg. eines gelben oder grünen Komplexes unmöglich ist. Jedoch gelingt die Darst. solcher Komplexe beim Ersatz des Wasserstoffs der



COOH-Gruppe durch Alkylgruppen im Thioglykolsäureester. Die Bldg.-Bedingungen für einen Komplex nach III sind bei der Oxydation von Thioisäuren durch  $\text{O}_2$  bei Anwesenheit von Fe gegeben. Lsgg. von III sind gegen Luft außerordentlich empfindlich, was sich in typ. Farbänderungen u. Abscheidung von Ferrihydroxyd zu erkennen gibt. Wegen der Labilität der dabei entstehenden oxydierten Fe-Komplexe muß Vf. hier die entsprechenden Co-Verbb. experimentell untersuchen. Co-Komplexe der Struktur II u. III sind früher schon beschrieben worden (C. 1931. I. 3329). Co(II)-Dicysteinat nach III ist intensiv blaugrün. Diese Verb. wird durch Luft zu einem im Gegensatz zum entsprechenden Fe-Komplex stabilen olivbraunen Co-Komplex oxydiert, für den Vf. Formulierung IV ableitet. Die Theorie des Vi. zur Erklärung der Katalyse fordert so zunächst die Bldg. des Ferrokompleses III u. anschließend dessen Oxydation zum Ferrikomplex IV durch  $\text{O}_2$ . Letzterer erleidet dann Red. unter Abspaltung der Disulfidsäure. — Die Darst. der Fe-Komplexe unter Luftausschluß erfolgt in der früher beschriebenen Apparatur. Die Verbb. nach Typ II werden durch Zugabe von KOH zu einer Mischung von Fe(II)-Chlorid u. Thioisäure (Thioglykolsäure, Cystein) bis zum Auftreten von schwach gelber Farbe erhalten. Die schwer l. gelben Verbb.  $\text{Fe}(\text{OOC}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{S})\cdot 1,5\text{H}_2\text{O}$  u.  $\text{Fe}[\text{OOC}\cdot\text{CH}(\text{NH}_2)\cdot\text{CH}_2\cdot\text{S}\cdot 1,5\text{H}_2\text{O}]$  fallen aus; trocken sind sie an Luft beständig. Die Komplexe nach Formel III sind wegen großer Löslichkeit u.  $\text{O}_2$ -Empfindlichkeit schwieriger herzustellen. Das K-Salz  $\text{Fe}(\text{S}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COOK})_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  bildet gelbe, rechteckige Blättchen. Leichter zugänglich ist das Na-Salz  $\text{Fe}(\text{S}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COONa})_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , das auch trocken an Luft  $\text{O}_2$  aufnimmt, wobei die gelbe Farbe der Kristalle nach Orangerot umschlägt. Diese  $\text{O}_2$ -Absorption wird in der WARBURG'schen Mikrorespirationsapparatur verfolgt. —  $\text{Co}(\text{OOC}\cdot\text{CH}(\text{NH}_2)\text{CH}_2\cdot\text{S}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{C}_6\text{H}_5)_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ : aus Benzyleystein u.  $\text{CoCl}_2$  bei Anwesenheit von  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , blaßrote, flache Platten.  $\text{Fe}(\text{S}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COOC}_2\text{H}_5)_2$  bildet gelbe Kristalle. Seine Analyse verursacht Schwierigkeiten, da das Salz sich beim Herausnehmen aus dem Exsiccator innerhalb 1—2 Min. durch Rk. mit  $\text{O}_2$  völlig zers. Die entsprechende, aus Thioglykolsäureäthylester dargestellte Co-Verb. besitzt die Zus.  $[\text{Co}(\text{S}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COOC}_2\text{H}_5)_2\cdot\text{HS}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COOC}_2\text{H}_5]_2$ , dünne, goldgrüne Blättchen mit metall. Schimmer. Ihre Überführung in  $\text{Co}(\text{S}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COOC}_2\text{H}_5)_2$  wird beschrieben. — Von einem Co-Komplex nach Formulierung IV wird das Tetraalkaliumsalz der entsprechenden Cysteinverb. hergestellt,  $[\text{Co}(\text{S}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}(\text{NH}_2)\text{COOK})_2\cdot\text{OH}]_2$ , sehr feine, haarähnliche Kristalle. Ein Thioglykolsäurekomplex dieser Art war nicht zu isolieren. (J. Amer. chem. Soc. 54. 4077—85. New York City, ROCKEFELLER Inst. for Medical Research.)

SCHÖBERL.

**K. A. Kozeschkow**, Untersuchungen über metallorganische Verbindungen. II. Die Reaktion zwischen zinnorganischen Verbindungen der Fettreihe und Tetrahalogeniden des Zinns. (I. vgl. C. 1929. I. 2528.) Vf. hat folgende Rkk. untersucht ( $\text{R} = \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5, n\text{-C}_3\text{H}_7$ ;  $\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$ ):



Außer VI u. IX verlaufen alle Rkk. mit guten Ausbeuten u. können zur Darst. der Typen  $\text{R}_2\text{SnX}_2$  u.  $\text{R}_2\text{SnX}$  dienen. Rk. IX geht hier, im Gegensatz zum glatten Verlauf in der arom. Reihe, nicht vor sich. Rk. VI, welche man in die Stufen IV u. IX zerlegen kann, geht nur bis zur Bldg. von  $\text{R}_2\text{SnX}_2$ . Aus den Vers. folgt, daß die Aryle an Sn lockerer gebunden sind als die Alkyle (leichte Bldg. von  $\text{ArSnX}_3$ ), u. daß die beiden ersten Alkyle rascher abgespalten werden als die beiden übrigen (leichte Bldg. von  $\text{R}_2\text{SnX}$  u.  $\text{R}_2\text{SnX}_2$ , nicht aber von  $\text{RSnX}_3$ ).



Versuche. 3 Moll.  $(C_2H_5)_4Sn$  u. 1 Mol.  $SnCl_4$  vermisch; plötzliche Temp.-Erhöhung auf  $70^\circ$ ;  $\frac{3}{4}$  Stde. W.-Bad, 2 Stdn. bei  $190-210^\circ$ . Erhalten  $86\%$   $(C_2H_5)_3SnCl$ , Kp.<sub>753</sub> 209—211°, Kp.<sub>16</sub> 100—101°, u. als Rückstand etwas  $(C_2H_5)_2SnCl_2$ , F.  $84^\circ$ . — Aus 3 Moll.  $(C_2H_5)_4Sn$  u. 1 Mol.  $SnBr_4$  wie vorst.  $91\%$   $(C_2H_5)_3SnBr$ , Kp.<sub>754</sub> 223—225°, Kp.<sub>30</sub> 109—110°, u. etwas  $(C_2H_5)_2SnBr_2$ , F.  $63^\circ$ . Diese u. vorige Rk. verlaufen demnach in 2 Stufen (IV u. III). — Je 1 Mol.  $(C_2H_5)_4Sn$  u.  $(C_2H_5)_2SnCl_2$  2 Stdn. auf  $210-215^\circ$  erhitzt. Erhalten  $75\%$   $(C_2H_5)_3SnCl$ . — Aus je 1 Mol.  $(C_2H_5)_4Sn$  u.  $(C_2H_5)_2SnBr_2$  wie vorst.  $70\%$   $(C_2H_5)_3SnBr$ . — Je 1 Mol.  $(CH_3)_4Sn$  u.  $SnBr_4$  im Kältgemisch vermisch, sehr langsam auf  $185^\circ$  erhitzt u. hierbei noch 1 Stde. gehalten. Erhalten fast quantitativ  $(CH_3)_2SnBr_2$ , aus PAe., F.  $74^\circ$ . — Je 1 Mol.  $(C_2H_5)_4Sn$  u.  $SnCl_4$ ; Selbsterhitzung bis auf  $110^\circ$ ;  $1\frac{1}{2}$  Stde. bei  $200-210^\circ$ . Erhalten fast quantitativ  $(C_2H_5)_2SnCl_2$ . — Aus je 1 Mol.  $(C_2H_5)_4Sn$  u.  $SnBr_4$  wie vorst.  $90\%$   $(C_2H_5)_2SnBr_2$ . — Ebenso aus je 1 Mol.  $(n-C_3H_7)_4Sn$  u.  $SnCl_4$   $85\%$   $(n-C_3H_7)_2SnCl_2$ , aus PAe., F.  $81^\circ$ . — Ebenso aus je 1 Mol.  $(n-C_3H_7)_4Sn$  u.  $SnBr_4$  zunächst fl., langsam erstarrend  $(n-C_3H_7)_2SnBr_2$ , aus PAe., F.  $47-48^\circ$ . Reinausbeute wegen starker Löslichkeit gering. — 1 Mol.  $(CH_3)_4Sn$  u. 2 Moll.  $CH_3SnBr_3$  (C. 1928. II. 1999) im Rohr 2 Stdn. auf  $200^\circ$  erhitzt. Erhalten  $(CH_3)_2SnBr_2$ . — 2 Moll.  $(C_2H_5)_3SnCl$  u. 1 Mol.  $SnCl_4$ ; plötzliche Erwärmung auf  $75^\circ$ ; 2 Stdn. bei  $190-195^\circ$ . Erhalten quantitativ  $(C_2H_5)_2SnCl_2$ . — Aus 2 Moll.  $(C_2H_5)_3SnBr$  u. 1 Mol.  $SnBr_4$  bei  $215-220^\circ$  fast quantitativ  $(C_2H_5)_2SnBr_2$ . — Aus je 1 Mol.  $(CH_3)_3SnBr$  u.  $CH_3SnBr_3$  fast quantitativ  $(CH_3)_2SnBr_2$ . — *Dimethylstannthion*,  $(CH_3)_2SnS$ . Durch Sättigen einer wss. Lsg. von  $(CH_3)_2SnCl_2$  mit  $H_2S$ . Aus PAe. krystallin, F.  $148^\circ$ , geruchlos, l. in organ. Solventien, unl. in W., l. in  $HCl$ , ll. in  $(NH_4)_2S$ , zl. in  $NH_4OH$  u.  $\delta$ -n.  $KOH$ . — Die Rk.  $R_4Sn + SnS_2 = 2R_2SnS$  konnte nicht erzwungen werden. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1661—65. 8/11. 1933. Moskau, Univ.) LINDENBAUM.

**William C. Eichelberger** und **Victor K. La Mer**, *Darstellung und Eigenschaften von wasserfreier Essigsäure*. Vff. untersuchen die verschiedenen Darst.-Methoden für wasserfreie Essigsäure in großen Mengen. Die besten Ergebnisse werden durch Oxydation mit Chromtrioxyd u. Entwässerung durch Triacetylborat erreicht. F. der reinen wasserfreien Essigsäure liegt bei  $16,60 \pm 0,01^\circ$ . Die spezif. Leitfähigkeit =  $1,4 \cdot 10^{-8} \Omega^{-1}$  bei  $25^\circ$ . (J. Amer. chem. Soc. 55. 3633—34. Sept. 1933. New York, Dep. of Chem., Columbia Univ.) GAEDE.

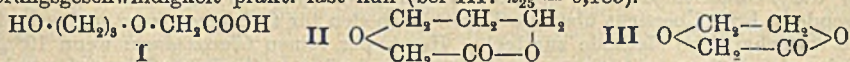
**August H. Homeyer**, **Frank C. Whitmore** und **V. H. Wallingford**, *Darstellung der tert.-Butylelessigsäure und ihrer Derivate*. Tert.-Butylelessigsäure, über deren Eiggg. sehr verschiedene Angaben vorliegen, wird leicht in guter Ausbeute aus 4,4-Dimethylpentanon-(2) u.  $NaOBr$  erhalten. Bromierung der Säure u. des Chlorids gibt die entsprechenden  $\alpha$ -Bromverb. Umlagerungsprod. wurden nicht beobachtet. — 4,4-Dimethylpentanon-(2), aus Diisobutylen mit  $Na_2Cr_2O_7$  u.  $H_2SO_4$ . Kp.<sub>733</sub> 124—125°,  $n_D^{20} = 1,4028$ . Mit k.  $NaOBr$ -Lsg. tert.-Butylelessigsäure, Kp.<sub>26</sub> 96°, Kp.<sub>739</sub> 183,0—183,3°, F.  $6-7^\circ$ ,  $n_D^{20} = 1,4096$ ,  $D_4^{20}$  0,9124.  $NaC_6H_{11}O_2$ , Tafeln aus A.-A.  $Ca(C_6H_{11}O_2)_2$ , wl. in W. tert.-Butylacetylchlorid, Kp.<sub>150</sub> 79—81°,  $n_D^{20} = 1,422$ ,  $D_4^{20}$  0,968. tert.-Butylacetamid, aus dem Chlorid u. wss.  $NH_3$  oder aus dem Äthylester u. alkoh.  $NH_3$  bei 10-tägigem Erhitzen auf  $150-170^\circ$ . Tafeln aus Äthylacetat + PAe., F.  $132^\circ$ . Im Gegensatz zu tert.-Butylelessigsäureäthylester reagiert Trimethyllessigsäureäthylester nicht mit alkoh. oder methylalkoh.  $NH_3$ . tert.-Butylacetylchlorid, ölig, Kp.<sub>3</sub> 69°,  $n_D^{20} = 1,4438$ . tert.-Butylacetanilid, Nadeln aus verd. A., F.  $131^\circ$ . tert.-Butylacetoneitril (Neopentylcyanid), aus dem Amid u.  $P_2O_5$  in Bzl. F.  $32,5^\circ$ , Kp.<sub>737</sub> 135—136,4°. Ester der tert.-Butylelessigsäure: Methyl ester, Kp.<sub>739</sub> 126,5°,  $n_D^{20} = 1,3981$ ,  $D_4^{20}$  0,8710. Äthylester, Kp.<sub>739</sub> 144,5—144,7°,  $n_D^{20} = 1,4010$ ,  $D_4^{20}$  0,8604. Propylester, Kp.<sub>45</sub> 92°,  $n_D^{20} = 1,4067$ ,  $D_4^{20}$  0,8585. Butylester, Kp.<sub>30</sub> 91°,  $n_D^{20} = 1,4118$ ,  $D_4^{20}$  0,8568. Benzylester, Kp.<sub>26</sub> 146—148°,  $n_D^{20} = 1,4842$ . Bornylester, Kp.<sub>5</sub> 115—117°,  $n_D^{20} = 1,4615$ . Mentylester, Kp.<sub>4-15</sub> 114—115°,  $n_D^{20} = 1,4500$ . — Vinylidiacetonamin-tert.-butylacetat, aus Vinylidiacetonamin u. tert.-Butylacetylchlorid bei  $100-160^\circ$  als  $HCl$ -Salz (Krystallpulver, F. ca.  $210^\circ$  [Zers.]). —  $\alpha$ -Brom-tert.-butylelessigsäure,  $C_6H_{11}O_2Br$ , aus tert.-Butylelessigsäure mit  $Br$  u.  $PCl_5$  bei  $60-100^\circ$ . F.  $72-73^\circ$ , Kp.<sub>2</sub> 102—109°. Bromid, aus tert.-Butylelessigsäure mit  $Br$  u. rotem P. Kp.<sub>18</sub> 82°. Amid,  $C_6H_{12}ONBr$ , aus dem Bromid u. konz. wss.  $NH_3$ . Krystalle aus Essigester, F.  $138^\circ$ . Gibt bei der Red. mit  $Zn$  u. Essigsäure tert.-Butylacetamid. Diäthylamid, aus dem Bromid. F.  $35-37^\circ$ , Kp.<sub>5</sub> 106—109°. Chlorid, aus tert.-Butylacetylchlorid. Kp.<sub>37</sub> 93—97°. Äthylester,  $C_8H_{15}O_2Br$ , Kp.<sub>23</sub> 93°,  $n_D^{20} = 1,4510$ . Mentylester,  $C_{11}H_{23}O_2Br$ , Kp.<sub>4</sub> 148 bis  $150^\circ$ ,  $n_D^{20} = 1,4753$ . Bornylester, Kp.<sub>4-5</sub> 148—153°,  $n_D^{20} = 1,4876$ . Benzylester, Kp.<sub>4,5</sub> 145—147°,  $n_D^{20} = 1,5160$ .  $\alpha$ -Brom-tert.-butylacetylarnstoff,  $C_7H_{13}O_2N_2Br$ , aus



dem Chlorid u. Harnstoff bei 100°. Krystalle aus Essigester, F. 188,5°. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4209—14. Okt. 1933. Pennsylvania State College u. Mallinckrodt Chem. Works, Saint Louis.)

OSTERTAG.

**M. H. Palomaa und Unto Toukola, Studien über ätherartige Verbindungen. XI. Mitt. Über ein Ätherlacton mit Siebenring.** (X. vgl. C. 1933. II. 209.) In Fortsetzung früherer Arbeiten synthetisierten Vff. nunmehr die  $[\gamma\text{-Oxypropoxy}]\text{-essigsäure}$  (I) durch Einw. von  $\text{ClCH}_2\text{COONa}$  auf  $\text{HO}\cdot(\text{CH}_2)_3\text{ONa}$ . Das überschüssige Trimethylen glykol wurde durch Vakuum- u. darauffolgende W.-Dampfdest. entfernt, das NaCl mit Dioxan + rauchender HCl aus der stark konz. wss. Lsg. des Na-Salzes ausgefällt. Bei der Vakuumdest. liefert I eine dicke Fl., teilweise undestillierbare Prodd., teilweise den *Glykolsäuretrimethylenester* II, der kristallisiert. II bildet sich als 7-Ring viel schwieriger als III. II schm. im Verhältnis zu III hoch, ist in W. sl. u. polymerisiert nicht (vgl. CAROTHERS, DOROUGH u. VAN NATTA, C. 1932. I. 2471). Die Geschwindigkeit der sauren Hydrolyse von II ist beinahe 90-mal kleiner als die von III, die Lactonierungs geschwindigkeit prakt. fast null (bei III:  $k_{25} = 0,185$ ).



Versuche.  $[\gamma\text{-Methoxypropoxy}]\text{-essigsäure}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_4$ , aus Trimethylen glykolmonomethyläther +  $\text{ClCH}_2\text{COOH}$ . Kp.<sub>7</sub> 140—140,5°;  $d_{20}^{20} = 1,1164$ ;  $n_D^{20} = 1,43693$ ;  $M_D = 34,75$ . —  $[\gamma\text{-Oxypropoxy}]\text{-essigsäure}$  (I),  $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_4$ , aus der Methoxysäure + HBr. Kp.<sub>4</sub> 148—180° (halogenhaltig). Oder aus Trimethylen glykol (4 Moll.), Na (1 Mol.) +  $\text{ClCH}_2\text{COOH}$  (1/2 Mol.) beim Erwärmen: Abdest. des Trimethylen glykols im Vakuum, dann mit W.-Dampf, Eindampfen, Behandeln mit konz. HCl + Dioxan unter Durchleiten von  $\text{H}_2$ , Filtrieren, mehrmaliges Eindampfen mit W. u. Vakuumdest. Kp.<sub>1</sub>; Bad 90—100°. Das resultierende Öl ist teilweise lactonisiert. — *Glykolsäuretrimethylenester* (II),  $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_3$ , durch Vakuumdest. von I (Bad 200—220°, Kp.<sub>0,1-1</sub> 130—180°), Lösen in h. Aceton u. Krystallisation aus Bzl. F. 135,5°. Hydrolysenkonstanten auf 1-n. Katalysatorsäure berechnet ( $c_2 =$  Normalität des Lactons,  $\text{CHCl}$  der HCl).  $c_2 = 0,0252$ ,  $\text{CHCl} = 0,2191$ ,  $k_{25} = 0,0091$  bei 50% W. — Aceton bei 25°. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1629—32. 8/11. 1933. Turku [Finnland], Univ.)

HILLEMANN.

**P. A. Levene und R. E. Marker, Optische Drehungen konfiguratив zusammengehöriger Methoxypropionsäure- und  $\beta$ -Methoxybuttersäurenitrile.** Die maximalen Molekulardrehungen der zur gleichen ster. Reihe gehörigen Derivv. der Milchsäure u.  $\beta$ -Oxybuttersäure sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

OH CH <sub>3</sub> -C-COOH   H +4,0		OH CH <sub>3</sub> -C-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>   H -12,2
OCH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> -C-COOH   H -80,7	OCH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> -C-CN   H -117,5	OCH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> -C-COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>   H -119,6
OH CH <sub>3</sub> -C-CH <sub>2</sub> ·COOH   H +25,0		OH CH <sub>3</sub> -C-CH <sub>2</sub> ·COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>   H +33,0
OCH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> -C-CH <sub>2</sub> ·COOH   H +13,7	OCH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> -C-CH <sub>2</sub> ·CN   H -13,9	OCH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> -C-CH <sub>2</sub> ·COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>   H +10,6

*Lävoäthylester der  $\alpha$ -Methoxypropionsäure*,  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_2$ , durch Methylierung von Lävoäthyllactat mit  $\text{Ag}_2\text{O}$  u.  $\text{CH}_3\text{J}$ , Kp. 142°,  $[\alpha]_D^{20} = -56,3^\circ$  (ohne Lösungsm.). — *Lävo- $\alpha$ -methoxypropionsäure*,  $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_3$ , Kp.<sub>15</sub> 92°,  $[\alpha]_D^{25} = -48,2^\circ$  (ohne Lösungsm.). — *Lävo- $\alpha$ -methoxypropionsäurenitril*,  $\text{C}_4\text{H}_7\text{ON}$ , Kp. 115°,  $[\alpha]_D^{20} = -85,9^\circ$ . — *Lävo- $\beta$ -oxybuttersäure*, aus racem. Säure über die Chininsalze.  $[\alpha]_D^{25} = -10,2^\circ$  (W.;  $c = 8,84$ ). — *Äthylester der Lävo- $\beta$ -oxybuttersäure*,  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_3$ , Kp.<sub>12</sub> 74°,  $[\alpha]_D^{25} = -10,51^\circ$  (ohne Lösungsm.). — *Lävoäthylester der  $\beta$ -Methoxybuttersäure*,  $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_3$ , Kp. 165°,  $[\alpha]_D^{25} = -2,03^\circ$  (ohne Lösungsm.). — *Lävo- $\beta$ -methoxybuttersäure*,  $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_3$ , Kp.<sub>15</sub> 115°,  $[\alpha]_D^{25} = -3,25^\circ$  (ohne Lösungsm.). — *Dextro- $\beta$ -methoxybuttersäurenitril*,  $\text{C}_5\text{H}_9\text{ON}$ , aus

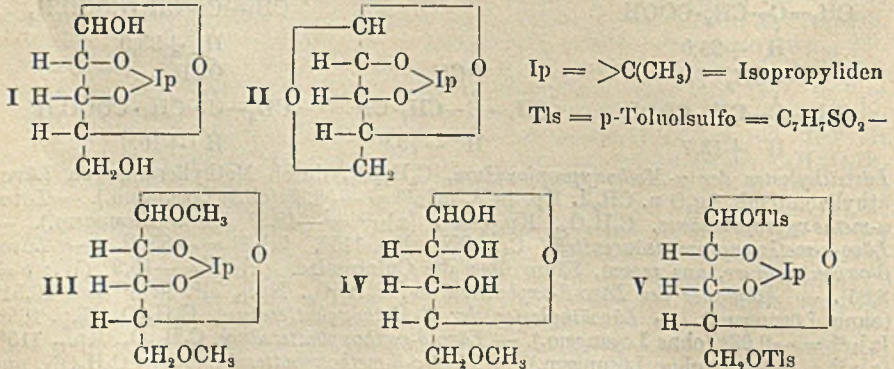


vorst. Verb. über das Säurechlorid u. Amid. Kp. 129°,  $[\alpha]_D^{25} = +3,9^\circ$  (ohne Lösungsm.). (J. biol. Chemistry 102. 297—302. 1933. New York, Rockefeller Inst. for Med. Res.) OHLE.

**Robert Müller**, *Zur Kenntnis der spezifischen Oxydationswirkung des Selenioxyds*. (Vgl. HENZE u. MÜLLER, C. 1933. I. 2390.) Fast gleichzeitig mit ASTIN, NEWMAN u. RILEY (C. 1933. II. 201) fand Vf., daß die Einw. von  $\text{SeO}_2$  auf *Malonsäureäthylester* bei 130° zu *Mesoxalsäureester* (Ausbeute 23%), *Oxalsäurediäthylester* (zur Bldg. vgl. ANSCHÜTZ, Ber. dtsch. chem. Ges. 27 [1894]. 1304) u. *Mesoxalsäuremonoäthylester* (*Phenylhydrazon*,  $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4$ , F. 115°) führt. *Acetessigsäureäthylester* wird von  $\text{SeO}_2$  bei 85—90° zu  $\alpha,\beta$ -*Diketobuttersäureäthylester* (Ausbeute 35%, *Disemicarbazon*,  $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}_4\text{N}_6$ , F. 270°) oxydiert. In beiden Fällen entstehen als Nebenprodd. Se-haltige übelriechende Verb. Durch Arbeiten in Xylollsg. u. bei möglichst tiefer Temp. wurden die höheren Ausbeuten erzielt. (Ber. dtsch. chem. Ges. 66. 1668—70. 8/11. 1933. Innsbruck, Med.-chem. Inst. der Univ.) BERSIN.

**Giuseppe Aurisicchio**, *Untersuchungen über Gluconsäure, Gluconate und besonders über die Veränderungen ihres optischen Drehungsvermögens*. Vf. gibt eine zusammenfassende u. krit. Übersicht über die Darst.-Methoden für *Calciumgluconat* u. beschreibt eine wirtschaftliche Methode zur techn. Herst. der reinen *Gluconsäure*: wenn 10%ig. *Calciumgluconatlsgg.* mit einem geringen Überschuß von *Oxalsäure* versetzt werden, so erhält man, sowohl in der Kälte, wie beim Kochen nach dem Filtrieren oder Zentrifugieren fast reine *Gluconsäure*. Aus dieser werden durch Alkalicarbonate, -hydroxyde oder -oxyde, oder durch Einw. von Alkaloiden u. nachfolgenden Zusatz von A. zur wss. Lsg. die Salze als Ndd. erhalten. — Vf. bestimmt das spezif. Drehungsvermögen von *Calciumgluconat* u. zeigt, daß dieses nicht von verschiedenen Darst.-Methoden abhängt. Wenn jedoch geringe Mengen *Borsäure* zur Stabilisierung der 10%ig. *Calciumgluconatlsgg.* des Handels in Phiolen zugesetzt werden, so ändert sich das Drehungsvermögen. Vf. versucht, eine Erklärung dieser Erscheinung zu geben. — Schließlich werden die Werte für die Viscosität von 5 u. 10%ig. *Calciumgluconatlsgg.* für sich u. in Ggw. von 0,5% *Borsäure* angegeben. (Ind. chimica 8. 836—43. Juli 1933. Neapel, Univ.) FIEDLER.

**P. A. Levene** und **Eric T. Stiller**, *Acetonderivate der d-Ribose*. Bei der Acetonierung der d-Ribose mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  u.  $\text{CuSO}_4$  als Katalysator entstehen 2 Prodd.: Als Hauptprod. die sirupöse *2,3-Isopropyliden-d-ribofuranose* (I) u. das kristallisierte *2,3-Isopropyliden-d-ribofuranose-1,5-anhydrid* (II). Bei Verwendung von  $\text{HCl}$  als Katalysator wurde einmal statt II ein *Isomeres* desselben erhalten, dessen Konst. noch aussteht. I reduziert FEHLINGSche Lsg. nicht, aber Hypojodid wie Monoacetonmannose, gibt bei der Methylierung ein Dimethylderiv. (III), dessen Hydrolyse zum *5-Methyläther der d-Ribofuranose* (IV) führt. Die eine Methylgruppe ist also glucosid. gebunden, die zweite kann nicht in Stellung 2 stehen, weil IV ein p-Bromphenylosazon gibt. Die Geschwindigkeit der Glykosidifizierung läßt bereits auf furoiden Bau von IV schließen, der durch das Ergebnis der erschöpfenden Methylierung bestätigt wird. Die resultierende *Trimethyl-d-ribofuranose* war ident. mit der früher von LEVENE u. TIPSON beschriebenen (vgl. C. 1932. II. 2825). I gibt schon bei der Behandlung mit der äquimolekularen Menge Toluolsulfochlorid eine *Di-p-toluolsulfoverb.* (V). Die eine Toluolsulfogruppe, nach OLDHAM u. RUTHIERFORD wahrscheinlich die am C-Atom 5, läßt sich leicht gegen Jod austauschen.





Versuche. Monoacetonribofuranose,  $C_5H_{14}O_6$  (I), aus d-Ribose mit methanol-freiem Aceton + 0,2%  $H_2SO_4$  u.  $CuSO_4$  20 Stdn. bei 37°. Abtrennung von II durch Dest. im Hochvakuum, wobei II zuerst übergeht. Reinigung, von I über die Acetyl-verb. I ist ein viscoser Sirup,  $n_D^{20} = 1,4642$ ,  $Kp_{0,05} = 110-117^\circ$ . Diacetylderiv.,  $C_{12}H_{18}O_7$ , Sirup vom  $Kp_{0,1} = 119-121^\circ$ ,  $n_D^{20} = 1,4476$ . — Methylmonoacetonmethylribosid,  $C_{10}H_{18}O_5$  (III), aus I mit  $CH_3J$  u.  $Ag_2O$ . Sirup vom  $Kp_{0,03} = 62-65^\circ$ ,  $n_D^{20} = 1,4383$ . Monomethylmethylribosid,  $C_8H_{14}O_5$ , aus vorst. Verb. mit methylalkoh. HCl 23 Stdn. bei 70°. Sirup vom  $Kp_{0,12} = 70-77^\circ$ . — 5-Methylribofuranose,  $C_6H_{12}O_5$  (IV), aus vorst. Verb. mit 0,04-n. HCl bei 100° in 2 Stdn.  $[\alpha]_D^{26} = +26,97^\circ$ . p-Bromphenylsazon,  $C_{18}H_{19}O_3N_4Br_2$ , lange gelbe Nadeln vom F. 160—162°,  $[\alpha]_D^{26} = -48,0^\circ$  (abs. A. + Pyridin 3:2,  $c = 1,0$ ). — Trimethylmethylribosid,  $C_9H_{18}O_5$ , aus IV. Sirup vom  $Kp_{0,05} = 68^\circ$ ,  $n_D^{20} = 1,4369$ . Daraus Trimethylribofuranose,  $C_8H_{16}O_5$ , Sirup vom  $Kp_{0,1} = 90-92^\circ$ ,  $n_D^{20} = 1,4527$ ,  $[\alpha]_D^{26} = +39,3^\circ$  (abs.  $CH_3OH$ ;  $c = 2,152$ ),  $= +40,6^\circ$  (W.;  $c = 2,12$ ). Daraus durch Oxydation mit Brom-W. Trimethyl-d-ribonsäurelacton,  $C_8H_{14}O_5$ , Sirup vom  $Kp_{0,05} = 90$  bis  $99^\circ$ ,  $n_D^{22} = 1,4508$ ,  $[\alpha]_D^{28} = +56,8^\circ$  (Chlf.;  $c = 1,292$ ),  $= -19,0^\circ$  (Anfangs-drehung in W.;  $c = 1,051$ ). — Di-p-toluolsulfomonoacetonribofuranose,  $C_{22}H_{20}O_9S_2$  (V), aus A. Nadeln vom F. 122—123°. — Mono-p-toluolsulfomonojodmonoacetonribofuranose,  $C_{15}H_{19}O_9SJ$ , aus A. Nadeln vom F. 120°,  $[\alpha]_D^{23} = +84,6^\circ$  (Chlf.;  $c = 0,402$ ). — Mono-p-toluolsulfomono-nitromonoacetonribofuranose,  $C_{15}H_{19}O_9NS$ , aus vorst. Verb. mit  $AgNO_3$  in Acetonitril. Aus A. lange feine Nadeln vom F. 156°. — Monoacetonribofuranose-1,5-anhydrid,  $C_8H_{12}O_4$  (II), aus Methanol hexagonale Platten, aus Pentan lange dünne Nadeln vom F. 61—62°,  $[\alpha]_D^{28} = -64,35^\circ$  (Methanol;  $c = 1,616$ ). Reduziert FEHLING-sche Lsg. u. Hypojodid nicht u. wird von  $NaOCH_3$  in A. auch bei 125° nicht angegriffen. Ist auf Grund der Mol.-Gew.-Best. nach MENZIES u. WRIGHT monomolekular. — Isomeres Monoacetonriboseanhydrid,  $C_8H_{12}O_4$ , F. 93—94°. (J. biol. Chemistry 102. 187—201. 1933.) OHLE.

P. A. Levene und Albert L. Raymond, Derivate der Monoacetonxylose. (Vgl. vorst. Ref.) Ebenso wie bei der Monoaceton-glucose gelingt auch bei der Monoacetonxylose die stufenweise Veresterung, wobei zuerst die primäre Carbinolgruppe reagiert. — Diacetonxylose,  $C_{11}H_{18}O_5$ , aus Pentan, dann aus verd.  $CH_3OH$ , F. 44—45°,  $[\alpha]_D^{22} = +13,0^\circ$  (W.;  $c = 2,0$ ),  $= +6,0^\circ$  (Chlf.;  $c = 2$ ). — 5-Acetylmonoacetonxylose,  $C_{10}H_{16}O_6$ , aus Ä. + Pentan, Krystalle vom F. 100—100,5°,  $[\alpha]_D^{22} = +23,0^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — 5-Benzoylmonoacetonxylose,  $C_{15}H_{18}O_6$ , aus Ä. dann aus Hexan, Krystalle vom F. 83,5 bis 84,5°,  $[\alpha]_D^{20} = +5,5^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — 5-p-Toluolsulfomonoacetonxylose,  $C_{15}H_{20}O_7S$ , aus Essigester F. 133—134°,  $[\alpha]_D^{20} = -13,0^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — Diacetylmonoacetonxylose,  $C_{12}H_{18}O_7$ , Sirup vom  $Kp_{0,1} = 121-126^\circ$ ,  $[\alpha]_D^{20} = -6,1^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,024$ ). — 3-Acetyl-5-benzoylmonoacetonxylose,  $C_{17}H_{20}O_7$ , aus Hexan, F. 84,5—85,5°,  $[\alpha]_D^{22} = -26,5^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — 5-Acetyl-3-p-toluolsulfomonoacetonxylose,  $C_{17}H_{22}O_8S$ , aus Hexan mit wenig Ä., F. 84,5—85°,  $[\alpha]_D^{20} = -33,0^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — 5-Benzoyl-3-p-toluolsulfomonoacetonxylose,  $C_{22}H_{24}O_8S$ , aus  $CH_3OH$ , F. 94,5—95,5°,  $[\alpha]_D^{20} = -64,0^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — 3-Acetyl-5-p-toluolsulfomonoacetonxylose,  $C_{17}H_{22}O_8S$ , Sirup,  $[\alpha]_D^{20} = -17,9^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,15$ ). — 3-Benzoyl-5-p-toluolsulfomonoacetonxylose,  $C_{22}H_{24}O_8S$ , aus  $CH_3OH$ , F. 86—87°,  $[\alpha]_D^{20} = -37,0^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — 5-Jodmonoacetonxylose,  $C_8H_{10}O_4J$ , aus Essigester mit Hexan, lange feine Nadeln vom F. 108—109°,  $[\alpha]_D^{22} = -40,0^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — Monoacetonxylose-5-nitrat,  $C_8H_{13}O_7N$ , aus Ä. F. 115,5 bis 116,5°,  $[\alpha]_D^{20} = -24,8^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — 5-Benzylcarboxymonoacetonxylose,  $C_{16}H_{20}O_7$ , aus Äther, F. 90—91°,  $[\alpha]_D^{20} = +7,5^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). In einem Gemisch gleicher Teile Dioxan u. 0,1-n. HCl wird die Benzylcarboxylgruppe in 15 Stdn. nicht merklich angegriffen, dagegen rasch von einem Gemisch gleicher Teile Dioxan u. 0,1-n. NaOH. — Die Umsetzung der oben aufgeführten Toluolsulfoderiv. mit NaJ in Aceton bei 100°, wurde quantitativ untersucht. Nach 6-std. Rk.-Dauer waren umgesetzt 88% der 5-Toluolsulfoverb., 62% der 3-Benzoyl-5-toluolsulfoverb., 59% der 3-Acetyl-5-toluolsulfoverb., 5% der 5-Benzoyl-3-toluolsulfoverb., 4% der 5-Acetyl-3-toluolsulfoverb. — Um zu entscheiden, ob in der 5-Benzoylmonoacetonxylose die Benzoylgruppe als solche vorliegt, oder in Form eines Orthocarbonsäureesters, wurde die Ultravioletabsorptionskurve (Abbildung im Original) aufgenommen u. mit der der 3-Methyl-5-benzoylmonoacetonxylose verglichen. Beide Kurven sind prakt. ident. Die Benzoylgruppe dürfte also in der n. Form vorliegen. (J. biol. Chemistry 102. 317—30. 1933.) OHLE.

P. A. Levene und Albert L. Raymond, 3-Methylxylose und 5-Methylxylose. (Vgl. vorst. Ref.) Bei der Methylierung der 5-Benzoylmonoacetonxylose mit  $CH_3J$  u.  $Ag_2O$  findet zum Teil eine Verseifung u. Umesterung statt. Neben der n. entstehenden



krystallisierten 3-Methyl-5-benzoylmonoacetonxylose bilden sich erhebliche Mengen der sirupösen 3-Benzoyl-5-methylmonoacetonxylose u. 7% Dimethylmonoacetonxylose. Die Verseifung der sirupösen Fraktion lieferte 15% der Theorie an krystallisierter 5-Methylmonoacetonxylose. Die gleiche Substanz wurde auch auf folgendem Wege erhalten. 5-p-Toluolsulfomonoacetonxylose spaltet mit  $\text{NaOCH}_3$  in  $\text{CH}_3\text{OH}$  schon bei Zimmertemp. p-Toluolsulfosäure ab unter Bldg. von 3,5-Anhydromonoacetonxylose. Diese geht beim Erhitzen mit  $\text{NaOCH}_3$  unter Öffnung des Oxydringes ohne WALDENSCHE Umkehrung am C-Atom 3 in die 5-Methylmonoacetonxylose über. Der restlose Konst.-Beweis wurde in üblicher Weise durch erschöpfende Methylierung erbracht.

Versuche. 3-Methyl-5-benzoylmonoacetonxylose,  $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_6$ , aus Pentan große Prismen vom F. 64—65,5°,  $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -50,2^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ),  $n_{\text{D}}^{20} = 1,5052$  (unterkühlte Schmelze). — 3-Methylmonoacetonxylose,  $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{O}_5$ , Sirup,  $[\alpha]_{\text{D}}^{27} = -54,1^\circ$  (W.;  $c = 2,288$ ),  $n_{\text{D}}^{20} = 1,4589$ . — 3-Methylxylose,  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_5$ , aus Essigester + 4% Methanol, F. 103—104°,  $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +52,2^\circ \rightarrow +14,8^\circ$  (W.;  $c = 2,0$ ; Gleichgewicht nach 4 Stdn.). p-Bromphenylsazon,  $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{O}_3\text{N}_4\text{Br}_2$ , aus A. mit W. gelbe Nadelchen, die bei 142—143° unter Schwärzung zu schmelzen beginnen u. vollständig geschmolzen sind bei 153—155°,  $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +6,0^\circ \rightarrow -14,0^\circ$  (Pyridin + abs. A. 2:3;  $c = 1,0$ ; Gleichgewicht nach 24 Stdn.). — 5-Tritylmonoacetonxylose,  $\text{C}_{27}\text{H}_{38}\text{O}_5$ , aus Heptan + 3% Essigester, F. 118—119°,  $[\alpha]_{\text{D}}^{25} = +10,5^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,0$ ). — 3-Methyl-5-tritylmonoacetonxylose,  $\text{C}_{28}\text{H}_{38}\text{O}_5$ , Sirup, der beim Stehen krystallisiert. Nicht umkrystallisierbar.  $[\alpha]_{\text{D}}^{22} = -40,9^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,068$ ). Gibt bei der Abspaltung des Acetons u. der Tritylgruppe die obige 3-Methylxylose. — 1,2-Monoaceton-3,5-anhydroxylose,  $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_4$ , Sirup vom Kp.<sub>0,1</sub> 63—65°, der bei 0° krystallisiert; F. 16,9—17,3°. Umkrystallisierbar aus  $\text{CH}_3\text{OH}$  bei 5°.  $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +11,7^\circ$  (Chlf.;  $c = 2,44$ ),  $n_{\text{D}}^{20} = 1,4542$ . — 5-Methylmonoacetonxylose,  $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{O}_5$ , aus Ä. F. 80,5—81,5°,  $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -20,2^\circ$  (W.;  $c = 2,0$ ). — 5-Methylxylose,  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_5$ , Sirup,  $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +32,8^\circ \rightarrow +36,4^\circ$  (W.;  $c = 2,056$ ; Gleichgewicht nach 4 Stdn.). p-Bromphenylsazon,  $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{O}_3\text{N}_4\text{Br}_2$ , aus A. gelbe Nadeln vom F. 170—171°,  $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -50,0^\circ \rightarrow -30,0^\circ$  (Pyridin; + abs. A.;  $c = 1,0$ ; Gleichgewicht nach 24 Stdn.). — Dimethylmonoacetonxylose, wurde dargestellt durch Methylierung von Monoacetonxylose sowie von 5-Methylmonoacetonxylose u. beide Präparate getrennt über 3,5-Dimethylxylose u. 3,5-Dimethylxylonsäure in der Phenylhydrazid übergeführt. — p-Bromphenylsazon der 3,5-Dimethylxylose,  $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{O}_3\text{N}_4\text{Br}_2$ , aus  $\text{CH}_3\text{OH}$  mit W. gelbe Nadeln vom F. 107—108,5°,  $[\alpha]_{\text{D}}^{22} = -46^\circ \rightarrow -30^\circ$  (Pyridin + abs. A. 2:3;  $c = 1,0$ ). — Die Glykosidifizierungsgeschwindigkeit der 3-Methyl- u. 5-Methylxylose in 0,5%ig. methylalkoh. HCl wurde bei 25 u. 76° gemessen (Kurven vgl. Original). Die Ergebnisse stehen mit der angenommenen Konst. der beiden Methylxylosen im Einklang. (J. biol. Chemistry 102. 331—46. 1933.) OHLE.

P. A. Levene und Albert L. Raymond, Phosphorsäureester der Xylose und der 5-Methylmonoacetonxylose. Ihre Bedeutung für die Natur der Pentose der Hefenucleinsäure. (Vgl. vorst. Ref.) Die Darst. von Xylose-3-phosphorsäure durch Phosphorylierung der 5-Acetyl- oder 5-Benzoylmonoacetonxylose u. nachfolgender Hydrolyse gelingt nicht. Offenbar findet während der Phosphorylierung eine Abspaltung der Acylgruppen oder eine Acylwanderung statt. Das einzige faßbare Prod. ist Xylose-5-phosphorsäure, die auch durch direkte Phosphorylierung der Monoacetonxylose erhalten wird. — 5-Methylmonoacetonxylose gibt bei der Phosphorylierung eine 5-Methylmonoacetonxylose-3-phosphorsäure, die bei der Verseifung 5-Methylmonoacetonxylose regeneriert. Die Bldg. von 5-Methylmonoacetonribose konnte nicht nachgewiesen werden. Eine WALDENSCHE Umkehrung findet also bei der Abspaltung der Phosphorsäure nicht statt. Die aus Hefenucleinsäure durch Hydrolyse entstehende Ribose dürfte demnach wohl aus einer bereits vorliegenden Ribosephosphorsäure stammen.

Versuche. Xylose-5-phosphorsäure. Ba-Salz,  $\text{C}_6\text{H}_9\text{O}_8\text{PBa}$ , aus wenig W. mit der 3-fachen Menge 95%ig. A. amorphes Pulver,  $[\alpha]_{\text{D}}^{22} = +5,0^\circ$  (W.;  $c = 2,0$ ). Na-Salz.  $[\alpha]_{\text{D}}^{22} = +3,2^\circ$  (W.;  $c = 5,0$ ). — 5-Methylmonoacetonxylose-3-phosphorsäure. Saures Ba-Salz,  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_8\text{P})_2\text{Ba}$ , aus Aceton mit der mehrfachen Menge Ä., nicht hygroskop. Pulver.  $[\alpha]_{\text{D}}^{22} = +4,0^\circ$  (W.;  $c = 2,0$ ). — Die Glykosidifizierung der Xylose-5-phosphorsäure ist nur mit einer geringen Drehungsänderung verbunden, die bei Zimmertemp. u. bei 50° gleichartig verläuft, im Einklang mit der furoiden Struktur der Substanz. (J. biol. Chemistry 102. 347—55. 1933. New York, Rockefeller Inst. for Med. Research.) OHLE.

Keiroku Hutino, Wachstumsrichtung der nadelförmigen Krystalle von Glucosepentacetat und Cellobioseoctacetat. Aus Chlf.-Methanollsg. erhaltene Aggregate von



parallel geordneten nadelförmigen Einzelkrystallen von *Glucosepentacetat* u. *Cellobiose-octacetat* wurden senkrecht zur Nadelachse mit Röntgenstrahlen durchstrahlt. Die Faserperiode, d. h. die Identitätsperiode in der Wachstumsrichtung der Krystallnadeln beträgt 5,72 bzw.  $5,59 \pm 0,07 \text{ \AA}$ , ist also für beide Moleküle prakt. ident. Die Netzobenenabstände senkrecht zur Faserachse sind ziemlich groß. (Sci. Pap. Inst. phys. chem. Res. 21. 270—72. 1933.)

DZIENGEL.

**Max Phillips** und **M. J. Goss**, *Chemie des Lignins*. VIII. *Die Oxydation von Alkalilignin*. (VII. vgl. C. 1933. I. 2088.) Nach der C. 1929. II. 1789 angewandten Methode hergestelltes Alkalilignin aus Maiskolben wurde in  $\text{NaOH}$ -Lsg. mit Dimethylsulfat methyliert ( $\text{OCH}_3 = 27,2\%$ ) u. das Methyllignin mit 5-n.  $\text{HNO}_3$  auf dem Dampfbad oxydiert. Es bildeten sich an Abbauprod. *Anissäure* (F. 184°) u. *Oxalsäure* (p-Toluidid F. 275°). Ebenso ergab Äthyllignin, das mit Diäthylsulfat u.  $\text{NaOH}$  dargestellt wurde ( $\text{OC}_2\text{H}_5 = 17,02\%$ ), *p*-Äthoxybenzoesäure (F. 201°, korr.). Das bei der Nitrierung des Methyllignins entstandene Prod. A wurde weiter mit Perhydrol („Superoxol“) behandelt. Außer Anissäure wurden keine weiteren Körper isoliert. Dasselbe Ergebnis brachte seine Permanganatoxydation, während bei der Ozonisation des Methyllignins selbst ebenfalls Anissäure entstand u. aus den Ozonisationsprod. des Alkalilignins Oxalsäure (p-Toluidid F. 275°) isoliert wurde. Die Bldg. von Anissäure u. p-Äthoxybenzoesäure beweist das Vorliegen der Gruppierung  $-\text{C}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{OH}$  in Maiskolbenalkalilignin. Das

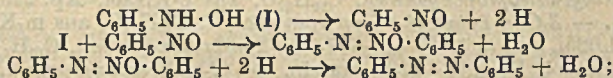
neben Anissäure gebildete Prod. A enthält 5,25% N, davon 29,1% in Form der  $\text{NO}_2$ -Gruppe. Die Leichtigkeit der Nitrierung sowie die Tatsache, daß das Verhältnis C : H des Nitrierprod. des Methyllignins nahe 1 : 1 ist, deuten auf die Anwesenheit eines arom. Kerns im Maiskolbenalkalilignin hin. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3466—70. Aug. 1933. Washington, U. S. Department of Agriculture.)

HELLRIEGEL.

**Pulin Behari Sarkar**, *Der Formaldehyd erzeugende Komplex im Lignin*. Jute gibt bei der Dest. mit 12%ig.  $\text{HCl}$  sowohl Formaldehyd, als auch Furfurol. Jute, die durch Behandlung mit  $\text{ClO}_2$  von Lignin befreit ist, gibt keinen Formaldehyd mehr; umgekehrt gibt reines Lignin kein Furfurol. Vf. nimmt an, daß eine  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}$ -Gruppe im Lignin für die Bldg. von Formaldehyd verantwortlich zu machen ist. Roher *Bambus* mit  $\text{HCl}$  destilliert, gibt Formaldehyd, entlignifizierter jedoch nicht. (Current Sci. 2. 93. 1933. Dacca, Univ.)

DZIENGEL.

**Eugen Müller** und **Erich Lindemann**, *Beiträge zur Kenntnis des  $\beta$ -Phenylhydroxylamins*. Der therm. Zerfall von  $\beta$ -Phenylhydroxylamin (I) geht überwiegend unter Bldg. von Azobenzol u. W. vor sich; daneben entstehen beträchtliche Mengen Azoxybenzol u. Anilin; Verss., die Bldg. von Azobenzol u. W. durch Abänderung der Rk.-Bedingungen quantitativ zu gestalten, waren erfolglos. Außerdem zeigte sich, daß das Mengenverhältnis von Azo- zu Azoxybenzol beim Arbeiten in Glasgefäßen in weiten Grenzen schwankt; man erhält nur bei Anwendung von reinem I u. beim Arbeiten in sorgfältig gereinigten Quarzgefäßen reproduzierbare Ergebnisse. Die zuerst gemachte Annahme einer Dismutation in Nitrosobenzol u. 2 H, die weiterhin durch Red. von I zu Anilin u. Kondensation des letzteren mit Nitrosobenzol zu Azobenzol führt, ließ sich nicht bestätigen. Es wurde dann beobachtet, daß man beim Erhitzen von I bei Ggw. von Azoxybenzol in indifferenten Lösungsm. wesentlich mehr Azobenzol erhält als bei Abwesenheit von Azoxybenzol; reduzierende Substanzen u. Anilin treten bei diesen Verss. nicht auf. Azoxybenzol wirkt also gegenüber I als H-Acceptor u. läßt sich demgemäß durch H-freies Pd-Schwarz ersetzen; dieses wandelt bei gewöhnlicher Temp. I in Azoxybenzol um. Der therm. Zerfall von I ist im wesentlichen eine Dehydrierung, die über eine Reihe von Rkk. zum Azobenzol führt:



daneben erfolgt in ziemlich großem Umfang Red. von Nitrosobenzol zu Anilin. Verss., das Nitrosobenzol durch Umsetzung mit  $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{C}$  nachzuweisen, waren erfolglos. Verss. zur Darst. von Phenylhydroxylaminäthern, die bei der therm. Zus. in Nitrosobenzol u.  $\text{CH}_4$  bzw. Äthan zerfallen müßten, gelangen nicht.  $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{CNa}$  liefert mit I eine Mono-Na-Verb.; Nitrylbiphenylketon-Na gibt mit  $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{NO}$  eine Di-Na-Verb., die sich bisher nicht mit Halogenalkylen umsetzen ließ. Umsetzung von I mit  $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$  u.  $\text{AlCl}_3$  liefert p-Phenetidin. Bei der therm. Zers. von Benzoylphenylhydroxylamin ließ sich wegen der Rk.-Fähigkeit der Spaltprod. weder Nitrosobenzol, noch Benz-



aldehyd nachweisen. Benzoylhydroxylaminmethyläther gibt überwiegend Benz-anilid u.  $\text{CH}_2\text{O}$ , zers. sich also analog Dimethylanilinoxid. Dibenzylphenylhydroxylamin bleibt unverändert. Nitrosobenzol muß bei diesen Rkk. als Zwischenprod. angenommen werden, obwohl es nicht direkt nachgewiesen werden konnte. — MaBanalyt. Best. von I durch Umsetzung mit überschüss., mit  $\text{NaHCO}_3$  versetzter Jodlsg. u. Rücktitration mit  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ . Ähnlich läßt sich auch *Benzhydroxamsäure* titrieren. — Einzelheiten über therm. Zers. von I s. Original. — *Mononatriumphenylhydroxylamin*, aus I u.  $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{CNa}$  in Ä. Pulver, wird an der Luft allmählich gelb. *Dinatriumphenylhydroxylamin*, aus Nitrosobenzol u. Phenylbiphenylketondinatrium in Ä. Hellbrauner Nd. Beide Verb. lassen sich nicht mit Halogenalkylen umsetzen. — *p-Phenetidin*, neben *Azobenzol* (F.  $68^\circ$ ) aus I u.  $\text{C}_2\text{H}_5\text{Cl}$  bei Ggw. von  $\text{AlCl}_3$  in Ä. HCl-Salz, Blättchen. — *Monobenzoylphenylhydroxylamin*, aus 2,1 Mol. I u. 1 Mol. Benzoylchlorid in k. Ä. *Monoacetylphenylhydroxylamin*, analog mit  $\text{CH}_3\cdot\text{COCl}$ . Nadeln aus Lg. Beim Kochen der beiden Verb. mit Xylol treten dieselben braunroten Färbungen auf, wie beim Erhitzen von Nitrosobenzol mit Benzaldehyd bzw. Acetaldehyd in Xylol. (Angew. Chem. 46. 681—85. 1933. Danzig, Techn. Hochschule.) OSTERTAG.

**S. Aoyama, J. Eguchi und C. Tashiro**, *Über die Reinheit des aus p-Nitrochlorbenzol hergestellten p-Nitrophenetols, p-Phenetidins und Phenacetins, sowie über die Reinigung des p-Nitrophenetols und p-Phenetidins*. Das wie früher (C. 1933. II. 1669) dargestellte *p-Nitrophenetol* enthält etwas *p-Nitrochlorbenzol*. Es muß zur Gewinnung eines der *Pharmacopoea japonica V* entsprechenden *Phenacetins* einen Reinheitsgrad von über 98% besitzen. Zur Reinigung sind Umkrystallisation u. Dampfdest. zweckmäßig. Zur Gewinnung eines weniger reinen Prod. genügt die therm. Trennung nach WATANABE (J. chem. Soc. Japan 1926. 132). Für techn. Zwecke sind abwechselnd Dampfdest. u. therm. Trennung zu empfehlen. — Durch Red. von verschieden reinem *p-Nitrophenetol* dargestelltes *p-Phenetidin* zeigt fast denselben Reinheitsgrad wie das verwendete *p-Nitrophenetol*, was durch Best. der F.-Kurve mit *p-Chloranilin* (C. 1933. II. 2123) festgestellt wurde. — Der Reinheitsgrad des *p-Nitrophenetols* wurde mittels der E.-Kurve (C. 1933. I. 1431) bestimmt. — Reinigung des *p-Phenetidins* durch Fraktionieren im Vakuum ist unzulänglich. (J. pharm. Soc. Japan 53. 170—71. 1933. Kaiserl. Hygien. Lab. [Orig.: japan. Ausz.: dtsh.]) LINDENBAUM.

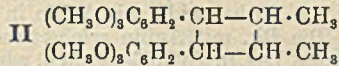
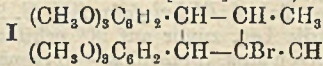
**Richard A. Smith und Joseph B. Niederl**, *Die Addition von Phenolen an die Äthylenbindung. Die Einwirkung von Phenolen auf Alkylenhalogenide*. Phenole addieren sich an ungesätt. Bindungen besonders vom äthenoiden Typus in Ggw. von  $\text{H}_2\text{SO}_4$  oder anderen kationischen Kondensationsmitteln. Auch ungesätt. Halogenide kondensieren sich derart. Die 3 *Kresole* u. *Phenol* wurden mit *Allylchlorid* in Ggw. von  $\text{H}_2\text{SO}_4$  kondensiert. Die Rk.-Prodd. waren *Isopropenylphenole*, die auf verschiedene Weise synthetisiert worden sind; 1. durch Kondensation von Phenolen mit Allylkohol, 2. Allylestern, 3. Allyläthern u. 4. durch direkte Umlagerung der isomeren Isopropenylphenyläther (vgl. C. 1933. I. 1768).

Versuche. Langsame Kondensation, Phenol u. die 3 *Kresole* wurden nach dieser Methode kondensiert. 1 Mol. Phenol, 1 Mol. Allylchlorid, 1 Mol.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  wurden bei Zimmertemp. unter Feuchtigkeitsausschluß stehen gelassen (6 Monate). Schnelle Kondensation, erlaubt die Isolierung der intermediär gebildeten Phenoxyverb. in guter Ausbeute; sie wird durch Erhitzen in Eg. bewirkt, der nur als Verdünnungsmittel wirkt, um Sulfurierung zu vermeiden; Allylchlorid wird wegen der Flüchtigkeit im Überschuß angewendet. *2-Oxy-1-isopropenylbenzol*,  $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}$ , aus Allylchlorid u. Phenol, Kp.  $200^\circ$ ; D.  $1,020_{25}$ ,  $n_D = 1,5320_{26}$ . — *4-Oxy-1-methyl-3-isopropenylbenzol*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}$ , aus *p-Kresol*, Kp.  $225^\circ$ , D.  $1,015_{26}$ ,  $n_D = 1,5286_{26}$ . — *2-Oxy-1-methyl-5-isopropenylbenzol*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}$ , aus *o-Kresol*, Kp.  $225^\circ$ ; D.  $1,017_{26}$ ,  $n_D = 1,5386_{31}$ . — *3-Oxy-1-methyl-4-isopropenylbenzol*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}$ , aus *m-Kresol*, Kp.  $220$  bis  $225^\circ$ ; D.  $1,025_{26}$ ;  $n_D = 1,5358_{28}$ . — *1-Oxy-2-m-kresoxypropan*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_2$ , aus Allylchlorid u. *m-Kresol*, Kp.  $218$ — $220^\circ$ , unrein. — *2-m-Kresoxypropan-1*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}$ , aus *m-Kresol*, Kp. ca.  $200^\circ$ , unrein. — *Dimeres 3-Oxy-1-methyl-4-isopropenylbenzol*, F.  $74^\circ$ . — *Hexabromthymol*, aus *3-Oxy-1-methyl-4-isopropenylbenzol*, F.  $149^\circ$ . — *Pentabromdehydrothymol*,  $\text{CBr}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{C}_6\text{Br}_3(\text{CH}_3)\text{OH}$ ,  $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{OBr}_5$ , aus *Hexabromthymol*, F.  $102^\circ$ . (J. Amer. chem. Soc. 55. 4151—53. 1933. New York, N. Y., Univ., Washington Square College.) CORTE.

**J. Haraszti und T. Széki**, *Beiträge zur Kenntnis der Struktur dimerer Modifikationen von Propenylphenoläthern*. II. *Eine neue Synthese des Diasarons*. (I. vgl. C. 1933. II. 863.) Es konnte bewiesen werden, daß das Br-Atom in der l. c. beschrie-



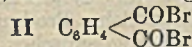
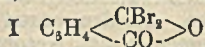
benen Verb.  $C_{22}H_{27}O_4Br$  tertiär gebunden ist, womit die Cyclobutanformel an Wahrscheinlichkeit gewinnt. Durch Austausch des Br gegen OH bzw.  $NO_2$  wurden ein Alkohol bzw. eine Nitroverb. von tertiärem Charakter erhalten. — Die Übertragung der früheren Rk. auf Asarondibromid führte ganz analog zu einer gesätt., dimeren Monobromverb. (I), welche mit Lauge unter HBr-Verlust eine ungesätt. Verb. u. durch Red. mit Zn-Staub ein *Diasaron* (II) lieferte. Dieses war ident. mit dem aus Asaron in alkoh. Lsg. mit HCl-Gas entstehenden Dimeren, während die Einw. von HCl-Gas in Ä. zu einer anderen, zweifellos stereoisomeren Modifikation führt (SZÉKI, Ber. dtsh. chem. Ges. 39 [1906]. 2420).



Versuche. Alkohol  $C_{22}H_{28}O_5$ . Verb.  $C_{22}H_{27}O_4Br$  in Eg. mit Ag-Acetat 24 Stdn. stehen gelassen, 1 Stde. auf 60° erwärmt, in viel W. gegossen u. ausgeäthert, Acetylderiv. mit 2<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. methylalkoh. HCl 1 Stde. gekocht, mit W. gefällt. Aus Bzl.-Lg. (1:10) Nadeln, F. 133°. Beim Kochen mit DENIGES-Reagens erst Rosafärbung, dann gelber Nd. — Nitroverb.  $C_{22}H_{27}O_6N$ . Aus Verb.  $C_{22}H_{27}O_4Br$  in A. mit  $AgNO_2$  bei 50 bis 60°. Aus A. Nadeln, F. 128°. Gibt in A. mit  $NaNO_2$ -haltiger, starker KOH, dann verd.  $H_2SO_4$  keine Färbung. — *Asarondibromid*. Aus Asaron in absol. Ä. bei -20° mit Br in  $CS_2$ ; im Vakuum stark eingeeengt, mit gekühltem Lg. gewaschen. F. 86°. — Verb.  $C_{24}H_{31}O_6Br$  (I). Aus vorigem in Bzl. mit Cu wie früher. Rohprod. in Bzn. mit Kohle erwärmt, Filtrat gekühlt, von Öl abdekantiert. Aus Bzn. Prismen, F. 123°. — Verb.  $C_{21}H_{30}O_6$ . I mit 10<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. methylalkoh. KOH 10 Stdn. gekocht, mit W. u. HCl gefällt, in Ä. gel. usw. Aus Bzn. Nadeln, F. 101°, stark ungesätt. gegen Br u.  $KMnO_4$ . — *Diasaron* (II),  $C_{23}H_{32}O_6$ . 1. Aus I wie früher (2 Stdn.). 2. Asaron mit 20<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. methylalkoh. HCl 2 Stdn. gekocht, auf Eis gegossen, Prod. in Ä. gel. usw. Aus A. Prismen, F. 101,5—102°. (Liebigs Ann. Chem. 507. 197—202. 1933. Szeged [Ungarn], Univ.)

LINDENBAUM.

William Davies, Arthur N. Hamby und George S. C. Semmens, *Die Tautomerie des Phthalylbromids*. DANN u. Mitarbeiter (C. 1933. I. 2093) haben gezeigt, daß Phthalylfluorid nur in der acycl. Form existiert, während Phthalylchlorid in 2 Formen bekannt ist (OTT, Liebigs Ann. Chem. 392 [1912]. 274). Da das F-Atom anscheinend die Tautomerie nicht begünstigt, wird nunmehr der Einfluß von Br untersucht. Phthalylbromid schm. unscharf bei 78—81°, bei sehr langsamem Erhitzen erheblich tiefer. Ältere Angaben über Phthalylbromid beziehen sich stets auf diese Form. Die Krystalle entsprechen der cycl. Form I; sie gehen im geschm. Zustand in einigen Min. in die offene Form II über u. wandeln sich beim Abkühlen wieder in I um. Es ist bisher nicht gelungen, II in festem Zustand zu erhalten. Präparate, die mit oder ohne Lösungsm. auf 90° erhitzt wurden, krystallisieren beim Abkühlen, auch bei Impfung mit festem Bromid, auffallend langsam. — Die Konstitutionen I u. II des festen u. fl. Bromids ergeben sich aus kinet. Messungen u. aus Parachorbest. Phthalylbromid zeigt gegenüber Isopropylalkohol bei 30° ca.  $\frac{1}{6}$  der Rk.-Fähigkeit des acycl. Phthalylchlorids;  $C_6H_5 \cdot COBr$  ist 90-mal reaktionsfähiger als  $C_6H_5 \cdot COCl$ . Die Lactonstruktur des Phthalylbromids wird durch die enorme Rk.-Fähigkeit des Terephthalylbromids gestützt. Erhitzt man Phthalylbromid 30 Min. auf 100° u. hält 20 Min. bei gewöhnlicher Temp., so nimmt die Rk.-Fähigkeit sehr stark zu u. übersteigt die des Terephthalylbromids; bei längerer Abkühlung sinkt sie wieder ab, schließlich erhält man wieder die des gewöhnlichen Bromids. — Der Parachor von fl. Bromid bei 90° ist 405,2, berechnet für I 390,2, für II 404,9; die Umwandlung von I u. II er-



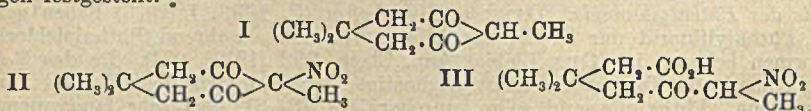
folgt sehr rasch u. anscheinend vollständig, während cycl. Phthalylchlorid bei 90° nur sehr langsam in die acycl. Form übergeht (SUGDEN, Parachor und Valency, S. 47). — Krystallin. Phthalylbromid gibt keine Verb. mit  $AlBr_3$ . Es reagiert mit Anilin sehr langsam; durch Erhitzen wird die Rk.-Fähigkeit auch hier erhöht. — Der Unterschied in der Leichtigkeit der tautomeren Umwandlung bei Phthalylfluorid, -chlorid u. -bromid ist wahrscheinlich auf die verschiedene chem. Aktivität der Halogenatome zurückzuführen. Dem entspricht auch die Reihe der Rk.-Fähigkeiten bei den Benzoylhalogeniden, sowie die Tatsache, daß die dem sehr reaktionsträgen Benzoylazid entsprechenden isomeren Phthalylazide (LINDEMANN u. SCHULTHEISS, C. 1928. II. 1216) bisher noch nicht ineinander umgewandelt werden konnten. *Phthalyljodid* sollte



demnach die größte Umlagerungsfähigkeit zeigen; es konnte aber bisher wegen sehr leichter Zers. nicht isoliert werden.

Versuche. *Phthalylbromid*,  $C_8H_4O_2Br_2$ , aus Phthalsäureanhydrid durch Erhitzen mit  $PBr_5$  u.  $PBr_3$  im Rohr (24 Stdn. bei  $100^\circ$ , 6 Stdn. auf  $100-165^\circ$ , 30 Stdn. auf  $165^\circ$ ) oder aus gewöhnlichem Phthalylchlorid u. über  $PBr_5$  getrocknetem HBr bei  $150-160^\circ$ . Prismen aus PAe., F.  $78-81^\circ$  bei raschem Erhitzen, wird bei  $1/4$ -std. Erhitzen auf  $73^\circ$  fl.  $Kp_{24}$   $191^\circ$  (korr.),  $Kp_2$   $134^\circ$ , D.<sup>90</sup>  $1,809$ ,  $\gamma_{90} = 39,53$  bis  $39,64$  dyn/cm;  $P = 405,2$ . Geht bei Einw. von feuchter Luft leicht in Phthalsäureanhydrid über. Liefert in Bzl. mit konz.  $NH_3$  *o-Cyanbenzoesäure* (F.  $183-185^\circ$  unter Bldg. von Phthalimid), mit Anilin in w. Bzl. oder Toluol *Phthalylidianilid*, F.  $253$  bis  $255^\circ$ . Die Rk. mit Anilin erfolgt rascher, wenn die Lsg. zuvor auf  $90^\circ$  erhitzt wird. Eine konz. Lsg. in Toluol ist grün u. wird beim Erhitzen langsam farblos. — *Terephthalylbromid*,  $C_8H_4O_2Br_2$ , aus dem Chlorid u. HBr-Gas bei  $150-160^\circ$ . Prismen aus Bzn., F.  $84-85^\circ$ . — Kinetik der Rk. von Phthalylbromid vor u. nach dem Erhitzen auf  $100^\circ$ , von Terephthalylchlorid, *Benzoylchlorid* ( $Kp_{761,3}$   $196,2-196,5^\circ$ , korr.), *Benzoylbromid* ( $Kp_{761,7}$   $218-219^\circ$ , korr.) u. *acycl. Phthalylchlorid* mit *Isopropylalkohol* bei  $30$  s. Original. — Beim Vers. zur Darst. von *Phthalyljodid* aus *acycl. Phthalylchlorid* u. HJ bei  $0^\circ$  oder Zimmertemp. erfolgt nach  $15-30$  Min. heftige Zers. (J. chem. Soc. London 1933. 1309-15. Melbourne, Univ.) OSTERTAG.

N. J. Toivonen, E. Osara und O. Ollila, *Zur Kenntnis der Nitroderivate der  $\beta$ -Diketone*. Durch Einw. von  $HNO_3$  auf *Methylmethon* (I) entsteht *2-Nitro-2,5,5-trimethylcyclohexandion-1,3* (*Nitromethylmethon*, II), das durch NaOH in das Dinatriumsalz der  $\beta,\beta$ -*Dimethyl- $\delta$ -keto- $\epsilon$ -nitroönanthsäure* (III) übergeht. Durch Einw. von NaOBr auf das Dinatriumsalz entstehen  $\beta,\beta$ -*Dimethylglutarsäure* u.  $\alpha,\alpha$ -*Dibromnitroäthan*, wodurch die Konst. von II u. III bewiesen sind. — Bei der Einw. von Reduktionsmitteln geht II quantitativ in I über. Durch Zn-Staub u. Eisessig wird die Nitrogruppe als  $HNO_2(N_2O_3)$  abgespalten. Bei Anwendung von Sn u. HCl,  $SnCl_2$  u. HCl oder  $Na_2S_2O_4$  wird dagegen  $NH_3$  gebildet. Sowohl von  $N_2O_3$ , als von  $NH_3$  wurden ziemlich theoret. Mengen festgestellt.

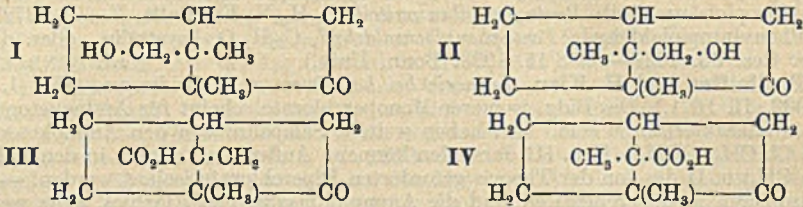


Versuche. *Nitromethylmethon*,  $C_9H_{13}O_4N$  (II), aus I u. konz., oder etwas verd.  $HNO_3$  unter Wärmeentw. Nadeln, F.  $145-147^\circ$  (ROTHS App.). — *Dinatriumsalz der Säure III*,  $C_9H_{13}O_5N \cdot Na_2$ , aus II u. konz. alkoh. NaOH unter Luftabschluß, swl. in A. —  $\beta,\beta$ -*Dimethyl- $\delta$ -keto- $\epsilon$ -nitroönanthsäure*,  $C_9H_{15}O_5N$  (III). Breite Nadeln aus Ä. + PAe., F.  $60-62^\circ$ . — Die Red. von II mit Sn u. konz. HCl oder mit  $Na_2S_2O_4$  geht unter Selbsterwärmung vor sich, bei Anwendung von  $SnCl_2$  u. HCl oder Zn-Eg. muß man etwas erwärmen. Im letzten Falle entwickeln sich braune Dämpfe von Stickoxyden; zwecks Best. der Menge derselben wurde die Rk. im N-Strome ausgeführt, die Stickoxyde in NaOH-Lsg. absorbiert u. darin das  $NaNO_2$  mit  $KMnO_4$  bestimmt. (Suomen Kemistilehti [Acta chem. fenn.] 6. B. 67-68. 15/10. 1933. Helsinki, Univ. [Orig. dtsh.].) ROUTALA.

Yasuhiko Asahina und Morizo Ishidate, *Über das Vorkommen der  $\pi$ -Oxyderivate im Campherol*. (Vgl. C. 1931. I. 1281.) Beim Arbeiten mit größeren Mengen wurde erkannt, daß der sogen. „labile 5-Oxocampher“ ein Gemisch von strukturisomeren Verbb. ist. Die für *1,5,5-Trimethylcyclopentandion-(2,4)-essigsäure-(1)* gehaltene Säure ist kein einheitliches Prod. u. daher zu streichen. Aus den sauren Autoxydationsprodd. des Oxocamphergemisches konnten Vff. 2 isomere gesätt. Ketonensäuren  $C_{10}H_{14}O_3$  isolieren; die in W. schwerer l. u. tiefer schm. wird A-Säure, die andere B-Säure genannt. Dieselben liefern, nach WOLFF reduziert, 2 Säuren  $C_{10}H_{16}O_2$ , welche zueinander im Verhältnis opt. Antipoden stehen. Es hat sich ergeben, daß die A-Säure mit der *Isoketopinsäure* von WEDEKIND u. STÜSSER (C. 1923. III. 769; vgl. auch HASSELSTRÖM, C. 1931. II. 1412), die B-Säure mit der *Ketodihydroteresantsäure (2-Keto- $\pi$ -apocamphan-7-carbonsäure)* von HASSELSTRÖM (C. 1931. I. 2752) ident. ist. Die beiden Säuren sind diastereomer u. liefern beim Ersatz des CO durch  $CH_2$  enantiomorphe  $\pi$ -*Apocamphan-7-carbonsäuren*. Durch weitere Oxydation der A-Säure entsteht *trans-d-Camphotricarbonsäure*, woraus Formel III mit der trans-Stellung des  $CO_2H$  zum Cyclopentanokern zu folgern ist. B-Säure dürfte das cis-Isonere IV sein. —



Campherol enthält somit außer dem 3- u. 5-Oxycampher wenigstens noch 2  $\pi$ -Oxycampher (I u. II), welche bei milder Oxydation ein Aldehydgemisch geben. Dieses ließ sich auch isolieren u. in Mono- u. Disemicarbazone überführen. Auffallend ist, daß der so leicht autoxydierbare Aldehyd FEHLINGSche u. ammoniakal. Ag-Lsg. nicht reduziert.

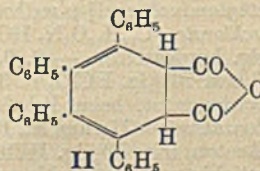
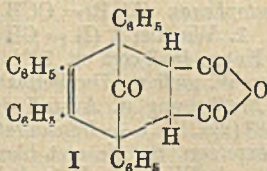


**Versuche. Oxocamphergemisch.** Aus einem durch öfteres Umlösen des Campherols aus Lg. erhaltenen Oxycampher von F. 220—229°,  $[\alpha]_D = +42$  bis  $44^\circ$  (C. 1928. II. 654) durch Schütteln mit Lsg. von  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  in verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bei 50—60°, dann Ausäthern. Aus verd. A. Krystalle, F. 195—200°,  $[\alpha]_D^{24} = +70$  bis  $71^\circ$  in A. Entfärbt  $\text{KMnO}_4$  sofort, ist aber gegen Br ziemlich beständig. —  $\pi$ -Apocampher-7-aldehydgemisch. Durch Ausziehen des vorigen in Ä. mit 20%<sub>ig</sub>  $\text{NaHSO}_3$ -Lsg. Mit Semicarbazidacetatlg. sofort das Monosemicarbazon,  $\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{O}_2\text{N}_3$ , aus W. Nadeln, F. 202° (Zers.). Aus diesem durch Erhitzen mit Semicarbazidacetat in verd. A. das Disemicarbazon,  $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{O}_2\text{N}_6$ , aus Eg. + W. krystallin, Zers. gegen 360°. — Obiges Oxocamphergemisch enthält nach längerem Liegen an der Luft bis zu 20% Säuren, welche durch Dicarbonat ausgezogen werden können. Rest ist fast reiner 5-Oxocampher, F. 209—210°,  $[\alpha]_D^{24} = +103$  bis  $105^\circ$ . — Schnellere Oxydation durch Lösen in 2%<sub>ig</sub> KOH u. 10-std. Durchleiten von Luft; dann mit  $\text{CO}_2$  gesätt., ausgeäthert usw. Rohsäuren aus h. W. umgel.; zuerst u. nach Einengen Krystalle von A-Säure, aus der Mutterlauge mit Ä. B-Säure. — A-Säure (Isoketopinsäure) (III),  $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_3$ , aus W. oder Essigester Prismen, F. 249—250°,  $[\alpha]_D^{27} = +3,17^\circ$  in A. 100 Teile W. von 26° lösen 0,37 Teile. Semicarbazon,  $\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{O}_3\text{N}_3$ , aus A. Prismen, F. 255° (Zers.). Phenylhydraton,  $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_2\text{N}_2$ , aus verd. A. gelbliche Prismen, F. 205° (Zers.). — trans-d-Camphotricarbonsäure,  $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_6$ . III in NaOH (1:10) auf W.-Bad mit gesätt.  $\text{KMnO}_4$ -Lsg. versetzt, Filtrat eingengt usw. Aus Ä.-Chlf. Tafeln mit Krystall-Ä., F. 197°, ll. in W., daraus durch HCl oder  $\text{HNO}_3$  gefällt.  $[\alpha]_D^{27} = +36,8^\circ$  in A.,  $[\alpha]_D^{26} = +45,0^\circ$  in W. Ag-Salz,  $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_6\text{Ag}_3$ . Durch Lösen in w.  $\text{CH}_3 \cdot \text{COCl}$  u. Verdampfen das Anhydrid,  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_5$ , aus Ä.-Chlf. Blättchen, F. 254°. — l- $\pi$ -Apocamphan-7-carbonsäure,  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_2$ . Semicarbazon von III mit  $\text{C}_2\text{H}_5\text{ONa}$ -Lsg. 20 Stdn. auf 170—180° erhitzt, mit W. u. Säure gefällt. Aus verd. A. Nadeln, F. 231°,  $[\alpha]_D^{27} = -18,16^\circ$  in A. — B-Säure (Ketodihydroteresantalsäure) (IV),  $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_3$ , aus Bzl. Blättchen, F. 272°,  $[\alpha]_D^{24} = +64,4^\circ$ ,  $+67,2^\circ$  in A. 100 Teile W. von 26° lösen 0,992 Teile. Semicarbazon,  $\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{O}_3\text{N}_3$ , aus verd. A. Nadeln, F. 215 bis 216°. — d- $\pi$ -Apocamphan-7-carbonsäure,  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_2$ . Aus vorigem Semicarbazon wie oben. Aus verd. A. Prismen, F. 231°,  $[\alpha]_D^{25} = +18,0^\circ$  in A. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1673—77. 8/11. 1933. Tokyo, Univ.)

LINDENBAUM.

**W. Dilthey, W. Schommer und O. Trösken, Hocharylierte Benzolabkömmlinge. I.** Wie schon angedeutet (C. 1933. I. 3186), addieren die tieffarbigten Ketone der Cyclopentadienonreihe leicht Maleinsäureanhydrid. Tetraphenylcyclopentadienon z. B. liefert mit demselben Endocarbonyltetraphenyltetrahydrophthalsäureanhydrid (I),  $\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{O}_4$ , farblose Krystalle, F. 223° (Zers.), durch Alkalien zur Dicarbonsäure hydrolysierbar. — Tetraphenylidihydrophthalsäureanhydrid (II),  $\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{O}_3$ . Durch Erhitzen von I unter

CO-Abspaltung. Krystalle, F. 243°. — Tetraphenylphthalsäureanhydrid,  $\text{C}_{32}\text{H}_{20}\text{O}_3$ . Durch Erhitzen von II auf ca. 200° mit oder ohne dehydrierende Mittel. Aus Chlorbenzol Krystalle, F. 286°. — Auch andere Äthylen- oder Acetylen-

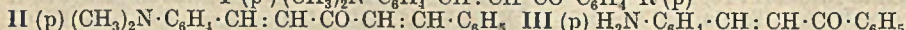


verb. werden addiert. Mit Acetylen: 1,2,3,4-Tetraphenylbenzol,  $\text{C}_{30}\text{H}_{22}$ , farblose Nadeln,



F. 190—191°. Entsteht auch durch Natronkalkdest. des vorigen. — Mit Phenylacetylen: *Pentaphenylbenzol*,  $C_{36}H_{26}$ , Krystalle, F. 246—247°. — Mit Tolan (oder auch Stilben): *Hexaphenylbenzol*,  $C_{42}H_{30}$ , Blättchen, F. 421—422°, swl. Nicht ident. mit dem von DURAND u. WAI-HSUN (C. 1931. I. 1488) beschriebenen KW-stoff. — Mit Phenylpropionsäure: *Pentaphenylbenzoesäure*,  $C_{37}H_{26}O_2$ , Krystalle, F. 345°. — Mit Phenylpropionsäurenitril: *Pentaphenylbenzonnitril*,  $C_{37}H_{25}N$ , Krystalle, F. 271—272°. — Mit Phenylpropionaldehyd: *Pentaphenylbenzaldehyd*,  $C_{37}H_{26}O$ , krystallin. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1627—28. 8/11. 1933. Bonn, Univ.) LINDENBAUM.

P. Pfeiffer und H. Kleu, *Isomerie bei halochromen Verbindungen*. II. (I. vgl. C. 1933. II. 1671.) Die Bldg. isomerer Monoperchlorate scheint für Aminoketone allgemein charakterist. zu sein. Vff. haben weitere Salzpaare von den Aminoketonen I (R = Cl,  $CH_3$ ,  $OCH_3$ ), II u. III darstellen können. Außerdem konnten in den Fällen I (R =  $CH_3$ ) u. II die von der Theorie geforderten Diperchlorate isoliert werden. — Von den isomeren Monoperchloraten sind die Ammoniumsalze meist farblos, stets weniger farbig als die Ausgangsketone, manchmal noch weniger farbig als die entsprechenden aminofreien Ketone. Die Oxoniumsalze sind infolge der auxochromen Wrkg. der Aminogruppe erheblich tiefer gefärbt als die aminofreien Oxoniumsalze. Legt man das Oxoniumsalz von I (R = H) zugrunde, so erkennt man folgendes: Einführung von p-ständigem Cl in das  $C_6H_5$  wirkt nur schwach farbvertiefend; Ersatz des  $N(CH_3)_2$  durch  $NH_2$  erhöht die Farbe etwas; dagegen wirken Ersatz des  $C_6H_5$  durch  $CH_3$ , Einführung von p-ständigem  $CH_3$  oder  $OCH_3$  in das  $C_6H_5$  u. Einschaltung einer Äthyl-lücke zwischen CO u.  $C_6H_5$  stark farbvertiefend. — Durch W. werden alle Perchlorate leicht in die Komponenten gespalten, aber mit charakterist. Unterschieden. In den Fällen I (R = H u. Cl) werden die Oxoniumsalze erheblich leichter gespalten als die Ammoniumsalze. Umgekehrt liegen die Verhältnisse in den Fällen I (R =  $CH_3$  u.  $OCH_3$ ), indem die auxochromen Gruppen  $CH_3$  u.  $OCH_3$  die Oxoniumsalzgruppierungen stabilisieren. — Im allgemeinen werden die Ammoniumsalze durch Lösen der Aminoketone in verd. wss.  $HClO_4$ , die Oxoniumsalze durch partielle Hydrolyse der isolierten oder nicht isolierten Diperchlorate dargestellt. Werden jedoch die Oxoniumsalze zu leicht hydrolysiert (z. B. I, R = H u. Cl), so isomerisiert man die Ammoniumsalze mittels Chloressigsäure. Überhaupt lassen sich die isomeren Perchlorate leicht gegenseitig ineinander überführen.



Versuche. [*p'*-Dimethylaminobenzal]-*p*-chloracetophenon (I, R = Cl),  $C_{17}H_{16}ONCl$ . *p*-Dimethylaminobenzaldehyd u. *p*-Chloracetophenon in A. mit etwas 10%/ig. NaOH kurz erwärmen. Aus A. gelbe Nadeln, F. 140—140,5°. — *Perchlorate*,  $C_{17}H_{16}ONCl, HClO_4$ . 1. 0,2 g in 2 cem w. 70%/ig.  $HClO_4$  lösen u. W. bis eben zur Lsg. des zuerst gebildeten Nd. zugeben. Farblose Nadeln. Lsg. in w. Eg. schwach violett. — 2. 0,1 g des vorigen in Gemisch von 3 g Chloressigsäure u. 1 cem Eg. eintragen, etwas Ä. zusetzen u. bis zur Lsg. erwärmen. Blauviolette Kryställchen. Lsg. in w. Eg. rot-orange. Umwandlung in voriges durch Lösen in h. 70%/ig.  $HClO_4$  u. Eintropfen von W. — [*p'*-Dimethylaminobenzal]-*p*-methylacetophenon (I, R =  $CH_3$ ),  $C_{18}H_{16}ON$ . Wie oben mit *p*-Methylacetophenon. Aus A. goldgelbe, derbe Krystalle, F. 122—123°. — *Perchlorate*,  $C_{18}H_{16}ON, HClO_4$ . 1. 0,3 g in 3 cem w. 70%/ig.  $HClO_4$  lösen, in k. Gemisch von 3 cem 70%/ig.  $HClO_4$  u. 37 cem W. gießen u. erwärmen, bis der Nd. rein weiß ist. Aus 10%/ig.  $HClO_4$  farblose Nadeln. Lsg. in h. Eg. tief blaurot. — 2. Voriges in h. 70%/ig.  $HClO_4$  lösen u. in verd.  $HClO_4$  gießen. Feinkrystallin, rein blau. Lsg. in h. Eg. tief blaurot, beim Erkalten Entfärbung u. Ausfall des vorigen. — *Diperchlorat*,  $C_{18}H_{16}ON, 2 HClO_4$ . Durch Lösen des Ketons in h. 70%/ig.  $HClO_4$ . Beim Erkalten tief gelbe Krystalldrusen, äußerst empfindlich gegen Feuchtigkeit. Gibt mit wenig W. das blaue Salz. — [*p'*-Dimethylaminobenzal]-*p*-methoxyacetophenon (I, R =  $OCH_3$ ). Vgl. C. 1925. I. 1400. — *Perchlorate*,  $C_{18}H_{16}O_2N, HClO_4$ . 1. Wie bei I (R =  $CH_3$ ). Farblose Nadeln. Lsg. in h. Eg. bordeauxrot. — 2. 0,2 g Keton in 3 cem w. 70%/ig.  $HClO_4$  lösen, in Gemisch von 3 cem 70%/ig.  $HClO_4$  u. 30 cem W. gießen. Dunkelblaue Nadelchen. Lsg. in w. Eg. bordeauxrot, beim Erkalten Entfärbung u. Ausfall des vorigen. — *p*-Dimethylaminodibenzalacetone (II), aus A., F. 158° (vgl. I. c.). — *Perchlorate*,  $C_{19}H_{18}ON, HClO_4$ . 1. Lsg. in Aceton mit 70%/ig.  $HClO_4$  versetzen, bis die erst blau Färbung in eine dichroit. grünstichig rote umgeschlagen ist, mit W. verd. Bräunlichgelbe Kryställchen. Lsg. in Aceton blaugrün, in h. Eg. rein blau, auf Zusatz von 35%/ig.  $HClO_4$  langsamer Ausfall des folgenden. — 2. Lsg. des Ketons in h. Eg. mit 50%/ig.



$\text{HClO}_4$  versetzen oder das Dipercchlorat an der Luft liegen lassen. Blaustichig grüne Prismen. Lsg. in Aceton blau, in h. Eg. blaugrün. — *Dipercchlorat*,  $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{ON}$ , 2  $\text{HClO}_4$ . Aus der Lsg. des Ketons in h. 70%<sub>ig</sub>.  $\text{HClO}_4$ . Orangebraune Nadeln. — [*p*-Aminobenzal]-acetophenon (III), tief gelbe Krystalle, F. 152°. — *Perchlorate*,  $\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{ON}$ ,  $\text{HClO}_4$ . 1. Durch Lösen von 0,1 g in w. Gemisch von 2 ccm 70%<sub>ig</sub>.  $\text{HClO}_4$  u. 18 ccm W. Aus verd.  $\text{HClO}_4$  goldgelbe Nadeln. Lsg. in Aceton goldgelb, in h. Eg. orangrot. — 2. III in wenig 70%<sub>ig</sub>.  $\text{HClO}_4$  lösen u. einige Tropfen W. zugeben. Rosarote Nadelchen. Farbe der Lsgg. wie vorst. Aus der Lsg. in verd. h.  $\text{HClO}_4$  fällt das vorige aus. (Ber. dtseh. chem. Ges. 66. 170—11. 8/11. 1933. Bonn, Univ.) LINDENBAUM.

**Gustav Wanag**, *Zum Verlauf der Alkylierung von Enolaten*. An Unters. an Bindon beobachtet VI. Tatsachen, die im Gegensatz zu den Befunden von ADICKES, v. HESSLING u. v. MÜLLENHEIM (C. 1933. II. 691) die Ansicht von HANTZSCH (C. 1933. I. 1106) bestätigen, wonach bei der Einw. von Alkylhalogeniden auf Enolate intermediär O-Alkyläther entstehen, aus denen dann durch Umlagerung die C-alkylierten Verbb. gebildet werden. — Kocht man die alkoh. Lsg. von sorgfältig gereinigtem, vollständig isobindonfreiem Bindon, F. 209°, mit überschüssigem K-Carbonat allein, so kann keine Bldg. von Isobindon nachgewiesen werden; setzt man aber  $\text{CH}_3\text{J}$  zu, so entsteht *C-Methylbindon*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$ , F. 174° (vgl. HANTZSCH u. ZORTMAN, Liebigs Ann. Chem. 392 [1912]. 322) neben geringen Mengen des grünen K-Salzes des *Isobindons*. Die Bldg. des letzteren kann nur so erklärt werden, daß sich primär der O-Alkyläther des Bindons bildet, dieser an seine konjugierte Doppelbindung W. anlagert u. Alkohol abspaltet unter Bldg. von Isobindonkalium. Da dieses Salz in der Lsg. des Bindonkaliums fast unl. ist, geht es in den Nd. über u. wird dadurch vor der Wiederumwandlung in Bindon geschützt. Bei der Verseifung von reinem *Bindon-O-methyläther*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$ , F. 217°, dessen Darst. aus Bindon verbessert wird, durch Kochen mit K-Carbonat in Methanol entstehen neben Bindon reichliche Mengen Isobindon, bei der Verseifung mit Säuren jedoch keine Spur Isobindon. (Ber. dtseh. chem. Ges. 66. 1678—81. 8/11. 1933. Riga, Lettland, Univ.) BEHRLE.

**W. Schwemberger und W. Gordon**, *Über die Darstellungsmethoden und Eigenschaften des Octachlornaphthalins*. 1. Mitt. Durch Einleiten von trockenem  $\text{Cl}_2$  in mit 1% Fe-Pulver u. 0,1%  $\text{J}_2$  vermischtes Naphthalin, 3 Stdn. bei 100, die folgenden 3 Stdn. nicht über 120° u. hierauf bei 150°, gelingt es, innerhalb 10—12 Stdn. Percchlornaphthalin mit 90% der theoret. Ausbeute herzustellen. Nadeln aus  $\text{CCl}_4$ , F. 197,5 bis 198,0° (korr.). Auch in Abwesenheit von Jod u. in Ggw. von 2—3% Fe-Pulver läßt sich die Rk. mit der gleichen Ausbeute an  $\text{C}_{10}\text{Cl}_8$  durchführen; mit anderen fein verteilten Metallen konnte die Nachphthalinchlorierung nicht erfolgreich durchgeführt werden. Die Chlorierung des  $\text{C}_{10}\text{H}_8$  in Ggw. von  $\text{SbCl}_5$  verläuft erheblich langsamer als in Ggw. von Fe +  $\text{J}_2$ .  $\text{C}_{10}\text{Cl}_8$  wurde auch dargestellt durch Erhitzen von *1-Naphthylamin-3,6,8-trisulfosäure* mit der 3—4-fachen Menge  $\text{PCl}_5$  während 7 Stdn. auf 200 bis 225° im Einschmelzerohr (Ausbeute 40% der Theorie).  $\text{Kp}_{0,5}$  246—250°;  $\text{Kp}_{2,5}$  258 bis 260°;  $\text{Kp}_{7,5}$  440—442°. Die Zers. ist beim Sieden unter 0,5 mm sehr gering, größer bei Normaldruck.  $\text{C}_{10}\text{Cl}_8$  ist ziemlich beständig gegen wss. KOH u. NaOH u. gegen k. alkoh. KOH; Erhitzen mit alkoh. KOH führt zur  $\text{Cl}_2$ -Abspaltung u. teilweiser Verharzung, Red. des  $\text{C}_{10}\text{Cl}_8$  nach STEPANOW (Ber. dtseh. chem. Ges. 39 [1906]. 405) führt zu Naphthalin u. anderen Prodd.; Oxydation mit  $\text{HNO}_3$  (1,52) zur Bldg. von *Hexachlornaphthochinon* u. *Tetrachlornaphthalsäure*. Bei Erhitzen des  $\text{C}_{10}\text{Cl}_8$  mit  $\text{SbCl}_5$  u. JCl in Einschmelzerohr entsteht ein Gemisch perchlorierter KW-stoffe, u. a.  $\text{CCl}_4$ ,  $\text{C}_2\text{Cl}_6$  u.  $\text{C}_6\text{Cl}_6$ . Unter bestimmten Rk.-Bedingungen spaltet sich  $\text{C}_{10}\text{Cl}_8$  auch zu *Perchlorhydrinden*, F. 138° (korr.). Bei Zusatz von 1 ccm eines Gemisches von 1 Vol.  $\text{SbCl}_5$  u. 2 Voll.  $\text{CCl}_4$  zu verd.  $\text{C}_{10}\text{Cl}_8$ -Lsgg. in  $\text{CCl}_4$  erscheint eine beständige kirschrote Färbung;  $\text{CCl}_4$ ,  $\text{C}_2\text{Cl}_6$ ,  $\text{C}_6\text{Cl}_6$  u. Perchlorhydrinden zeigen die Rk. nicht. (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Ser. A. Shurnal obschtschei Chimii] 2. (64). 921—28. 1932.) SCHÖNFELD.

**N. N. Woroschow und K. A. Gribow**, *Über lichtempfindliche Nitroverbindungen*. 1. Es wurde eine bemerkenswerte Lichtempfindlichkeit bei mit *1,6-Dinitronaphthalin-4,8-disulfosäure* imprägnierter Wolle beobachtet; die ursprünglich gelb gefärbte Wolle färbt sich am Lichte immer tiefer braun. Die gleiche Lichtempfindlichkeit zeigt mit *Mononitronaphthalin- $\alpha$ - oder - $\beta$ -sulfosäure* gefärbte Wolle. Die leicht zu reinigende *2-Nitronaphthalin-4,8-disulfosäure* zeigt auf Wolle keine Farbvertiefung bei Belichtung.  *$\alpha$ -Nitronaphthalin* auf Wolle aufgetragen zeigt erst nach mehrtägiger Belichtung eine geringe Farbveränderung. Es wurden jedoch Unterschiede in der Lichtempfindlich-



keit der  $\alpha$ -Nitronaphthalinsulfonsäuren gefunden. Die 1,8-Säure ist außerordentlich lichtempfindlich, die isomere 1,5-Nitrosulfonsäure ist völlig unempfindlich gegen Licht. Die Eig. schien demnach mit der gegenseitigen Lage der Nitro- u. Sulfogruppe im Kern zusammenzuhängen. Die Annahme, daß bei den Farbvertiefungen ein Red.-Prozeß (der Nitrogruppe) teilnehme, wird bekräftigt durch die starke Erhöhung der Empfindlichkeit der Ausfärbungen durch Zusatz geringer Mengen eines l. arom. Aminsalzes, wie Anilin u. dgl. Nach Auftragen eines Gemisches von Nitrosulfonsäure u. Amin auf Gelatinepapier lassen sich beim Kontaktdruck aus Negativen besonders schöne Positive je nach dem Amin verschiedener Farben herstellen. Auch eine wss. Lsg. des *Mg-Salzes* der 1,8-Nitronaphthalinsulfonsäure vertieft unter Belichtung die Farbe u. scheidet einen dunklen Nd. aus; der Titer gegen  $\text{SnCl}_2$  geht dabei allmählich zurück.

Trennung u. Luftempfindlichkeit der beiden  $\alpha$ -Nitronaphthalin- $\beta$ -sulfonsäuren (Cleve). Zur Reindarst. der 1,6- u. 1,7-Nitronaphthalinsulfonsäuren wurde als Rohmaterial das Gemisch ihrer *Mg-Salze* verwendet oder Naphthalin- $\beta$ -sulfochlorid der Nitrierung unterworfen. Die Krystallisation der *Mg-Salze* aus W. führte nicht zum Ziele, anscheinend infolge gleicher Löslichkeit der isomeren Salze. — Behandeln des bei 180° getrockneten *Mg-Salzgemisches* mit  $\text{PCl}_5$  ergab ein bei 104—146° schmelzendes Gemisch der  $\alpha$ -Nitronaphthalin(1,6 u. 1,7)- $\beta$ -sulfochloride. Behandeln von naphthalin- $\beta$ -sulfonsaurem Na mit  $\text{PCl}_5$  bei 120° ergab ein Sulfochlorid vom F. 76—77°. Durch Eintragen des Sulfochlorids in  $\text{HNO}_3$  bei -5° wurde das Nitroderiv., F. 109—145°, erhalten; die Trennung der Nitrosulfochloride gelang durch fraktionierte Krystallisation aus Bzl. Die rein gelben Krystalle des 1,6-Isomeren schmelzen bei 128,5—129,5°, das hellgelbe 1,7-Isomere bei 168—169°. Die 1,7- u. 1,6-Nitronaphthalinsulfonsäuren wurden aus den Sulfochloriden mittels  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  u.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hergestellt. Das 1,7-Isomere zers. sich bei 150—155° ohne zu schmelzen, das 1,6-Isomere (fast farblose Prismen) schm. nicht beim Erhitzen.

*Sulfamide*:  $\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO}_2)\text{SO}_2\text{NH}_2$ , dargestellt aus den Sulfochloriden in Bzl. u.  $\text{NH}_3$ -Gas; das 1,7-Isomere bildet gelbe Prismen, F. 227—228°; das 1,6-Isomere hellgelbe Nadeln, F. 187,5—188,5°. — *Sulfanilide*,  $\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO}_2)\text{SO}_2\text{NHC}_6\text{H}_5$ : Das 1,7-Isomere bildet gelbliche Prismen aus A., F. 176—177°; 1,6-Isomeres: Prismen, F. 173—174°. — 1,7-Nitronaphthalinsulfonsäure: *Mg-Salz* (+ 9  $\text{H}_2\text{O}$ ), gelbe Prismen; *Ba-Salz* (3,5  $\text{H}_2\text{O}$ ), Nadeln; *Cu-Salz* (+ 8  $\text{H}_2\text{O}$ ), blaue Prismen; *Ag-Salz*, gelbe Nadeln; *Fe-Salz*, gelbe Nadeln. — *Salze* der 1,6-Nitrosulfonsäure: *Mg-Salz*, gelbe Prismen (+ 7  $\text{H}_2\text{O}$ ); *Ba-Salz*, farblose Prismen (+ 1  $\text{H}_2\text{O}$ ); *Ag-Salz*, hellgelb; *Fe-Salz*, gelbe Nadeln. Die Lichtempfindlichkeit (nach Auftragen auf Wolle) wurde bei den 1,6- u. 1,7-Nitrosulfonsäuren, den Amid- u. Salzen untersucht; sie war etwas größer bei den mit den 1,6-Isomeren behandelten Wollmustern. (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. A. Shurnal obschtschei Chimii] 2. (64). 929—37. 1932.)

SCHÖNFELD.

N. N. Woroshzow und W. W. Koslow, *Über lichtempfindliche Nitroverbindungen*. II. (I. vgl. vorst. Ref.) Nachdem sich die 1,8-Nitronaphthalinsulfonsäure (vorst. Ref.) als die lichtempfindlichste erwiesen hat, wurde der Einfluß der o-Stellung der  $\text{NO}_2$ - u.  $\text{SO}_3\text{H}$ -Gruppe im Naphthalin- u. Benzolkern untersucht. *o-Nitrobenzolsulfonsäure* ist zwar weniger lichtempfindlich als die entsprechende Naphthalinverb., übertrifft aber ihre anderen Isomeren. *o-Nitrobenzolsulfonsäure* u. *o,o'*-Dinitrodiphenyldisulfid stehen sich in bezug auf Lichtempfindlichkeit sehr nahe. Der bei Herst. der *p-Nitrobenzolsulfonsäure* bei der Oxydation des Dinitrosulfids nach WOHLFAHRT (J. prakt. Chem. [2] 66 [1902]. 553) entstehende unl. Rückstand hat den F. 255° u. hat sich als *p,p'*-Dinitrodiphenylsulfon erwiesen. Bei Oxydation von *p,p'*-Dinitrodiphenyldisulfid (F. 170°) mit  $\text{HNO}_3$  erhält man nur bis 45% des Sulfons, während der Rest zur Sulfonsäure oxydiert wird. Durch Einw. von Jod auf *p-Nitrothiophenol* in wss.-alkal. Lsg. wurde ein Dinitrodiphenyldisulfid vom F. 182° erhalten; es geht mit  $\text{HNO}_3$  restlos in *p-Nitrobenzolsulfonsäure* über. Aus dem Rk.-Prod. von *p-Nitrochlorbenzol* u.  $\text{Na}_2\text{S}_2$  wurden 2 Verb. vom F. 182° (weiße Prismen) u. F. 134° (grün gelbe kurze Prismen) erhalten. Das Prod. vom F. 134° liefert bis zu 75% Dinitrodiphenylsulfon. Möglicherweise haben die beiden Disulfide die Formeln  $\text{NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{S}\cdot\text{S}\cdot\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{NO}_2$  u.  $\text{NO}_2\cdot\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{S}(\text{S})\cdot\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{NO}_2$ .  $\text{Na}_2\text{S}_2$  reagiert demnach in 2 Formen, als  $\text{NaS}\cdot\text{SNa}$  u.  $\text{NaS}(\text{S})\text{Na}$ . Die Herst. von 1-Nitronaphthalin-2-sulfonsäure gelang nach SANDMEYER (Ber. dtsh. chem. Ges. 20 [1887]. 1494), ausgehend von 1-Naphthylamin-2-sulfonsäure, bei Anwendung von Cu-Pulver,  $\text{Cu}_2\text{SO}_3\cdot\text{CuSO}_3$  als Katalysator. Die Rk. verläuft in verschiedenen Richtungen, unter Ersatz der Diazogruppe 1. durch  $\text{NO}_2$ , 2. durch OH, 3. durch H.



In ihrer Lichtempfindlichkeit gleicht die 1-Nitronaphthalin-2-sulfonsäure u. ihre Salze dem 1,8-Isomeren.

Versuche. *o*-Nitrobenzolsulfonsäure, dargestellt nach WOHLFAHRT; F. 84,9°; sechseckige Blättchen aus A.; hygroskop. Zn-Salz, gelbe Nadeln, *o*-Nitrobenzolsulfonchlorid; F. 68,9° (aus Ä.). — *p,p'*-Dinitrophenylsulfon, C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>S; Nadeln aus Essigsäure; F. 250°. — *p,p'*-Dinitrodiphenylsulfid, aus p-ClC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NO<sub>2</sub> in A. u. Na<sub>2</sub>S in W.; F. 154°; geht bei der Oxydation in Eg. mit K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in das Sulfon vom F. 255° über. — *p,p'*-Diaminodiphenylsulfon, durch Erhitzen der Dinitroverb. mit HCl u. SnCl<sub>4</sub>; F. 174°. — Bei der Überführung von 1-Diazonaphthalin-2-sulfonsäure in 1-Nitronaphthalinsulfonsäure in Ggw. von Cu-Bronze u. Cu<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>·CuSO<sub>3</sub> bildet sich in saurem Medium als Nebenprod. 2,4-Dinitro-*α*-naphthol, in neutralem Medium naphthalin-*β*-sulfonsaures Na. Salze der 1-Nitronaphthalin-2-sulfonsäure: Mg-Salz, [C<sub>10</sub>H<sub>6</sub>(NO<sub>2</sub>)SO<sub>3</sub>]<sub>2</sub>Mg + 8 H<sub>2</sub>O, schwach gelbe Blättchen. Ba-Salz (+ 4 H<sub>2</sub>O), gelbe Nadeln. Zn-Salz (+ 4 H<sub>2</sub>O), gelbe Tafelchen. Hg<sup>1</sup>-Salz (+ 2 H<sub>2</sub>O), Blättchen. Ag-Salz, sechseckige Schuppen. Cu-Salz (+ 6 H<sub>2</sub>O) grüne Tafelchen (auch wasserfrei). Anilid, F. 201,9°. Benzidinsalz, C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>O<sub>10</sub>N<sub>4</sub>S<sub>2</sub>, Nadeln. — 1-Nitronaphthalin-2-sulfonsäure, C<sub>10</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>·NS·H<sub>2</sub>O; F. 104,7°. Sulfochlorid, F. 120,5°. Sulfamid, F. 214,3°. Die Lichtempfindlichkeit der Nitrobenzolsulfonsäuren (geprüft auf Wollgewebe) nimmt ab in der Reihenfolge *o*, *p*, *m*. — *o,o'*-Dinitrodiphenylsulfid ist noch lichtempfindlicher als die *o*-Nitrosulfonsäure, das *p,p'*-Disulfid ist beinahe unempfindlich gegen Licht. (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. A. Shurnal obschtschei Chimii] 2. (64). 939—62. 1932.) SCHÖNFELD.

L. Piatti, Über die Autoxydation des Tetralins. Tetralin oxydiert sich beim Erhitzen an der Luft; hierbei nehmen D., Kp. u. Viscosität zu; bei genügend langer Einw. steigt D.<sup>20</sup> von 0,975 auf 0,983, der Kp. von 220° auf 247,5°; die Viscosität nimmt um ca. 14% zu. Bei der Oxydation entstehen hochsd. Säuren, so daß oxydiertes Tetralin im Gegensatz zu frischem Cu u. Fe angreift. Die Acidität ist ein Maßstab für die eingetretene Oxydation. (Angew. Chem. 46. 638—39. 1933. Berlin.) OSTERTAG.

K. Dzięwoński, Wł. Kahl, W. Koczorowska und A. Wulffsohn, Über Synthesen und Oxydationsreaktionen des 4,4'-Diacenaphthylmelhans und des 4,4'-Diacenaphthylketons. (Bull. int. Acad. polon. Sci. Lettres Ser. A. 1933. 194—205. April/Okt. — C. 1933. I. 3566.) LINDENBAUM.

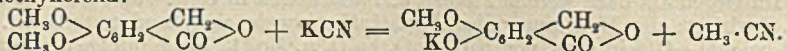
K. Dzięwoński, M. Dominikówna, L. Gałuszkówna und Wł. Muż, Studien in der Fluorengruppe. Synthesen von Ketonen und Kohlenwasserstoffen, Derivaten des 2-Benzyl- und 2-Benzoylfluorens. (Bull. int. Acad. polon. Sci. Lettres Ser. A. 1933. 206—14. April/Okt. — C. 1933. II. 1524.) LINDENBAUM.

Vladimir Ipatieff, Hydrierung von aromatischen Verbindungen bei Temperaturen nahe ihrer Zersetzung in Gegenwart von Katalysatoren. (Vgl. C. 1929. I. 1938.) Es war bisher nicht bekannt, ob monocycl. KW-stoffe unter hohem Druck durch andere Katalysatoren als Ni oder NiO hydriert werden können. Der Vers. zeigte, daß Bzl. bei 450° in Ggw. von MoO<sub>3</sub> nicht hydriert wird, während Xylol in Bzl. u. Toluol zerfällt. Im Gegensatz dazu werden Fluoren u. Phenanthren in Ggw. von MoO<sub>3</sub> bei hoher Temp. hydriert; die Hydrierung des Naphthalins wurde eingehend untersucht. Sie erfolgt bei 400—475° in Ggw. von NiO, CuO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. Mo<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sowie infolge der katalyt. Wrkg. des Autoklavenmaterials (Fe) auch bei Abwesenheit von Katalysatoren u. liefert unterhalb 450° fast ausschließlich Tetrahydronaphthalin; oberhalb 450° zers. sich dieses unter Bldg. von Bzl.-KW-stoffen; außer bei Anwendung von Ni findet man deshalb in allen Fraktionen Napthene vor. Die leichte Hydrierung des Naphthalins ist auf bicycl. Struktur zurückzuführen; H lagert sich zunächst an die beiden Ringen gemeinsamen C-Atome an, das Additionsprod. lagert sich in 1,4-Dihydronaphthalin um, das leicht zu Tetrahydronaphthalin hydriert wird. — Phenol wird bei hohen Temp. in Ggw. von NiO, MoO<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oder CuO unter Bldg. wechselnder Mengen Cyclohexan hydriert; die Ausbeute an Cyclohexan ist von der Natur des Katalysators abhängig u. ist bei NiO am höchsten. Es ist zu beachten, daß sich Cyclohexan bei 450—490° unter Druck in Methylcyclopentan umlagert (IPATIEFF u. DOVGELEVITCH, Ber. dtsh. chem. Ges. 44 [1911]. 2987). — Die Hydrierung von Naphthalin wird durch Thiophen nicht verhindert; aus Phenol erhält man neben den in etwas geringerer Ausbeute auftretenden n. Rk.-Prodd. hochsd. Anteile, wahrscheinlich Ester. Thiophen wird unter den angewandten Rk.-Bedingungen völlig zers. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3696—3701. 1933. Chicago, Universal Oil Prod. Co. Res. Labor.) OSTERTAG.



J. W. Cook und C. L. Hewett, *Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe*. XI. Die Acetylierung von 1,2-Benzanthracen. (IX. vgl. C. 1932. I. 2465; vgl. a. C. 1933. II. 546.) 1,2-Benzanthracen (I) liefert mit Acetanhydrid u.  $\text{AlCl}_3$  5 von den 12 möglichen Monoacetylverbb. Man erhält a) bei Eiskühlung u. nachfolgendem Aufbewahren bei 0° 7-Acetyl-1,2-benzanthrachinon (II), 6-Acetyl-1,2-benzanthrachinon u. ein Isomeres mit unbekannter Acetylstellung; b) bei Kühlung mit Eis-Kochsalzgemisch 9 (oder 10)-Acetyl-1,2-benzanthracen, II u. ein zweites Isomeres mit unbekannter Acetylstellung; c) bei Eiskühlung u. nachfolgendem Aufbewahren bei 0° erhält man II als Hauptprod. neben dem 6-Isomeren. Alle diese Rkk. verlaufen mit geringer Ausbeute. Die Konstst. des 6- u. 7-Deriv. wurden durch Oxydation zu den entsprechenden Anthrachinontricarbonsäuren ermittelt. Das 9 (oder 10)-Deriv. gibt mit  $\text{CrO}_3$  1,2-Benzanthrachinon; es wird bei 40° durch  $\text{AlCl}_3$  in II umgelagert. — II gibt mit  $\text{CH}_3 \cdot \text{MgJ}$  ein Carbinol; dieses liefert beim Kochen mit  $\text{HCl}$ -Eg. an Stelle des erwarteten Isopropenylbenzanthracens ein Dimeres. Infolge der geringen Ausbeuten bei der FRIEDEL-CRAFTS-Rk. ließen sich die Ketone nicht zur Synthese von Homologen von I verwerten. — 7-Acetyl-1,2-benzanthracen,  $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}$  (II), strohgelbe Blättchen aus Bzl.-A., F. 151—152°. Pikrat,  $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O} + \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{N}_3$ , oranges Krystallpulver, F. 147—148°. 7-Acetyl-1,2-benzanthrachinon,  $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{O}_3$ , oranges Krystallpulver aus Bzl., F. 219°. — x-Acetyl-1,2-benzanthracen,  $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}$  [aus Vers. a)], gelbliche Nadeln aus Cyclohexan, F. 147°. Pikrat,  $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O} + \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{N}_3$ , orangerote Nadeln aus Bzl., F. 192°. Gibt mit  $\text{CrO}_3$  in Eg. x-Acetyl-1,2-benzanthrachinon,  $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{O}_3$ , orange Nadeln aus A., F. 196 bis 197°. — 9- (oder 10)-Acetyl-1,2-benzanthracen, Tafeln aus A., F. 104—105°; fluoresziert im Gegensatz zu den anderen nicht. Pikrat,  $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O} + \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{N}_3$ , ziegelrote Nadeln, F. 153,5—154,5°. Das Keton liefert mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  in sd. Eg. I (F. 159—160°), mit  $\text{CrO}_3$  in Eg. 1,2-Benzanthrachinon, F. 168,5—169,5°. — Das x-Acetyl-1,2-benzanthracen aus Verb. b) bildet ein Pikrat, rötlichbraune Nadeln aus Bzl., F. 187,5 bis 188°. — 6-Acetyl-1,2-benzanthracen,  $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}$ , gelbliche Nadeln aus Bzl., F. 192,5 bis 193,5°. Gibt mit Pikrinsäure in Bzl. trotz Rotfärbung kein Pikrat. — 6-Acetyl-1,2-benzanthrachinon, goldgelbe Nadeln aus Bzl., F. 197—199°. — Anthrachinon-1,2,6-tricarbonsäure, aus 6-Acetyl-1,2-benzanthrachinon u.  $\text{KMnO}_4$  in sd. verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Methyl-ester, Krystalle aus Xylol, F. 233,5—234,5°. Anthrachinon-1,2,7-tricarbonsäure, aus 7-Acetyl-1,2-benzanthrachinon. Methyl-ester, F. 197—198° (Vergleichspräparat F. 204 bis 204,5°). — 1,2-Benzanthranlyl-(7)-dimethylcarbinol,  $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}$ , aus II u.  $\text{CH}_3\text{MgJ}$  in Ä. Tafeln aus A., F. 135°. Daraus mit konz.  $\text{HCl}$  in sd. Eg. dimeres 7-Isopropenyl-1,2-benzanthracen,  $\text{C}_{42}\text{H}_{32}$ , Nadeln aus Bzl., F. 248—251°, gibt stark violett fluorescierende Lsgg. (J. chem. Soc. London 1933. 1408—10. Okt. London S.W. 3, Research Inst. of the Cancer Hospital.)

OSTERTAG.  
W. M. Rodionow, S. J. Kanewskaja und A. B. Davankoff, *Über die Einwirkung von Cyankalium auf Mekonin*. Schon BOWMAN (1887) hat vergeblich versucht, Mekonin durch KCN zur 3,4-Dimethoxybenzylcyanid-2-carbonsäure aufzuspalten; er hat nur einen Normekoninmethyläther (F. 124—125°) isolieren können. Auch Vff. ist es nicht gelungen, obige Aufspaltung zu verwirklichen. KCN wirkt auf Mekonin nur entmethylierend:



Vff. konnten neben dem BOWMANschen Normekoninmethyläther in kleiner Menge ein tiefer schm. Isomeres isolieren. Beide werden durch Toluol-p-sulfonsäuremethyl-ester glatt zu Mekonin methyliert. Um die Stellung der Substituenten zu ermitteln, wurde die Verb. 124—125° äthylt u. darauf oxydiert. Das Oxydationsprod. war ident. mit der von SPÄTH u. BURGER (C. 1926. II. 1152) beschriebenen 3-Äthoxy-4-methoxyphthalsäure. Folglich ist Verb. 124—125° 3-Oxy-4-methoxyphthalid u. das Isomere 4-Oxy-3-methoxyphthalid ( $\text{CH}_2$  in 1).

Versuche. E 60 g Mekonin u. KCN ca. 3 Stdn. auf 180—185° erhitzen, wobei Acetonitril überdest., Rückstand mit k. W. anrühren u. absaugen, K-Verb. aus verd. A. umkrystallisieren. In W. lösen, mit verd.  $\text{HCl}$  ganz schwach ansäuern, Lsg. von dickem, schwarzem Öl (unreines Mekonin) trennen, stark ansäuern u. verdampfen, mit w. Bzl. aufnehmen, Filtrat trocknen u. verdampfen. Aus A. (Kohle) 24—25 g 3-Oxy-4-methoxyphthalid,  $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$ , gelbliche Nadeln, F. 124—125°. Durch Einengen der alkoh. Mutterlauge etwas 4-Oxy-3-methoxyphthalid,  $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$ , aus A. krystalline Körnchen, F. 86—88°, viel leichter l. als das Isomere. — 3-Äthoxy-4-methoxyphthalid,  $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{O}_4$ . 3-Oxy-4-methoxyphthalid in alkoh.-wss. KOH eintragen (Bldg. des K-Salzes), mit Toluol-p-



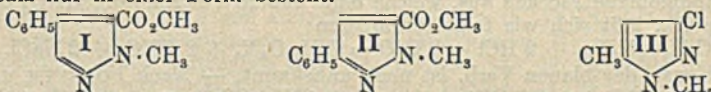
sulfonsäureäthylester bis zur Lsg. kochen, in W. gießen, mit Chlf. erschöpfen, Auszug mit 3<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. KOH waschen usw. Aus A., F. 68—69°. — 3-Äthoxy-4-methoxyphthalsäure, C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>. Aus vorigem in verd. KOH mit 2<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. KMnO<sub>4</sub>-Lsg. bei Raumtemp. Plättchen, F. 174—175°. Durch kurzes Erhitzen auf 180° oder durch Aufkochen mit Acetanhydrid u. Fällen mit wenig PAc. das Anhydrid, aus Bzl. Nadeln, F. 105°. — N-Äthyl-3-äthoxy-4-methoxyphthalimid. Säure mit 33<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>·NH<sub>2</sub>-Lsg. im Vakuum verdampfen u. zum Schmelzen erhitzen, nach beendeter Blasenentw. in A. lösen, Filtrat mit W. bis zur Trübung versetzen. Aus W. Nadelchen, F. 83—84°. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1623—27. 8/11. 1933. Moskau, Univ.)

LINDENBAUM.

R. Tobler, Zur Arbeit von Parsh Chandra Dutta: Untersuchungen über indigoide Farbstoffe. III. (Vgl. C. 1933. II. 2821.) Vf. weist darauf hin, daß indigoide Farbstoffe aus 1,2-Naphthoxythiophen u. Isatinen, sowie Acenaphthenchinon schon im D. R. P. 453 087 (C. 1928. I. 759) beschrieben sind. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1757. 8/11. 1933. Basel, Ges. f. Chem. Ind.)

LINDENBAUM.

K. v. Auwers und O. Ungemach, Über Methylierung von Pyrazolen mit Diazomethan. Während bei der Methylierung des Äthylesters der 4-Phenylpyrazol-3(5)-carbonsäure mit Dimethylsulfat u. NaOH die beiden strukturisomeren N-Methylderiv. in ungefahr gleicher Menge entstehen u. sich entsprechendes bereits früher (vgl. AUWERS u. MAUSOLF, C. 1927. II. 2304) für die Methylierung des Äthylesters der 3(5)-Phenylpyrazol-5(3)-carbonsäure mit CH<sub>3</sub>J u. Alkali ergeben hatte, wurden mit Diazomethan aus den Methylestern beider Säuren fast ausschließlich I u. II erhalten. Es liegt nahe, daraus den Schluß zu ziehen, daß auch die beiden Stammpyrazole dieselbe Struktur besitzen wie ihre Methylverb. — Das 3(5)-Methyl-5(3)-chlorpyrazol dagegen gibt sowohl mit Alkali u. Dimethylsulfat als auch mit Diazomethan beide N-Methylverb. nebeneinander, während aus seinem Na-Salz + CH<sub>3</sub>J nur III entsteht. — Das freie Methylchlorpyrazol scheint danach ein Gemisch der beiden Isomeren zu sein, während das Na-Salz nur in einer Form besteht.



Versuche. Die Methylierungsprodd. wurden durch k. NaOH von unverändertem Ausgangsmaterial befreit; die dabei entstehenden geringen Mengen Verseifungsprodd. der Ester werden durch Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> entfernt; die Pyrazolcarbonsäureester sind unl. in Alkalicarbonaten. Die Zerlegung der Gemische von Methylderiv. geschah, wo möglich, mit Hilfe des Esterifizierungsgesetzes von V. MEYER. — 1-Methyl-4-phenylpyrazol-5-carbonsäure, C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, Bldg. aus dem 4-Phenylpyrazol-5-carbonsäureäthylester + (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. NaOH bei 40—60° u. Kochen mit 3<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. alkoh. HCl (3 Stdn.) neben einem in Soda unl. Rückstand; Krystalle, aus CH<sub>3</sub>OH, F. 210—211° (Zers.). Gibt bei weiterem Kochen mit A.-HCl (nochmals 2<sup>1</sup>/<sub>2</sub> Stdn.) oder mit sd. absol. A. + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nur wenig Äthylester, C<sub>13</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>; Prismen, aus PAc., F. 52,5—53,5°. — Der oben erwähnte, in Soda unl. Rückstand ist im wesentlichen der 1-Methyl-4-phenylpyrazol-3-carbonsäureäthylester, F. 67—83°. Die dazu gehörige Säure, C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>; Nadeln, aus W., F. etwa 100°; enthält Krystallwasser; wasserfrei, F. 132°; Blättchen, aus A.; leicht veresterbar. — Das aus 4-Phenylpyrazol-5-carbonsäureäthylester mit (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> erhaltene Säuregemisch gibt mit 1<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. methylalkoh. HCl die 1-Methyl-5-carbonsäure u. den Methylester der 1-Methyl-4-phenylpyrazol-3-carbonsäure, C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, Krystalle, aus Bzl., F. 122—123°. — Die 1-Methyl-5-carbonsäure bleibt mit sd. 1<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. HCl—CH<sub>3</sub>OH unverändert. Gibt beim Einleiten von HCl-Gas in ihre Lsg. in sd. absol. CH<sub>3</sub>OH nur wenig von ihrem Methylester, C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>; Krystalle, aus PAc., F. 69°. — 4-Phenylpyrazol-5-carbonsäuremethylester gibt in A. mit Diazomethan 1-Methyl-4-phenylpyrazol-5-carbonsäuremethylester anscheinend neben Spuren des 1,3-Deriv. — 3-Phenylpyrazol-5-carbonsäuremethylester gibt mit Diazomethan u. Verseifung mit HCl 1:1 1-Methyl-3-phenylpyrazol-5-carbonsäure, F. 183—184°. Obwohl diese Säure nur in einer der beiden o-Stellungen substituiert ist, wird sie von 1<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. CH<sub>3</sub>OH—HCl nur schwer angegriffen, während 1-Methyl-4-phenylpyrazol-3-carbonsäure leicht verestert wird. Ein Alkyl am benachbarten N-Atom wirkt somit anscheinend stärker hemmend als ein Substituent am Nachbar-C-Atom. Eine etwa vorhandene kleine Beimengung der bei diesem Esterifizierungsvers. zurückgewonnenen Säure konnte nicht als die isomere 1-Methyl-5-phenylpyrazol-3-carbonsäure identifiziert werden. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1690—94. 1933. Marburg, Chem. Inst.)

BUSCH.



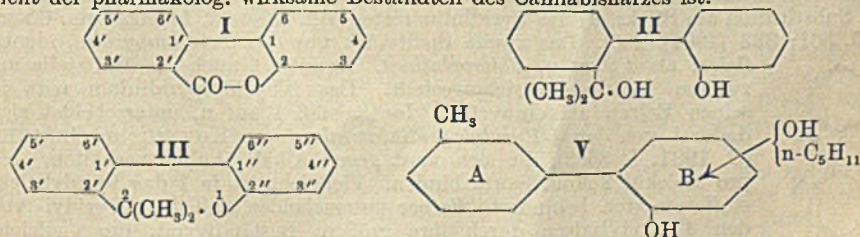




Na-Salz III mit  $(C_2H_5)_2SO_4$  erwärmt, Überschuß durch sd. W. zers., Prod. mit W. kurz gekocht, von ungel. Diäthylderiv. filtriert, mit HCl gefällt. Aus 0,2-n. HCl hellgelbe Tafeln, F. 259° (Zers.). *Na-Salz*,  $C_8H_4O_8N_8Na_2$ , 2 H<sub>2</sub>O. — 4,4'-*Diäthyl-1,5,1',5'-tetranitroimidazol-(2,2')*,  $C_{10}H_{10}O_8N_8$ , aus A. derbe, hellgelbe Prismen, Zers. 203°. — 4-Methyl-4'-äthyl-1,5,1',5'-tetranitroimidazol-(2,2'),  $C_9H_8O_8N_8$ . Aus dem Äthylderiv. in A. bei -3° mit CH<sub>2</sub>N<sub>2</sub>. Aus A. derbe Prismen, Zers. 226°. — *Na-Salz*  $C_8H_6O_8N_8Na_2$ , H<sub>2</sub>O (VI). IV in Aceton mit 5-n. NaOH  $\frac{1}{4}$  Stde. geschüttelt, mit W. verd., Nd. mit Aceton gewaschen. Ziegelrote Nadelchen. Lsg. in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gelblich; durch Gießen auf Eis blaue Flocken, in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> violettrot l. — *Farbstoff*  $C_8H_{10}O_4N_4$ . VI in W. gel., 2-n. HCl zugefügt, indigoblaue Flocken abgesaugt, mit viel  $\frac{1}{16}$ -n. HCl gewaschen u. im Vakuum getrocknet. Olivschwarz, metallglänzend. Lsg. in Lauge indigoblau, beim Kochen grün; Lsg. in NH<sub>4</sub>OH beständig. Färbt aus essigsäurem Bade Wolle graublau. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Lsg. violettrot, in sehr geringer Konz. blaugrün. — 1,1'-*Dimethoxy-4,4'-dimethyl-5,5'-dinitroimidazol-(2,2')*,  $C_{10}H_{12}O_8N_6$ . IV in sd. CH<sub>3</sub>OH gel., h. mit 2-n. CH<sub>3</sub>ONa-Lsg. versetzt. Aus Eg. farblose Nadelchen, Zers. ca. 242°. Löst sich langsam in sd. verd. NaOH unter Verseifung, da beim Ansäuern obiger Farbstoff ausfällt. — 4-Methyl-4'-methyl-1,5,1'-trinitroimidazol-(2,2')-5'-nitronsäuremethylester (VII),  $C_9H_8O_8N_8$ , H<sub>2</sub>O. Wurde nur einmal bei der Darst. des 4-Methylderiv. von I als leichter l. Nebenprod. erhalten. Hellrote Nadeln, Zers. 127°. — *Imidazol-4-nitronsaures Natrium*,  $C_3H_2O_2N_3Na$ . Durch Lösen von 4(5)-Nitroimidazol in h. 20%ig. NaOH. Beim Erkalten gelbe Nadeln. (Liebig's Ann. Chem. 507. 213—25. 9/11. 1933. Braunschweig, Techn. Hochsch.)

LINDENBAUM.

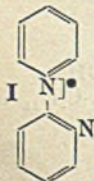
**R. S. Cahn, Harz von Cannabis indica.** IV. *Synthese einiger 2,2-Dimethyl-dibenzopyrane und Bestätigung der Struktur des Cannabinols.* (III. vgl. C. 1932. II. 885.) Als Ausgangsmaterialien für diese Synthesen dienten das Lacton I u. einige seiner Deriv., welche nach GRÄBE u. SCHESTAKOW (Liebig's Ann. Chem. 284 [1894]. 317) aus diazotierter Anthranilsäure u. Phenolen dargestellt wurden. Mit Phenol selbst betrug die Ausbeute nur 22%, weil außerdem die Säuren (2') CO<sub>2</sub>H·C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>·OH (4) u. CO<sub>2</sub>H·C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>·OC<sub>6</sub>H<sub>5</sub> (o) entstehen. Mit p-Kresol wurden 30—35% erhalten, weil die p-Kondensation hier unmöglich ist. Mit Guajacol war die Ausbeute nur 2—3%, u. außerdem konnte nur etwas Salicylsäure isoliert werden. — Die Lactone I reagieren glatt mit CH<sub>3</sub>MgJ u. liefern Phenolalkohole vom Typus II, welche sich glatt zum 2,2-Dimethyl-dibenzopyran (III) u. seinen Deriv. dehydratisieren lassen. Das eingehender untersuchte 5''-Methyl-deriv. ist beständig gegen C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>ONa bei 140°, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>ONa bei 160—180°, NaOH bei 250°, alkoh. NH<sub>3</sub> bei 140°, sd. 50%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wird durch kurzes Kochen mit 80 vol.-%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oder längeres Kochen mit Eg.-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:1 Vol.) zers. Durch HCl unter geeigneten Bedingungen wird es unter Verlust von Aceton zum 2-Oxy-5-methyl-diphenyl (IV) abgebaut. IV u. die Phenole II geben mit FeCl<sub>3</sub> in W. keine, in A. hellgrüne Färbung u. sind n. in Alkalien l., aber IV wird aus äth. Lsg. durch NaOH nur langsam entfernt. — *Cannabinol* erleidet eine ganz analoge saure Spaltung unter Verlust der (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C-Gruppe u. liefert ein Phenol C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, welches IV sehr ähnlich ist u. vorläufig nach V formuliert werden kann. Es liefert ein öliges Nitroderiv., welches durch HNO<sub>3</sub> zur 6-Nitro-m-toluylsäure (CH<sub>3</sub> in 1) oxydiert wird. Diese ist folglich aus dem Ring A in V gebildet worden. V färbt sich in alk. Lsg. an der Luft schnell purpurrot, dürfte also ein Brenzcatechin- oder Hydrochinonderiv. sein. Die Ähnlichkeit von V mit IV u. II läßt darauf schließen, daß das eine OH die o-Stellung zum Tolykern einnimmt. Die Ggw. von 2 OH konnte zwar noch nicht bewiesen werden, dürfte aber kaum zweifelhaft sein. Mit obigen u. den früheren Befunden ist die in der III. Mitt. angegebene Konst.-Formel des Cannabinols bis auf die Stellung der Substituenten im Ring B bewiesen. — Zu bemerken ist noch, daß Cannabinol nicht der pharmakolog. wirksame Bestandteil des Cannabischarzes ist.





Versuche. *o*-Brombenzoesäure-*o*-bromphenylester,  $C_{13}H_8O_2Br_2$ . Darst. in Pyridin. Kp.<sub>26</sub> 246—247°, aus Lg.,  $CH_3OH$  oder A. Nadeln, F. 39°. Reagiert nicht mit Mg u. nur schwach mit Cu in Xylol bei 180°. — *o*-Nitrobenzoesäurephenylester, aus A. Prismen, F. 42—43°, Kp.<sub>21</sub> 164—165°. — Anthranilsäurephenylester. Durch Hydrieren des vorigen in Aceton mit Pd-Kohle. Aus Lg. Nadeln, F. 71°. Überführung in I durch Diazotierung u. N-Anbspaltung gelang nicht. — 2-Oxydiphenyl-2'-carbonsäurelacton (I). Lsg. von 25 g Anthranilsäure in 200 cem Eg. mit 10 cem konz.  $H_2SO_4$ , dann 25 cem Amylnitrit versetzt, nach 2 Stdn. Diazoniumsulfat abfiltriert, mit Eg. u. Ä. gewaschen, getrocknet u. mit 100 g Phenol ca. 2 Stdn. auf W.-Bad erhitzt, Phenol mit W.-Dampf entfernt, Rückstand mit Soda verrieben. Aus A., F. 94—95°. — 2-Oxy-2'-[ $\alpha$ -oxyisopropyl]-diphenyl (II),  $C_{15}H_{16}O_2$ . I in 4 Moll. gekühlter  $CH_3MgJ$ -Lsg. eingetragen, 2 Stdn. gekocht, mit Eis u.  $H_2SO_4$  zers. Aus Bzl. Nadeln, F. 147—150°, l. in NaOH, daraus durch  $CO_2$  oder  $NH_4Cl$  fällbar. — 2,2-Dimethyldibenzopyran (III),  $C_{16}H_{14}O$ . II in Xylol mit  $P_2O_5$  6 Stdn. gekocht, Lsg. abgegossen, mit NaOH u. W. gewaschen usw. Kp.<sub>27</sub> 186—187°, ziemlich bewegliches Öl. — 2-Oxy-5-methyldiphenyl-2'-carbonsäurelacton,  $C_{14}H_{10}O_2$ . Analog I mit p-Kresol bei etwas höherer Temp. Aus A. Nadeln, F. 134—135°. — 2-*p*-Kresoxybenzoesäure,  $C_{14}H_{12}O_3$ . Aus dem Sodauszug mit Säure. Aus Lg. Nadeln, F. 127,5—128,5°. — 2-Oxy-5-methyl-2'-[ $\alpha$ -oxyisopropyl]-diphenyl,  $C_{16}H_{18}O_2$ . Analog II; aus der äth. Schicht mit NaOH extrahiert, mit  $CO_2$  gefällt. Aus Lg. Prismen, F. 112°, aus Bzl. Nadeln mit Krystallbzl. Mit Acetylchlorid in Pyridin das 2-Acetylderiv.,  $C_{18}H_{20}O_3$ , aus Lg. Nadeln, F. 78—79°. Mit  $(CH_3)_2SO_4$  u. 2-n. NaOH der 2-Methyläther,  $C_{17}H_{20}O_2$ , aus A. Stäbchen u. Prismen, F. 122°. — 2,2,5'-Trimethyldibenzopyran,  $C_{16}H_{16}O$ . Analog III; auch durch 1½ std. Erhitzen des Phenols mit Acetanhydrid auf W.-Bad. Kp.<sub>30</sub> 201°, aus  $CH_3OH$  oder A. Platten, F. 58°. — 2-Oxy-3-methoxydiphenyl-2'-carbonsäurelacton,  $C_{14}H_{10}O_3$ . Mit Guajacol. Aus A., F. 167°. — 2-Oxy-3-methoxy-2'-[ $\alpha$ -oxyisopropyl]-diphenyl, aus Bzl.-Lg. Nadeln mit Lösungsm., F. 132—134°, nach Trocknen F. 118—125°. — 3'-Methoxy-2,2-dimethyldibenzopyran,  $C_{16}H_{16}O_2$ , wurde nicht rein u. kristallisiert erhalten. — 2-Oxy-5-methyldiphenyl (IV),  $C_{13}H_{12}O$ . 2,2,5'-Trimethyldibenzopyran mit Gemisch von 1 Teil Eg. u. 3 Teilen bei 0° gesätt. konz. HCl 8 Stdn. auf 200° erhitzt, mit W. verd., Öl in Aceton gel., in 2-n. NaOH gegossen, Filtrat mit Säure gefällt. Nach Vakuumdest. aus Lg. Stäbchen, F. 110—111°. Acetylderiv., aus verd. Eg., F. 63—65°. Benzoylderiv.,  $C_{20}H_{16}O_2$ , aus A. Prismen, F. 109—110°. Methyläther,  $C_{14}H_{14}O$ , aus A. Stäbchen, F. 90°. Durch längeres Erwärmen von IV mit  $HNO_3$  (D. 1,42) u. etwas Eg. wurde ein Prod. von F. 199—200° erhalten. — Phenol  $C_{18}H_{22}O_2$  (V). Acetylcannabinol mit obigem HCl-Eg.-Gemisch 20 Stdn. auf 180—220° erhitzt, verd., ausgeäthert, Ä.-Lsg. mit 2-n. NaOH erschöpft usw. Kp.<sub>27</sub> ca. 255°, sehr langsam kristallisierend, aus PAc., F. 61—62°. — 6-Nitro-*m*-toluylsäure,  $C_8H_7O_2N$ . V in Eg. unter Kühlung mit  $HNO_3$  (D. 1,5) versetzt, nach 3 Stdn. mit W. gefällt, Prod. in Eg. mit  $HNO_3$  (D. 1,42) 20 Stdn. erwärmt, verdampft, mit h. W. extrahiert. Aus Bzl., F. 210,5—211,5°. (J. chem. Soc. London 1933. 1400—05. Bangor, Univ. of North Wales.) LINDENBAUM.

Paul Baumgarten und Else Dammann, Oxydation von Pyridin zu einem 2-Pyridylpyridiniumsalz. Erwärmt man wss. Pyridinlsg. mit Kaliumpersulfat 1—2 Stdn., so erhält man als wesentliches Prod. ein Sulfat des bisher unbekanntem 2-Pyridylpyridiniums (I), das ins schwer lösliche Perchlorat übergeführt wurde. Dabei wird ein Pyridiniumion in 1- u. ein zweites Pyridinmolekül in 2-Stellung dehydriert, u. die beiden Reste dann zu I verknüpft. Die Rk. verläuft dagegen nicht über das Pyridin-N-Oxydsulfat, da solche Salze sich nicht mit Pyridin zu Pyridylpyridiniumsalzen umsetzen lassen. Beweisend für die Konst. I ist der Verlauf der Umsetzung mit starkem Alkali. Es entsteht zunächst eine intensiv gelbrote Farbe u. nach Ansäuern fällt mit salzsaurem Anilin das salzsaure Glutaconaldehyddianil in roten Kristallen. Dies spricht für Substitution am Stickstoff des Pyridiniumrestes (vgl. ZINCKE, Liebigs Ann. Chem. 330. 361; 333 [1904]. 296). Das zweite Spaltstück war das 2-Aminopyridin, identifiziert als Pikrat u. Chloroplatinat. Damit ist auch die Haftstelle am zweiten Pyridinrest sichergestellt. Das 2-Pyridylpyridinium tritt in seinen Salzen als einwertiges Ion gemäß I auf u. unterscheidet sich dadurch von den 4-Pyridylpyridiniumsalzen von KOENIGS u. GREINER (C. 1931. I. 3562), die sich sonst gegen Alkali ähnlich verhalten, aber pro Molekül 2 Moll. Säure binden. Vielleicht ist in I das Pyridylstickstoffatom ster. behindert. Ferner unterscheiden sich die 2-Pyridyl- von den 4-Pyridylsalzen durch ihre größere Beständigkeit, die vielleicht





auch durch die räumliche Stellung der N-Atome bedingt ist. Das 2-Pyridylpyridiniumperchlorat ist das Salz einer starken Säure mit einer starken Base, reagiert in Lsg. neutral u. wird durch kochendes  $\text{NH}_3$  kaum angegriffen; Anilin allein spaltet nicht auf zum Glutaconaldehyddianil. Gleich wie die Oxydation mit Persulfat scheint die elektrochem. in  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Lsg. beim Pyridin zu verlaufen, denn Aufspaltung des Rk.-Prod. mit Alkali u. Umsatz mit Anilin-HCl gab auch hier Glutaconaldehyddianilchlorhydrat.

Versuche. 15 ccm Pyridin, 50 ccm W. u. 10,8 g  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  werden auf dem W.-Bade unter Rückfluß erhitzt; nach  $1\frac{1}{2}$  Stde. ließ man die rot gewordene Lsg. abkühlen ( $0^\circ$ ). Das  $\text{K}_2\text{SO}_4$  wurde abfiltriert, die Lsg. ausgeäthert zur Entfernung unverbrauchten Pyridins u. mit  $\text{BaCl}_2$ -Lsg. die  $\text{H}_2\text{SO}_4$  h. ausgefällt. Dem eingeeengten Filtrat wurde nach  $\text{NaHCO}_3$ -Zusatz mit Ä. das vorher als Salz gebundene Pyridin entzogen, dann wurde salzsauer gemacht, h. mit Tierkohle behandelt, eingeeengt u. mit absol. A. anorgan. Salze ausgefällt. Das Filtrat wurde eingedampft u. dessen Rückstand mit A. extrahiert usw., bis die anorgan. Salze entfernt waren. Die eingedampfte alkoh. Lsg. gab mit wss.  $\text{HClO}_4$  das 2-Pyridylpyridiniumperchlorat,  $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{O}_4 \cdot \text{N}_2\text{Cl}$ , das aus W. mit Tierkohle umkrystallisiert wurde; 2,5 g =  $44\%$  der Theorie, bezogen auf das K-Persulfat, an Nadeln u. schuppigen Blättchen. F.  $214^\circ$ ; wl. in k. W., ll. in h., fast unl. in k. absol. A., zl. in gewöhnlichem A. —  $\text{NH}_3$ -W. spaltete auch über  $100^\circ$  nicht, Soda k. langsam, rascher beim Erhitzen, NaOH oder KOH schon k. augenblicklich unter Gelbrotfärbung u. Trübung. Ansäuern führt nicht wieder zum Ringschluß. Längeres Kochen der alkal. Lsg. führte zur Abscheidung dunkler Prodd. unter Farbvertiefung u. Bldg. eines Aldehydgemisches. — Umsatz des Perchlorats in A. mit Kaliumacetat in der Hitze, Abfiltrieren von  $\text{KClO}_4$ , HCl-Zugabe u. Eindampfen gab hygroskop. Nadeln des 2-Pyridylpyridiniumchlorids, ll. in W. u. A.; dessen wss. Lsg. wurde mit  $\text{H}_2\text{PtCl}_6$  gefällt: orange, rhomb. Blättchen des Chloroplatinats,  $(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2)_2\text{PtCl}_6$ , F.  $213-214^\circ$  (Zers.). — Aufspaltung des Perchlorats: man ließ es in 66 Teilen w. W. 5 Min. mit 6 Teilen KOH stehen, gab Anilin hinzu u. machte mit HCl stark sauer; es fielen  $76,7\%$  der berechneten Menge an Glutaconaldehyddianilchlorhydrat,  $\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{N}_2 \cdot \text{HCl} + 4 \text{H}_2\text{O}$ , F. aus HCl-haltigem A.  $176^\circ$ , aus Methylalkohol  $140^\circ$ . Das Filtrat wurde mit Ätznatron versetzt u. mit W.-Dampf dest., im Kondensat das Anilin angeäthert, salzsauer gemacht u. auf dem W.-Bad eingeeengt; der bleibende bräunliche Sirup erstarrte im Exsiccator zu Nadeln von 2-Aminopyridinchlorhydrat; das Pikrat bildete aus alkoh. Lsg. verfilzte Nadelchen, F.  $217-218^\circ$ , das Chloroplatinat, aus A.-W. mit Ä.-Zusatz gewonnen, bildete orange-farbene Nadeln, F. aus W.  $231^\circ$ . Die Misch.-F. mit den entsprechenden Salzen des 2-Aminopyridins (Ber. dtsh. chem. Ges. 27 [1894]. 1321) waren ebenso. — Elektrochem. Pyridinoxydation. Anode: Pt-Netzelektrode in einer Lsg. von Pyridin in verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Kathode: dicker Pt-Draht in ca.  $6\%$ ig.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; dazwischen eine Tonzelle. Es wurde ca. 2 Stdn. bei 4 V bei  $20^\circ$  elektrolysiert. Die Anodenflüssigkeit, zum Schluß rotbraun, wurde stark alkal. gemacht, Anilin hinzugegeben u. mit konz. HCl angesäuert: rote feine Nadeln von Glutaconaldehyddianilchlorhydrat, F. aus Methylalkohol  $140^\circ$ , aus HCl-haltigem A.  $176^\circ$ . (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1633—38. 1933. Berlin Univ.)

KRÖHNKE.

Gilbert T. Morgan und Francis Hereward Burstall, Dehydrierung von Pyridin durch wasserfreie Metallchloride. (Vgl. auch C. 1932. I. 2179.) Um die Ausbeuten an 2,2'-Dipyridyl (I) u. 2,2',2''-Tripyridyl (II) zu verbessern, wurde die Dehydrierung anstatt mit  $\text{FeCl}_3$  mit 5 anderen wasserfreien Metallchloriden, sowie mit Pyridinferrichlorid durchgeführt. Die Vers.-Anordnung, sowie Aufarbeitung war analog der l. c. beschriebenen. Dichlorotetrapyridinkobalt-(3)-chlorid (WERNER u. FEENSTRA, Ber. dtsh. chem. Ges. 39 [1906]. 1538), das mit 6  $\text{H}_2\text{O}$  krystallisiert, wurde durch Erhitzen auf  $110^\circ$  entwässert. Das wasserfreie Chlorid bildet ein helles, bläulichgrünes Pulver. Beim Erhitzen mit Pyridin auf  $350^\circ$  (36 Stdn.) entstehen Gase,  $\text{H}_2$ ,  $\text{N}_2$  u. gesätt. KW-stoffe; in der Fl. konnten 3-Methylpyridin (III), 4-Methylpyridin (V), 3-Äthylpyridin (VI), 2-Aminopyridin (VII); ferner I, alkylierte 2,2'-Dipyridyle, 3,4'-Dipyridyl (IV) u. wahrscheinlich 2,3'-Dipyridyl nachgewiesen werden. Der Rückstand enthielt 2,2',2''-Tripyridyl u. kohlige Prodd. — In Ggw. von Dichlorodipyridinkupfer-(2) (36 Stdn.,  $340^\circ$ ) entstehen dieselben Gase wie oben, ferner alkylierte Pyridine VII, I, IV u. alkylierte 2,2'-Dipyridyle.  $\text{WCl}_6$  liefert bei  $320^\circ$  (36 Stdn.) die Gase wie oben, neben wenig Olefinen, ferner alkylierte Pyridine, VII, I, alkylierte Dipyridyle, ölige Tripyridyle, sowie eine bas. Verb., F.  $120^\circ$ , in sehr geringer Menge. —  $\text{MoCl}_5$  u.  $\text{SnCl}_4$  gaben ähnliche



Resultate. — *Pyridinferrichlorid*,  $C_5H_5N$ ,  $HFeCl_4$ , durch Eindampfen äquimolekularer Mengen Pyridin u. wasserfreien  $FeCl_3$  mit einem großen Überschuß  $HCl$ , harte, gelbe, kristalline M., F. 125°; es ist stabil bis über 250° hinaus, ll. in W., A. oder wasserfreiem Pyridin, etwas weniger l. in Bzl., Chlf. oder Aceton. Mit Pyridin gibt es bei 340–350° (36 Stdn.)  $H_2$ ,  $N_2$  u. gesätt. KW-stoffe ( $C_nH_{2n+2}$ ;  $n = 1,7$ ), ferner alkylierte Pyridine, VII, I, IV, alkylierte Dipirydyle, II, 2,2',*x'*-*Tripyridyl*, sowie kohlige Verb. Die Co-Verb. liefert die größte Menge I, Pyridinferrichlorid am meisten Tripyridyle u. die Cu-Verb. die beste Ausbeute an VII. — Vom 2,2'-Dipyridyl wurden einige Koordinationsverb. zweiwertiger Metalle dargestellt. Es wurden 2 Pt-Salze der Formel  $[PtCl_2 py_2]$  erhalten, die entweder isomer sind oder aber es ist eine Verb. polymer zur anderen.  $\alpha$ -2,2'-*Dipyridylplatin-(2)-chlorid*,  $C_{10}H_8N_2Cl_2Pt$ , aus Kaliumtetrachloroplatat u. I in wss. Lsg. beim Erhitzen auf dem W.-Bad; orangegelbes, mikrokrystallines Pulver, wl. in W. oder organ. Lösungsm., l. in Pyridin.  $\beta$ -Verb.,  $C_{10}H_8N_2Cl_2Pt$ , aus Kaliumtetrachloroplatat u. einer salzsauren Lsg. von 2,2'-Dipyridyl in W.; dabei scheidet sich eine hellorange, kristalline Verb. ab, die durch Kochen mit W. unter Bldg. der  $\beta$ -Verb. zers. wird, die die Fl. als verfilzte M. hellgelber Nadeln durchsetzt. — 2,2'-*Dipyridylpalladium-(2)-chlorid*,  $C_{10}H_8N_2Cl_2Pd$ , aus  $PdCl_2$  u. I, hellgelbe, schlanke Nadeln aus wss. A. + wenig I. — *Tris-2,2'-dipyridylmangan-(2)-chlorid*,  $C_{30}H_{24}N_6Cl_2Mn$ , schmale, lemongelbe Prismen, ll. in W., aus dem das *Octahydrat* erhalten werden kann,  $C_{30}H_{40}O_8N_6Cl_2Mn$ , große, orange Prismen. An der Luft geht das Hydrat wieder in die wasserfreie Verb. über. — *Bromidheptahydrat*,  $C_{30}H_{38}O_7N_6Br_2Mn$ , flache, hellorange-gelbe Krystalle, verliert das Krystallwasser beim Aufbewahren. — *Jodidhexahydrat*,  $C_{30}H_{30}O_6N_6J_2Mn$ , flache, hellgelbe Krystalle, ist von den 3 Salzen das stabilste, verliert das Verb.-W. selbst im Vakuum über  $H_2SO_4$  nur sehr langsam. — *Tris-2,2'-dipyridylkupfer-(2)-chloridhexahydrat*,  $C_{30}H_{38}O_6N_6Cl_2Cu$ , rein blaue, tafelförmige Krystalle. (J. Indian chem. Soc. P. C. Ray Commemor. Vol. 1—16. 1933. Teddington, Middlesex, England, Chemical Research Laboratory.) CORTE.

**T. S. Perrin und J. R. Bailey**, *Die Stickstoffverbindungen in Petroleumdestillaten*. IV. *Gehäufte Extraktion von Kerobasen*. Isolierung von 2,4,8-*Trimethylchinolin* aus den *Kerobasen*. (III. vgl. C. 1931. I. 2757.) Die *Kerobasen* (Kerosinbasen) sind ein sehr komplexes Gemisch von arom. u. nichtaromat. Typen im ungefähren Verhältnis 15 : 85%. Die direkte Isolierung reiner Prodd. aus Dest.-Fraktionen durch fraktionierte Kristallisation gelingt nur ausnahmsweise. Vff. haben nun beobachtet, daß in dem Verteilungsverhältnis von Salzen der beiden Typen zwischen W. u. gewissen mit W. nicht mischbaren Lösungsm. ein weiter Unterschied besteht, u. darauf ein Trennungsverf. von allgemeiner Anwendbarkeit gegründet. Z. B. sind die Hydrochloride der nichtaromat. Basen in Chlf. ll., die der arom. Basen (inkl. Pyridin- u. Chinolinhomologe) viel schwerer l. Ferner sind die nichtaromat. Hydrochloride ll. in W., wogegen die Hydrochloride einiger methylierter Chinoline aus W. gut kristallisieren. Folgendes Verf. hat sich bewährt: Die Basen werden in überschüssiger  $HCl$  1 : 1 gel. u. die Lsg. mit dem gleichen Vol. Chlf. (für techn. Ausmaße auch mit dem billigeren Äthylenchlorid) extrahiert; darauf wird die wss. Schicht mehrmals mit Chlf., die Chlf.-Schicht mehrmals mit W. extrahiert. Da sich die beiden Basentypen in der Refraktion erheblich unterscheiden, bietet die Best. der Indices eine geeignete Kontrolle bei jedem Stadium des Prozesses. Vff. bezeichnen das Verf. als „*gehäufte Extraktion*“. — In den früheren Mitt. ist über die Isolierung von 2,3,8-*Trimethylchinolin* u. einer Naphthenbase  $C_{16}H_{25}N$  berichtet worden. Durch Anwendung des neuen Verf. auf dieselbe Fraktion (275°-Zone) konnten Vff. eine 3. Base, 2,4,8-*Trimethylchinolin*, isolieren. Ferner hat sich das Verf. zur Trennung von 2,3- u. 2,4-*Dimethylchinolin* aus der 265°-Zone als brauchbar erwiesen, u. es ist dem  $SO_2$ -Verf. (nachst. Ref.) überlegen. — Zur schließlichen Trennung der arom. von wenig nichtaromat. Basen werden die Basen oder Hydrochloride in Aceton in die Sulfate übergeführt. Die arom. Sulfate fallen kristallin aus; die anderen bleiben gel. Ferner können die Pikrate,  $HgCl_2$ - u.  $ZnCl_2$ -Doppelsalze dargestellt werden; jedoch fallen die nichtaromat. Salze fast immer schmierig aus. Für die Darst. der Pikrate aus den Hydrochloriden werden die Lsgg. zweckmäßig mit Na-Acetat gepuffert. — Das Verf. hat die Ggw. von arom. u. nichtaromat. Basen in allen Fraktionen von Kerobasen offenbart. Die gewöhnlichen Kohlenteerbasen (Chinolin, Isochinolin, Chinaldin) wurden nicht gefunden.

**Versuche**. Die „*gehäufte Extraktion*“ einer Kerobasenfraktion von Kp. 273° u.  $n_D^{27} = 1,5221$  wird durch ein Schema veranschaulicht. — 2,4,8-*Trimethylchinolin*,  $C_{12}H_{13}N$ . Trennung vom 2,3,8-Isomeren durch die leichte Löslichkeit des Hydrochlorids



in W. u. des Sulfats in Aceton, Reinigung über das Pikrat, Kp.<sub>746</sub> (korr.) 280°,  $n_D^{20} = 1,5855$ . *Pikrat*, aus A. Platten, F. 193°. Vgl. YAMAGUCHI (C. 1927. I. 1837). — *Phthalon*, C<sub>20</sub>H<sub>15</sub>O<sub>2</sub>N. Mit 1 Mol. Phthalsäureanhydrid 3 Stdn. auf 200° erhitzt, in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gel., auf Eis gegossen. Aus A. mkr. gelbe Nadeln, F. 282°. — 600 ccm Basenrückstände der Fraktion 263—267°, aus welcher 2,3- u. 2,4-Dimethylchinolin mittels des SO<sub>2</sub>-Verf. isoliert worden waren (nachst. Ref.), lieferten, der „gehäuften Extraktion“ unterworfen, noch 5 g 2,3-Isomeres u. wenig einer neuen Base C<sub>12</sub>H<sub>13</sub>N. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4136—40. 1933.)

LINDENBAUM.

**Burnard S. Biggs** und **James R. Bailey**, *Die Stickstoffverbindungen in Petroleumdestillaten*. V. *Verwendung von Schwefeldioxyd zur Trennung von Petroleumbasen*. (IV. vgl. vorst. Ref.) SO<sub>2</sub> bildet mit aromat. u. nichtaromat. Basen Additionsprodd., von denen einige noch bei 100° beständig sind, andere schon bei Raumtemp. schnell dissoziieren. Die Unterschiede in der Beständigkeit u. Löslichkeit dieser Additionsprodd. können für die teilweise Trennung der Kerobasen ausgenutzt werden. Das Verf. ist jedoch unbefriedigend, denn mit den aromat. fallen auch einige nichtaromat. Basen aus, wodurch die weitere Trennung mittels der Pikrate erschwert wird.

**Versuche**. Basenfraktion Kp. 263—267° im gleichen Vol. absol. Ä. gel., bei Raumtemp. mit SO<sub>2</sub> gesätt., überschüssiges SO<sub>2</sub> u. Teil des Ä. bis zur Abscheidung eines schweren, viscosen Öls verdampft, mit Ä. bis zum früheren Vol. aufgefüllt, obere Schicht abgegossen, untere mit Ä. gewaschen, in wenig A. gel., mit alkoh. Pikrinsäure ausgefällt, Nd. mit A. gewaschen. — *2,4-Dimethylchinolin*, C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N. Pikratgemisch mit zur Lsg. des ll. Teils genügender Menge h. Eg. behandelt. Aus dem Filtrat orangene Nadeln des *Pikrats*, C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O<sub>7</sub>N<sub>4</sub>, aus A. (bei ca. 40° filtriert), F. 194°. Base, Kp.<sub>756</sub> 274°. *Chloroplatinat*, (C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>. — *2,3-Dimethylchinolin*, C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N. Die in Eg. wl. Pikrate lieferten aus Eg. das *Pikrat*, C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O<sub>7</sub>N<sub>4</sub>, mkr. Prismen, F. 231°. Base, Kp.<sub>750</sub> 273°, krystallin, F. 67°. *Saures Sulfat*, C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. — Die vereinigten Filtrate lieferten nach Einengen ein 3. *Pikrat*, Nadelbüschel, F. 174°. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4141—42. 1933.)

LINDENBAUM.

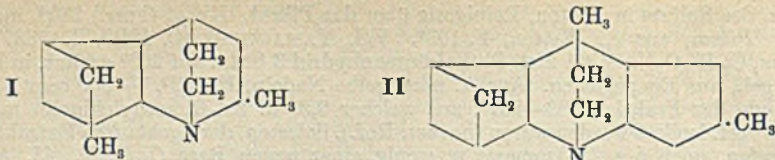
**G. R. Lake** und **J. R. Bailey**, *Die Stickstoffverbindungen in Petroleumdestillaten*. VI. *Vorkommen von 2,8-Dimethylchinolin im rohen Kerosindestillat von kalifornischem Petroleum*. (V. vgl. vorst. Ref.) Genanntes Chinolinderiv. haben Vff. durch Anwendung der „gehäuften Extraktion“ (vorvorst. Ref.) auf die 253—256°-Fraktionen aufgefunden. Es wurde aus einer Fraktion von  $n = 1,5823$  (4,6% des Ausgangsmaterials) als Hydrochlorid isoliert, sodann über das saure Sulfat, Pikrat u. ZnCl<sub>2</sub>-Salz gereinigt. Letzteres lieferte durch trockene Dest. reines *2,8-Dimethylchinolin*, C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N, Kp.<sub>754</sub> 252,4°, F. 24°,  $n_D^{25} = 1,5997$ . *Saures Sulfat*, C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, aus absol. Ä. Nadelbüschel, F. 187°. *Perchlorat*, C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N, HClO<sub>4</sub>, aus W. Stäbchen, aus A. Nadelbüschel, F. 189°, explosiv. *Chloromercurat*, C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N, HCl, HgCl<sub>2</sub>, aus Eg. oder HCl haarförmige Nadeln, F. 211°. Mit 1 Mol. Phthalsäureanhydrid bei 200° (2 Stdn.) das *Phthalon*, C<sub>16</sub>H<sub>13</sub>O<sub>2</sub>N, aus Chlf., Eg. oder Nitrobenzol Stäbchen, F. 283°. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4143—45. 1933.)

LINDENBAUM.

**B. F. Armendt** und **J. R. Bailey**, *Die Stickstoffverbindungen in Petroleumdestillaten*. VII. *Neue Reaktionen der Naphthenbase C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>N*. Eine neue Naphthenbase C<sub>13</sub>H<sub>21</sub>N. (VI. vgl. vorst. Ref.) Vff. haben von 215—216° sd. Fraktionen untersucht, welche aus 3 Fässern Kerobasen in einer Menge von nur 708 ccm erhalten wurden. Aus diesem Material wurden sodann 20 g einer Base C<sub>13</sub>H<sub>21</sub>N isoliert. Vff. haben sich darauf beschränkt, das allgemeine Verh. dieser Base mit dem der Base C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>N (III. Mitt., C. 1931. I. 2757) zu vergleichen. Beide konnten weder hydriert noch dehydriert werden u. erwiesen sich als resistent gegen alkal. KMnO<sub>4</sub>. Während C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>N leicht ein Jodmethylat bildet, konnte ein solches von C<sub>13</sub>H<sub>21</sub>N nicht erhalten werden. Verss., C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>N mittels der HOFMANNNSchen Rk. abzubauen, waren erfolglos. Vff. erteilen C<sub>13</sub>H<sub>21</sub>N die vorläufige Konst.-Formel I u. C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>N die gegen früher geänderte Formel II. Die Werte  $n_D^{20} = 1,4850$  für I u.  $n_D^{20} = 1,5129$  für II differieren annähernd um denselben Betrag wie die Werte  $n_D^{20} = 1,5068$  für Pyridin u.  $n_D^{20} = 1,5410$  für 5,6-Dihydropyridin (vgl. THOMPSON, C. 1931. II. 2741). — Unerwarteterweise kondensiert sich C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>N, gleich einem 2-methylierten Chinolin, mit Phthalsäureanhydrid zu einem Phthalon. C<sub>13</sub>H<sub>21</sub>N zeigte diese Rk. nicht. Die Phthalonbildg. ist somit kein untrüglicher Beweis für Chinolinbasen.

**Versuche**. Base C<sub>13</sub>H<sub>21</sub>N. Isolierung vgl. Original. Farbloses, schwach bas., aber nicht unangenehm riechendes Öl, Kp.<sub>750</sub> 225,6°, F. 24,5°, D.<sub>20</sub> 0,8700,  $n_D^{25} = 1,4833$ ,  $n_D^{30} = 1,4811$ , unl. in W., mischbar mit organ. Lösungsm. Reagiert nicht





mit Br u. kann mit Zn-Staub unverändert dest. werden. Wird durch  $\text{KMnO}_4$  in schwefelsaurer Lsg. leicht oxydiert. *Pikrat*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{O}_7\text{N}_4$ , aus Bzl. gelbe Nadeln, F. 158,7°. *Chloromercurat*,  $\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{N}$ , HCl,  $\text{HgCl}_2$ , aus A. Prismen, F. 131,6°. *Chloroplatinat*,  $(\text{C}_{13}\text{H}_{22}\text{N})_2\text{PtCl}_6$ , aus verd. A. orangene Platten, F. 205° (Zers.). *Saures Sulfat*,  $\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{N}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , aus Aceton Würfel, F. 155°. — *Base*  $\text{C}_{16}\text{H}_{25}\text{N}$  wurde jetzt aus der 275°-Zone der Kerobasen durch „gehäufte Extraktion“ isoliert (vgl. IV. Mitt.). — *Phthalon*,  $\text{C}_2\text{H}_{27}\text{O}_2\text{N}$ . Darst. wie üblich (IV. Mitt.). Aus A. tief gelbe Platten, F. 208°, unter 45 mm bei 220° sublimierbar. Gibt in A. mit  $\text{C}_2\text{H}_5\text{ONa}$  tief orangenes, kristallines Na-Salz, durch W. hydrolysiert. Saure oder alkal. Hydrolyse, Oxydation u. Sulfonierung gaben keine Resultate. Das Phthalon kann nicht als spritlöslicher Farbstoff dienen. — *Hydrochlorid des Dibenzylidenderiv.*,  $\text{C}_{30}\text{H}_{34}\text{NCl}$ . Base mit Benzaldehyd u. etwas  $\text{ZnCl}_2$  im Rohr 18 Stdn. auf 190—210° erhitzt, in Ä. gel., mit verd. HCl geschüttelt. Aus A.-Chlf. Prismen, F. 241—242°. — *Dibenzylidenderiv.*,  $\text{C}_{30}\text{H}_{33}\text{N}$ . Aus vorigem mit  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Aus A. Krystalle, F. 120—121°, sehr resistent gegen alkal.  $\text{KMnO}_4$ . Absorbiert in Chlf. 2 Br<sub>2</sub>. *Pikrat*,  $\text{C}_{38}\text{H}_{36}\text{O}_7\text{N}_4$ , aus A.-Chlf. mkr. Prismen, F. 249—250° (Zers.). (J. Amer. chem. Soc. 55. 4145—49. 1933. Austin [Texas], Univ.) LB.

**Wilfried H. Cliffe**, *Die Konstitution der angeblichen aliphatischen Ketoanile*. Das „Acetonanil“ von KNOEVENAGEL u. JAEGER (Ber. dtsh. chem. Ges. 54 [1921]. 1723) ist nach REDDELIEN u. THURM (C. 1932. II. 3095) als 2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydrochinolin (I) zu formulieren (vgl. auch MURRAY, SHORT u. STANSFIELD, C. 1933. II. 1356). Vf. kam zu derselben Folgerung. Die sog. Ketoanile geben leicht N-Nitrosoverbb., Acetylderiv. u. Phenylharstoffe u. reagieren mit R·MgX-Verbb. Dies ist aber nicht beweiskräftig, da Acetanhydrid u. R·MgX-Verbb. enolisierend wirken können. Zur genauen Konst.-Ermittlung sind nur Rkk. geeignet, die ein etwa vorhandenes bewegliches System nicht stören können, z. B. mit p-Toluoldiazoniumchlorid u. mit Br. I u. Methylanilin reagieren mit  $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_2\text{Cl}$  glatt unter Bldg. von Diazoaminoverbb.; Benzalanilin reagiert nicht. Benzalanilin entfärbt in Methanollsg. 3 Moll. Br, I u. „Aceton-m-tolil“ entfärben unter Annahme der KNOEVENAGELSchen Formel 4 Moll.; nimmt man die Formel von REDDELIEN an, so würden 5 Moll. entfärbt unter Bldg. von Dibromtri- bzw. -tetramethyldihydrochinolindibromid. Mit der KNOEVENAGELSchen Formulierung läßt sich auch die Zus. von „Aceton-m-chloranil“ u. „Aceton-p-chloranil“ nicht vereinbaren; der Cl-Geh. dieser Verbb. entspricht dem der betreffenden Chlortrimethyldihydrochinoline. Auch das Verh. bei der Red. mit Na u. Butylalkohol entspricht der neuen Konst. — Bei der Darst. von „Methyläthylketonanil“ nach KNOEVENAGEL entsteht nebenher 2-Methyl-4-äthylchinolin; ersetzt man das von KNOEVENAGEL angewandte J durch Sulfanilsäure, so tritt das Chinolin nicht auf; die Ausbeute an „Anil“ geht zurück; bei Abwesenheit eines Katalysators erfolgt keine Rk. Die „Acetonanile“ geben bei Einw. von Kondensationsmitteln oder beim Erhitzen unter Druck  $\text{CH}_4$  ab u. liefern Chinoline (KNOEVENAGEL, Ber. dtsh. chem. Ges. 56 [1923]. 2414); bei den Methyläthylketonverbb. erfolgt diese Umwandlung schon unter Bedingungen, bei denen die Acetonderiv. beständig sind.

**Versuche.** 2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydrochinolin,  $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}$  (I) („Acetonanil“), aus Aceton u. 1 Mol. Anilin in Ggw. von 1% J u. 10% Lg. Ist triboluminescent. Kp.<sub>762</sub> 260°. 1-Acetyl-2,2,4-trimethyl-1,2-dihydrochinolin,  $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{ON}$ , aus I u. sd. Acetanhydrid. Tafeln aus PAc., F. 54°, Kp.<sub>23</sub> 174—175°. 1-Phenylcarbaminyl-2,2,4-trimethyl-1,2-dihydrochinolin,  $\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{ON}_2$ , mit Phenylisocyanat in sd. Ä. Nadeln aus Lg., F. 124°. 1-Nitroso-2,2,4-trimethyl-1,2-dihydrochinolin, orangefarbenes Öl. — 3,4,6,8-Tetrabrom-2,2,4-trimethyl-1,2,3,4-tetrahydrochinolin,  $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{NBr}_4$ , aus I u. überschüssigem Br in Methanol. Nadeln aus Lg., F. 160°. Daneben geringe Mengen einer Br-haltigen Verb., gelbliche Tafeln aus A., F. 181—182°. — 1,2,2,4-Tetramethyl-1,2-dihydrochinolin (II) (Isopropenylmethylaminil von KNOEVENAGEL, Ber. dtsh. chem. Ges. 56 [1923]. 2416),  $\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{N}$ , gelbliches Öl, Kp.<sub>14</sub> 144°, *Pikrat*, F. 147°, quaternäres Jodid, F. 158° aus A. — 2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydrochinolin-7-sulfonsäure, aus I u. 20% ig. rauchender  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bei gewöhnlicher Temp. Prismen aus W., Zers. oberhalb 360°. Gibt bei Einw. von Br das

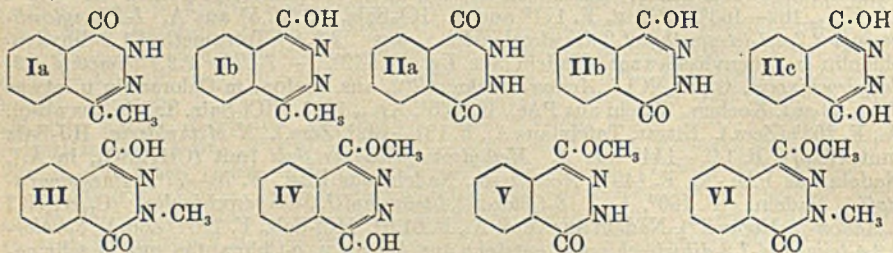


SO<sub>2</sub>H nicht ab. *1,2,2,4-Tetramethyl-1,2-dihydrochinolin-7-sulfonsäure*, analog aus II, Prismen aus W., Zers. 323°. — *6,6'-Bis-[2,2,4-trimethyl-1,2-dihydrochinolino]-methan*, aus I u. Formaldehyd in verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei Ggw. von etwas Sulfanilsäure. Krystalle aus verd. A., schm. unbestimmt. Gibt mit PbO<sub>2</sub> u. Eg. ein grünlichblaues Hydrol. *6,6'-Bis-[1,2,2,4-tetramethyl-1,2-dihydrochinolino]-methan*, analog aus II. *6,6'-Bis-[2,2,4-trimethyl-1,2-dihydrochinolino]-phenylmethan*, aus I mit Benzaldehyd u. ZnCl<sub>2</sub> bei 100°. F. 158° aus A. Gibt mit PbO<sub>2</sub> einen Farbstoff, der tannierte Baumwolle tief grün färbt. Ähnliche Prodd. wurden aus I u. o-Methoxybenzaldehyd u. aus II u. C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>-CHO erhalten; das Prod. aus I u. p-Dimethylaminobenzaldehyd gibt einen violetten Farbstoff. — *2,2,4,7-Tetramethyl-1,2-dihydrochinolin*, C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>N („Aceton-m-tolil“), aus Aceton u. m-Toluidin. Niedrigschm. Krystalle. HCl-Salz, F. 224°. Nitrat, F. 149—151°. Gibt mit HCl nahe dem Kp. *2,4,7-Trimethylchinolin*. *Acetyl-2,2,4,7-tetramethyl-1,2-dihydrochinolin*, Prismen aus PAe. oder verd. A., F. 85°. *Benzoylverb.*, gelbliche Krystalle aus PAe. oder verd. A., F. 108,5°. *1,2,2,4,7-Pentamethyl-1,2-dihydrochinolin*, durch Umsetzung von 2,2,4,7-Tetramethyl-1,2-dihydrochinolin mit Dimethylsulfat u. etwas A., Zers. des Rk.-Prod. mit 15%/ig. NaOH u. Dest. unter vermindertem Druck. Gelbliches Öl, Kp.<sub>18</sub> 162—163°. *Pikrat*, F. 171° aus A. HJ-Salz, F. 242,5° aus A. *1-Phenylcarbaminyll-2,2,4,7-tetramethyl-1,2-dihydrochinolin*, aus 2,2,4,7-Tetramethyl-1,2-dihydrochinolin u. Phenylisocyanat, Nadeln aus Lg., F. 149°. — *7-Chlor-2,2,4-trimethyl-1,2-dihydrochinolin*, C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>NCl („Aceton-m-chloranil“), aus Aceton, m-Chloranilin u. etwas J bei 30-std. Kochen. Tafeln aus PAe., F. 38,5°, Kp.<sub>18</sub> 172°. HCl-Salz, Tafeln aus absol. A., F. 202° (Zers.). Nitrat, Tafeln aus A., F. 131—132° (Zers.). *N-Methylderiv.* HJ-Salz (mit CH<sub>3</sub>J), F. 142—144° aus A. *Methylschwefelsaures Salz* [mit (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, in Ä.], Nadeln aus PAe.-A., F. 140°. *Acetylverb.*, Nadeln aus PAe., F. 76—77°. *Phenylharnstoff*, Nadeln, F. 160°. — *6-Chlor-2,2,4-trimethyl-1,2-dihydrochinolin*, C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>NCl („Aceton-p-chloranil“), Nadeln aus verd. A., F. 61,5°. HCl-Salz, F. 196° (Zers.). *8-Chlor-2,2,4-trimethyl-1,2-dihydrochinolin* entsteht aus Aceton u. o-Chloranilin nur in sehr geringer Menge. — *2-Methyl-2,4-diäthyl-1,2-dihydrochinolin*, C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N („Methyläthylketonanil“), aus Methyläthylketon u. Anilin. Enthält stets ca. 10% *2-Methyl-4-äthylchinolin*, das sich als *Pikrat* (F. 191° aus A.) oder *Tartrat* (F. 149° aus A.) abscheiden läßt; vollständige Abtrennung erfolgt durch Acetylierung oder Nitrosierung, doch läßt sich das Dihydrochinolin aus den Deriv. nicht unzers. abscheiden. *Acetylverb.*, gelbliches zähes Öl, erstarrt nach 8 Monaten noch nicht. Kp.<sub>12,5</sub> 173—179°. *Nitrosamin*, rotes Öl, nicht reduzierbar. — *2,6-Dimethyl-2,4-diäthyl-1,2-dihydrochinolin*, C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>N („Methyläthylketon-p-tolil“), aus Methyläthylketon, p-Toluidin u. etwas J. Kp.<sub>18</sub> 164—166°. Enthält etwas *2,6-Dimethyl-4-äthylchinolin* (*Tartrat*, Nadeln aus A., F. 173°; *Pikrat*, F. 185° aus A.). Analog *2,8-Dimethyl-2,4-diäthyl-1,2-dihydrochinolin* (aus CH<sub>3</sub>-CO-C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> u. o-Toluidin) u. *2,6,8-Trimethyl-2,4-diäthyl-1,2-dihydrochinolin* (aus CH<sub>3</sub>-CO-C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> u. m-Xylidin). (J. chem. Soc. London 1933. 1327—31. Manchester, Univ.) OSTERTAG.

**F. M. Rowe** und **A. T. Peters**, *Tautomerie in der Phthalazinreihe*. Die N- und O-Derivate von *1-Methylphthalazon-(4)* und *Phthalazdion-(1,4)*. Im Zusammenhang mit früheren Arbeiten über Phthalazine (C. 1933. II. 3279) untersuchen Vff. das Verh. der Grundsubstanzen I (desmotrope Formen Ia u. Ib) u. II (IIa, IIb u. IIc) bei der Methylierung u. Acetylierung. Die bisherigen Angaben über diese Rkk. sind unvollständig u. teilweise widersprechend. I ist l. in h. W. mit neutraler Rk., ll. in Säuren u. in Alkalien, bildet aber keine isolierbaren Salze. Es bildet ein N-Methylderiv. (GABRIEL u. ESCHENBACH, Ber. dtsh. chem. Ges. 30 [1897]. 3031) u. ein O-Methylderiv., das Vff. analog dem von GABRIEL u. NEUMANN (Ber. dtsh. chem. Ges. 26 [1893]. 705) beschriebenen O-Äthylderiv. darstellten u. ferner durch Einw. von Dimethylsulfat auf I in Nitrobenzol erhielten. Mit Acetanhydrid allein oder in Ggw. von Eg. oder K-Acetat liefert I nur ein Monoacetylderiv. Nach diesen Rkk. ist anzunehmen, daß I in alkal. Lsgg. als Ia, in neutralen u. sauren Lsgg. als Ib vorliegt. — II zeigt nach HELLER (C. 1926. I. 1580) nur wenig Tautomerie; RADULESCU u. GEORGESCU (C. 1925. II. 2159) bevorzugen Formel IIa u. fassen die Methylierungsprodd. als O-Monomethyl- u. O,O-Dimethylderiv., das Acetat der Monomethylverb. als O-Methyläther-O-acetat auf. Vff. stellten demgegenüber fest, daß das Monomethylderiv. nicht demethyliert werden kann u. auch bei der Kondensation von Phthalsäureanhydrid mit Methylhydrazin entsteht; es ist demnach 1-Oxy-3-methylphthalazon-(4) u. gibt mit Acetanhydrid die entsprechende 1-Acetoxyverb. Das Dimethylderiv. ist 1-Methoxy-3-methylphthalazon-(4) u. wird durch HBr in das N-Monomethylderiv. übergeführt. Der wirkliche O-Monomethyläther (4-Oxy-1-methoxyphthalazin) ist von HELLER u. analog von Vff. dar-



gestellt worden; 1-Chlor-4-oxyphtthalazin setzt sich nicht mit  $\text{NaOCH}_3$  um. Der O-Methyläther ist leicht demethylierbar u. gibt ein leicht verseifbares Acetylderiv. Die Konst. der Metallsalze von II läßt sich nicht feststellen; es liegen analoge Verhältnisse wie bei den Metalcyaniden vor. Das Ag-Salz gibt mit  $\text{CH}_3\text{J}$  den O-Methyläther, gleichgültig, ob man es über das  $\text{NH}_4$ -Salz oder über das Na-Salz darstellt, während das Na-Salz das N-Methylderiv. gibt. 4-Oxy-1-methoxyphthalazin gibt ein Na-Salz, das mit  $\text{CH}_3\text{J}$  1-Methoxy-3-methylphthalazon liefert. HELLER erhielt aus dem K-Salz von II u.  $\text{CH}_3\cdot\text{COCl}$  in Bzl. ein O-Monoacetylderiv.; Vff. erhielten dieses aus dem Ag-Salz u.  $\text{CH}_3\cdot\text{COCl}$  in Bzl. u. durch Einw. von Acetanhydrid u. Eg. Ein von RADULESCU u. GEORGESCU mit Acetanhydrid u. Na-Acetat dargestelltes stabiles Diacetylderiv. konnten Vff. nicht wieder erhalten; Diacetylierung lieferte unter allen Bedingungen nur 1,4-Diacetoxyphtthalazin, das bei der Hydrolyse erst eine, dann beide Acetylgruppen abspaltet. II existiert also in saurer u. neutraler Lsg. als IIc, in alkal. Lsg. als IIb; die Formel IIa („Phthalylhydrazid“) kommt nicht in Frage. Das N-Methylderiv. ist III, das O-Methylderiv. ist in saurer u. neutraler Lsg. IV, in alkal. V; das Dimethylderiv. ist VI.

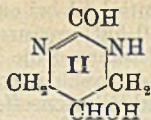
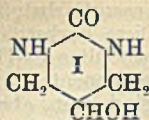


Versuche. 1,3-Dimethylphthalazon-(4), aus Ib u.  $\text{CH}_3\text{J}$  oder  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$  in sd. methylalkoh.  $\text{NaOH}$ . Rhomboeder aus Methanol, F. 112°. Wird durch  $\text{HBr}$  u. Eg. oder HJ nicht demethyliert. — 1-Methoxy-4-methylphthalazin,  $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{ON}_2$ , aus 1-Chlor-4-methylphthalazin u.  $\text{NaOCH}_3$  in Methanol oder aus Ib u.  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$  in Nitrobenzol bei 130° oder in Methanol bei 150°. Prismat. Nadeln aus PAe., F. 53—54°. Pikrat  $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2 + \text{C}_6\text{H}_3\text{O}_2\text{N}_3$ , gelbe Nadeln, F. 198°. — 1-Acetoxy-4-methylphthalazin,  $\text{C}_{11}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{N}_2$ , aus Ib beim Erhitzen mit Acetanhydrid allein oder in Ggw. von Eg. oder K-Acetat. Fast farblose Nadeln aus Bzl., F. 130—132°. — 1,4-Dioxyphthalazin (IIc) (MHAILESCU u. FLORESCU, C. 1924. II. 1590), Nadeln aus Eg., F. 333—337° je nach Geschwindigkeit des Erhitzens. Na-Salz, Nadeln. — 1-Oxy-3-methylphthalazon-(4),  $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2$  (III; von RADULESCU u. GEORGESCU als 1-Oxy-4-methoxyphthalazin formuliert), aus IIc mit  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$  u. wss.-methylalkoh.  $\text{KOH}$ , aus dem Na-Salz von IIc u.  $\text{CH}_3\text{J}$  in Methanol bei 125° oder aus Methylhydrazin (Sulfat in Na-Acetatlg.) u. Phthalsäureanhydrid in Eg. Schwach rötliche Nadeln aus Methanol, F. 238°. L. in h. konz.  $\text{HCl}$ , wird durch konz.  $\text{HBr}$  oder HJ nicht demethyliert. Gibt mit Acetanhydrid 1-Acetoxy-3-methylphthalazon-(4) (1-Acetoxy-4-methoxyphthalazin von RADULESCU u. GEORGESCU),  $\text{C}_{11}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{N}_2$ , Prismen aus A., F. 142°. Dieses geht beim Kochen mit verd. Säuren oder Alkalien oder wss. A. wieder in III über. — 1-Methoxy-3-methylphthalazon-(4),  $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_2\text{N}_2$  (VI; 1,4-Dimethoxyphthalazin von RADULESCU u. GEORGESCU), aus IIc u.  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$  in 20%ig.  $\text{KOH}$ . Prismen, F. 93° (RADULESCU u. GEORGESCU geben 77° an), gibt mit  $\text{HBr}$  (D. 1,7) bei 100° III. — 4-Oxy-1-methoxyphthalazin,  $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2$  (IV bzw. V), aus dem Ag-Salz von IIc u.  $\text{CH}_3\text{J}$  in sd. Methanol. Nadeln, F. 188°. Na-Salz, Blättchen, wird durch h. W. zers. Gibt mit  $\text{HBr}$  (D. 1,7) oder HJ (D. 1,7) bei 100° IIc, mit  $\text{CH}_3\text{J}$  u. methylalkoh.  $\text{KOH}$  oder bei der Einw. von  $\text{CH}_3\text{J}$  auf das Na-Salz in Methanol VI. — 1-Methoxy-4-acetoxyphtthalazin,  $\text{C}_{11}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{N}_2$ , aus dem vorigen u. Acetanhydrid. Nadeln aus Bzl., F. 137°; liefert mit sd. wss. A. das vorige zurück. — 4-Oxy-1-acetoxyphtthalazin,  $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}_3\text{N}_2$ , aus IIc durch Kochen mit Acetanhydrid u. Eg. oder durch Einw. von  $\text{CH}_3\cdot\text{COCl}$  auf das Ag-Salz in Bzl. Prismen aus Bzl., F. 173°. 1,4-Diacetoxyphtthalazin,  $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_4\text{N}_2$  [von RADULESCU u. GEORGESCU als 1-Acetoxy-3-acetylphthalazon-(4) aufgefaßt], aus dem vorigen durch weitere Acetylierung oder aus IIc u. überschüssigem Acetanhydrid. Nadeln aus Bzl., F. 134°. Gibt mit sd. wss. A. zunächst die Monoacetylverb.; bei längerem Kochen mit wss. A. gehen beide Verb. in IIc über. (J. chem. Soc. London 1933. 1331 bis 1335. Leeds, Univ.)

OSTERTAG.



J. S. Turski und P. Kaźmierczak, *Über das 2,5-Dioxy-3,4,5,6-tetrahydropyrimidin*. 2,5-Dioxy-3,4,5,6-tetrahydropyrimidin, für welches Formel I oder II in Betracht kommt, wird durch Kondensation von Dichlorhydrin (Kp. 184°) mit Harnstoff in Pyridin bei 135° u. Reinigung des Rohprod. mit ZnCl<sub>2</sub> dargestellt. Das ölige Prod. wird in A. k. gelöst u. mit Ä. ausgeschieden. (Roczniki Chem. 13. 375—78. 1933. Warschau, Polytechnikum.)



HELLRIGEL.

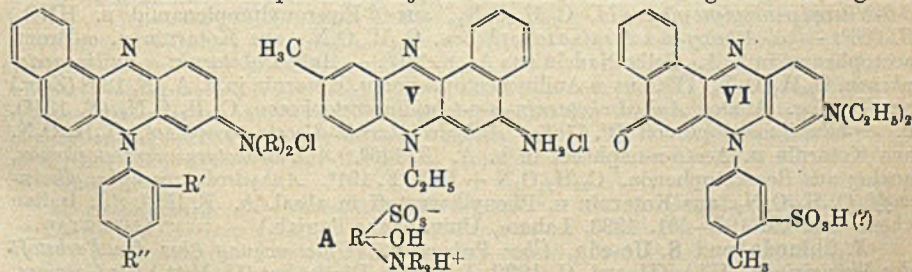
Robert D. Stiehler und W. Mansfield Clark, *Untersuchungen über Oxydation-Reduktion*. XIX. Aposafraanine. (XVIII. vgl. C. 1933. I. 2948.) Die Gleichgewichtspotentiale von Oxydations-Red.-Systemen, die *Neutralblau* (I), 3 weitere *Rosinduline* (II, III, IV), *Indulinscharlach* (V) oder *sulfuriertes Rosindun* (VI) als oxydierende Komponente enthalten, wurden bestimmt. Unters. von VI zeigte, daß die Annahme von COHEN u. PREISLER (Publ. Health. Suppl. 92 [1931]), daß ein Konz.-Effekt auf einer reversiblen Aggregation beruht, richtig ist. In Übereinstimmung mit dem Schema von CLARK u. COHEN (Publ. Health. 38 [1923]. 666) ergibt sich bzgl. des Elektrodenpotentials  $E_h$  (bezogen auf den H-Standard) für die Systeme I—V die Gleichung:

$$E_h = E_0 - \frac{RT}{2F} \ln \frac{[SR]}{[SO]} + \frac{RT}{2F} \ln [K_{r1}' K_{r2}' + K_{r1}'(H^+) + (H^+)^2] \quad (1)$$

(bzgl. der Bezeichnungen vgl. XVIII. Mitt.;  $K_{r1}'$  u.  $K_{r2}'$  = scheinbare Dissoziationskonstanten der reduzierenden Komponente). Die oxydierenden Komponenten der Systeme I—V besitzen die hochpolare Gruppe =NR<sub>2</sub><sup>+</sup> über den ganzen untersuchten p<sub>H</sub>-Bereich hin, weshalb ihre Dissoziationskonstanten vernachlässigt werden können. Gleichung (1) gilt, wenn keine Assoziation stattfindet. Für VI gilt die Gleichung:

$$E_h = E_0 - \frac{RT}{2F} \ln \frac{[SR]}{[SO]} \frac{K' + \sqrt{K'^2 + 8K'[SO]}}{2K'} + \frac{RT}{2F} \ln [K_{r1}' K_{r2}' (H^+) + K_{r1}' (H^+)^2 + (H^+)^3];$$

( $K_{r1}'$  u.  $K_{r2}'$  sind die scheinbaren Dissoziationskonstanten der phenolierten u. sulfurierten Ammoniumgruppe der reduzierenden Komponente A;  $K'$  ist die scheinbare Dissoziationskonstante für ein Gleichgewicht zwischen mono- u. bimolekularer Form).  $K'$  ist ca.  $5 \times 10^{-5}$  für den Farbstoff in Phosphatpuffer u.  $1 \times 10^{-5}$  für Boratpuffer. Dieser spezif. Salzeffekt ist auch in den extrapolierten  $E_0$ -Werten zu erkennen, 0,243 für Phosphat-, 0,251 für Boratpuffer. Weitere Wahrscheinlichkeit für eine reversible Assoziation von VI in wss. Lsg. u. wss. Pufferlsgg. liefert die qualitative Analyse der Veränderung der spektrophotometr. Absorptionskurven, die der Verdünnung folgen, ferner die Analyse quantitativer Unters. über die Verteilung des Farbstoffs zwischen W. u. Amylalkohol. Die  $K'$ -Werte aus den Verteilungsunters. errechnet, stimmen mit denen aus potentiometr. Messungen im wesentlichen überein. Für die reversible Assoziation von VI kommen folgende Stufen in Frage:  $2O_x \rightleftharpoons O_{x2}$ ;  $O_x + O_{x2} \rightleftharpoons O_{x3}$  usw. — Für die Normalpotentiale  $E_0$  der anderen Farbstoffe ergeben sich folgende



- I: R = CH<sub>3</sub>; R' = H; R'' = H.  
 II: R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>; R' = H; R'' = H.  
 III: R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>; R' = H; R'' = CH<sub>3</sub>.  
 IV: R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>; R' = CH<sub>3</sub>; R'' = H.

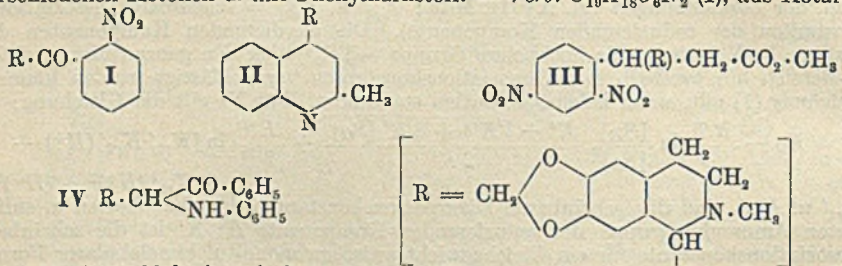
Werte: I = 0,170, II = 0,199, III = 0,195, IV = 0,202, in saurer Lsg.  $\Delta E_h / \Delta p_H = -0,0601$ . Schätzung der Dissoziationskonstante von I (als Säure behandelt) gibt  $1 \times 10^{-5}$ ; für V ergibt sich  $E_0 = 0,047$ . — Aus den Messungen geht hervor, daß sich



die Systeme V u. VI, als Oxydations-Red. Indicatoren mit charakterist. Potentialen (in der Nähe der H-Elektrode [1 at H<sub>2</sub>], deren Potential VI bei einer Gesamtfarbstoffkonz. von  $3 \times 10^{-3}$  Mol., 90%ig. Red. u. bei p<sub>H</sub> = 7,0 hat) ergänzen. Diese Farbstoffe können für gewisse biochem. Unterss. nützlich sein, während die Isorosinduline I—IV in dieser Hinsicht weniger Interesse haben, da die reduzierten Komponenten in Puffern von p<sub>H</sub> > 4,5—5,0 prakt. unl. sind. Die Substitutionseffekte sind klein, aber abschätzbar. Eine Analyse derartiger Effekte würde die Kenntnis der Dissoziationskonstanten erfordern. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4097—4109. 1933. Baltimore, Maryland, The Johns Hopkins Univ.)

CORTE.

**Gurcharan Singh Ahluwalia, Kanshi Nath Kaul und Manendra Nath Rây,** *Versuche zur Darstellung von Malariaabkämpfungsmitteln. IV. Derivate des Kotarnins.* (III. vgl. C. 1933. I. 62.) Von dem Gedanken ausgehend, daß ein an Kotarnin angegliederter Chinolinring die Wrkg. gegen Malaria erhöhen würde, reduzierten Vff. das aus Kotarnin u. o-Nitrobenzaldehyd erhaltene I u. setzten das entstandene Amin mit Aceton zu II um. Vers., das aus 2,4-Dinitrohydrozimtsäureester u. Kotarnin erhaltene III zu einem Kotarninaminocarbostyryl zu reduzieren, ließen sich nicht befriedigend durchführen. Mit Rücksicht auf die Wrkg. des Harmins gegen Malaria wurde ferner versucht, ein Anhydrokotarninoidol darzustellen. Es gelang zwar, ω-Anilinoacetophenon mit Kotarnin zu IV zu kondensieren, der nachfolgende Ringschluß war indessen undurchführbar. — Vff. beschreiben ferner Kondensationsprodd. von Kotarnin mit verschiedenen Ketonen u. mit Phenylharnstoff. — Verb. C<sub>19</sub>H<sub>18</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub> (I), aus Kotarnin

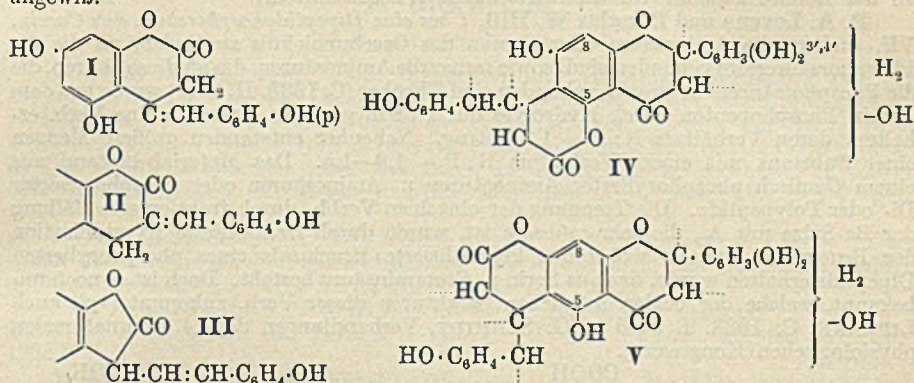


u. o-Nitrobenzaldehyd (vgl. ROBINSON u. ROBINSON, J. chem. Soc. London 105 [1914]. 1458). Krystalle aus Bzl. + A., F. 154°. Gibt mit SnCl<sub>2</sub> u. HCl (D. 1,16) Verb. C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Krystalle aus Bzl., F. 121°. Daraus mit Aceton u. alkoh. NaOH Verb. C<sub>22</sub>H<sub>22</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, Krystalle aus A., F. 133°. — Verb. C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>O<sub>8</sub>N<sub>2</sub>, analog I aus Kotarnin u. 3,4-Dimethoxy-6-nitrobenzaldehyd. Krystalle aus Bzl. u. A., F. 165° (Zers.). Läßt sich nicht befriedigend zum Amin reduzieren. — 2,4-Dinitrohydrozimtsäuremethylester, C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>, aus dem Säurechlorid. Krystalle aus Methanol, F. 40°. Gibt mit Kotarnin Verb. C<sub>22</sub>H<sub>23</sub>O<sub>9</sub>N<sub>3</sub> (III), Krystalle aus Methanol, F. 112—113°. — 6-Nitro-3,4-methylenedioxyhydrozimtsäure, C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>O<sub>6</sub>N, aus 3,4-Methylenedioxyhydrozimtsäure u. HNO<sub>3</sub> (D. 1,4) in Eg. Krystalle aus Methanol, F. 152°. Methylester, C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>O<sub>6</sub>N, F. 72°. β-6-Nitropiperonylpropionamid, C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>O<sub>5</sub>N<sub>2</sub>, aus β-Piperonylpropionamid u. HNO<sub>3</sub>. F. 186°. — ω-Alhoxy-ω-kotarninoacetophenon, C<sub>34</sub>H<sub>38</sub>O<sub>8</sub>N<sub>2</sub>, aus Kotarnin u. ω-Bromacetophenon in h. A. Gelbe Nadeln aus A., F. 120°. — Anhydrokotarnin-ω-anilinoacetophenon, C<sub>26</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub> (IV), aus ω-Anilinoacetophenon u. Kotarnin in h. A. F. 130° (Zers.) aus Bzl.-Lg. Analog Anhydrokotarnin-ω-p-toluidinoacetophenon, C<sub>27</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub> (F. 134°), u. -m-toluidinoacetophenon (F. 116°). Anhydrokotarnin-β-aceto-α-naphthol, C<sub>24</sub>H<sub>23</sub>O<sub>5</sub>N, aus Kotarnin u. Aceto-α-naphthol in h. A. F. 146°. Anhydrokotarninresacetophenon, analog aus Resacetophenon. C<sub>26</sub>H<sub>21</sub>O<sub>5</sub>N + HCl, F. 191°. Anhydrokotarninphenylharnstoff, C<sub>19</sub>H<sub>21</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>, aus Kotarnin u. Phenylharnstoff in absol. A. F. 155°. (J. Indian chem. Soc. 10. 197—201. 1933. Lahore, Univ. of the Panjab.) OSTERTAG.

**J. Shinoda und S. Ue-eda,** *Über Fukugetin.* (Untersuchung über den Farbstoff der Fukugetinrinde. III.) (II. vgl. C. 1933. I. 1452.) Die früher (II. Mitt.) für Garcinol, ein Alkalisaltprod. des Fukugetins, angenommenen Bruttoformeln sind unrichtig. Aus den Analysen verschiedener Derivv. wurde jetzt die Bruttoformel C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub> mit 3 phenol. OH, einer Doppelbindung u. einem Lactonring abgeleitet. Durch Kalischmelze wurden Phloroglucin u. eine Säure (Blättchen, F. 182°) erhalten, u. die Oxydation des Trimethyläthers (F. 167°; II. Mitt.) mit KMnO<sub>4</sub> in Aceton ergab Anissäure. Danach kommen für Garcinol die Konst.-Formeln I, II u. III in Betracht. — Da Fukugetin mit Mg u. HCl rote Färbung gibt, u. da bei seiner Alkalisplaltung außer Garcinol



auch 3,4-Dioxyacetophenon entsteht, darf man wohl annehmen, daß der Phloroglucinkern mit dem 3,4-Dioxyacetophenon einen Flavanonkern bildet. Nimmt man ferner an, daß derselbe Phloroglucinkern ein Bestandteil des Garcinolmol. ist, so käme für Fukugetin — unter Benützung der Garcinolformel I — die Strukturformel IV in Betracht. Die früheren Analysen sind mit der Bruttoformel  $C_{25}H_{18}O_9$  gut vereinbar. Die leicht ausführbare völlige Methylierung des Fukugetins spricht dafür, daß das 5-ständige OH an der Lactonbildg. beteiligt ist. Da Fukugetin u. *Fukugenetin* (II. Mitt.) isomer sind, muß Stellung 8 frei sein, weil sonst die Umlactonisierung zu V nicht möglich wäre. Die Stellung einer Doppelbindung u. eines leicht abspaltbaren OH ist noch ungewiß.



Versuche. *Triacetylgarcinol*,  $C_{22}H_{18}O_8$ . Wie üblich. Aus Eg. gelbe Nadeln oder Blättchen, F. 202°. — *Tribenzoylgarcinol*,  $C_{37}H_{24}O_8$ . In Pyridin. F. 244°. — *Garcinoltriäthyläther*,  $C_{22}H_{24}O_5$ . Mit  $C_2H_5Br$  u.  $K_2CO_3$  in Aceton. Gelbe Nadeln, F. 168,5°. — *Dihydrogarcinol*,  $C_{16}H_{14}O_5$ . Durch Hydrierung in A. mit Pd. Gelbliche Krystalle, F. 242—243°. — *Trimethyläther*,  $C_{19}H_{20}O_5$ . Durch gleiche Hydrierung des Garcinoltrimethyläthers. Prismen, F. 95°. — *Na-Salz*  $C_{19}H_{18}O_6Na_2$ . Durch Erwärmen des Garcinoltrimethyläthers mit 50%ig. alkoh. NaOH (Spaltung des Lactonrings). Farblose, hygroskop. Prismen. — *Ester*  $C_{18}H_{18}O_6(CH_3)_2$ . Durch Erwärmen des vorigen mit  $CH_3J$ . Prismen, F. 146°. Durch Verseifen die Säure  $C_{20}H_{22}O_6$ , F. 189—190°. — *Ester*  $C_{19}H_{20}O_6(CH_3)_2$ . Durch Hydrierung des vorigen oder durch Lactonspaltung des Dihydrogarcinoltrimethyläthers u. folgende Methylierung. Rhomb. Krystalle, F. 117°. Daraus die Säure  $C_{20}H_{22}O_6$ , F. 193—194°. — *Garcinin* (Monoacetylfukugetin; II. Mitt.) wird durch 10%ig. KOH im H-Strom zu Fukugetin verseift. Beide Verbb. liefern dasselbe Acetylderiv. (J. pharmac. Soc. Japan 53. 167—70. 1933. Tokushima, Techn. Hochsch. [Orig.: japan.; Ausz.: dtsh.])

LINDENBAUM.

W. Halden, *Zur Systematik der Lipide*. Nach Betrachtung der auf dem Gebiet der Lipoiddefinition herrschenden Unklarheiten schlägt Vf. folgende Definition vor: „Lipide sind biogenet. zueinander in naher Beziehung stehende, nicht flüchtige Substanzen des tier. oder pflanzlichen Organismus, die entweder ausgesprochenen Fettwachscharakter zeigen oder wegen ihrer Löslichkeit in Fetten, Wachsen sowie in Fettlösungsmm. fast immer in Mischung vorkommen bzw. isoliert werden.“ Den Lipoiden übergeordnet sind die Lipide, worunter man 1. Fette u. Wachse, 2. Lipoiden im engeren Sinne gemäß obiger Definition versteht. (Fettechem. Umschau 40. 189—94. Okt. 1933.)

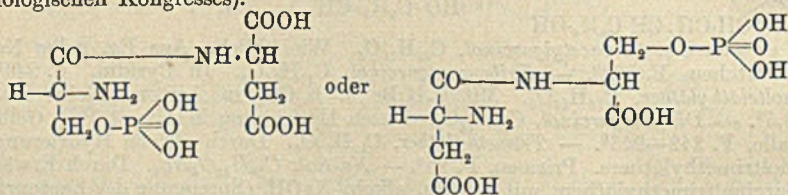
HLOCH.

M. A. Lissitzin, *Die Eiweißsalze mit organischen Basen*. Angabe von Methoden zur Darst. von Caseinaten der organ. Basen Piperidin, Pyridin, Nicotin, Coniin, Methylamin, Äthylendiamin, Arginin, Glucosamin, Brucin, Cocain, Veratrin, Strychnin, Chinin, Cinchonin, Morphin u. der Protamine Actipenserin u. Percin. Die Rk. verlief in allen Fällen stöchiomet. Das dabei gefundene Äquivalentgewicht des Caseins entspricht im Durchschnitt dem durch Alkalititrierung gefundenen 1227. Die ersten 12 der angeführten Basen bilden Caseinate, die verschieden leicht wasserl. sind (kolloidale aber durchsichtige Lsg.), die übrigen gaben Caseinate, die nur in milchartigem Solzustand erhalten werden können. Morphincaseinat löst sich weder in W. noch in A., wohl aber in wss. A. (60—70%ig). Alle diese Verbb. sind nicht sehr widerstandsfähig gegen Einw. von Säure oder Alkali. Auch organ. Basen verdrängen die schwächeren



Basen aus ihren Caseinaten. Die wasserl. Caseinate sind in Lsg. stark dissoziiert, weshalb die Basen wie z. B. Brucin aus der Caseinatlg. durch ein Gemisch von Chlf. u.  $\text{CH}_3\text{OH}$  wiedergewonnen werden können. Wärmekoagulation der wss. Caseinatlgg. wurde nicht beobachtet. Nach Zufügen von Ca-Salz koagulieren jedoch alle diese Lsgg. beim Erwärmen; die Temp., bei der Koagulation beginnt, ist um so niedriger, je mehr Ca-Salz zugesetzt wird. Die Caseinate der organ. Basen sind durch  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  aussalzbar; der Nd. ist nach Entfernen des  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -Überschusses wieder in W. l. — Wie Casein (HAMMARSTEN) verhalten sich auch caseinähnliche *Protacide* oder *Protosäuren* aus Globulinen. (Biochem. Z. 266. 25—28. 24/10. 1933. Moskau, Lab. f. Eiweißforsch. an der Lenin-Akademie für landwirtschaftl. Wissenschaften.) KOBEL.

P. A. Levene und Douglas W. Hill, *Über eine Dipeptidphosphorsäure aus Casein*. Vff. suchen die Aminosäure oder Säuren des Caseinmoleküls zu finden, an die die Phosphorsäurereste gebunden sind, sowie ferner die Aminosäuren, die an diese Säuren, die die Phosphorsäurereste tragen, gebunden sind. Früher (C. 1933. II. 1873) wurde aus dem Casein Phosphopepton durch Hydrolyse mit HCl in geringer Ausbeute eine Verb. erhalten, deren Verhältnis N:P = 1,2 betrug. Nebenher entstanden größere Mengen einer Substanz mit einem Verhältnis N:P = 1,3—1,5. Das Material bestand aus einem Gemisch phosphorylierter Aminosäuren u. Aminosäuren oder phosphorylierter Di- oder Polypeptide. Die Trennung der einzelnen Verb. durch fraktionierte Fällung der Ba-Salze mit A., die sehr mühsam ist, wurde durch fraktionierte Krystallisation der Brucinsalze ersetzt, wobei das krystallisierte Brucin als phosphorilyerten Dipeptids erhalten wurde, das aus Serin u. Glutaminsäure besteht. Doch ist es noch unbekannt, welche der beiden möglichen Strukturen dieser Verb. zukommt (vgl. auch LIPMANN, C. 1933. I. 3580 u. G. SCHMIDT, Verhandlungen des 14. internationalen physiologischen Kongresses).



Versuche. Das Na-Salz des Phosphopeptons wurde durch Digestion von Casein mit Trypsin gewonnen, das Verhältnis N:P betrug zwischen 3,83 u. 4,30. Die Hydrolysegeschwindigkeit des Phosphopeptons durch 2 n-HCl bei 100° wurde durch Best. des Aminostickstoffes u. des anorgan. P verfolgt. Es war nach dieser Methode nicht möglich, weiter als 80% Aminostickstoff zu hydrolysieren. Um zu kleineren Bruchstücken zu gelangen, wurde Phosphopepton mit 2 n-HCl 10 Stdn. im Dampfbad behandelt u. die entstandenen Säuren als Ba-Salze mit A. ausgefällt. Diese Ba-Salze ließen sich durch HCl nicht weiter hydrolysieren. Doch konnte aus den Ba-Salzen über die Brucinsalze ein *Phosphodipeptid als Brucinsalz* erhalten werden,  $\text{C}_{31}\text{H}_{39}\text{O}_{13}\text{N}_4\text{P}$ , Nadeln aus wss. Aceton, F. 171—172°, die Analysendaten stimmen auf das *Brucinsalz des Glutamylserinphosphats*. *Tribariumglutamylserinphosphat*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_{16}\text{N}_4\text{P}_2\text{Ba}_3$ . Hydrolyse des Brucinsalzes lieferte *Glutaminsäure* u. *Serin* ( $\beta$ -*Naphthalinsulfosäureverb.*,  $\text{C}_{13}\text{H}_{13}\text{O}_5\text{NS}$ , aus W., F. 209°.) (J. biol. Chemistry 101. 711—18. 1933. New York, The ROCKEFELLER Institute for Medical Research.) CORTE.

P. A. Levene und Karl Heymann, *Über Cerebronsäure*. VIII. (VII. vgl. C. 1930. I. 395.) *Phrenosin* wurde in großen Krystallen gezüchtet, verseift u. die daraus gewonnene *Cerebronsäure* mit  $\text{KMnO}_4$  oxydiert. Auch in diesem Falle wurde keine einheitliche Fettsäure als Oxydationsprod. erhalten. Offenbar ist also auch das krystallisierte Phrenosin noch kein chem. Individuum. (J. biol. Chemistry 102. 1—6. 1933. New York, Rockefeller Inst. for Med. Research.) OHLE.

W. R. Atkin, *Das Molekulargewicht der Gelatine*. Da nach Privatmitteilung von DAKIN u. nach Unters. von VAN SLYKE u. HILLER (C. 1922. I. 412) in der Gelatine eine bisher unbekannt gebliebene Aminosäure zugegen ist, war das von JORDAN LLOYD aus dem Histidinwert berechnete Mol.-Gew. der Gelatine (ca. 10000) korrekturbedürftig. Einerseits wird durch die neue Aminosäure der Wert für den Histidin- u. Lysin-N herabgesetzt, andererseits sind nach Vf. bisher nicht 91,3%, sondern höchstens 80% aller Aminosäuren der Gelatine bestimmt worden. Unter diesen Voraussetzungen beträgt der Histidingeh. der Gelatine nur 0,8% u. das Mol.-Gew. 34500, ein Wert,



der mit SVEDBERGS Ergebnissen an anderen Proteinen im Einklang steht. Hierbei ist von der Annahme ausgegangen, daß 2 Histidinreste im Gelatinemolekül vorhanden sind. Man gelangt dann weiter zu einer Gesamtzahl von ca. 360 Aminosäuren, deren Verteilung auf die einzelnen Vertreter der Klasse angegeben wird. Der unbekannte Rest des Moleküls, dem die Bruttoformel  $C_{4,55}H_{10,7}NO_{2,5}$  zukommt, besteht aus insgesamt 58 Aminosäuren u. ist ziemlich reich an  $O_2$ , so daß wahrscheinlich einige von ihnen mehr als eine COOH-Gruppe enthalten. (J. int. Soc. Leather Trades Chemists 17. 575—82. Okt. 1933. Leeds, Univ., Leath. Ind. Dep.) SELIGSBERGER.

## E. Biochemie.

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

**J. Percy Baumberger, J. J. Jürgensen und Kathleen Bardwell**, *Das gekoppelte Redoxpotential des Lactat-Enzym-Pyruvatsystems*. Unter einem gekoppelten Redoxpotential verstehen Vff. dasjenige Potential, bei welchem ein irreversibles System u. ein reversibles System in Ggw. eines geeigneten Katalysators miteinander in Gleichgewicht kommen. Die Messungen im hiesigen System wurden in einem dem LEHMANNschen (C. 1930. I. 3195) ähnlichen App. ausgeführt. Als Indi-

cator diente Indigodisulfonat. Das System  $\text{Lactat} \xrightleftharpoons{\text{Enzym}} \text{Pyruvat} + 2\text{H}^+ + 2e$  ist (wenn das Enzym Milchsäuredehydrogenase ist) reversibel u. das gekoppelte Redoxpotential zwischen  $p_H = 5,2$  u.  $7,2$  bei  $32^\circ$  ist:

$$E_0' = 0,316 + (RT)/F \ln [\text{H}^+] + (RT)/2 F \ln (\text{Pyruvat})/(\text{Lactat}).$$

Die freie Energie der Rk. beträgt  $-14,572$ . (J. gen. Physiol. 16. 961—76. Juli 1933.)

NORD.

**N. Ariyama und Y. Kobayashi**, *Glyoxalase und ihr Co-Enzym*. I. Vorläufige Mitt. Die Hypothese von GIRSAVICIUS (C. 1932. II. 74), daß die Zerstörung von Methylglyoxal durch Leberextrakt zum größten Teil das Ergebnis einer Rk. des Methylglyoxals mit den in dem Enzympräparat vorhandenen Proteinen u. Aminosäuren sei, erweist sich aus folgenden Gründen als irrig. Der Geh. an Proteinen u. Aminosäuren ist viel zu gering, um nennenswerte Mengen Methylglyoxal zu verbrauchen. Die Rk. wurde auch an der Bldg. von Milchsäure verfolgt. Dialysierte Glyoxalase war ohne Wrkg., wurde aber durch Ggw. von Co-Enzym zur quantitativen Umsetzung von Methylglyoxal in Milchsäure befähigt. In der Leber von verschiedenen Tieren erfolgt die Verminderung des Geh. an Glyoxalase mit verschiedener Geschwindigkeit. Diese Verminderung beruht in erster Linie auf Verlust von Co-Enzym u. nicht auf Zerstörung des Enzyms. — Beim Stehenlassen der Enzymlgg. erfolgt gleichzeitig Zerstörung von Enzym u. Co-Enzym. — Vf. kritisiert ausführlich die Befunde von BARRENSCHEEN (C. 1933. I. 963) über die Glyoxalase des Blutes. Unter geeigneten Bedingungen ist die Glyoxalase des Blutes zur quantitativen Umwandlung von Methylglyoxal in Milchsäure befähigt. (J. Biochemistry 16. 317—37. Niigata, Medic. School.) HESSE.

**V. K. Narayana Menon und D. Narayana Rao**, *Eine neue und billige Quelle für Urease*. Aus Dolichos biflorus u. aus Cajanus indicus wurde Urease erhalten. Die erstgenannte Pflanze stellt ein billigeres u. ergiebigeres Ausgangsmaterial dar als Sojabohne. (Indian J. med. Res. 19. 1077—83. 1932. Vizagapatam, Medic. Coll.) HESSE.

**Harry Bakwin und Oscar Bodansky**, *Faktoren, welche die Messung der Phosphataseaktivität von Gewebeerextrakten beeinflussen*. Wird als Maß für die Wirksamkeit der Phosphatase der reziproke Wert derjenigen Zeit verwendet, die nötig ist, um eine bestimmte Menge Phosphat aus Glycerophosphat freizumachen, so ist bei Knochenextrakten die Reaktionsgeschwindigkeit der Enzymkonz. direkt proportional; in Darm- u. Nierenextrakten sowohl von Ratten wie von Vieh ist die Reaktionsgeschwindigkeit bei höheren Enzymkonz. geringer, als der direkten Proportionalität entspricht, während sie in Viehknochenextrakten größer ist. — Der geringere Wert bei Darmextrakten ist auf Ggw. von Prodd. einer proteolyt. Autolyse zurückzuführen. — In den Viehknochenextrakten ist der geringere Wert auf Abwesenheit von Mg, sowie einen oder mehrere Beschleuniger zurückzuführen. — Die Wrkg. der Konz. an Mg auf die relative Aktivität verschiedener Extrakte, auf die Aktivität des gleichen Extraktes bei verschiedenen Enzymkonz. u. auf die Proportionalität zwischen Reaktionsgeschwindigkeit u. Enzymkonz. wird in Kurventafeln angegeben. (J. biol. Chemistry 101. 641—56. Aug. 1933. New York, New York Univ.) HESSE.



**Wahei Hori**, *Phosphomonoesterase der tierischen Organe und besonders des Blutes.* (Vgl. MUNEMURA, C. 1933. II. 3298.) Die Erythrocyten des Kaninchens enthalten Phosphomonoesterase der „ersten“ u. „zweiten Gruppe“ (optimal wirksam bei  $p_H = 3,1$  bzw.  $5,6$ ); das Serum u. die Leukocyten enthalten dagegen Phosphomonoesterase der dritten Gruppe (optimal wirksam bei  $p_H = 9-10$ ). (J. Biochemistry 16. 433—45. Chiba, Mediz. Akad.) HESSE.

**Hitoshi Takahashi**, *Über Pyrophosphatase und Pyrophosphataseaktivator.* (Vgl. vorst. Ref.) Pyrophosphatase, die bei alkal. Rk. nur Pyrophosphat angreift u. gegenüber Phenylphosphat unwirksam ist, wurde aus dialysiertem Autolysat von Kaninchennieren erhalten, indem bei schwach saurer Rk. die Pyrophosphatase mit Kaolin adsorbiert u. dann mit sek. Phosphat eluiert wurde. — Phosphomonoesterase, die bei alkal. Rk. nur Phenylphosphat spaltet, wird aus dem dialysierten Autolysat von Kaninchennieren durch Behandlung mit rotem Eisenhydroxyd bei alkal. Rk. u. Dialyse der Adsorptionsrestlösung erhalten. — Der Aktivator, welcher bei saurer Rk. die Pyrophosphatase so aktiviert, daß die Hydrolyse der Diphenylpyrophosphorsäure in 2 Moll. Phenylphosphorsäure möglich ist, wirkt auch bei alkal. Rk. — Nierenphosphatase spaltet Diphenylpyrophosphat optimal bei  $p_H = 4$  u.  $8,7$ , Kleinenphosphatase bei  $p_H = 5$ . (J. Biochemistry 16. 447—61. Chiba, Mediz. Akad.) HESSE.

**Ernst Auhagen und Stefan Grzycki**, *Der Einfluß von Fluorid auf die Phosphatase-wirkung.* Nierenphosphatase wird durch Natriumfluorid nicht gehemmt, während die Phosphatase der Hefe gegen dieses Gift sehr empfindlich ist. Takaphosphatase wird bei  $p_H = 9$  nicht gehemmt, während NaF bei  $p_H = 5$  eine gewisse Wrkg. ausübt. (In stark saurem Gebiet fand INOUE (C. 1929. II. 2054) starke Hemmung.) (Biochem. Z. 265. 217—22. 23/9. 1933. Berlin-Dahlem, Kaiser-Wilhelm-Inst. f. Biochem.) HESSE.

**Gitaro Kuwabara**, *Einfluß des Calcium auf die Knorpelphosphatase.* Die Phosphatase des Kallusgewebes wird durch Ggw. von Ca-Salz verstärkt; Mg-Salz ist unwirksam. Auf Nierenphosphatase ist Ca-Salz ohne Wrkg. (J. Biochemistry 16. 403—06. Fukuoka, Kyushu-Univ.) HESSE.

**W. Hertz**, *Fermentuntersuchungen bei Glykogenspeicherkrankheit.* Es wird über die vom Vf. u. anderen Autoren gewonnenen Ergebnisse über den Fermentgeh. der Körperfl. u. der Organe bei Glykogenspeicherkrankheit berichtet. Ein Diastase-mangel war dabei nicht aufzufinden. Das Leberglykogen ist in keiner schwer angreifbaren Form vorhanden. Die Glykolyse im Blut ist n. (Klin. Wschr. 12. 1725—27. 4/11. 1933. Halle a. S., Univ.-Kinderklin.) WADEHN.

**Lay Martin**, *Magensaft. I. Studien über die Proteine des menschlichen Magensaftes.* Aus filtriertem klarem menschlichem Magensaft fällt bei  $p_H = 6,8-7$  eine kleine Menge eines zuckerhaltigen Proteins aus. — Durch halbe Sättigung des Magensaftes mit  $MgSO_4$  oder  $(NH_4)_2SO_4$ , sowie durch Zugabe von 2% Essigsäure u. 33,3% Aceton wird ein Protein in krystall. Form erhalten. Dieses Protein, welches *Gastroglobulin* genannt wird, wird durch Hitze koaguliert u. ist nicht dialysierbar. Außerdem ist im Magensaft noch ein weiteres eiweißähnliches Material enthalten, das nicht durch Sättigung mit  $MgSO_4$  oder  $(NH_4)_2SO_4$  ausgefällt wird. Es wird nicht durch Hitze koaguliert, ist l. in Aceton u. ist dialysierbar. Es kann durch Wolframsäure bei  $p_H = 3,5$  ausgefällt werden. Es enthält die gesamte Menge des im Magensaft (abgesehen vom Schleim) enthaltenen Zuckers. (Die Osazone dieser Zucker wurden hergestellt.) Die Krystalle des Gastroglobulins sind denen des von NORTHROP erhaltenen Pepsins sehr ähnlich. Durch Abänderung der Fällungsmethode werden Krystalle erhalten, die denen der Urease von SUMNER ähnlich sind. (J. biol. Chemistry 102. 113—30. Sept. 1933. Baltimore, Johns Hopkins Univ.) HESSE.

**Lay Martin**, *Magensaft. II. Studien über ein harnstoffspaltendes Enzym und Pepsin in bezug auf die Proteine.* (I. vgl. vorst. Ref.) Das im Magensaft vorhandene Pepsin u. die sehr schwach wirkende Urease stehen in sehr naher quantitativer Beziehung zum Gastroglobulin. Während das kryst. Pepsin von NORTHROP isoelekt. Punkt bei  $p_H = 2,75$  hat, hat das Gastroglobulin seinen isoelekt. Punkt bei  $p_H = 3,5$ . (J. biol. Chemistry 102. 131—36. Sept. 1933. Baltimore, Johns Hopkins Univ.) HESSE.

**Henry Tauber und Israel S. Kleiner**, *Die milchkoagulierenden Enzyme der Magenschleimhaut und ihre Zymogene.* Vff. wenden sich gegen die Auffassung von WALDSCHMIDT-LEITZ (Enzyme action and Properties, J. WILEY u. Sons 1929, S. 129), der die Ausscheidung von *Pepsin* u. *Chymosin* in Form von Zymogenen bezweifelt. Im Anschluß an eine frühere Mitteilung (C. 1932. II. 1637) über das Zymogen des Chymosins wird jetzt nachgewiesen, daß auch das Pepsin als Zymogen in der Mucosa



des erwachsenen Kalbes vorhanden ist. *Propepsin* u. *Prochymosin* sind deutlich voneinander verschieden; Prochymosin ist in der Mucosa des erwachsenen Tieres nicht vorhanden. Propepsin vermag im Gegensatz zu Prochymosin Milch nicht zu koagulieren; es ist zwischen  $p_H = 2,8$  u.  $7,5$  gegen Eiweiß u. Milch völlig unwirksam u. wird erst bei  $p_H = 1,0$  aktiviert. Prochymosin ist dagegen bei  $p_H = 2,8$  vollkommen wirksam. A. zerstört das Propepsin, nicht aber das Pepsin. Das in der Mucosa vorkommende inakt. Propepsin kann in inakt. trockener Form erhalten werden u. mit Salzsäure aktiviert werden; das akt. Pepsin vermag, entgegen älteren Angaben, auch Milch zu koagulieren. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 220. 205—08. 19/9. 1933. New York, Homeopath. Medic. Coll. u. Flower Hosp.) HESSE.

A. Blanchetière, *Über ein bei Einwirkung von Pepsin auf Glycin entstehendes Produkt*. Nach früheren Befunden (C. 1931. II. 3217) entstehen bei der Eiweißhydrolyse durch Pepsin erhebliche Mengen von Diacipiperazinen. Außerdem wurde beobachtet, daß Einw. von Pepsin auf Monoaminosäuren zu Anhydrierung (unter Verschwinden von  $NH_4$ -Gruppen) führt. Es wird aus den Rückständen dieser Unterr. jetzt ein Prod. isoliert, das wahrscheinlich ein Kondensationsprod. des Glycins darstellt u. möglicherweise ein Diacipiperazin in Enolform ist. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 196. 1926—27. 19/6. 1933.) HESSE.

Arnold E. Osterberg, Frances R. Vanzant und Walter C. Alvarez, *Untersuchungen über Magenpepsin. I. Bestimmungsmethoden*. Die von GILMAN u. COWGILL (C. 1931. I. 2346) modifizierte Methode von GATES gibt genaue u. reproduzierbare Werte für die proteolyt. Aktivität von Mageninhalt. Galle, Mucin, Blutproteine, Albumin, Peptone u. Alkalien vermindern die pept. Aktivität deutlich. (J. clin. Invest. 12. 551—56. 1933. Rochester, Minn., The Mayo Clinic.) SIMON.

## E<sub>2</sub>. Pflanzenchemie.

T. Sengoku, *Über einen kristallinischen Bestandteil des ätherischen Öls des „Matsubasa“ (Shizandra nigra, Maxim.)*. I. Vf. hat aus dieser japan. Pflanze (Magnoliaceae; Synonym „Ushibudo“) durch überhitzten W.-Dampf 1,29% eines gelben, beweglichen, charakterist. arom. riechenden äth. Öls isoliert.  $D_{15}^{15}$  0,8763,  $\alpha_D^{12} = -5,78^\circ$ , SZ. 3,51, VZ. 31,70, nach Acetylierung 54,05. Saure Substanz durch Ausschütteln mit 10%/ig. Soda, Spuren Phenole mit 10%/ig. NaOH entfernt. Durch weiteres Ausschütteln mit 30%/ig.  $NaHSO_3$  wurde nach 2—3-tägigem Stehen eine feste Disulfitverb. u. aus dieser mit Soda ein kristallisiertes Prod. von F.  $28^\circ$  erhalten (ca. 8% des Öls), unl. in W., sonst ll., nicht reduzierend. Zus.  $C_{13}H_{26}O$ . Oxim,  $C_{13}H_{27}ON$ , kristallin, F.  $56$  bis  $57^\circ$ . Semicarbazon,  $C_{14}H_{29}ON_3$ , Nadeln, F.  $123^\circ$ . *p*-Nitrophenylhydrazon,  $C_{19}H_{31}O_2N_3$ , gelbes, zersetzliches Kristallpulver, F.  $101—102^\circ$ . Oxidation mit BECKMANN'Scher Mischung ergab Essigsäure u. Undecansäure,  $C_{11}H_{22}O_2$ , F.  $28,8^\circ$ . Anilid der letzteren, F.  $68^\circ$ . Obige Verb.  $C_{13}H_{26}O$  ist folglich Methyl-*n*-undecylketon. Dieses wurde zum Vergleich durch trockene Dest. von Ba-Laurat mit Ba-Acetat synthetisiert. (J. pharmac. Soc. Japan 53. 173—74. 1933. Tokio, Univ. [Orig.: japan.; Ausz.: dtsh.]) LB.

L. Zechmeister und P. Tuzson, *Zur Kenntnis des Mandarinepigments*. I. (Vgl. C. 1931. I. 3477.) Das Fruchtfleisch der Mandarine enthält einen KW-stoffanteil u. ein Farbwachs verwickelter Zus. Zur Abtrennung von äther. Ölen wendet man vorteilhaft Dampfdest. im Vakuum an. Aus dem KW-stoffanteil, von welchem in je 1 kg Fleisch 8,2 mg, in der Schale 31,7 mg enthalten sind, wurde opt.-inakt.  $\beta$ -Carotin kristallisiert erhalten, F.  $182^\circ$  (korr. BERL). Absorptionsmaxima in  $CS_2$ : 520,5 u. 486 m $\mu$ . Das Farbwachs, 5,0 mg in 1 kg Fleisch, 57,6 mg in der Schale (als „Lutein“ berechnet), läßt sich nach der Hydrolyse chromatograph. zerlegen. Es enthält wahrscheinlich Lutein, Violaxanthin u. Zeaxanthin. Außerdem wurden farblose, kristallisierte Nebenprodd. erhalten. Auch aus der Orange wurden kristallisierte Carotinpräparate u. ein mehrschichtiges Chromatogramm der Xanthophylle erhalten. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 221. 278—80. 9/11. 1933. Pécs, Chem. Inst. d. Univ.) SCHÖN.

D. N. Majumdar und P. C. Guha, *Indische Heilpflanzen. I. Wilkonia somnifera*. Diese Pflanze (Solanaceae) kommt in Südafrika, Südeuropa, an der Westküste von Indien u. besonders reichlich in Bengalen vor u. wird zu Heilzwecken verwendet. POWER u. SALWAY (J. chem. Soc. London 99 [1911]. 490) haben die südafrikan. Abart untersucht. Vff. haben in der bengal. Abart dieselben nichtbas., aber außerdem noch 3 bas. Bestandteile gefunden. — Wurzeln, Stengel u. Blätter wurden mit h. A. perkoliert, A. entfernt, Rückstand mit Dampf dest. Kein flüchtiges Prod., dunkle Lsg. u. unl. braunes Harz. In der Lsg. wurden Tannin, Farbstoffe, Glykose u.  $KNO_3$



festgestellt. Das Harz wurde getrocknet, gepulvert, mit A. angeteigt, mit A.-extrahiertem Drogenrückstand vermisch, getrocknet u. nacheinander mit Pae., Ä., Chlf., Essigester u. A. extrahiert. Folgende Bestandteile wurden festgestellt: *Henriakontan*, aus Essigester Blättchen, F. 67—68°. *Phytosterin*, aus Essigester, F. 132—134°; Acetylderiv., aus Essigester, F. 125—128°. Öl- u. *Linolsäure*. *Cerotinsäure*, aus A., F. 75—77°; *Stearin*- u. *Palmitinsäure*. *Ipuranol*, C<sub>23</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub> [? C<sub>33</sub>H<sub>50</sub>O<sub>0</sub>; d. Ref.], aus verd. Pyridin mkr. Nadeln, F. 294—296° (Zers.). *Witahnsäure*, F. 224—226°. *Sommirol*, C<sub>32</sub>H<sub>43</sub>O<sub>6</sub>(OH), F. 203—204°. *Sommitol*, C<sub>33</sub>H<sub>44</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>2</sub>, F. 246—248°. *Alkaloid* C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>, aus A. Blättchen, F. 114,5—115,5°; mit MEYERS Reagens gelber Nd., F. 156—157°; *Chloroaurat*, F. 125—126°. Eine amorphe Base von F. 102° (Zers.). Eine bas. Substanz, welche mit MEYERS Reagens einen tief braunen, amorphen Nd. von F. 184—185,5° (Zers.) gab. (J. Indian Inst. Sci. Ser. A. 16. 29—33. 1933.) LB.

**D. N. Majumdar und P. C. Guha, Indische Heilpflanzen. II. Swertia chirreta.** (I. vgl. vorst. Ref.) Aus dieser im Himalayagebiet wachsenden u. zu Heilzwecken verwendeten Pflanze (Gentianaceae) hat HÖHN (1869) eine bittere Säure, Ophelinsäure, C<sub>9</sub>H<sub>20</sub>O<sub>10</sub>, u. einen anderen Bitterstoff, Chiratin, C<sub>26</sub>H<sub>48</sub>O<sub>15</sub>, isoliert, welcher durch HCl in Ophelinsäure u. Chiratogenin, C<sub>13</sub>H<sub>24</sub>O<sub>8</sub>, gespalten wurde. — Wurzeln, Stengel u. Blätter wurden mit h. 91%/ig. A. perkoliert, A. entfernt, Rückstand mit Dampf dest., wobei eine dunkelbraune Fl. (A) u. ein dunkler, unl. Rückstand (B) resultierten. Aus dem Destillat wurde etwas *Isoamylalkohol* erhalten. B wurde nacheinander mit Pae., Ä., Chlf., Essigester u. A. extrahiert. Folgende Bestandteile wurden festgestellt: Eine phenol. Substanz (C<sub>13</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>)<sub>x</sub>, aus Essigester gelbe Nadeln, F. 179—180°. *Ölsäure*. *Palmitin*-, *Stearin*- u. wahrscheinlich *Cerotinsäure*. *Phytosterin*, aus A. Nadeln, F. 128—130°; Acetylderiv., F. 127—129°. Eine *Ozysäure* C<sub>26</sub>H<sub>44</sub>(OH)(CO<sub>2</sub>H), aus A. Nadeln, F. 295°; *Acetylderiv.*, C<sub>22</sub>H<sub>48</sub>O<sub>4</sub>, aus Essigester Nadeln, F. 250—251°. Eine phenol. Substanz, aus Essigester gelbe Nadeln, F. 256—257°. Eine neutrale Substanz (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>)<sub>x</sub>, aus Bzl. hellgelbe Nadeln, F. 197—198°. A wurde eingedampft, mit Sägemehl vermengt, getrocknet, mit Pae., Ä. u. Chlf. extrahiert. Aus dem Chlf.-Auszug wurde *Ophelinsäure* als *Tetrabromid*, C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>O<sub>10</sub>Br<sub>4</sub>, isoliert; die Säure scheint also 2 Doppelbindungen zu enthalten. — Zur Isolierung der Bitterstoffe wurde die Droge mit h. 63%/ig. A. erschöpft, k. Wg. abgekühlt, von wenig amorphem Nd. filtriert, mit PbCO<sub>3</sub> verdampft, erst mit k. W. (Lsg. von Ophelinsäure), dann mit sd. A. extrahiert. Diese Lsg. hinterließ das „Chiratin“ von HÖHN als dunkelgelbe, viscos. M. (1%/ der Droge), welche mit Ä. behandelt wurde. Ä.-l. Anteil war grünlich, viscos, bitter. Ä.-unl. Teil wurde mit Chlf. behandelt. Ungel. Teil war eine braune, kristalline, sehr bittere Substanz (C<sub>8</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>)<sub>x</sub>, bei 145° sinternd, F. 179—180° (Zers.). Aus der Chlf.-Lsg. ein grünlichgelbes, sehr bitteres Pulver, F. 118—119°, dann Zers. (J. Indian Inst. Sci. Ser. A. 16. 34—39. 1933. Bangalore, Inst. of Science.) LINDENBAUM.

### E<sub>3</sub>. Pflanzenphysiologie. Bakteriologie.

**Sam F. Trelease und Helen M. Trelease, Physiologisch ausgeglichene Kulturlösungen mit stabiler Wasserstoffionenkonzentration.** Hinweis auf die Vorteile bei der Verwendung von physiolog. ausgeglichenen Lsgg., die unter dem Einfluß der Aufnahme u. Ausscheidung gewisser Substanzen durch die Pflanzen eine konstante [H<sup>+</sup>] aufrecht erhalten. Die Wirksamkeit dieser Methode wird durch neuere Verss. belegt, bei denen der Einfluß des Ionenverhältnisses NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/NH<sub>4</sub><sup>+</sup> auf die von Weizenpflanzen in den verschiedenen Entwicklungsstadien erzeugte Rk.-Änderung untersucht wurde. Durch die Wahl geeigneter Mengenverhältnisse von H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> u. K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> ergaben sich anfängliche p<sub>H</sub>-Werte von 4,3, 5,1 u. 6,0. Das Ionenverhältnis NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/NH<sub>4</sub><sup>+</sup> konnte durch Änderung der Mengenverhältnisse von KNO<sub>3</sub> u. (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, KNO<sub>3</sub> u. NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> u. NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> weitgehend variiert werden, wobei aber die gesamte N-Konz. konstant gehalten wurde. Bei niedrigen NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-Verhältnissen nahm der p<sub>H</sub>-Wert der Lsg. unter der Wrkg. der Pflanzen schnell ab (bis 3,0), bei hohen NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-Werten schnell zu (Grenzwert 6,5). Bei einem geeigneten Wert jenes Verhältnisses blieb dagegen p<sub>H</sub> 8 Tage lang annähernd konstant. Die Pflanzen wuchsen in diesen ausgeglichenen Lsgg. recht gut, u. diese Methode erwies sich als weit wirksamer als die Stabilisierung der Lsg. durch Vergrößerung des Phosphatpuffergeh. (Science, New York [N. S.] 78. 438—39. 10/11. 1933. Columbia Univ.) ZEISE.

**H. Lundegårdh und H. Burström, Atmung und Ionenaufnahme.** Aufgabe der Unters. war eine vollständige Analyse der Ionenaufnahme u. Abgabe im System, Wurzel u. Nährlsg., unter besonderer Berücksichtigung der CO<sub>2</sub>-Bilanz u. von (H).



Für die Analysen wurden weitgehend spektralanalyt. Methoden verwendet. Aus Nitratlsgg. wurde in  $2 \times 24$  Stdn. — außer bei  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  — das Anion schneller als das Kation aufgenommen, besonders wenn letzteres schwerer aufnehmbar ist (Mg). Na u. Ca wurden in geringer Menge ausgeschieden, dagegen keine nennenswerte Quantität von Anionen außer Kohlensäure. Aus Chloriden wurden Kationen mehr als Anionen aufgenommen, hier ist aber zum Teil der Kationenaustausch bedeutender, so daß für Rb u. K annähernde Äquivalenz besteht. Die Atmungskohlensäure bewirkt teils die Neutralisierung des Kationenüberschusses, teils die Erhaltung einer schwach sauren Rk. der Lsg. ( $\text{pH} = 5,8-6,2$ ). Bei großem Kationenüberschuß reicht jedoch die ausgeschiedene  $\text{CO}_2$  nicht aus, sondern der  $\text{pH}$ -Wert steigt. Es wird in diesem Zusammenhang auch der Einfluß des äußeren  $\text{CO}_2$ -Druckes (die Durchlüftung) erörtert. Bei überwiegender Kationenaufnahme u. folglich steigender H-Ionenkonz. der Lsg. wird die  $\text{CO}_2$ -Ausscheidung der Wurzel auf einem Minimum gehalten. Anwesenheit von kolloidaler Kieselsäure in der Lsg. stört nicht die Regulierung des  $\text{pH}$ -Wertes der letzteren durch die Atmung. Auf Permeabilitätsänderungen, die als Glucoseaufnahme gemessen wurden, kann die Atmungsregulierung nicht zurückgeführt werden. Sie ist auch unabhängig von der Natur der Kationen; dagegen besteht die Möglichkeit, daß die Atmung durch  $\text{NO}_3$ -Reduzierung in den Zellen steigt. Die beobachtete Bilanz zwischen Atmung u. H-Ionenkonz. der Lsg. wird unter Hinweis auf NERNST'S Formel für den elektrolyt. Lösungsdruck aus dem Gleichgewicht zwischen dem Diffusionsdruck der Kohlensäure u. der Ladungsdifferenz von Lsg. u. Protoplasma erklärt. Es wird dabei eine Pufferwrkg. des Plasmas, die teilweise durch den inneren Überdruck von  $\text{CO}_2$  abgesätt. ist, angenommen. Der Mechanismus der Anionenaufnahme wäre nach dieser Theorie von dem der Kationenaufnahme getrennt. (Z. wiss. Biol. Abt. E, Planta Arch. wiss. Bot. 18. 683—99. 1933.) LINSER.

H. M. Powell, W. A. Jamieson und F. G. Jones, *Merthiolat als Konservierungsmittel für biologische Produkte*. III. Wirkung von Merthiolat auf Bakteriophagen. (II. vgl. C. 1932. I. 3085.) Verss. an Staphylokokkenlysine. Merthiolat in den Konz. von 1 : 5000 bis 1 : 10 000 ist ein brauchbares Konservierungsmittel für bakteriophagenhaltige Präparate, vorausgesetzt, daß die Lagerung in der Kälte ( $+5^\circ$ ) erfolgt. Bei  $+37^\circ$  geht die Wrkg. des Lysins nach 4 Wochen erheblich zurück, bei Zimmertemp. ( $+20^\circ$ ) behalten die Lysine 7—8 Wochen, z. T. sogar 12 Wochen, ihre volle Wirksamkeit. (J. Immunology 24. 185—92. 1933. Indianapolis, Lilly res. lab.) SCHNITZER.

A. J. Weil, *Untersuchungen über lipoide Haptene*. H. Merckens, IV. Mitt. *Immunisierungsversuche mit gereinigten Haptenen aus alkoholischen Organextrakten*. (III. vgl. C. 1932. II. 3428.) Reinigung von Antigenen durch Fällung mit  $\text{CdCl}_2$  u. Abtrennung vom Cholesterin durch Aceton führte bei den hier geprüften Extrakten aus Herz u. Leber zu Antigenen, die zusammen mit Schweineserum beim Kaninchen gute Antikörperbildg. hervorrufen, also wirksame Haptene sind. Die mit ihnen gewonnenen Sera zeigten gleichfalls gute Wrkg. u. ausreichende Spezifität. (Z. Immunitätsforsch. exp. Therap. 78. 308—16. 1933. Freiburg i. Br., Med. Klin.) SCHNITZER.

A. J. Weil, B. Ritzenthaler und H. Merckens, *Untersuchungen über lipoide Haptene*. V. *Zur Kenntnis der Bedingungen der Adsorption und Elution des Antigens aus alkoholischen Organextrakten*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Adsorption des Antigens aus alkoh. Organextrakten gelingt mit Kaolin u. mit  $\text{Al}(\text{OH})_3\text{-C}\gamma$ . Die Elution gelingt leicht u. fast vollständig mit W., NaCl-Lsg., A. u. Methylalkohol. Gereinigtes Antigen wird schwerer adsorbiert u. wird nur mit Methylalkohol unter Kochen eluiert. Durch wiederholte Adsorption mit kleinen Adsorbensmengen u. folgende Elution ist eine weitere Reinigung des Antigens möglich. (Z. Immunitätsforsch. exp. Therap. 78. 316—22. 1933. Freiburg i. Br., Med. Klin.) SCHNITZER.

A. Klopstock und T. Misawa, *Beiträge zur Kenntnis der Trennung von Lipoidhaptenen durch anorganische Adsorbentien*. Adsorptionsverss. an alkoh. Organextrakten mit Kaolin,  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  unter besonderer Berücksichtigung des Verh. der Haptene zeigte, daß Hirnhapten u. Lecithinhapten nicht adsorbiert wird, wohl aber das WaRk.-Lipoidhapten. Aus menschlichen Organen u. Blut gewonnene Haptene zeigen eine Adsorbierbarkeit des gruppenspezif. Haptens, viel weniger des artspezif. Die Adsorption von Organextrakten u. Lecithin mit Kaolin hebt deren aktivierende Funktion für Kobragift völlig auf. In diesem Fall sind die beiden anderen Adsorbentien viel schwächer wirksam. (Z. Immunitätsforsch. exp. Therap. 79. 53—68. 1933. Heidelberg, Krebsinst.) SCHNITZER.



**T. Misawa**, *Zur Kenntnis der Adsorption des Forssmanschen heterogenetischen Haptens und ihres Einflusses auf das Immunisierungsvermögen*. FORSSMAN'SCHES HAPTEN aus Pferdenierenextrakt wird durch Kaolin ebenso wie durch *Kollodiumsuspensionen* (nach LOEB) adsorbiert, jedoch kann man mit dem adsorbierten Antigen beim Kaninchen keine Antisera erzielen. Bei Adsorption an Tierkohle treten gelegentlich Antikörper auf, die aber unspezif. sind u. auch allein durch Tierkohle hervorgerufen werden können. (Z. Immunitätsforsch. exp. Therap. 79. 80—98. 1933. Heidelberg, Krebsinst.) SCHNITZER.

**Michael Heidelberg** und **Arthur E. O. Menzel**, *Proteinfractionen des humanen Tuberkelbacillus H 37*. Trockene Bazillenmasse wurde extrahiert mit Pufferlsgg. von steigender  $p_H$  (4,0, 6,5, 8,3, 9, 11) u. der Rest unter Zusatz steigender Konz. von n. NaOH (0,1—0,5) behandelt. Wie bei ähnlichen Verss. mit anderen Keimen sieht man in den einzelnen Fraktionen ein Steigen der Linksdrehung u. eine Abnahme von P, während N fast konstant bleibt. Die Extrakte geben sehr schwache Präzipitation mit Antituberkelbazillenserum, etwas stärkere mit Antitimotheeserum. Am stärksten reagiert immer die letzte Fraktion, wohl infolge Verunreinigung mit spezif. Polysaccharid. (Science, New York. [N. S.] 77. 24—25. 1933. New York, Columbia-Univ.) SCHNITZER.

**Michael Heidelberg** und **Forrest E. Kendall**, *Studien über Präzipitinreaktion. Präzipitierende Haptene; Artunterschiede bei Antikörpern*. Das spezif. Kohlehydrat des *Pneumococcus III* (SIII) wurde hydrolysiert u. quantitativ von nicht hydrolysierten Anteilen befreit. Die Prodd. der fraktionierten Hydrolyse, die teils mit  $H_2SO_4$ , teils mit HCl durchgeführt wurde, wurden als Ba-Salze bestimmt, die isolierte *Aldobionsäure* in ein Brucinsalz übergeführt. Das Mol.-Gewicht der einzelnen Fraktionen lag zwischen 550 u. 1800, das der Aldobionsäure bei 360. Letztere war biolog. inakt., alle übrigen Fraktionen gaben mit homologem Antipneumokokkenpferdeserum bis 1:100000 Präzipitnrk., mit entsprechendem Kaninchenserum aber nur die Hemmungsgrk. (J. exp. Medicine 57. 373—79. 1933. New York, Columbia Univ.) SCHNITZER.

**A. Angeletti** und **D. Ponte**, *Wirkung einiger Pilze auf Lösungen von Zuckern und verwandten Stoffen*. VIII. (VII. vgl. C. 1933. II. 561.) Bei der Einw. von *Penicillium crustaceum* (L.) Fries auf *Galaktose* entstehen geringe Mengen *Citronensäure*. *Lactose* wird sowohl von dieser Art als auch von *Penicillium luteum-purpureum* nur wenig angegriffen. Säuren werden dabei nicht gebildet. Die *Lactose* wird also direkt von den beiden Mikroorganismen angegriffen. (Ann. Chim. applicata 23. 315—17. Juli 1933. Turin, Univ.) OHLE.

**Juda Hirsch Quastel** und **Arnold Herbert Maurice Wheatley**, *Der Einfluß von Thiolverbindungen auf die Glucosegärung*. *Jodessigsäure* (I) reagiert mit *Natriumthiosulfat*, *Cystein* (II) u. *Glutathion* (III), weshalb diese Verb. die Giftwrkg. von I gegenüber biol. Prozessen vermindern. — II u. III wirken merklich auf die Beziehungen von Gärung u. Atmung von Bäckerhefe in Ggw. von Glucose (IV). II hemmt die  $O_2$ -Aufnahme von Bäckerhefe in Ggw. von IV; III beeinflusst die  $O_2$ -Aufnahme nur wenig. II u. III erhöhen die Geschwindigkeit der  $CO_2$ -Bldg., III stärker als II. Die Gärung der Fructose wird durch II in ähnlicher Weise beeinflusst wie die von IV.  $O_2$ -Aufnahme u.  $CO_2$ -Abgabe von Hefe in Ggw. von Glycerin werden durch II nur wenig geändert. Die Wrkg. von III auf die aerobe Gärung ist wahrscheinlich für den n. Zellstoffwechsel von Bedeutung. (Biochemical J. 26. 2169—76. Cardiff City Mental Hosp., Biochem. Lab.) KOBEL.

**E. F. Schroeder**, **Gladys E. Woodward** und **Muriel E. Platt**, *Die Beziehung von Sulfhydril zur Hemmung der Hefegärung durch Jodessigsäure*. Messungen von Glutathion in Hefen, deren Gärwrkg. teilweise oder ganz durch Zusatz von Jodessigsäure gehemmt war, ergaben, daß die Abnahme des Geh. an Glutathion mit dem Grad der Hemmung parallel geht, daß aber die Hemmung bereits vollständig ist, wenn 30% oder weniger des Glutathions verloren sind. Das trifft auch bei Behandlung mit  $\alpha$ -Jodpropionsäure zu, nicht aber mit  $\beta$ -Jodpropionsäure oder mit freiem Jod. Mit Jod kann der Glutathiongeh. bis auf über 70% erniedrigt werden, bevor die Hemmung vollständig ist. Diese Befunde zeigen, daß die Hemmung der Hefegärung durch Jodessigsäure nicht zur Gänze auf die zerstörende Wrkg. gegenüber Glutathion zurückgeführt werden kann. (J. biol. Chemistry 101. 133—44. Juni 1933. Pennsylvania, Univ., Philadelphia, Grad. School of Medic.) HESSE.

**Carl Neuberg** und **Maria Kobel**, *Überführung der synthetischen Glycerinsäuremonophosphorsäure in Brenztraubensäure mittels Hefe und Milchsäurebakterien*. Unter



denselben Bedingungen, unter denen NEUBERG u. KOBEL (C. 1930. I. 3570. 3800) die Zerlegung von Hexosediphosphat in äquimolekulare Mengen Brenztraubensäure u. Glycerin aufgefunden haben, wird Glycerinsäure-Monophosphorsäure (Na-Salz) in Ggw. von Toluol bei  $p_H$  6,6 durch frische Hefe, Bact. Delbrücki u. Thermobakterium mobile in Brenztraubensäure (I) u. Phosphorsäure (II) gespalten. Es wird stets mehr II in Freiheit gesetzt als der abgeschiedenen I äquivalent ist; somit findet außer dieser Umsetzung noch eine hydrolyt. Spaltung statt, wie sie von VOGT (C. 1929. II. 2876) für Phosphatase aus Schweinerei u. aus Aspergillus oryzae beschrieben ist. — I wurde als 2,4-Dinitrophenylhydrazon isoliert. (Biochem. Z. 260. 241—46. 1933. Berlin-Dahlem, Kaiser-Wilhelm-Inst. f. Biochemie.) SIMON.

Teizo Takahashi und Toshinobu Asai, *Über die Gluconsäuregärung*. Teil III. *Über Bacterium Hoshigaki var. glucuronicum I, II und III nov. spec.* Gleiche Arbeit C. 1932. II. 3108, 3109. (Zbl. Bakteriol., Parasitenkunde Infektionskrankh. Abt. II. 87. 385—412. 1933. Tokyo Imperial Univ., Faculty of Agriculture.) KOBEL.

Kurt Stern, *Pflanzen-Thermodynamik*. Berlin: J. Springer 1933. (XI, 412 S.) 8°. = Monographien aus d. Gesamtgebiet d. Physiologie d. Pflanzen u. d. Tiere. Bd. 30. M. 32.—; Lw. M. 33.20.

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

Hamilton Baxter, *Veränderungen der Zusammensetzung der anorganischen Bestandteile des Parotis- und des Speichels nach der Reflexreizung beim Hunde*. Die anorgan. Bestandteile (Asche, Cl, Ca, P, K) verschiedener Speicheldrüsen wurden nach Pilocarpininjektion u. nach Eingießung verschieden starker Salz- u. Salzsäurelsgg. in den Mund näher untersucht. (J. biol. Chemistry 102. 203—17. Sept. 1933. Montreal, Mc GILL Univ., Dep. of Physiol.) WADEHN.

K. Mizutani, *Über den Einfluß des Chinins auf die Gewebsatmung und die Beziehung zwischen Chinin und verschiedenen Hormonen bei derselben*. I. Mitt. *Über die Beziehung zwischen Chinin und Insulin oder Adrenalin*. Die über 10 Tage durchgeführten Injektionen von Chininhydrochlorid (5 mg pro 100 g Körpergewicht u. Tag) bei der Ratte senken den O<sub>2</sub>-Verbrauch in der Leber, Niere, Schilddrüse, Milz u. im Herzmuskel leichtgradig u. im Skelettmuskel deutlich. Wird auch Insulin gegeben, so wird die Abnahme der Gewebsatmung in Leber u. Schilddrüse verstärkt u. in den anderen Organen gehemmt. Injektion von Adrenalin wirkt stets hemmend auf die nach Chininzuführung einsetzende Abnahme des O<sub>2</sub>-Verbrauchs. (Folia endocrinol. japon. 8. 97—98. 1933. Kioto, Univ., I. med. Klin. [Nach dtsh. Auszug ref.]) WADEHN.

K. Mizutani, *Über den Einfluß des Chinins auf die Gewebsatmung und die Beziehung zwischen Chinin und verschiedenen Hormonen bei derselben*. II. Mitt. *Über die Beziehung zwischen Chinin und Geschlechtsdrüsen*. (I. vgl. vorst. Ref.) Verfütterung von getrockneter Hodensubstanz hemmt bei männlichen Ratten die nach Chininverabfolgung einsetzende Abnahme des O<sub>2</sub>-Verbrauchs in Leber, Niere, Herzmuskel, Milz u. Skelettmuskel leicht u. in der Schilddrüse deutlich. Verfütterung von interstitiellem Gewebe des Ovars hemmt bei weiblichen Ratten die Abnahme des O<sub>2</sub>-Verbrauchs nach Chinin, die Verfütterung von Corpus-luteum-Substanz vermehrt sie etwas (mit Ausnahme der Niere u. Milz). (Folia endocrinol. japon. 8. 98—99. 1933. Kioto, Univ., I. med. Klin. [Nach dtsh. Auszug ref.]) WADEHN.

H. Lucke und K. F. Kindler, *Die Wirkung von Hypophysenvorderlappenpräparaten auf das Wachstum*. (Vgl. C. 1933. II. 3303) Verschiedene Hypophysenvorderlappenpräparate (Anteron D SCHERING-KAHLBAUM, Präphyson-PROMONTA u. ein nach dem Präphysonverf. dargestelltes Präparat aus der Prähypophyse wachsender Tiere) wurden in verhältnismäßig geringen Dosen z. B. 0,025 g (Frischgewicht) pro Tag u. Hund injiziert. Bei Hunden, Meerschweinchen u. Ratten wurde durch diese Behandlung eine vorübergehende Beschleunigung des Wachstums hervorgerufen; die Tiere erreichten ihre Wachstumsgrenze schneller als die Kontrollen. (Z. ges. exp. Med. 86. 130—43. 1933. Göttingen, Med. Univ. Klin.) WADEHN.

Hans Lucke, Ernst Robert Heydemann und Ruth Hechler, *Experimentelle Untersuchungen über ein spezifisch auf den Kohlehydratstoffwechsel eingestelltes, dem Insulin entgegengerichtetes Hormon des Hypophysenvorderlappens*. (Vgl. C. 1933. I. 793.) Verss. mit Injektionen eines Hypophysenvorderlappenpräparats (Präphyson). Bei Kaninchen, Hunden u. Menschen läßt sich durch Injektion des Hormons eine hyperglykäm. Rk. hervorrufen, die stark genug ist, die Wrkg. von Insulin abzuschwächen,



auszuschalten oder überzukompensieren. Die Wrkg. tritt auch bei Fehlen des Hypophysenvorderlappens auf. Störungen im Kohlehydratstoffwechsel infolge Vorderlappensuffizienz beim Hunde, besonders auch die begleitende Insulinüberempfindlichkeit, lassen sich durch Hormonzufuhr beseitigen. Das Hormon des Hypophysenvorderlappens ist dem Insulin entgegengerichtet u. wirkt zusammen mit dem Adrenalin als Antagonist des Insulins. Es wird als das „*kontra-insuläre Hormon des Hypophysenvorderlappens*“ bezeichnet. (Z. ges. exp. Med. 88. 65—77. 1933. Göttingen, Med. Klinik.) SCHNITZER.

**N. Nakatsugawa**, *Über die Einflüsse der verschiedenen Hormone auf die Wasserkonzentration des Blutplasmas*. II. Mitt. *Über die Wechselbeziehung zwischen Schilddrüse und Insulin*. (I. vgl. C. 1933. I. 1150.) Bei Kaninchen mit leichter Hypothyreose war die nach der einmaligen Insulininjektion einsetzende acidot. Phase verstärkt, die alkalot. Phase abgeschwächt. Bei starker Hyperthyreose war die acidot. Phase nach Insulin auffallend abgeschwächt, auch die alkalot. Phase war verringert. Bei schilddrüsenlosen Tieren wurde die acidot. Phase nach Insulin verstärkt, eine alkalot. Phase trat nicht auf. Wurde bei leichter Hyperthyreose Insulin + Glucose gegeben, so trat die acidot. Phase nur ganz leichtgradig auf, die alkalot. Phase war auffallend stark. (Folia endocrinol. japon. 8. 105—06. 1933. Kioto, Univ., I. Med. Klin. [Nach dtsh. Auszug referiert.]) WADEHN.

**W. M. Karatygin und A. I. Hefter**, *Über Veränderungen der Alkalireserve und des Zuckergehalts in der Galle bei Einwirkung von verschiedenen physiologischen Reizmitteln*. III. Mitt. *Über die Wirkung von Histamin, Adrenalin und Insulin*. (II. vgl. C. 1930. I. 3573.) Beim Hunde erzeugt Histamin starkes Ansteigen der Alkalireserve u. Abnahme des Zuckergeh. in der Galle. Adrenalin bewirkt Abnahme der Alkalireserve n. Zunahme des Zuckergeh. der Galle. Insulin wirkt auf die Gallenzus. wie Histamin. (Z. ges. exp. Med. 86. 697—708. 1933. Woronesch, Therap. Univ.-Klinik.) F. MÜLLER.

**G. Straube**, *Über die blutzuckersenkende Wirkung des Padutins*. Klin. Verss. zeigten, daß das Pankreashormon Padutin (Kallikrein) bei intramuskulären Gaben den Blutzucker des Diabetikers senkt, meist auch den des nichtzuckerstoffwechselgestörten Menschen. Bei letzteren ist die Senkung jedoch gering u. ohne klin. Bedeutung. (Dtsch. Arch. klin. Med. 175. 221—25. 1933. Rostock, Med. Univ.-Klinik.) FRANK.

**L. Karczag**, *Über das Myokinin*. Der vom Vf. aus Blutserum u. Liquor cerebrospinalis isolierte, uterusakt. Faktor entspricht nicht dem Oxytosin, es handelt sich um eine bisher unbekannte Substanz, die Myokinin genannt wird. Aus Radieschenpreßsaft konnte auch das pflanzliche Myokinin isoliert werden. (Dtsch. med. Wschr. 59. 686—87. 1933. Budapest, Univ.) FRANK.

**G. Quagliariello und F. P. Mazza**, *Über das angebliche Vorkommen einer organischen Chlorverbindung im Blute*. Die Verss. der Vff. ergaben, daß die Cl-Verb., welche sich beim Erhitzen von Blut auf 105° abscheidet, HCl ist, welche nicht infolge der Erhitzung, sondern der Austrocknung sich bildet. Es handelt sich um eine elektive Adsorption von Kationen an das sich verfestigende Protein, wobei HCl frei wird. (Boll. Soc. ital. Biol. sperim. 6. 703—05. Neapel.) GRIMME.

**Samuel Morris und Noah Morris**, *Weitere Beobachtungen über eine flüchtige Chlorverbindung im Blut*. (Vgl. C. 1931. II. 867.) Der bei der Trocknung des Bluts erkennbare Cl-Verlust stellt sich nur bei Trocknung in O<sub>2</sub>-Ggw. ein. Auch die Trocknung eines Gemischs Olivenöl-NaCl-Lsg. führt zu einem Cl-Verlust, der ganz dem Verlust im Blut gleicht, nur daß letzterer nicht nur in der Hitze, sondern bereits auf die Dauer auch im Exsiccator eintritt. Eine organ. Cl-Verb. aus Blut kann nach vorangegangener W.-Entfernung durch Aceton u. Ä. durch ein A.-Ä.-Gemisch extrahiert werden. (Biochemical J. 26. 2015—20. Glasgow, Univ., Dep. of Paediatr.) OPPENHEIMER.

**Chia-Hsiang Hsü und Hsien Wu**, *Der Gewichtsverlust von Fibrinogen bei der Koagulation*. Aus Citratplasma von Schafen wurde hergestellt: 1. Fibrinogen (durch dreimalige Wiederholung folgender Prozedur: Halbsättigung mit NaCl, Waschen der entstandenen Fällung mit 15%ig. NaCl-Lsg. u. Wiederauflösen in 1/2%ig. Na-Citratlsg.) u. 2. Thrombin (durch CaCl<sub>2</sub>-Zusatz wurde das Plasma zum Gerinnen gebracht, das entstehende Serum wurde mit A. gefällt, der Nd. getrocknet u. mit W. ausgezogen; die so erhaltene Thrombinlsg. enthielt etwas Eiweiß). Eine bestimmte Fibrinogenmenge wurde parallel durch Hitze u. durch Thrombinzusatz zum Gerinnen gebracht u. die erhaltenen Ndd. (der zweite Nd. wird Fibrin genannt) wurden gewogen. Zur



Kontrolle wurden von den verwendeten Ausgangssubstanzen u. von dem Waschwasser der erhaltenen Ndd. N-Bestst. gemacht. Es ergab sich, daß das Gewicht des Hitzeerinnungsprod. gleich dem Gewicht des angewendeten Fibrinogens war, daß dagegen das Gewicht des erhaltenen Fibrins im Durchschnitt um ca. 7% niedriger war. Durch eine Reihe von Verss. zeigen Vff., daß diese Gewichtsabnahme 1. durch verschiedene langes Waschen des Fibrins nicht verändert wird, 2. durch eine weitergehende Reinigung des Fibrinogens vor der Rk. nicht beeinflusst wird, also nicht etwa durch die Ggw. anderer, durch Hitze ebenfalls koagulierbarer Proteine im Fibrinogen (z. B. auch denaturiertes Fibrinogen) hervorgerufen wird u. 3. nicht durch eine etwaige Wiederauflösung des Fibrinnd. hervorgerufen sein kann. — Vff. diskutieren an Hand dieses Ergebnisses die verschiedenen Theorien der Fibrinbdg. (Chin. J. Physiol. 7. 117—24. 15/7. 1933. Peiping, Peiping Union Medical College, Department of Biochem.) ERBE.

**Maurice Jowett**, *Die Reaktionen von Bleiverbindungen mit Serum und Serummodellen*. Mit Hilfe von Löslichkeitsbestst. u. gasanalyt. Verf. wird an Hand von Modellverss. gezeigt, daß in Ggw. von  $Pb^{++}$  bei Anwesenheit von  $CO_3^{--}$  *Bleicarbonat* gebildet wird, mit Phosphat u. Chlorid entsteht *Pyromorphit*,  $(Pb_5Cl(PbO_4)_3)$ . Bei Ca-Ggw. entsteht ein Prod. ähnlich einer äquimolekularen Verb. von *Pyromorphit* u. *Chlorapatit*,  $Pb_5Cl(PO_4)_3 \cdot Ca_5Cl(PbO_4)_3$ . Die Geschwindigkeit der Entstehung der einzelnen Pb-Verbb. ist verschieden. Löslichkeit u. Oberflächenausdehnung sind meist entscheidend. Angaben über die Löslichkeiten von  $PbCO_3$ ,  $PbHPO_4$ ,  $Pb_3(PO_4)_2$  u.  $PbCl(PO_4)_3$  im Serum. (Biochemical J. 26. 2108—22. Liverpool, Univ., Labor. of Phys. a. Electrochem.) OPPENHEIMER.

**I. Boas**, *Über das Vorkommen von Protoporphyrin im Harn*. Bei gesteigertem *Porphyringeh.* im Harn ist die häufigste Porphyrinart das *Koproporphyrin*, neben diesem kommt nicht selten auch ein in  $CHCl_3$  l., spektr. identifizierbares Protoporphyrin vor, das höchstwahrscheinlich als *Protoporphyrin* anzusehen ist. Dieses ist vorwiegend bei krankhaften, besonders bei mit Blutzerfall einhergehenden Prozessen auffindbar. (Klin. Wschr. 12. 589—91. 1933. Berlin.) FRANK.

**G. W. Theobald und M. White**, *Über eine antidiuretische, aus der Leber extrahierte Substanz*. Die Injektion von 10 ccm eines Leberextraktes hemmt die Diurese beim Hunde über 50 Min., selbst dann, wenn die Diurese vor der Injektion begonnen hatte. — Rinderleber fein gemahlen + 3 Gewichtsteile  $H_2O$  auf  $pH = 4,5$  bringen, auf  $80^\circ$  erhitzen, koagulieren, abfiltrieren. Filtrat im Vakuum einengen u. auf  $pH = 5$  bringen. Fraktionierung mit 75%ig. A. wurde dann in nicht näher beschriebener Weise in 2 Stufen ausgeführt u. das Endfiltrat benutzt. — Die antidiuret. Substanz ist mit Histamin nicht ident. (J. Physiology 78. Nr. 2. Proc. 18—19. 1933.) WADEHN.

**Otto Küng**, *Zum Synthalinmechanismus. (Vergleich zwischen Synthalin- und Chininwirkung.)* Vergleich der Synthalin- u. Chininwrkg. mit besonderer Berücksichtigung der Oxydationshemmung, vorwiegend geprüft an der Milchsäureausscheidung im Harn, u. zwar 1. bei Kaninchen: bei nicht hungernden Tieren kann Synthalin je nach der Dosis (2,5—10,0 mg pro kg) die Milchsäureausscheidung um das 4—20-fache steigern, am stärksten bei hypoglykäm. Dosen. Bei hungernden Tieren ist der Anstieg unregelmäßiger. Chinin hat diese Wrkg. nur angedeutet, besitzt dagegen wie Synthalin die Eig., primär ein hyperglykäm. Stadium zu erzeugen. 2. Beim Phlorrhicindiabetes des Hundes vermindert Synthalin (1,2 mg pro kg) die Zuckerausscheidung innerhalb der nächsten 12 Stdn. Es folgt dann eine kompensator. Extrazuckerausscheidung. Die Milchsäureausscheidung nimmt ab. Synthalin steigert die Blutglykolyse in vitro, Im Vergleich zu Chinin ist die baktericide Wrkg. des Synthalins erheblich stärker. Milchsäurebestst. in Blut u. Urin wurden nach CLAUSEN in der Modifikation von BREHME u. BRAHDY durchgeführt. (Z. ges. exp. Med. 88. 42—63. 1933. Basel. Med. Klinik.) SCHNITZER.

**Salvatore Fichera und Rosario Grasso**, *Über die hypoglykämisierende Wirkung von Schwefelwässern*. Die Verss. ergaben, daß der Zuckerspiegel bei n. u. hungernden Diabetikern nicht konstant ist, sondern stündl. Schwankungen unterliegt. Aufnahme von 500 ccm Trinkwasser führt zu geringer Abnahme der Glykämie, von 500 ccm Schwefelwasser zu stärkerer Abnahme. Die Wrkg. hält ca. 2 Stdn. an. (Boll. Soc. ital. Biol. sperim. 6. 481—84. Cahania.) GRIMME.

**Emil Äberhalden**, *Berichtigung zu: Weitere Beiträge zur Kenntnis von organischen Nahrungsstoffen mit spezifischer Wirkung. XV. Mitt. Ernährungsversuche mit künstlich dargestellten organischen Nahrungsstoffen und ferner mit aus zusammengesetz-*



ten organischen Nahrungsstoffen gewonnenen Bausteinen mit und ohne Zusatz von Nutraminen. In einer früheren Arbeit (C. 1922. III. 1234) hatte sich ein Druckfehler eingeschlichen: statt  $\alpha$ -Pyrrolidincarbonsäure muß es heißen *Pyrrolidoncarbonsäure*. (Pflügers Arch. ges. Physiol. Menschen Tiere 233. 154. 15/9. 1933.) OHLE.

Max Winckel, *Einiges über die Verdaulichkeit der Fette*. Übersichtsbericht. (Z. Volksernährg. Diätkost 8. 153—54. 1933.) SCHWAIBOLD.

Katharine Hope Coward, Kathleen Mary Key und Barbara Gwynneth Emily Morgan, *Über die Notwendigkeit einer Standardbeziehungssubstanz für die Vitamin-A-Bestimmung*. (Vgl. C. 1933. I. 802.) Von ein u. demselben Muster Lebertran wurden an Ratten 13 Verss. zur Best. von Vitamin A zeitlich aufeinanderfolgend im Laufe von 17 Monaten durchgeführt. Jede Vers.-Gruppe umfaßte 10—12 Tiere. Es wurden größenordnungsmäßig 5 verschiedene Werte erhalten. Da diese Unstimmigkeit auf keinen der ersichtlichen u. in Betracht gezogenen Faktoren zurückgeführt werden konnte, so muß es sich um eine noch unbekannte Ursache handeln. Es ist demnach unerlässlich bei der Best. von Vitamin A eine vergleichende Prüfung der fraglichen Substanz mit einer Standardsubstanz durchzuführen. (Biochemical J. 27. 873—77. 1933. London, Pharmac. Soc. Great Britain.) SCHWAIBOLD.

J. A. Collazo und J. Sánchez Rodriguez, *Hypervitaminose A. Die Symptomatologie der durch Fütterung von reinem A-Vitamin an jungen Ratten hervorgerufenen Hypervitaminose A*. Durch Verabreichung von sehr hohen Dosen (10 000 Ratteneinheiten täglich) von Vitamin A (VOGAN, MERCK) wurden Hautveränderungen, Wachstumsstillstand, Augenveränderungen (Exophthalmus) u. a. hervorgerufen, die den Tod der Tiere herbeiführen können. Bei rechtzeitigem Aussetzen der Darreichungen werden die Tiere wieder n. (Klin. Wschr. 12. 1732—34. 4/11. 1933. Madrid, Inst. Med. Pathol.) SCHWAIBOLD.

Margaret Cammack Smith und Edith M. Lantz, *Über Veränderungen der Schneidezähne von Albinoratten als Begleiterscheinung von Vitamin A-Mangel*. Aus den angestellten Fütterungsverss. ergab sich, daß gleichzeitig mit dem Auftreten von Wachstumsstillstand u. der ersten Zeichen von Ophthalmie (Erschöpfung der Vitamin A-Reserven des Körpers) die Schneidezähne aufhörten n. zu wachsen u. andere makroskop. feststellbare Zeichen von Veränderungen aufwiesen. Lebertran verhinderte diese Vorgänge, Viosterol dagegen nicht. Die A-Mangeltiere hatten einen niedrigeren  $\frac{1}{10}$ -Geh. der Zähne an Asche, aber einen höheren Ca-Geh. u. etwas niedrigeren P-Geh. der Asche selbst als die Kontrolltiere. Die Knochen (Tibia) zeigten dagegen keine Unterschiede hinsichtlich der Asche. (J. Home Econ. 25. 411—15. 1933.) SCHWAIBOLD.

S. N. Matzko, *Anreicherung der Hefe mit antirachitischem Vitamin bei Ultraviolettbestrahlung*. Beim Bestrahlen von Bäckerhefen mit einer Hg-Quarzlampe (HERÄUS) wurden Präparate erhalten, die in 1 g 5000—10000 Einheiten des Vitamin D enthielten, d. h. wesentlich größere Vitaminmengen, als sie im Lebertran enthalten sind. Mit der Belichtungsdauer steigt der Vitamin-D-Geh. Die Ggw. von O<sub>2</sub> ist bei genügender Lüftung für die Vitaminanreicherung nicht hindernd. In Mengen, wie sie in der Praxis gegeben werden, zeigte die bestrahlte Hefe keine tox. Eigg. Beim Lagern konnte eine geringfügige Verringerung der antirachit. Wrkg. der Präparate festgestellt werden. Die Verss. wurden an weißen Mäusen ausgeführt. (Problems Nutrit. [russ.: Woprossy Pitaniya] 2. Nr. 1/2. 34—40. 1933. Moskau, Centralinst. f. allg. Ernährung, Vitaminabt.) KLEVER.

R. D. Sinclair, *Über die Rolle des Vitamin D in der Ernährung des Schweines*. Es wurden zahlreiche Fütterungsverss. durchgeführt mit hinsichtlich ihres Ca-Geh. verschiedenartigen Futtermischungen u. bei verschiedenartiger Zufuhr von Vitamin D (Lebertran, Bestrahlung). Sowohl Sonnen- oder künstliche Bestrahlung als auch Zufuhr von Lebertran förderten das Wachstum u. zwar umgekehrt proportional dem Ca-Geh. des Futtermisches. Rachitisartige Steifheit der Vers.-Tiere konnte durch Bestrahlung geheilt werden. Zulagen von gemahenem Kalkstein waren ein wesentlicher Faktor für Verhinderung von Steifheit, für Wachstumsförderung u. für Verringerung der benötigten Nahrungsmenge, zugleich trat Erhöhung des Aschegeh. der Knochen ein. Das rachit Syndrom ging mit einer Erniedrigung des Ca-Geh. des Blutes einher bei unverändertem Geh. an organ. P. Zulagen von Kalkstein erhöhten den Ca-Geh. des Blutserums. Der antirachit. Faktor, unabhängig von der Art der Zufuhr, erhöht den Ca-Blutspiegel u. damit das Ca/P-Prod. (Sci. Agric. 13. 489—504. 1933. Edmonton, Alberta, Univ.) SCHWAIBOLD.



**Joseph D. Greaves und Carl L. A. Schmidt**, *Über die Rolle der Galle bei der Resorption von Vitamin D bei der Ratte*. In den Verss. wurde bei Tieren mit Gallenfistel ein negatives Ca- u. P-Gleichgewicht beobachtet u. bei Zufuhr von Vitamin D bei diesen Tieren wurde dieses wenig oder gar nicht resorbiert. Durch Desoxycholsäure kann eine Resorption von Vitamin D bewirkt werden. Es wird angenommen, daß bei Tieren mit Gallenfistel ein gesteigerter Bedarf an Vitamin D vorhanden ist, wahrscheinlich wegen der durch den Abfluß der Galle verlorenen Mengen. (J. biol. Chemistry 102. 101—12. Sept. 1933. Berkeley, Univ., Med. School, Div. Biochem.) SCHWAIBOLD.

**Humphrey Theodore Fawns und Albert Jung**, *Über den Mineralgehalt der Haut von an Beriberi leidenden Ratten, mit Untersuchungen über die Bildung von Vitamin B<sub>1</sub> durch Pilze*. (Vgl. C. 1931. II. 1157.) Es konnte festgestellt werden, daß *Aspergillus niger* auf vitamin-B-freiem Nährboden den B<sub>1</sub>-Faktor bilden kann. Beriberi bei Ratten kann damit geheilt werden. Der Faktor ist vorwiegend in den Sporen enthalten. Die Veränderungen des Mineralgeh. der Haut von Ratten bei verschiedenartiger Ernährung wurden untersucht zur Feststellung der mit Beriberi zusammenhängenden Vorgänge. Bei Beriberi fand sich der K-Geh. deutlich erhöht, in einigen Fällen auch der Ca-Geh. Wo dieser nicht erhöht war, war es der Mg-Geh. Bei ähnlichem Fettgeh. fand sich ein Zusammenhang zwischen NaCl- u. W.-Geh. Phosphat war bei Beriberi im allgemeinen verringert. Auf die möglichen Zusammenhänge zwischen Dermatitis bei Beriberi u. solcher bei Vitamin-A-Mangel wird hingewiesen. (Biochemical J. 27. 918—33. 1933. Basel, Univ., Physiolog.-chem. Anstalt.) SCHWAIBOLD.

**Arnold Peter Meiklejohn**, *Über die Vogelpolymeuritis. Weitere Untersuchungen über die Wirkung von Vitamin B<sub>1</sub>-Konzentraten in vitro*. (Vgl. C. 1933. I. 2576.) Es konnte gezeigt werden, daß Zusätze von kleinen Mengen von Vitamin B<sub>1</sub>-Konzentrat zu Gehirnbrei von B<sub>1</sub>-avitaminot. Tauben zwar dessen O<sub>2</sub>-Aufnahme erhöhen, aber den Verbrauch an zugesetztem Lactat nicht steigern. Die O<sub>2</sub>-Aufnahme solcher Gehirnsubstanz ohne B<sub>1</sub>-Zusatz während 3 Stdn. entspricht höchstens der Menge des verbrauchten Lactats. Es wird angenommen, daß die Veränderungen in B<sub>1</sub>-avitaminot. Gehirnsubstanz ein Oxydascsystem betreffen, das mit dem Lactatstoffwechsel zusammenhängt, aber nicht den Verbrauch von Lactat in vitro bewirkt. (Biochemical J. 27. 1310—20. 1933. Oxford, Dep. Biochem.) SCHWAIBOLD.

**W. Freudenberg und L. R. Cerecedo**, *Eine neue Methode zur Prüfung der Wirksamkeit von antineuritischen Konzentraten*. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 29. 76. Berkeley, Univ., Med. School. — C. 1932. I. 702.) SCHWAIBOLD.

**Alexander Hutcheon Bennett und David John Tabbert**, *Vitamin C in Citrus-säften*. Frische u. auf verschiedene Weise konservierte Säfte wurden durch Titration mit Dichlorphenolindophenol geprüft. Frischer Citronensaft zeigte erhebliche Schwankungen, geringste Werte 60% der höchsten. Die Reduktionswrkg. der Orangensäfte war mehr konstant u. etwas höher. Die Wrkg. nimmt beim Aufbewahren wenig ab, dagegen verschwindet sie bei Ggw. von Stoffen, die die Fermentwrkg. verhindern, in wenigen Wochen, ebenso bei starkem Ansäuern, Pasteurisieren oder Kochen. In unbehandeltem Saft wird demnach der Faktor durch die Wrkg. eines Enzyms vor Oxydation durch O<sub>2</sub> geschützt. (Biochemical J. 27. 1294—1301. 1933. Messina.) SCHWAI.

**F. Schlemmer, B. Bleyer und H. Cahnmann**, *Studien über biochemische Aktivatoren der Milch. I. Die Beziehungen zwischen dem Reduktionsvermögen der Milch und ihrem Gehalt an Vitamin C; die Auswertung der Milch auf Vitamin C nach chemischer Methode*. (Vgl. C. 1932. II. 86. 1933. I. 1214.) Das Vorhandensein einer 2,6-Dichlorphenolindophenol reduzierenden Substanz in der Milch wird bestätigt. Die Menge dieser Substanz kann in einem Bleiacetat-Natriumsulfatserum titrimetr. bestimmt werden. Die Menge der reduzierenden Substanz schwankt stark ohne Zusammenhang mit der Art der Fütterung, desgleichen sind die Gehh. der Milch anderer Säugetiere (Schaf, Ziege, Eselin, Kamel) sehr verschieden. Frauenmilch enthält mehr als Kuhmilch. Besonders viel ist im Kolostrum enthalten. Beim Aufbewahren von Milch unter Luftzutritt wird die Substanz rasch stark geschädigt, in geringerem Maße bei niedriger Temp. Kurzes Aufkochen schadet wenig. Durch Kupfer u. Silber wird die wirksame Substanz zerstört, bei Nickel, Chrom u. Aluminium ist dies nicht der Fall. Gleichzeitige biol. (Meerschweinchen) u. chem. (Titration) durchgeführte Unterss. über den Geh. an Vitamin C bzw. reduzierender Substanz ergaben übereinstimmende Resultate. Die Befunde werden als wesentliche Stütze der Annahme angesehen, daß Vitamin C u. die reduzierende Substanz ident. sind. (Biochem. Z. 254. 187—207. 1932. München, Univ., Deutsche Forschungsanstalt u. Inst. f. Lebensmittelchemie.) SCHWAIBOLD.



**Eric Boyland**, *Eine Bemerkung über Glutathion und Vitamin C in Tumorgewebe*. In verschiedenen Tumorgeweben (Carcinom-Maus, Sarcom-Ratte, -Maus, -Huhn) wurde auf colorimetr. Wege nur  $\frac{1}{3}$  der Menge an Glutathion festgestellt, als durch Jodtitration. Die Best. der in diesen Geweben enthaltenen Ascorbinsäure (Titration gegen 2,6-Dichlorphenolindophenol) ergab, daß der hohe Jodtiter durch die Anwesenheit von Ascorbinsäure bedingt ist. (Biochemical J. 27. 802—05. 1933. London, Cancer Hosp.) SCHWAIBOLD.

**Joseph Louis Virbely**, *Der Ascorbinsäuregehalt der Nebenniere und der Leber bei verschiedenen Tierarten*. Bei allen untersuchten Tierarten war die Konz. der Ascorbinsäure in den Nebennieren höher als in der Leber. Ratten u. Mäuse, die vitamin-C-frei, u. Katzen u. Hunde, die nur mit Fleisch, also vitamin-C-arm, ernährt wurden, halten in Nebennieren u. Leber eine beträchtliche Menge Ascorbinsäure fest. Bei Meerschweinchen, die erst mit Spinat, dann vitamin-C-frei ernährt wurden, nahm der Ascorbinsäuregeh. zuerst in der Leber u. dann erst in den Nebennieren ab; die Leber dient also als Stapelplatz für dieses Vitamin. (Biochemical J. 27. 960—63. 1933. Szeged, Ungarn, Univ., Inst. of Medic. Chem.) WADEHN.

**W. v. Moraczewski, St. Grzycki, H. Jankowski und R. Sliwinski**, *Blutharnsäure und Harnsäureausscheidung bei verschiedenartiger Nahrung*. Vff. haben in Wiederholung früherer Verss. (vgl. C. 1932. II. 2203) die Ausscheidung der Harnsäure u. die Blutharnsäure unter dem Einfluß der Eiweiß-, der Fett- u. der kohlehydrat. Nahrung studiert. Es wird über das Ergebnis von Harn- u. Blutanalysen, u. zwar besonders über das Verh. der einzelnen Bestandteile, wie des W., der Chloride, der Alkalireserve, der Kalksalze usw. gegenüber der Nahrung diskutiert. In Bestätigung der früheren Verss. kann gesagt werden, daß bei der Harnsäureausscheidung der individuelle Stoffwechsel maßgebend ist. Die gleiche Stickstoffmenge hat eine sehr verschiedene Stickstoffverteilung im Harn u. es gibt je nach der Art des Stoffwechsels mehr  $\text{NH}_3$  oder mehr Harnsäure. Dieses bringt ein verschiedenes Verh. bei Nucleinzusatz mit sich. Abgesehen von diesen Schwankungen haben Vff. auch allgemeingültige Regeln festgestellt. Bei Eiweißkost ist eine Erhöhung der Harnsäureproduktion wahrnehmbar, deutlich ist auch die Tendenz zur Retention oder eine Toleranzerhöhung. Es findet eine Steigerung des Reststickstoffes statt, auch erfolgt eine Herabsetzung der Harnsäure nach Nucleinzusatz. — Bei kohlehydrat. Nahrung ist die Harnsäureproduktion geringer, die Blutharnsäure zeigt die niedrigsten Werte, u. der Nucleinzusatz steigert die Blutharnsäure u. die Harnsäureausscheidung. — Die Fettnahrung führt ebenfalls zu niedrigen Blutharnsäurewerten, der Nucleinzusatz steigert etwas mehr die Blutharnsäure u. vermindert die Harnsäureausscheidung im Harn. Bei Fett- u. Zuckernahrung ist keine Steigerung des Reststickstoffes im Blute festzustellen. Wird durch eine Diät die Wasserverteilung im Organismus gestört, so leidet darunter der Nucleinstoffwechsel, auch wenn die Diät nucleinfrei ist. (Klin. Wschr. 12. 738—41. 1933.) ROHR.

**Werner Schuler**, *Die Harnsäuresynthese im Vogelorganismus*. Vf. zeigte an Verss. mit Nieren- u. Leberschnitten von Tauben, daß die eigentliche Harnsäuresynthese nicht in der Leber, sondern in der Niere der Vögel erfolgt u. an überlebendes Gewebe gebunden ist, weiter, daß für diese Synthese ein in der Leber vorgebildeter Stoff verwendet wird, der beim Aufkochen in Lsg. keine Zerstörung erleidet. Dieser vorgebildete Stoff findet sich außerdem in der Muskulatur, im Herz u. im Blut. Vf. kam zu dem Resultat, daß dieser vorgebildete Stoff nicht Harnstoff ist, da es weder gelang, durch Zusatz der vermuteten Vorstufen der Harnsäuresynthese in Kombination mit Harnstoff u.  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  zu den Vers.-Gemischen eine Steigerung der Harnsäurewerte zu erzielen, noch Harnstoff mit der Xanthidromethode in der Leber, Niere oder im Blut der Taube nachzuweisen. (Klin. Wschr. 12. 736—38. 1933.) ROHR.

**Armand J. Quick**, *Die Synthese der Hippursäure: eine neue Leberfunktionsprobe*. Nach Eingabe von 5,9 g Natriumbenzoat wird der Urin stündlich während der nächsten 4 Stdn. gesammelt u. in den einzelnen Portionen die ausgeschiedene Hippursäure bestimmt, entweder gravimetr. nach Ansäuerung des Urins mit konz. HCl unter Hinzurechnung der gel. Hippursäure, wobei angenommen wird, daß in 100 cem Urin 0,33 g Hippursäure gel. sind, oder durch Formoltitration des durch Salzsäurehydrolyse aus der Hippursäure freigemachten Glykokolls. Bei Erwachsenen wird in der 1. u. 2. Stde. normalerweise je 1 g Hippursäure, in den 4 Versuchsstunden 3—3,5 g ausgeschieden. Bei gestörter Leberfunktion ist die Hippursäureausscheidung vermindert. (Amer. J. med. Sci. 185. 630—35. 1933.) H. WOLFF.



**Hans-Georg Zwerg**, *Die moderne Radioaktivitätsforschung und ihre Bedeutung für die Medizin.* Übersichtsreferat. (Med. Welt 7. 617—20. 1933. Königsberg i. Pr., Univ.) FRANK.

**Friedrich Dessauer**, *Quantenphysik der biologischen Röntgenstrahlenwirkungen. Bemerkung zu der gleichnamigen Arbeit von Herrn Glocker.* Die Grundvoraussetzungen der C. 1932. II. 2321 ref. Arbeit von GLOCKER stehen in Einklang mit den in den Jahren 1922—1923 erschienenen Arbeiten des Vf. (Z. Physik 84. 218—21. 26/7. 1933. Frankfurt a. M.) LESZYNSKI.

**I. Zadek**, *Radiothorium bei leukämischer Myelose. I. (Große Dosierungen.)* (Vgl. C. 1932. II. 1802.) Vf. lehnt die *Strahlentherapie Radiothorium (RdTh)* bei lymphat. Leukämie ab. (Folia haematol. 49. 115—47. 1933. Berlin-Neukölln, II. inn. Abt. d. städt. Krankenh.) F. REUTER.

**W. O. Kermack**, *Biochemie.* (Vgl. C. 1933. II. 1193.) Zusammenfassung neuerer Arbeiten über die parasymph. Wrkg. von Physostigmin u. einigen synthet. Urethanen ähnlicher pharmakolog. Wrkg., über die Rolle des Acetylcholins im parasymph. Nervensystem. Neuere Forschungen über Methionin, Citrullin, Prolysin u. über die Synthese von Harnstoff in tier. Geweben. (Sci. Progr. 28. 286—94. Okt. 1933. Edinburgh, Royal Coll.) POETSCH.

**Marvin R. Thompson, G. E. Cwalina, C. T. Ichniowski und Bertran S. Roberts**, *Vergleichende pharmakologische Untersuchung über Resorption, Verteilung und Ausscheidung einspritzbarer Wismutpräparate.* Verss. an Hunden; untersucht wurden 1.  $\alpha$ -Carboxäthyl- $\beta$ -methylthionooal-Bi-Salz in Öl gel. 2. Wismutnatriumtartrat in wss. Lsg. 3. Kolloidales  $\text{Bi}(\text{OH})_3$  in wss. Lsg. 4. Wismutthioglykolat in wss. Lsg. 5. Wismutnatriumglukonat in kolloidaler wss. Lsg. Die Injektionen fanden intramuskulär statt, der Verbleib in Muskulatur, Leber u. Niere sowie die Ausscheidung im Harn wurde 3 Wochen hindurch bei verschiedener Dosierung von 4,0 bzw. 8,0 mg Bi pro kg verfolgt. Die Resorption aus dem Muskel war bei allen Verbb. günstig, d. h. nach 6 Tagen war das gesamte Bi fast restlos resorbiert, eine gewisse Verlangsamung war nur bei dem in Öl gel. Präparat vorhanden. Das giftigste Präparat (Nr. 4) wurde auch am schnellsten resorbiert. Die Ausscheidung im Harn erfolgte in stärkerem Ausmaße innerhalb der ersten 6 bis höchstens 14 Tage, doch war Bi in Leber u. Niere länger nachweisbar. Erhebliche Unterschiede zwischen den 5 Präparaten bestanden nicht, doch waren gewisse Beziehungen zwischen Resorptionsschnelligkeit u. höherer Speicherung in den Organen vorhanden. Örtlich zeigten die in W. I. Präparate zumeist Gewebsreizung, in tox. Dosen auch Gewebsveränderungen in Leber u. Niere. (Amer. J. Syphilis 17. 205—20. 1933. Baltimore, Univ.) SCHNITZER.

**Pietro Di Mattei**, *Die Schwefelbindung von Pyrrol im tierischen Organismus.* Pyrrol, innerlich oder endovenös gegeben, bewirkt bei Kaninchen im Harn ein Ansteigen der gebundenen  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , wobei das Verhältnis Gesamt: gebundener  $\text{H}_2\text{SO}_4$  abnimmt. In vitro zeigte sich bei 3-std. Stehen bei 38° einer Mischung von Leber-, Darm- oder Nierenextrakt mit Pyrrol u.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  die Bldg. von  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Ethern bei der Leber, beim Darm eine geringe  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Bindung, bei der Niere keine Einw. Die gleichen Verhältnisse ergaben sich bei Verss. in vivo u. Gaben tox. Pyrrolmengen. (Biochim. Terap. sperm 19. 20—26. 1932. Pavia.) GRIMME.

**Guillermo V. Stuckert**, *Betrachtungen über die Pharmakologie und die Toxikologie der Alkaloide von Fagara Coco.* Es werden die Wrkgg. des  $\alpha$ - u.  $\delta$ -Fagarins in verschiedenen Dosen bei Fröschen, Kaninchen u. Hunden angegeben. Bzgl. der Einzelheiten muß auf das Original verwiesen werden. (Invest. Labor. Quim. biol. Univ. nac. Cordoba 1. 106—14. 1933.) WILLSTAEDT.

**Mateo Carusillo und Hermán López Balboa**, *Wirkung einiger Alkaloide von Fagaro Coco bei der normalen Glykämie.* Vorläufige Verss. Fagaridin setzt den Blutzuckergeh. herab, J-Fagarin beeinflusst ihn nicht. (Invest. Labor. Quim. biol. Univ. nac. Cordoba. 1. 189—92. 1933.) WILLSTAEDT.

**Guillermo V. Stuckert**, *Wirkung des  $\alpha$ -Fagarins auf das Froschherz.* (Invest. Labor. Quim. biol. Univ. nac. Cordoba 1. 115—19. 1933.) WILLSTAEDT.

**Guillermo V. Stuckert und Antonio Sartori**, *Einige Modifikationen der Herz-tätigkeit durch intravenöse Injektionen von  $\alpha$ -Fagarin.* (Invest. Labor. Quim. biol. Univ. nac. Cordoba 1. 134—64. 1933.) WILLSTAEDT.

**Antonio Sartori**, *Physiologische Wirkung des  $\alpha$ -Fagarins auf die Atmung.*  $\alpha$ -Fagarin bewirkt bei intravenöser Injektion an Kaninchen Beschleunigung der Atembewegungen u. Erhöhung ihrer Amplitude. Der Blutdruck wird kurze Zeit erniedrigt, dann deut-



lich u. andauernd erhöht. Die Dosis letalis ist 0,026 g pro kg Tiergewicht. (Invest. Labor. Quim. biol. Univ. nac. Cordoba 1. 120—33. 1933.) WILLSTAEDT.

**Guillermo V. Stuckert** und **Antonio Sartori**, *Wirkung des  $\alpha$ - und  $\beta$ -Fagarins auf die Atmung und den Blutdruck bei homoothermen Tieren*. Ähnliche Ergebnisse wie im vorst. Ref. (Invest. Labor. Quim. biol. Univ. nac. Cordoba 1. 165—77. 1933.) WIL.

**Mateo Carusillo**, *Einige Versuche über die physiologische Wirkung des Fagaridins*. Tödliche Dosis (an Hunden): 0,01 g pro kg Tiergewicht (subcutan); 0,003 g pro kg Tiergewicht (intravenös). Der Tod erfolgt durch Atmungslähmung. Ein Totalextrakt der Rinde von Fagara Coco zeigt in großen Zügen dieselbe Wrkg. wie das Fagaridin. (Invest. Labor. Quim. biol. Univ. nac. Cordoba 1. 178—88. 1933.) WILLSTAEDT.

**Hermann Stefan**, *Klinische Erfahrungen mit Evipan-Natrium (E-Na.), einem rasch wirkenden, injizierbaren Einschlaf-, Narkose- und Beruhigungsmittel*. Bei psych. Kranken mit hochgradigen Erregungszuständen leistete die intramuskuläre Applikation von *Evipan-Na* hervorragende Dienste. (Münch. med. Wschr. 80. 808—10. 1933. Jena, Univ.) FRANK.

**Jacobson**, *Indicationen für die Coffetylinanwendung*. *Coffetylin* bewährte sich bei rheumat. Erkrankungen, Neuralgien, Migräne u. ähnlichen Leiden. (Med. Welt 7. 742. 1933. Berlin.) FRANK.

**Walther**, *Carvaseptseifenlösung, ein neues Desinfektionsmittel in der Geburtshilfe*. *Carvaseptseifenslg.* (Herst. CHEM. FABRIK VON HEYDEN) ist ein parfümiertes, 5<sup>0</sup>/<sub>10</sub> Chlorcarvacrol enthaltendes Präparat. Es eignete sich gut zur Händedesinfektion u. zu Spülungen. (Med. Klinik 29. 297. 1933. Gießen.) FRANK.

**Fritz Sonntag**, *Die Behandlung der chronischen Cystitiden und der Schrumpfbhase mittels Argolaval*. *Argolaval*, eine Doppelverb. von AgNO<sub>3</sub> u. Hexamethylentetramin, bewährte sich als vorzügliches Blasesendesinfiziens. (Med. Klinik 29. 297. 1933. Nordhausen a. Harz.) FRANK.

**H. Lüdtke**, *Vergleichende Untersuchungen über das Ol. Chenopodii und sein wirksames Prinzip, das Askaridol*. Vf. prüfte experimentell *Ol. Chenopodii* u. sein wirksames Prinzip, das *Askaridol*. Das „*Askaridol-reine Substanz Bayer*“ übte auf lebende Tiere stärkere tox. Wrkg. aus, als das *Ol. Chenopodii*-SCHIMMEL, hinter welchem das *Askaridol*-SCHIMMEL in seiner vermiziden Fähigkeit wiederholt zurückbleibt. Zusatz von *Askaridol-reine Substanz (BAYER)* zu Kinderblut verändert das Spektrum schneller als gleichstarke Zugaben von *Ol. Chenopodii (SCHIMMEL)*. Das *BAYERSche* Präparat hemmt ferner die Milchgerinnung stärker u. entfaltet stärkere Säurewrkg. als *Ol. Chenopodii*-SCHIMMEL, seine tox. Wrkg. im Tierexperiment ist größer als die des *Ol. Chenopodii (SCHIMMEL)*. Dagegen bewirkt letzteres eine stärkere, mit Kreislaufschwäche einhergehende Stauung in den inneren Organen. (Med. Klinik 29. 611—13. 1933. Rostock, Univ.-Kinderklinik.) FRANK.

**W. Grossmann**, *Erfahrungen mit Stomachysatum Bürger, einem neuen pepsin-, salzsäure- und belladonnafreien Stomachikum*. Das nach dem Dialysierverf. hergestellte Präparat *Stomachysatum* (Herst. YSATFABRIK BÜRGER, Wernigerode) enthält als wichtigste Bestandteile Wermut, Schafgarbe, Gnaphalium u. Rhabarber. Bei Behandlung von Magen- u. Darmerkrankungen leistete das Präparat gute Dienste. (Med. Klinik 29. 680—81. 1933. Charlottenburg.) FRANK.

**Leopold G. Dittel**, *Lacteol bei Darmstörungen der Säuglinge und Kleinkinder*. Mit dem Milchfermentpräparat *Lacteol* (Herst. LABOR. DR. BONCARD, Paris) wurden bei Darmstörungen von Säuglingen u. Kleinkindern gute Resultate erzielt. (Wien. med. Wschr. 83. 262—63. 1933. Wien, Caritas-Verband.) FRANK.

**Kichiro Takemura**, *Die Wirkung von Drogen auf den Aktionsstrom der gestreiften Herzmuskulatur*. II. *Gifte, die speziell auf das autonome Nervensystem einwirken*. (I. vgl. C. 1933. I. 806.) Die weiteren Verss. am Herzmuskelpräparat des Frosches zeigten, daß unter der Wrkg. von *Adrenalin* die Dauer des gesamten Aktionsstromes verlängert u. die R-Zacke erhöht wird. Bei Reizung des peripheren Vagus durch *Pilocarpin* wird der Aktionsstrom verkürzt u. die R-Zacke verkleinert. Bei Einw. von *Atropin* bleibt die Dauer des Aktionsstromes unverändert, während die R-Zacke eine ansteigende Tendenz aufweist. (Acta Scholae med. Univ. imp. Kioto 14. 179—83. 1932. Kioto, Imp. Univ., 3. Med. Klinik.) KLEVER.

**Maria Marsiglia**, *Über die Wirkung des Athanols, Phenols, Veratrins, Strychnins, Nicotins und des Chinidins bei lokaler Anwendung auf verschiedene Gegenden des Herzens der Kröte*. Je nach dem Ort der Applikation am Krötenherz in situ rufen die genannten Stoffe in kleinen Dosen verschiedene Störungen des Herzrhythmus hervor; am Sinus



venosus Extrasystolen u. Hemmungerscheinungen; am Myocard örtliche Reizungen oder Hemmungen. Die Zeit, die zur Erholung benötigt wird, schwankt nach der Natur des verwendeten Stoffes; sie ist kurz für Methanol, Phenol u. Nicotin, sehr lang für Chinidin. (Atti R. Accad. naz. Lincei, Rend. [6] 17. 325—32. 1933. Rom, Univ., Physiolog. Inst.) GEHRKE.

**Bernhard W. Ercklentz**, *Erfahrungen mit Icoral, dem neuen kombinierten Kreislauf- und Atemanaleptikum*. Klin. Bericht. *Icoral* wird als ausgezeichnetes Kollaps- u. Kreislauftherapeutikum bezeichnet. (Münch. med. Wschr. 80. 814—15. 1933. Breslau, Städt. Krankenh. Allerheiligen.) FRANK.

**H. Weese**, *Icoral, ein neues Kreislauf- und Atemanaleptikum*. *Icoral* (I. G. FARBEN) ist ein Kombinationspräparat zweier synthet. dargestellter Basen. Die eine, das m-Oxy-N-äthyl-diäthylamino-äthylaminobenzol, besitzt lobelinartige Wrkg., die zweite, das m-Oxyphenylpropanolamin, auch m-Oxy-norephedrin genannt, erhöht den Blutdruck bei gleichzeitiger Vermehrung der Herzleistung. Das Indicationsgebiet des *Icoral* erstreckt sich demnach auf die Behandlung von Vergiftungen u. den post-operativen oder tox. Kollaps. (Klin. Wschr. 12. 815—16. 1933. Elberfeld, I. G. FARBEN.) FRANK.

**R. Schoen und G. Lemmel**, *Klinische Erfahrungen mit dem neuen Analeptikum Icoral*. *Icoral* bewährte sich als vorzügliches Analeptikum. Bei der Dosierung ist besondere Vorsicht geboten. (Klin. Wschr. 12. 816—18. 1933. Leipzig, Univ.) FRANK.

**Andreas Eugen Klein**, *Über die Teerschwefelbehandlung der Ekzeme mit Sulf-anthren*. *Sulfanthren*, eine Steinkohlenteerschwefelcamphersalbe, erwies sich als äußerst brauchbares, nicht reizendes, juckstillendes Präparat bei Gewerbedermatosen, Psoriasis, u. anderen Hauterkrankungen. (Med. Klinik 29. 749—50. 1933. Wien, Mariahilfer Ambulatorium.) FRANK.

**Thomas V. Williamson, James W. Anderson, Raymond Kimbrough und Austin I. Dodson**, *Die spezifische Wirkung von „Fuadin“ (Fuadin) auf die Granuloma inguinale*. (Vorl. Mitt.) *Fuadin*, das Na-Salz der Antimonyl-III-Brenzcatechindisulfonsäure, das sich, besonders in Ägypten, zur Bekämpfung der Bilharziose bewährt hat, erwies sich als ausgezeichnetes Mittel zur Behandlung des Granuloma inguinale. (J. Amer. med. Ass. 100. 1671—76. 1933. Norfolk, Va. u. Richmond, Va.) H. WOLFF.

**Ernst Edens**, *Die Digitalisbehandlung*. 2., umgearb. Aufl. Berlin, Wien: Urban & Schwarzenberg 1934. (154 S.) 4°. M. 7.—; geb. M. 8.50.

**Guido Fischer**, *Local anesthesia in dentistry*; 4th ed. Philadelphia: Lea & Febiger 1933. (222 S.) 8°. 4.00.

**Sigwald**, *Le sucre, agent thérapeutique*. Coll. Les thérapeutiques nouvelles. Paris: J.-B. Bailière et fils 1933. (68 S.) Br.: 6 fr.

## F. Pharmazie. Desinfektion.

**R. A. Feldhoff**, *Die Herstellung von Präparaten in dem Laboratorium der Apotheke*. Verff. zur Darst. von pharmazeut. Chemikalien, z. T. in Abänderung der D.A.-B. 6-Verff., auf Grund von Fabrikverfahren. (Standesztg. dtsh. Apotheker, Apotheker-Ztg. 48. 1205—08. 18/10. 1933. Drengfurt, Ostpr.) DEGNER.

**K. Müller**, *Bedeutung der Arzneipflanzen in der chemischen und pharmazeutischen Industrie*. (Chim. et Ind. 29. Sond.-Nr. 6 bis. 1014—16. Juni 1933.) DEGNER.

**Rachel Hansche und E. U. Still**, *Über die Eigenschaften von Psylliumsamen*. (Vgl. YOUNGKEN, C. 1933. I. 1651.) Psylliumsamen („blond“) wurden untersucht, u. zwar ganz, die Samenhülle u. der aus dieser gewonnene Gummi für sich. Ergebnisse im Original. (Amer. J. Pharmac. 105. 433—35. Sept. 1933. Chicago, Ill., U. S. A., Pacini Lab., Inc.) DEGNER.

**Georg Buchner**, *Über Myrrhe und Burseracin*. Das aus Myrrhe gewonnene Burseracin, ein Aldehyd noch unermittelter Struktur, wird als Arzneimittel, besonders wegen der häutchenbildenden Eigg. als Wundheilmittel u. als Grundsubstanz für Mundpflegemittel empfohlen. (Seifensieder-Ztg. 60. 777. 25/10. 1933.) HLOCH.

**Robert Adolph Bernhard**, Brighton, New York, V. St. A., *Plastische Klebmassen* zur Befestigung von Binden u. chirurg. Verbänden, bestehend aus 5—40% Celluloseester von einer Viscosität von 5—480 Sek.,  $\frac{1}{2}$ —10% einer Mischung von



Benzoeharz u. Campher, 0,20% ZnO, 40—80% eines Lösungsm. oder einer Mischung von Lösungsmm., wie Aceton, Chlf., A., Isopropylalkohol, Äthylendichlorid. Z. B. setzt sich eine geeignete M. aus 10 g *Celluloseacetat* von einer Viscosität von 480 Sek., 2½ g Benzoeharz, 7½ g Campher, 10 g ZnO, 80 cem Aceton zusammen. (A. P. 1 895 367 vom 9/5. 1930, ausg. 24/1. 1933.) R. HERBST.

T. Mayeda, Hiroshima, *Herstellung von nicht hygroskopischem Natriumbicarbonat*. Natriumbicarbonatpulver wird in einem drehbaren Gefäß den ultravioletten Strahlen der Quarz-Quecksilberlampe (Wellenlänge ungefähr 2650 Å) ausgesetzt. Das so erhaltene, nicht hygroskop. Pulver wird für medizinische Präparate verwendet. (Japan. P. 101 815 vom 19/12. 1931, ausg. 25/8. 1933.) BUCHERT.

Klemens Bergl, Berlin-Wilmersdorf, *Herstellung von kolloidem Calciumcitrat*, dad. gek., daß die Kolloidierung in Ggw. von Extrakten, Pulpen, Proßsäften, Konzentrat u. dgl. von Früchten der Citrusarten als Schutzkolloid durchgeführt wird. Das Prod. soll therapeut. Zwecken dienen. Als Schutzkolloid kommen hauptsächlich solche in Frage, die selbst therapeut. Funktionen ausüben. (D. R. P. 586 371 Kl. 30h vom 2/5. 1931, ausg. 20/10. 1933.) SCHÜTZ.

Knoll A.-G., *Chemische Fabriken*, Ludwigshafen a. Rh. und Wilfrid Klavehn, Mannheim, *Verfahren zur Darstellung von 6-Monoalkyl- bzw. -aralkylamino-2-methylhepten-(2)*. 2-Methylhepten-(2)-on-(6) wird mit primärem Alkyl- bzw. Aralkylaminen kondensiert u. das erhaltene Prod. gleichzeitig oder nachträglich reduziert. Z. B. werden 50,4 g 2-Methylhepten-(2)-on-(6) (I), in 120 cem A. gel., mit 55 g 30%ig. Methylamin versetzt. Man gibt das Gemisch innerhalb 1 Stde. zu 32 g Al u. 200 cem 50%ig. A. Beim Aufarbeiten der Red.-Lsg. erhält man 90—95% 6-Methylamino-2-methylhepten-(2) vom Kp. 176—178° (F. des Pikrats 70°, des Harnstoffderiv. 85°, des Phenylharnstoffderiv. 84,5°). Führt man die Red. nicht aus, so erhält man 6-[N-Dehydromethylamino]-2-methylhepten-(2) vom Kp. 65—67°. Aus I u. Äthylamin wird das 6-Äthylamino-2-methylhepten-(2) vom Kp. 66—68° u. aus I u. Benzylamin das 6-Benzylamino-2-methylhepten-(2) vom Kp. 161—163° (F. des Hydrochlorids 111°) erhalten. Die Prodd. haben *spasmolyt.* Eigg. (Oe. P. 134 561 vom 30/4. 1932, ausg. 25/8. 1933. D. Prior. 1/7. 1931.) NOUVEL.

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Gewinnung von basischen Estern fettaromatischer Säuren*. — Hierzu vgl. E. P. 396 318; C. 1933. II. 3726. Nachzutragen ist folgendes: *α-Phenylbuttersäureester* des 2,2-Dimethyl-3-diäthylaminopropanols (I) hat Kp. 177°, — *Phenylbromallylessigsäureester* von I, Kp. 186°, — *Acetylacrolactinsäure-2,2-dimethyl-3-dimethylaminopropanolesterhydrochlorid*, F. 161°, — *Acetylmandelsäureester* des 2,2-Dimethyl-3-dimethylaminopropanols (II), F. des Hydrochlorids 179°. — Ester aus II u. *racem. Propionylmandelsäure*, F. des Hydrochlorids 139°. — Ester aus Acetylpropasäure (III) u. 2,2-Dimethyl-3-benzylmethylaminopropanol, Öl, nicht destillierbar. — Ester aus III u. 2,2-Dimethyl-3-piperidylpropylalkohol, Öl. — Ester aus I u. Benzilsäure, F. des Hydrochlorids 141—142°. Wird der freie Ester mit Dimethylsulfat auf 80—90° erwärmt, so entsteht eine quaternäre Verb. F. 133—134°. (D. R. P. 586 247 Kl. 12q vom 23/3. 1932, ausg. 19/10. 1933.) ALTP.

Abbott Laboratories, North Chicago, übert. von: George W. Raiziss und Le Roy W. Clemence, Philadelphia, V. St. A., *Herstellung von Quecksilberderivaten von Nitro-m-kresolen*. Nitro-m-kresole werden mercuriert. Z. B. löst man 27,5 g 4-Nitro-m-kresol in 15,4 g NaOH u. 1200 cem W., gibt 114 g Mercuriacetat, gel. in 420 cem W. u. 24 cem Essigsäure, zu, kocht u. filtriert. Man erhält 1-Methyl-3-oxy-4-nitro-2,6-diacetoxymercuribenzol, das bis 300° nicht schm. Aus 2-Nitro-m-kresol entsteht in gleicher Weise 1-Methyl-3-oxy-2-nitro-4,6-diacetoxymercuribenzol, das ebenfalls unter 300° nicht schm. Durch Monomercurieren von 6-Nitro-m-kresol erhält man 1-Methyl-3-oxy-6-nitro-4-acetoxymercuribenzol. Die Prodd. dienen als baktericide Mittel. Hierzu vgl. das Ref. über A. P. 1 630 072; C. 1927. II. 1080. (A. P. 1 928 436 vom 4/12. 1931, ausg. 26/9. 1933.) NOUVEL.

E. R. Squibb & Sons, übert. von: William S. Jones und William Braker, Brooklyn, V. St. A., *Herstellung von 5-Aminodiphenyl-2-carbonsäure*. Man reduziert 3 g 5-Nitrodiphenyl-2-carbonsäure (nachst. Ref.) mit 10 g Sn u. 50 cem HCl, fällt das Sn als Sulfid, filtriert u. dampft das Filtrat ein. Die auskristallisierende 5-Aminodiphenyl-2-carbonsäure dient zur Herst. therapeut. wirksamer Verb. (A. P. 1 922 205 vom 26/1. 1932, ausg. 15/8. 1933.) NOUVEL.

E. R. Squibb & Sons, übert. von: William S. Jones und William Braker, Brooklyn, V. St. A., *Herstellung von 5-Nitrodiphenyl-2-carbonsäure*. Man suspendiert



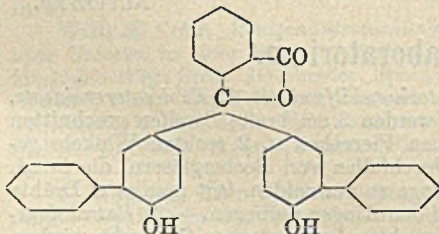
5,2 g 5-Nitro-2-cyandiphenyl (nachst. Ref.) in 75 ccm Eg., 60 ccm  $H_2SO_4$  u. 50 ccm W., erhitzt 8 Stdn. am Rückflußkühler, verd. mit dem gleichen Vol. W., filtriert, wäscht den Nd. mit W. u. trocknet im Vakuum. Die entstandene 5-Nitrodiphenyl-2-carbonsäure dient zur Herst. *therapeut.* wirksamer Verbb. (A. P. 1 922 206 vom 15/2. 1932, ausg. 15/8. 1933.)

NOUVEL.

**E. R. Squibb & Sons**, übert. von: **William S. Jones** und **William Braker**, Brooklyn, V. St. A., *Herstellung von 5-Nitro-2-cyandiphenyl*. Man diazotiert 25 g 5-Nitro-2-aminodiphenyl (erhältlich durch Verseifen von 5-Nitrodiphenyl-2-p-toluolsulfonsäureamid) mit 24 ccm konz. HCl u. 10,44 g  $NaNO_2$ . Der Überschuß des letzteren wird durch Harnstoff zerstört. Man gibt die Lsg. innerhalb  $\frac{1}{2}$  Stde. bei 90° zu einer Lsg. von 50 g  $CuSO_4$  u. 56 g KCN in 300 ccm W., erhitzt 6 Stdn., filtriert u. krystallisiert aus A. um. Das erhaltene 5-Nitro-2-cyandiphenyl schm. bei 132—134°. Es dient zur Herst. *therapeut.* wirksamer Verbb. (A. P. 1 922 207 vom 15/2. 1932, ausg. 15/8. 1933.)

NOUVEL.

**E. R. Squibb & Sons**, Brooklyn, übert. von: **Sidney E. Harris**, Brooklyn und **Walter G. Christiansen**, Bloomfield, V. St. A., *Herstellung von Diphenylphenolphthalein und dessen Substitutionsprodukten*. Man erhitzt 10 g Phthalsäureanhydrid, 36 g o-Oxydiphenyl u. 8 g  $H_2SO_4$  4 Stdn. auf 130—140°. Beim Aufarbeiten erhält man o,o'-Diphenylphenolphthalein der nebenst.



zur Herst. von *therapeut.* wirksamen Mitteln. (A. P. 1 922 240 vom 23/5. 1931, ausg. 15/8. 1933.)

NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Ludwig Benda**, Frankfurt a. M., und **Otto Sievers**, Frankfurt a. M.-Höchst), *Herstellung wässriger Lösungen von Acridinsalzen* von hochmolekularen Fettsäuren, Olefincarbonsäuren u. aus diesen gewonnenen Esteräthansulfonsäuren, dad. gek., daß man auf diese Verbb. in Ggw. von W. einen Überschuß eines Alkalisalzes von der in diesen Verbb. enthaltenen Säure oder von anderen hochmolekularen Fettsäuren, Olefincarbonsäuren oder aus diesen gewonnenen Esteräthansulfonsäuren einwirken läßt. — Man löst z. B. 3,6-Diaminoacridin-stearat in einer Lsg. von ölsäurem Na oder 3,6-Diaminomethylacridinium-palmitat in einer Lsg. des Prod. aus Ölsäurechlorid u. oxyäthansulfonsäurem Na oder das nach D. R. P. 557 250; C. 1932. II. 3580 aus 3,6-Diamino-10-methylacridiniumchlorid u. Ölsäureoxyäthansulfonatester erhaltene Prod. in 3%ig. Na-Palmitatlsg. — Die Lsgg. sind zu Injektionen verwendbar. (D. R. P. 585 597 Kl. 12p vom 17/12. 1931, ausg. 5/10. 1933.)

ALTPETER.

**Hans P. Kaufmann**, Münster i. W., *Darstellung von Verbindungen des Coffeins* mit Calcium- und Strontiumrhodanid, dad. gek., daß man Coffein (I) mit  $Ca(SCN)_2$  (II) bzw.  $Sr(SCN)_2$  (III) bei Ggw. von W. vereinigt. — Man löst z. B. 8 Teile I in 30 Teilen 40%ig. Lsg. von II oder 24 Teile I in einer Lsg. von 10 Teilen II in 30 Teilen W. oder 14,1 Teile I in einer Lsg. von 10 Teilen III in 30 Teilen W. — Durch Einengen erhält man II. Prodd., die *therapeut.* verwendbar sind. — Hierzu vgl. auch D. R. P. 578 487; C. 1933. II. 1552. (D. R. P. 586 514 Kl. 12p vom 8/5. 1928, ausg. 21/10. 1933.)

ALTPETER.

**Chappel Brothers Inc.**, übert. von: **Arthur E. Meyer**, Rockford, Illinois, V. St. A., *Herstellung von Chondroitinverbindungen*. Von anhaftendem Gewebe befreite Knorpel werden mit W. unter Zugabe von wenig HCHO-Lsg. 2 Tage stehen gelassen; dann wäscht man die M. aus, zerkleinert sie in einem Fleischwolf u. behandelt sie mit 2 $\frac{1}{2}$ %ig. NaOH 2 Tage bei Zimmertemp. Hierauf preßt man die M. ab, säuert den Preßsaft mit  $CH_3COOH$  an, trennt den Nd. ab u. behandelt die Lsg. mit einem Adsorptionsmittel bei Zimmertemp., neutralisiert mit  $CaCO_3$ , filtriert das Adsorptionsmittel ab u. gießt die Lsg. in das 3-fache Vol. A. Der Nd. wird im Vakuum getrocknet. — Durch die Vorbehandlung mit HCHO werden die Proteine unl. gemacht. — Das Prod. ist wirksam gegen Verdauungsstörungen. (A. P. 1 929 786 vom 20/3. 1933, ausg. 10/10. 1933.)

ALTPETER.



**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Gewinnung von Wuchshormonen bzw. deren Estern*, dad. gek., daß man 1. die pflanzliche Wuchshormone enthaltenden Ausgangsstoffe nach Zusatz von Säure mit W. oder organ. Lösungsm. extrahiert, nötigenfalls den Extrakt mit einer mit W. nicht mischbaren Fl. aufnimmt, u. aus der erhaltlichen Lsg. die Wuchsstoffe durch schwache Alkalien — gegebenenfalls auch durch stärkere Alkalien, die nachträglich abgestumpft werden — extrahiert, u. gegebenenfalls die Wuchsstoffe aus der schwach alkal. Lsg. nach dem Ansäuern durch Extraktion abtrennt u. einer weiteren Reinigung unterwirft, — 7 weitere Ansprüche. — Man schüttelt z. B. mit  $H_2SO_4$  angesäuerten *Schwangereharn* mit Bzl. aus, dieses mit 5%ig.  $NaHCO_3$ -Lsg. u. letztere nach Ansäuern mit Ä. Aus 200 l Harn erhält man 80 g eines Rückstandes mit  $2 \cdot 10^9$  Avena-Einheiten (A.E.) = etwa 25 000 A.E. je mg. Durch Extraktion mit Pae., Reinigen des Prod. mit 60%ig. A., Bzl. u. Fällen mit Pb-Acetat erhält man schließlich nach Verseifen mit methylalkoh. HCl u. Reinigen durch Hochvakuumdest. ein *Prod.* vom F. 172°, das je mg  $3 \cdot 10^7$  A.E. enthält. — Als Ausgangsstoff kann man auch *Schlempen* der Gärungsindustrie oder mit *Bacterium coli* behandeltes WITTE-Pepton verwenden. (D. R. P. 586 246 Kl. 12p vom 18/12. 1931, ausg. 19/10. 1933.)  
ALTPEFER.

## G. Analyse. Laboratorium.

**W. Kerckhoff**, *Einige praktische Laboratoriumshilfsmittel*. 1. *Exsiccatoreinsatz*. Aus 0,5 mm starkem Al- oder Messingblech werden 3 cm breite Streifen geschnitten u. zu 3 ineinandersteckbaren, einseitig offenen Vierecken u. 2 rechten Winkeln gebogen. — 2. *Wasserbadssicherung*. Um das Durchfallen von Bechergläsern, die in sd. W. erhitzt werden sollen, durch die W.-Badringe zu vermeiden, legt man zwei Drähte um das Glas, so daß die verdrehten Enden auf den Ringen aufliegen. — 3. *Extraktionsapparat*. Ein im Stopfen des Kolbens eingesteckter 1 mm starker Cu-Draht wird so zu einer Schlaufe gebogen, daß die Extraktionshülse unterhalb des Rückflußkühlers eingesetzt werden kann. (Chemiker-Ztg. 57. 866. 1/11. 1933. Berlin-Schöneberg.)  
R. K. MÜLLER.

**W. v. Meyeren**, *Neue vakuumtechnische Hilfsmittel für Chemiker*. Vf. beschreibt eine kleine rotierende Ölpumpe, die zum Betrieb nur 25 ccm Öl erfordert u. für chem. Arbeiten besonders geeignet ist, u. einen Durchmesser (Vakuskop nach GAEDE), der eine Kombination eines abgekürzten Manometers mit einem MAC LEOD-Monometer darstellt. Hersteller beider App.: E. LEYBOLDs Nachf., Köln. Ferner wird eine neue Ausführungsform des abgekürzten Barometers beschrieben. (Chem. Fabrik 6. 449. 1/11. 1933. Karlsruhe.)  
R. K. MÜLLER.

**L. v. Szeszich** und **H. Vollbrecht**, *Kontinuierlich arbeitende Laboratoriumsapparatur für Hochdruckreaktionen*. Als Rk.-Gefäß verwenden Vf. einen vertikalen, durch elektr. Widerstandsheizung erhitzten Blockofen, in dessen als Rk.-Raum dienende zentr. Bohrung ein Einsatzgefäß mit dem Katalysator druckfest eingeschraubt wird, wobei den unteren Verschuß ein Siebboden (federnd eingesetzte Kappe) bildet; die Temp.-Messung erfolgt in einer zweiten Bohrung des Blockes. Die Fl. wird mittels einer Kolbenpumpe mit veränderlichem Hubvol. eingeführt; das Hubvol. wird durch Hubverstellung geregelt; als Abdichtung des Kolbens dient eine aus selbstschmierenden, mit Fett gefüllten Bleiasbestringen bestehende Stopfbüchse. Der Gaskompressor ist ein liegender, dreistufiger, einkurbeliger Hochdruckkompressor mit Messingzylindern, in die Stahlbüchsen eingezogen sind; als Ventile werden selbsttätige, aus Sonderstahl gefertigte Plattenventile verwendet; der Antrieb des Kompressors erfolgt unter Umgehung der Pleuelstange ähnlich wie bei der Pumpe. Als Regulierventile dienen Nadelventile, als Verb. der einzelnen App.-Teile Stahlrohre. Die Apparatur eignet sich bei geringem Raumbedarf zur kontinuierlichen Ausführung zahlreicher Hochdruckkk. (Chem. Fabrik 6. 469—71. 15/11. 1933. Konstanz.)  
R. K. MÜLLER.

**Ole Lamm**, *Eine neue Methode zur Bestimmung des Konzentrationsgradienten in der Ultrazentrifugenzelle*. Die neue Methode gründet sich auf die Krümmung eines Lichtbündels beim Durchgang durch inhomogene Medien (vgl. C. 1929. I. 677). Auf der einen Seite der Zelle wird eine transparente Skala befestigt u. von der anderen Seite durch die planparallelen Gefäßwände hindurch photographiert. Infolge der Krümmung der Lichtstrahlen beim Durchgang durch die Lsg. ist das Skalenbild verzerrt. Die Verschiebung der Skalenstriche ist dem Gradienten des Brechungsindex u. damit dem Konz.-Gradienten in der Lsg. proportional. Diese Methode ist nach Angabe des Vf.



genauer als die Absorptionsmethode u. in manchen Fällen die allein brauchbare. — Eine andere Refraktionsmethode, die zur Unters. des Sedimentationsgleichgewichts bestimmt ist, verzichtet auf photograph. Aufnahmen u. beruht auf der Verschiebung u. Verbreiterung des von einem beleuchteten Spalt kommenden Lichtbündels infolge der verschiedenen Ablenkung in verschiedenen Höhen der Lsg. Die Schichthöhe u. Ablenkung werden an Mikrometerschrauben abgelesen. (Nature, London 132. 820—21. 25/11. 1933. Uppsala, Univ., Lab. of Phys. Chem.) ZEISE.

**Paul De Ceuster**, *Eine Mikromethode zur Dampfdichtebestimmung nach Meyer*. Nach einer histor. Übersicht über die früheren Bemühungen, die Mol.-Gew.-Best. nach MEYER zu einer Mikromethode umzugestalten, wird der neue App. beschrieben. Dieser besteht im wesentlichen aus der üblichen Anordnung, die nur viel kleiner ausgeführt ist; die Substanz (7—15 mg) befindet sich in einem offenen, an eine Capillare angeblasenen Kugelchen, das man in das durch Anilindampf erwärmte Verdampfungsgefäß einwirft. Die verdrängte Luft wird in einer 3 ccm fassenden Bürette über Hg aufgefangen. Nach den Belegen kann eine Genauigkeit von mehr als 1,5% erreicht werden. (Naturwetensch. Tijdschr. 15. 189—91. 10/10. 1933. Ostende, Hoojer Techn. Inst.) CLUSIUS.

**Willi M. Cohn**, *Röntgenuntersuchungen bei hohen Drucken*. Kurzer Vortragsbericht über Unters. in einer BRIDGMAN-Bombe. Ein monochromat. Röntgenstrahl passiert folgenden Weg: Spalt, Be-Fenster, Spalt, Probekörper, Fenster aus amorphem Material (Bakelit, Glas). Der Film befindet sich außerhalb der Bombe. Es wurden Verss. mit hydrostat. Drucken bis zu 3000 at angestellt, die gewisse Zustandsänderungen der untersuchten Krystalle erkennen lassen. (Physic. Rev. [2] 44. 326—27. 15/8. 1933. Berkeley, Calif.) SKALIKS.

**R. Glocker**, *Über die Grundlagen einer quantitativen Röntgenanalyse der Konzentration von Metallphasen in einer Legierung oder Mischung*. An Hand der wichtigsten veröffentlichten Arbeiten wird das Verf. der „Krystallitrontgenanalyse“, d. h. die Best. der Konz. der verschiedenen Krystallarten in einem Stoff besprochen. Im Gegensatz zur Röntgenspektralanalyse, welche die Menge der in dem betreffenden Stoff vorhandenen Atomarten unabhängig von der Art ihrer Bindung angibt, lassen sich hier keine allgemeinen Regeln aufstellen, sondern die Entscheidung muß von Fall zu Fall getroffen werden. (Metallwirtsch., Metallwiss., Metalltechn. 12. 599—602. 20/10. 1933. Stuttgart. Röntgenlab. d. Techn. Hochsch.) SKALIKS.

**T. Sueno**, *Die Verwendung von Standardglaspulver zur Bestimmung der Brechungs-exponenten*. Gaspulver mit bekannten Brechungsexponenten werden mit dem zu bestimmenden Mineral in Pulverform in Fl. eingebettet, welche denselben Brechungsexponenten wie die Mineralkörner besitzen. Das Glas u. die Fl. werden so lange gewechselt, bis die Lichtbrechung von Glas, unbekanntem Mineral u. Fl. dieselbe ist. Auf diese Weise wird eine umständliche Kontrolle der Lichtbrechung der Einbettungsfl. erspart. (Amer. Mineralogist 18. 421—30. Okt. 1933.) ENSZLIN.

**Peter Wulff**, *Sieben Jahre technische  $p_H$ -Messung mit der Indicatorfolie*. (Vgl. C. 1927. I. 922.) Die Indicatorfolien (Cellulosemembranen) enthalten neben Farbindikatoren nach CLARK u. LUBS stets ein mit dem Indicatorsalz aufgenommenes pufferndes System. Vf. untersucht die die Genauigkeit der  $p_H$ -Messung bestimmenden Faktoren. Bei Anwendung in alkal. Lsgg. ist der Einfluß der  $CO_2$  der Luft zu beachten. Die zur Abscheidung von Elektrolyteisen verwendeten konz. Lsgg. müssen vor der Unters. verd. werden, ähnliches gilt auch für alkoh. Lsgg. Für die Prüfung der Acidität von Zellstoff u. Papier, der Stabilität von Nitrocellulose u. des Säuregeh. von Leder u. Textilien können Folie u. Substrat angefeuchtet zusammengepreßt werden. Bei schlecht gepufferten Lsgg. werden zweckmäßig dreifach zusammengefaltete Folien verwendet. Neu sind „Reaktionsfolien“ zur rohen Einschätzung der Acidität mit einer  $p_H$ -Abstufung von 0,5 Einheiten im Bereich von  $p_H = 4,5$ —8,5 (Ersatz für Reagenspapier). — Vf. gibt eine Zusammenstellung der Fabrikationsprozesse u. Unters.-Gebiete, in denen sich die Indicatorfolie bereits bewährt hat u. diskutiert die Anwendungsmöglichkeit in der Bodenkunde, bei der Kesselwasserprüfung u. in der Seifenfabrikation. (Chem. Fabrik 6. 441—43. 25/10. 1933. München, Univ., Physik.-chem. Inst.) R. K. MÜ.

**Ivon R. Taylor** und **James H. Birnie**, *Ein Mikrogefäß für Bestimmungen der Wasserstoffionenaktivität biologischer Flüssigkeiten mit der Glaselektrode*. Es wird die Herst. u. Handhabung eines Mikrogefäßes ausführlich beschrieben, das im wesentlichen aus einem Dreivegehahn aus Pyrexglas besteht, der im Innern eine dünne Glasmembran enthält u. in den eine Ag—AgCl-Elektrode eingekittet ist. Da der App. für ca. 0,03 ccm



Fl. eingerichtet ist u. keine  $\text{CO}_2$ -Fehler zuläßt, ist er für biolog. Fl. sehr gut geeignet; er wurde bei der Messung des  $\text{pH}$  von Körperfl. von Larven u. Puppen von mehr als 500 Insekten erprobt. Die erreichbare Genauigkeit ist zwischen  $\text{pH} = 5,24$  u.  $7,22$   $0,01$   $\text{pH}$ -Einheiten. (Science, New York [N. S.] 78. 172—74. 25/8. 1933. Brown Univ.) ERBE.

#### Elemente und anorganische Verbindungen.

**F. Garelli**, *Die Bestimmung des Phosphors und des Arsens in organischen Verbindungen mit Hilfe der calorimetrischen Bombe.* (Vgl. C. 1933. I. 3222; C. 1933. II. 579.) (Chim. et Ind. 29. Sond.-Nr. 6 bis. 262—63. Juni 1933.) W. A. ROTH.

**F. E. Roach**, *Stahlanalyse mit dem Spektrographen.* Die Unters. erfolgt in der Weise, daß zwischen zwei Stäben der Probe ein elektr. Lichtbogen gezogen wird, das durch einen Spalt fallende Licht mittels eines Prismas zum Spektrum ausgezogen wird u. zur Einw. auf eine photograph. Platte kommt. Durch logarithmische Vergrößerung des Schlitzes im Laufe der Belichtung der Platte wird eine keilförmige Form der Linien hervorgerufen, deren Länge ein Maß für die im Stahl enthaltenen Mengen des betreffenden Elementes darstellen. Die Lage der Linien wird durch Vergleichsverss. ermittelt. Es lassen sich folgende Elemente in den Grenzen von  $0,001$ — $2\%$  quantitativ im Stahl ermitteln: Cr, Mn, Li, Ti, V, Sn u. Cu. (Metal Progr. 23. Nr. 6. 27—29. Juni 1933. Delaware, Perkins Observatory.) HJ. v. SCHWARZE.

**F. Twyman** und **A. Harvey**, *Spektroskopische Bestimmung von Nickel, Mangan und Chrom in Stahl.* Die spektroskop. Best. wird nach Verss. der Vf. dadurch vereinfacht, daß der logarithm. Wert des jeweiligen Geh. gegen den logarithm. Wert der Intensität der betreffenden Spektrallinie aufgetragen wird. Ein derartiges Auftragen ergibt eine gerade Linie, die meist schon nach zwei Verss. gezeichnet werden kann. Verwendet man, wie beschrieben, die Intensitäten der Linien, wie sie mittels des logarithm. Sektorschlitzverschlusses erhalten werden, werden besonders genaue Ablesungswerte erzielt. (J. Iron Steel Inst. 126. 397—407 [Diskussion 408—12]. 1932. London.) HJ. v. SCHWARZE.

**Alfred W. Scott**, *Anwendung des Dimethylglyoxim-Benzidin-Nachweises für Kobalt im üblichen Gange der qualitativen Analyse.* Der Dimethylglyoxim-Benzidinnachweis für Co (vgl. CHIAROTTINO, C. 1933. I. 2145) wird vom Vf. zur Erkennung von Co in Ggw. von viel Ni folgendermaßen ausgeführt: Die Sulfide des Co u. Ni werden in HCl u. wenig  $\text{HNO}_3$  gel., filtriert, das Filtrat trocken gedampft, der Rückstand in wenig verd. Eg. gel. u. nach Zusatz von 1 g festem Na-Acetat mit  $0,5$  cem  $0,5\%$ ig. alkoh. Benzidinlsg. u. einem Überschuß alkoh. Dimethylglyoximlsg. versetzt. Der Ni-Nd. wird abfiltriert. Bei Ggw. von Co ist das Filtrat rot gefärbt. Bei Anwesenheit sehr geringer Co-Mengen kann die Färbung durch Zusatz von festem Na-Acetat u. mehrstündiges Stehenlassen intensiver erhalten werden. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3647 bis 3648. Sept. 1933. Athens, Georgia, Univ.) ECKSTEIN.

**J. Maly**, *Rationelle Analyse von Vernickelungssalzen.* 1. In Vernickelungssalzen, die meist aus Ni,  $\text{NH}_4$ , Mg, Na,  $\text{SO}_4$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{BO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  u. Citronensäure bestehen, werden  $\text{H}_3\text{BO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$  durch Extraktion im Soxhletapp. mit Ä. isoliert, trocken gedampft, in W. gel.,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  mit  $0,1$ -n. NaOH u. Methylorange als Indicator titriert,  $\text{H}_3\text{BO}_3$  nach Zusatz von Glycerin ebenfalls mit  $0,1$ -n. NaOH u. Phenolphthalein als Indicator titriert. 2. Ni (u. meist auch etwas Co) werden elektrolyt. bestimmt. 3. Mg wird aus der eingeengten Lsg. mit SCHAFFGOTScher Lsg. als  $\text{MgCO}_3$  gefällt u. als MgO bestimmt. 4. In dem Filtrat hiervon ermittelt man die Alkalisalze durch Eindampfen mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . 5. Die Best. der Gesamt- $\text{H}_2\text{SO}_4$ , der Chloride, des  $\text{NH}_4$  u. des Glühverlustes erfolgt nach bekannten Verf. 6. Citronensäure wird mit Reagens nach DENIGES (5 g HgO in 20 cem konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , verdünnt mit 100 cem W.) gefällt, mit  $\text{KMnO}_4$  oxydiert, abfiltriert, getrocknet u. gewogen. 7.  $\text{H}_2\text{O}$  wird auf indirektem Wege aus dem Glühverlust berechnet. Ausführliche Beschreibung der Berechnung der genauen Zus. einiger Salze. (Chemiker-Ztg. 57. 823—24. 18/10. 1933.) ECKSTEIN.

**G. Tartarini**, *Neue Farbreaktionen der Kupfer-I-salze.* Vorläufige Mitteilung. Während  $\text{Cu}^{++}$ -Salze nach BLAU (Mh. Chem. 19 [1898]. 683) mit  $\alpha, \alpha$ -Dipyridyl u. o-Phenanthrolin keine merklichen Farbrrk. geben, treten bei Einw. von Red.-Mitteln auf die Komplexverb. intensive Färbungen ein. Der aus 100 cem  $1/10$ -n.  $\text{CuSO}_4$ -Lsg., 400 cem  $1/10$ -n. KSCN-Lsg. u. 300 cem  $0,7\%$ ig. Dipyridyllsg. erhaltene hellgrüne Nd. nimmt bei Erhitzen zum Kp. unter Zusatz von 100 cem  $10\%$ ig.  $\text{NaHSO}_3$ -Lsg. rotbraune Farbe an; beim Abkühlen scheiden sich orangefarbene Krystalle aus, die nach Trocknung im Vakuum der Formel  $\text{CuSCN} \cdot \text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2$  entsprechen u. in W. unl., in A.



swl., in alkoh. Dipyridylsg. mit tieferer Farbe l. sind (unter Bldg. neuer Komplexe?). In analoger Weise wird mit Phenanthrolin ein gelborangeres Pulver der Zus.  $CuSCN \cdot C_{10}H_8N_2$  erhalten, das mit Phenanthrolinüberschuß dunkelblau gefärbt wird. Eine mit Hydrazinchlorid reduzierte ammoniakal.  $CuSO_4$ -Lsg. gibt nach Zusatz von Dipyridylüberschuß, Erhitzen zum Sieden u. Zugabe von KJ einen krystallinen roten Nd. von  $CuJ \cdot C_{10}H_8N_2$ , der in A. unl., in alkoh. Dipyridylsg. mit tieferer Farbe l. ist. Aus einer Lsg. von  $CuSO_4$  u. Phenanthrolin (1:2) bildet sich ein gelblicher Nd., der nach Verd. der Lsg., Zugabe von  $NaHSO_3$  u. Erhitzen zum Sieden in dunkelblauviolette, nadelförmige Krystalle der Zus.  $CuJ \cdot 2C_{10}H_8N_2$  übergeht; diese sind in A. mit rotbrauner Farbe l. u. müssen daher mit k. W. gewaschen werden. (Gazz. chim. ital. 63. 597—600. Sept. 1933. Bologna, Univ., Inst. f. allg. Chemie.) R. K. MÜLLER.

I. A. Kadaner, *Untersuchungsmethode für elektrolytisch affiniertes Gold*. 8—10 g des zu untersuchenden Au werden in einem 250-ccm-Erlenmeyerkolben mit 15—18 ccm  $HNO_3$  (D. 1,4) u. nur der doppelten Anzahl ccm HCl versetzt, 10—15 Minuten auf dem Sandbade erhitzt, wobei sich das Au vollkommen klar löst. Zu der abgekühlten Lsg. wird darauf etwa die dreifache Menge dest. W. zugesetzt. Bei Abwesenheit von Ag bleibt die Lsg. klar, bei Ggw. von Ag trübt sich die Lsg. infolge von AgCl-Abscheidung. Durch leichtes Erwärmen ballt sich der Nd. zusammen u. läßt sich abfiltrieren u. wie üblich bestimmen. (Nichteisenmetalle [russ.: Zvetnye Metally] 7. Nr. 7/8. 137—38. 1932.) KLEVER.

#### Organische Substanzen.

R. W. Bost, J. O. Turner und R. D. Norton, *Die Identifizierung von Mercaptanen mit 2,4-Dinitrochlorbenzol*. 2,4-Dinitrochlorbenzol wird zur Identifizierung von Mercaptanen vorgeschlagen, weil es rasch mit allen bisher untersuchten Mercaptanen stabile, feste Verb. mit scharfem F. in ausgezeichneter Ausbeute gibt, die gut zu reinigen sind. Es entstehen Alkyl- u. Aryldinitrophenylthioäther, die leicht in essigsaurer Lsg. mit  $KMnO_4$  zu den entsprechenden Sulfonen oxydiert werden können.

Versuche. *Darst. der Sulfide*. Eine allgemeine Vorschrift wird gegeben. Die Kondensation zwischen dem Natriummercaptid u. 2,4-Dinitrochlorbenzol erfolgt in alkoh. Lsg. Zur Vervollständigung der Rk. (die meisten Mercaptane reagieren sehr rasch) kocht man 10 Min. auf dem W.-Bad unter Rückfluß. Aus der h. Lsg. krystallisiert das Sulfid beim Erkalten in goldgelben Nadeln. Umkrystallisation aus absol. A. bis zu konstantem F. (zumeist nach einmaligem Umlösen erreicht). Die hergestellten Alkyl- u. Aryldinitrophenylthioäther (20 Verb.) sind mit den FF. u. Analysen (S-Bestst.) in einer Tabelle zusammengestellt. — *Darst. der Sulfone*. Sulfid in Eg. lösen u. bei Zimmertemp. mit  $KMnO_4$  (50% Überschuß) in W. behandeln. Überschuß von  $KMnO_4$  mit schwefliger Säure entfernen. Das Sulfon fällt, event. nach Zugabe von Eis, direkt aus der Lsg. aus. Es wird aus absol. A. umkrystallisiert. Die Sulfone bilden farblose Nadeln mit scharfem F. u. werden wiederum in einer Tabelle zusammengefaßt. Die beschriebenen Rkk. lassen sich mit geringen Substanzmengen in sehr kurzer Zeit durchführen. (J. Amer. chem. Soc. 54. 1985—87. Chapel Hill u. Syracuse, Chem. Lab. of the Univ.) SCHÖBERL.

J. Bougault und J. Leboucq, *Bestimmung von Formaldehyd in Methylolen*. In einem kon. Kolben versetzt man 0,05—0,1 g der Probe mit 5 ccm W. u. 60 ccm NESSLERS Reagens u. stellt 5—10 Min. in sd. W. Abkühlen u. Zugeben unter Kühlung von HCl im geringen Überschuß, darauf 20 ccm  $1/10$ -n. Jodlsg. Schütteln bis zur Lsg. von Hg u. Hg-Salzen, titrieren mit  $1/10$ -n. Thioisulfatlsg. 1 Mol. Formaldehyd = 2 Jod. — Bei der Best. von Methylenmethylolen verseift man zunächst mit 25%ig.  $H_2SO_4$ , dest. ab u. bestimmt im Destillat das Formaldehyd. (Bull. Acad. Méd. 108 (3) 96. 1301—03.) GRIMME.

#### Bestandteile von Pflanzen und Tieren.

Fr. Rappaport und Fr. Gottdenker, *Eine Apparatur zur Bestimmung des Sauerstoffverbrauches von Kleintieren*. Die Best. des  $O_2$ -Verbrauchs erfolgt in einem ventillosen App. in kurzfristigen Vers.-Perioden mittels eines Spirometers, das nicht als Luftreservoir, sondern als Vol.-Messer dient. (Biochem. Z. 258. 460—66. 1933. Wien, Univ., Inst. f. allgem. u. exp. Pathol., u. S. Canning Childs-Spital u. Forschungsinst.) SIMON.

Wolfgang Lintzel, *Zur Methodik der Mikrobestimmung des Eisens in biologischem Material*. Zur Eisenbest. wird die Rotfärbung von  $Fe^{II}$  mit  $\alpha, \alpha$ -Dipyridyl benutzt. — 5 ccm Milch + 1 ccm konz.  $H_2SO_4$  + 5 ccm  $HNO_3$  mit Glasperle im Kjeldahlkolben



bis zum Auftreten weißer Dämpfe kochen, 10 Tropfen Perhydrol zufügen, bis zur Farblosigkeit erhitzen. Nach dem Abkühlen mit 2 cem 2<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. NaHSO<sub>3</sub>-Lsg. versetzen, kochen, dann unter Kühlung mit Ammoniak gegen Paranitrophenol alkalisieren. Nach dem Überführen in das kalibrierte Reagensglas wird n. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bis zur Farblosigkeit des Indicators u. 0,5 cem 0,4<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. Dipyridylsg. u. 0,5 cem Hydrochinonlsg. (4 g Hydrochinon in 100 cem <sup>1</sup>/<sub>20</sub>-n. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) hinzugefügt u. gegen eine Standardlsg. colorimetriert. (Z. ges. exp. Med. 86. 269—74. 1933. Berlin, Landwirtsch. Hochschule, Tierphysiol. Inst.) WADEHN.

**F. Timm**, *Histochemischer Quecksilbernachweis*. Ultramikroskop. Nachweis von Hg in Gewebsschnitten nach Überführung in HgS durch H<sub>2</sub>S u. Nachbehandlung mit HCl. Die Schnitte müssen opt. leer gemacht werden, was am besten mit Hilfe der Durchtränkung mit Brombenzol gelingt. (Z. ges. exp. Med. 88. 191—95. 1933. Leipzig, Inst. gerichtl. Med.) SCHNITZER.

**H. Bohnenkamp** und **W. Linneweh**, *Über Bleivergiftung und Bleinachweis*. Als brauchbares u. empfindliches Verf. zum Nachweis von sehr geringen Mengen Pb für klin. Zwecke eignete sich am besten das Diphenylthiocarbazonverf. Vff. haben die Methode für klin. Zwecke so ausgearbeitet, daß noch mit Sicherheit 0,1  $\gamma$  Pb im Harn nachzuweisen ist. Auch mit lichtstarken Quarzspektrographen gelang es nicht, den *Pb-Nachweis* so einfach u. so empfindlich zu gestalten wie mit der Diphenylthiocarbazonmethode. Bzgl. Einzelheiten vgl. Original. (Dtsch. Arch. klin. Med. 175. 157—69. 1933. Würzburg, Univ.) FRANK.

**Christian Hackmann** und **Hans Julius Wolf**, *Eine neue Mikromethode zur direkten Bestimmung des Wassergehaltes im Blute*. Best. des W.-Geh. durch Registrierung der Verdünnungswärme durch Einbringen des in Ampullen eingeschmolzenen Blutes in eine konz. Lsg. von ZnCl<sub>2</sub> (1 kg auf 400 cem W.). Die Ampulle mit Blut wird in ein Calorimeter (Dewargefäß) gebracht, das die ZnCl<sub>2</sub>-Lsg. enthält, bei konstanter Temp. zertrümmert u. die Temp. in Form einer Gangbeobachtung in 3 Perioden beobachtet. Die rechner. Operationen zur Ermittlung des wahren Temp.-Anstiegs werden beschrieben. Die Genauigkeit hängt von der Menge des Ausgangsmaterials ab, die Fehlerbreite beträgt bei 30—60 mg Blut 0,5—1%. Die calorimetr. Bestst. ergaben einen W.-Geh. des Venenblutes von 83,6%, was mit genauen Trockensubstanzbest. gut übereinstimmt. (Z. ges. exp. Med. 88. 96—101. 1933. Göttingen, Med. Klinik.) SCHNITZER.

**Wolfgang Thiel**, *Ein neues Hämoglobinometer ohne Hämoglobin-Vergleichsstandard*. Vf. beschreibt eine prakt. u. genaue Hämoglobinbest. mit Hilfe des *Absolutcolorimeters* (LEITZ) u. seiner Graufilterlsg., die jede Hämoglobinvergleichslsg. überflüssig macht. Die Genauigkeit der Resultate wurde durch Verwendung einer besonders geeigneten monochromat. Beleuchtung noch erhöht. Die Methode benutzt salzsaures Hämatin zur Farbmessung. Bezüglich Einzelheiten vgl. Original. (Münch. med. Wschr. 80. 499—500. 1933. München, Nymphenburger Krankenhaus.) FRANK.

**L. Heilmeyer**, *Von der „relativen“ zur „absoluten“ Colorimetrie*. Die von der Firma LEITZ in den Handel gebrachten Graulsgg. entsprechen in keiner Weise den Anforderungen einer Einrichtung zur quantitativen Lichtschwächung zum Zwecke photometr. Messungen. Sie sind weder völlig neutral grau, noch ist ihr Absorptionsspektrum konstant. Durch Einw. von Licht wird eine erhebliche Änderung der Absorptionskurven herbeigeführt, die auch bei vorschriftsmäßiger Aufbewahrung im Dunkeln eintritt. (Klin. Wschr. 12. 834—36. 1933. Jena, Med. Univ.-Klinik.) FRANK.

**J. Halberkann** und **F. Reiche**, *Die Proben auf Gallenfarbstoff im Harn*. Die Methylenblauprobe hat als Vorprüfung bestenfalls orientierenden Wert. Zum exakten Nachweis von *Gallenfarbstoff* dient die Natriumnitrit-Salzsäurerk. (Med. Welt 7. 265 bis 267. 1933. Hamburg.) FRANK.

**L. D. Scott**, *Eine colorimetrische Methode zur Bestimmung des Urobilinogens im Harn und Stuhl*. Zur Urobilinogenbest. im Harn werden in einem Reagensglas 10 cem Urin mit 0,5 cem eines besonders hergestellten EHRLICHschen Reagens (Paradimethylaminobenzaldehyd 10,0, konz. reine HCl 100,0, dest. W. auf 300,0) versetzt; bei Zimmertemperatur wird 10 Min. stehen gelassen, dann genau 1 Min. auf dem kochenden W.-Bad erhitzt. Die entstehende Farbe wird nach Zusatz von 1 cem gesätt. Ammoniumsulfatlg. mit 10 cem Amyl- oder Butylalkohol extrahiert; die Farbe des Alkohols wird colorimetr. mit einer Standardlsg. von Rhodaneisen verglichen. Ent-



sprechend verändert ist das Verf. auch zur Stuhlunters. brauchbar. (J. Lab. clin. Med. 18. 399—405. 1933.) H. WOLFF.

E. M. Lewin, *Neues zum Studium der toxischen Wirkung der Arsenobenzolpräparate auf die Leber.* Der Nachweis der Leberschädigung durch die Salvarsanbehandlung wird durch die Best. der Oberflächenspannung des Harns u. den vermehrten Bilirubin-geh. des Serums geführt. (Arch. Dermatologie Syphilis 168. 7—12. 1933. Kiew, Dermat.-Venerolog. Institut.) H. WOLFF.

Frank Wang Co Tui und Angelo Benaglia, *Eine einfache Methode zur Bestimmung verschiedener Konzentrationen von salzsaurem Novocain.* In ein Reagensglas wurden 2 ccm einer 0,53%/ig. Lsg. von wasserfreiem  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  gebracht, 5 Tropfen des Indicators (Thymolphthalein 1,0, Phenolphthalein 0,05, Alkohol [70%/ad 100%]) zugesetzt; es entsteht eine tiefblaue Farbe; Zusatz der zu untersuchenden Novocainlsg. (1 ccm) verändert die Farbe über rötlich-violette Töne bis zur Farblosigkeit, die bei Konz. über 2%/ Novocain erreicht wird. — Die entstandene Farbtönung wird mit einer Vergleichsfarben tafel verglichen. — Dieses Verf. gestattet, in 1 Min. die annähernde Konz. der anzuwendenden Lsg. nachzukontrollieren. (J. Lab. clin. Med. 18. 636—37. 1933. New York, Bellevue Hospit.) H. WOLFF.

E. Léger, *Über die Gehaltsbestimmung von Zubereitungen aus Strychnossamen.* Das in den französ. Codex 1908 aufgenommene Verf. des Vf. zur Geh.-Best. der Droge selbst (C. 1904. II. 160) gibt, auf das vorher mit Bimsstein verriebene Extrakt angewendet, bei Verwendung von 60 ccm der Chlf.-Ä.-Mischung (1 + 5 Voll.) auf 1,2 g Extrakt bei strychninreichen Extrakten zu geringe Werte, da die Chlf.-Menge zur Lsg. des Strychnins dann nicht ausreicht. Es wird daher empfohlen, in 60 ccm einer Chlf.-Ä.-Mischung (1 + 3 Voll.) oder in 90 ccm der Mischung 1 + 5 oder in 60 ccm Bzl. zu lösen oder erst 1 Stde. mit 15 ccm A. (95%/) + 3 ccm  $\text{NH}_3$ -Fl. (20%/) u. dann nach Zusatz von 72 ccm Ä. 2 weitere Stdn. unter Schütteln zu macerieren u. im letzten Falle weiter zu verfahren wie folgt: filtrieren, A. u. Ä. abdest., Rückstand in 1,5 ccm HCl (10%/) lösen, 1 ccm W. zusetzen, filtrieren, mit  $3 \times 2$  cmm W. waschen,  $\text{NH}_3$ -Fl.-Überschuß zusetzen, mit  $3 \times 10$  ccm Chlf. ausschütteln, Chlf.-Lsgg. mit 2—3 ccm W. waschen, Chlf. abdest., zuletzt im Luftstrom, Rückstand 3-mal mit 5 ccm Ä. eintrocknen (um Reste Chlf. u.  $\text{NH}_3$  zu vertreiben), in 5 ccm A. gel. titrieren. Alle genannten Verff. geben, mit Extrakt u. mit der Droge selbst, gut übereinstimmende Werte. (J. Pharmac. Chim. [8] 18 (125). 281—87. 1/10. 1933.) DEGNER.

Hans Kaiser und Otto Leeb, *Zur Bestimmung des Senföles in Samen Sinapis nach dem D. A.-B.6.* Die Mitt. von WILL (C. 1932. II. 99) wurde nachgeprüft. Das vom D. A.-B. 6 nicht ausdrücklich vorgeschriebene Eintauchen des Kühlendes, Abdest. von 150 statt 50 ccm u. Zusatz von 10 ccm A. (90%/) in den Dest.-Kolben erhöhten den ermittelten Senfölgch. in 2 Verss. von 0,54 auf 0,77 u. von 0,75 auf 1,02%. Folgende Änderungen des D. A.-B. werden vorgeschlagen: Übergießen mit 200, Abdest. von 150 ccm W. in 250 ccm-Meßkolben u. Titration in 100 ccm Filtrat. Der A.-Zusatz des D. A.-B. 5 scheint, wie auch GADAMER meinte, durch Bldg. oder Ausziehen gewisser Stoffe einen höheren Geh. nur vorzutäuschen. Er wird verworfen. Senfsamen, die nur nach A.-Zusatz den vorgeschriebenen Geh. zeigen, sind als minderwertig anzusehen. (Süddtsch. Apotheker-Ztg. 73. 612—13. 13/10. 1933. Stuttgart, Apoth. d. Städt. Katharinenhosp.) DEGNER.

Charles Richard Palmer und Curtis Palmer Mitchell, St. Bernard, Ohio, V. St. A., *Quecksilberthermometer mit einem parallel zur Bohrung der Thermometerröhre verlegten farbigen Streifen*, bei welchem das Quecksilber in der Farbe des Farbstreifens erscheint, dad. gek., daß der Farbstreifen seitlich von der Blickrichtung des Beobachters so angeordnet ist, daß das Quecksilber in der Farbe des von dem Farbstreifen reflektierten Lichtes erscheint. — Die Erfindung ermöglicht die leichte Ablesung auch bei Anordnung der Thermometerröhre auf einer undurchsichtigen Unterlage, einer Wand o. dgl. (D. R. P. 585 374 Kl. 42i vom 5/7. 1930, ausg. 3/10. 1933.) HEINR.

Maurice Fernand Masson, Frankreich, *Reagenspapier zur Prüfung von Flüssigkeiten auf einen Gehalt an Glucose*, besonders zur Unters. von Harn auf Zucker. Papier wird in eine Lsg. getaucht, die auf 100 Teile W. 3,5 Teile  $\text{CuSO}_4$ , 19 Teile  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  u. 40 Teile  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  enthält, u. dann an der Luft getrocknet. Bei Ggw. von Zucker zeigt sich auf dem Papier ein bräunlicher Fleck, dessen Intensität einen Anhalt für die vorhandene Menge Zucker gibt. (F. P. 750 358 vom 2/5. 1932, ausg. 9/8. 1933.) GEISZLER.



**Geneviève Christophe**, Dosage de l'urobilinurie urinaire. Etude critique de la méthode de Terwen. Paris: Editions Véga 1933. (78 S.) 8°.

**W. E. van Wijk**, Inleiding tot de beoefening der anorganische kwalitatieve analyse. 2e, herziene druk. Groningen, Den Haag, Batavia: J. B. Wolters 1933. (36 S.) 8°. fl. —.75.

## H. Angewandte Chemie.

### I. Allgemeine chemische Technologie.

**Karl Grün**, *Luftsaugende Kreiselpumpen*. Da gewöhnliche Kreiselpumpen zur Entlüftung der Saugleitung u. zur Förderung größerer Gas- oder Dampfblasen in der Fl. nicht geeignet sind, werden hierfür Wasserringpumpen oder Schraubepumpen verwendet. Vf. beschreibt deren Arbeitsweise u. Anwendung. (Chem. Fabrik 6. 459 bis 61. 8/11. 1933. Wien.)  
R. K. MÜLLER.

**Eduard Fischer**, *Zur Kühlsole-Frage*. Überblick über die an eine Kühlsole zu stellenden Forderungen, die Eigg. u. Nachteile von CaCl<sub>2</sub>- u. MgCl<sub>2</sub>-Solen u. die Vorzüge der Verwendung von Edelsolen wie Reinhartin. (Böhm. Bierbrauer 60. 378—80. 25/10. 1933.)  
R. K. MÜLLER.

—, *Die neuen Wärmeüberträger*. In ihren Eigg., Vorteilen u. Nachteilen werden die neuen Wärmeüberträger: Hg, Diphenyloxyd, Diphenyl besprochen. Weiter sind vorgeschlagen worden: Diphenylsulfid u. wasserfreies AlBr<sub>3</sub>. (G. Chimici 27. 365—69. Okt. 1933.)  
HELLRIEGEL.

**Sh. Horiba, M. Odagiri und S. Kyoda**, Kyoto, *Herstellung von Organosolen von Salzen*. Die Salze werden in einem ersten Lösungsm. (z. B. W.) gelöst. Die Lsg. wird dann in einem zweiten organ. Lösungsm., das mit dem ersten nicht mischbar ist u. höher als dieses siedet, emulgiert. Durch Erhitzen wird das erste Lösungsm. abdestilliert. (Japan. P. 101 948 vom 8/7. 1932, ausg. 30/8. 1933.)  
BUCHERT.

**Oscar K. Herndon**, übert. von: **Thomas E. Fry**, Kansas City, *Klären und Reinigen von Flüssigkeiten*. Die zu reinigende Fl. z. B. ein Lösungsm., wird von unten in einen Behälter eingeführt u. dringt zunächst durch eine Verteilerplatte. Die bereits vorgereinigte Fl. wird dann durch ein Sand- oder Kohlefilter geführt, das zwischen zwei Drahtnetzen angeordnet ist. Zwischen dem Verteiler u. dem Filter befindet sich die Reinigungsfl., z. B. NaOH. (A. P. 1 923 534 vom 27/2. 1931, ausg. 22/8. 1933.)  
HORN.

**Stream-Line Filter Co. Ltd., Henry Selby Hele-Shaw und Stanley Baker**, London, *Filtrieren von Flüssigkeiten*. Es werden Filter benutzt, die aus übereinander angeordneten Scheiben, Blättern oder Streifen aus Celluloid, Kunstharzen oder Metallen bestehen, deren Oberflächen mattiert sind. Celluloid wird z. B. durch zwei Walzen gedrückt, die mittels Sandstrahlgebläse aufgeraut sind. Man kann die Oberflächen in verschieden feiner Körnung erhalten. (E. P. 397 867 vom 25/2. 1932, ausg. 28/9. 1933.)  
HORN.

**American Air Filter Co., Inc.**, Delaware, übert. von: **Hans E. Birkholz**, Chicago, *Filtermaterial*. Als leistungsfähiges Filtermaterial für die Luftreinigung wird Papierstoff benutzt, auf dessen einer Seite die Fasern dicht aneinanderliegen, während sie fortschreitend zur anderen Seite immer lockerer gelagert sind. Die Luft tritt von der lockeren Seite ein, findet wenig Widerstand u. der Staub lagert sich leicht ab, ohne die Poren zu verstopfen, während die dichte Rückseite des Filters genügend Festigkeit gegen Beschädigungen gibt. (A. P. 1 893 048 vom 10/8. 1927, ausg. 3/1. 1933.)  
HORN.

**Hoover Co.**, übert. von: **Walter C. Davidson**, Ohio, *Filtermaterial*. Als Filtermaterial für die Entstaubung von Gasen, z. B. zum Filtrieren von Luft, wird ein Gemisch benutzt, das aus Papierbrei, W., Latex u. z. B. Alaun besteht, zu Blattform verarbeitet u. getrocknet ist. (A. P. 1 901 438 vom 5/10. 1929, ausg. 14/3. 1933.)  
HORN.

**Siemens-Schuckertwerke Akt.-Ges.**, Berlin-Siemensstadt, *Verfahren zum Abscheiden von Gasen mit hohem Dampfdruck aus Gasgemischen*. Um aus Gasen Beimengungen mit hohem Dampfdruck, z. B. SO<sub>2</sub>, Chloroform oder Äther, abzuscheiden, werden die Gase hochkomprimiert, zwischengekühlt u. unter Druckentlastung in eine elektr. Reinigungsanlage geführt. Die auftretende Temp.-Erniedrigung auf unter 0° genügt, um die sich nebelförmig kondensierenden Beimengungen abzuscheiden. (Holl. P. 29 789 vom 25/11. 1930, ausg. 15/5. 1933.)  
HORN.



**Julius Alexander Brachfeld und Albert Smola**, Wien, *Verfahren und Vorrichtung zur Gewinnung von sauren Gasen aus Gasgemischen* unter Verwendung wasserfreier oder fast wasserfreier, unverd., organ., schwer flüchtiger Aminobasen mit Ausnahme der rein aromat. Amine, dad. gek., daß nach der Absorption des sauren Gases durch diese Aminobasen mit Hilfe des Dampfes eines in W. nicht l. organ. Lösungsm., das mit W.-Dampf ein azeotropes Dampfgemisch bildet, das saure Gas ausgetrieben wird. Als organ. Lösungsmm. dienen z. B. Benzol, dessen Homologe, Benzine, halogenierte KW-stoffe, z. B. Tetrachlorkohlenstoff, Chloroform usw. (Oe. P. 135 047 vom 26/2. 1932, ausg. 25/10. 1933.)  
HORN.

**London Power Co. Ltd., und Standen Leonard Pearce**, London, *Verfahren zum Behandeln von Abgasen*. Zur Beseitigung von schädlichen Bestandteilen aus Feuerungsabgasen u. dgl. bedient man sich der oxydierenden Waschung, gegebenenfalls unter Verwendung von Fe oder Mn-Katalysatoren, um SO<sub>2</sub> in SO<sub>3</sub> oder Sulfate umzuwandeln. Es wird durch Zugabe von Luft oder durch Belüftung der Waschlfl. dafür Sorge getragen, daß ein genügend hoher O<sub>2</sub>-Geh. bei gewöhnlicher Temp. vorhanden ist. (E. P. 383 309 vom 1/8. 1931, ausg. 8/12. 1932.)  
HORN.

**Edgar Rouse Sutcliffe**, England, *Wiedergewinnung von Gasen, Dämpfen und Flüssigkeiten durch Adsorption*. Als Adsorbens wird z. B. Holzkohle verwendet. Dieso befindet sich in einem Zylinder der exzentr. in einem zweiten größeren Zylinder angeordnet ist. Zwischen der Gaszuleitung u. dem inneren Behälter ist der größte lichte Raum vorhanden, der sich nach der entgegengesetzten Seite hin immer mehr verengt. (E. P. 397 128 vom 8/12. 1931, ausg. 14/9. 1933.)  
HORN.

**Friedr. Krupp Akt.-Ges.**, Essen, *Reaktionsgefäß zur Durchführung chemischer Prozesse unter hohen Drucken und Temperaturen*. Das Rk.-Gefäß besteht zum mindesten aus zwei Hohlzylindern, die durch Schrumpfen miteinander fest verbunden sind. Die äußere Oberfläche des Außenzylinders ist mit Isoliermaterial verkleidet. Es sollen in den Rk.-Gefäßen z. B. Wasserstoffbehandlungen von Kohlen u. Ölen durchgeführt werden. (E. P. 385 781 vom 20/2. 1932, ausg. 26/1. 1933. D. Prior. 27/4. 1931.)  
HORN.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Deutschland, *Durchführung von Reaktionen unter Druck*. Es wird ein Druckbehälter benutzt, in dem Rohre, die an sich nicht druckwiderstandsfähig sind, angeordnet sind. Zwischen den Rohren u. dem Druckgefäß wird ein Heiz- oder Kühlmittel geführt, welches unter dem gleichen Druck steht, der in den Rk.-Kammern herrscht. Die Vorr. dient u. a. zur Druckbehandlung von Kohlen, Teeren, Ölen, gegebenenfalls in Ggw. von Katalysatoren, zur Herst. von Metallcarbonylen, zur Ammoniaksynthese u. dgl. (F. P. 742 631 vom 17/3. 1932, ausg. 13/3. 1933. D. Prior. 4/4. 1931.)  
HORN.

**Imperial Chemical Industries Ltd.**, London, übert. von: **Kenneth Herbert Saunders**, Manchester, *Kontinuierliche Durchführung von Reaktionen zwischen Flüssigkeiten unter erhöhtem Druck*. Es werden Vorr. benutzt, die einen äußeren druckfesten Mantel u. mehr oder weniger korrosionsfeste Einsätze haben. Die Fl. werden in der Weise eingeführt, daß nur die nicht angreifenden mit dem Druckgefäß in Berührung kommen. Es soll mit der Vorr. in erster Linie *p*-Nitroanilin hergestellt werden. (A. P. 1 884 880 vom 18/5. 1929, ausg. 25/10. 1932.)  
HORN.

**Tokyo Kogyo Shikensho**, Tokyo (Erfinder: **Goro Shima**, Tokyo-fu), *Herstellung von Katalysatoren*. Oxyde von Cu, Fe, Zn, Ni, Co, Mn, Al, Cr oder Mischungen dieser mit den genannten Metallen werden zerkleinert u. zur Aktivierung oberflächlich mit flüchtigen Säuren (HNO<sub>3</sub>, HCl) behandelt. (Japan. P. 101 894 vom 22/7. 1932, ausg. 30/8. 1933.)  
BUCHERT.

**Tokyo Kogyo Shikensho**, Tokyo (Erfinder: **G. Shima** und **K. Sasaki**, Tokyo-fu), *Herstellung von Katalysatoren*. Metalle wie Fe, Ni, Mn, Cr, Bi, Be, Rh, Th, Pt, Ir u. dgl. werden mit flüchtigen Säuren (HNO<sub>3</sub>, HCl) oder mit Lsgg. von Salzen dieser Säuren in feinverteiltem Zustand behandelt. Die Prodd. werden als Katalysatoren für die Ammoniakoxydation verwendet. (Japan. P. 101 931 vom 23/7. 1932, ausg. 30/8. 1933.)  
BUCHERT.

**Walter Bader**, Die Technik der chemischen Operationen. Basel: Wepf 1934. (416 S.) gr. 8°. fr. 18.—; Lw. fr. 20.—.

**G. Génin**, La filtration industrielle. Paris: Dunod 1933. (XII, 448 S.) Br.: 88 fr.; rel. 98 fr.



## II. Gewerbehygiene. Rettungswesen.

**C. Rheinfels**, *Unfallverhütung in der chemischen Industrie*. Auszug aus dem Bericht über die Tätigkeit der techn. Aufsichtsbeamten der Berufsgenossenschaft der chem. Industrie 1932. (Chem. Fabrik 6. 450—52. 1/11. 1933. Köln.) R. K. MÜLLER.

**H. Serson**, *Periodische Untersuchung von Arbeitern*. I. *Die regelmäßige Blutuntersuchung bei Bleiarbeitern*. Systemat. u. sorgfältig durchgeführte mikroskop. Blutunters. bei Bleiarbeitern geben wertvolle Unterlagen für die Beurteilung des Gesundheitszustandes. Bei geringer Pb-Entw. treten Tüpfelzellen im Blut nur in geringer Zahl auf, stärkere Pb-Einw. ruft stärkere Tüpfelzellenbildg. hervor. Nur wenige Pb-Arbeiter bleiben ganz frei von Tüpfelzellen. Das Sinken des Hämoglobinwertes bei Pb-Arbeitern ist stets ein ernstes Warnungszeichen, das zur Arbeitsunterbrechung zwingt. Das Auftreten von relativer Lymphocytose sowie die Vermehrung der Monocyten mahnt zur Vorsicht. Veränderungen des weißen Blutbildes pflegen erst später bei zunehmender Pb-Einw. aufzutreten u. bleiben oft noch lange nach dem Verschwinden der Tüpfelzellen als einziges objektives Zeichen einer durchgemachten Pb-Krankheit bestehen. (Arch. Gewerbepathol. Gewerbehyg. 4. 465—79. 1933. Berlin.) FRANK.

**Selma Meyer und Alice Schneider**, *Periodische Untersuchung von Arbeitern*. II. *Laufende Blutuntersuchungen bei Benzolarbeitern*. (I. vgl. vorst. Ref.) Durch laufende Blutunters. bei Bzl.-Arbeitern kann man die Resistenz oder die Widerstandsfähigkeit des einzelnen Arbeiters, besonders auch Schwankungen seiner Giftfestigkeit gegen Bzl., rechtzeitig feststellen u. dadurch Anhaltspunkte für ein Arbeitsverbot oder für die Erlaubnis zur Weiterarbeit gewinnen. Die an 61 Bzl.-Arbeitern vorgenommenen Unterss. werden in ihren einzelnen Ergebnissen tabellar. geschildert. (Arch. Gewerbepathol. Gewerbehyg. 4. 480—85. 1933. Düsseldorf.) FRANK.

**Jenny Adler-Herzmark**, *Periodische Untersuchung von Arbeitern*. III. *Periodische Untersuchungen von Wiener Arbeitern, die mit benzol-, toluol- und xylohaltigen Materialien beschäftigt sind*. (II. vgl. vorst. Ref.) Die Unterss. erstreckten sich auf folgende Arbeiten: Innenanstrich von Kesseln mit Rosenschutzlack (40% Bzl.), Spritzen von Autos u. Gegenständen mit toluolhaltigem Lack u. auf Tiefdruck, bei dem als Lösungsm. vorwiegend Xylol verwendet wurde. Bei der Schädigung des weißen Blutbildes, welches die charakterist. Anfangsveränderung darstellt, kommt es nicht nur auf die Leukopenie u. die relative Lymphocytose, sondern besonders auf die absol. u. nicht prozentuale Verminderung der neutrophilen Granulocyten an. Die Ergebnisse werden in Tabellen angegeben. (Arch. Gewerbepathol. Gewerbehyg. 4. 486—90. 1933. Wien.) FK.

**J. Teisinger**, *Chronische Trinitrotoluoleinwirkung und der Einfluß von Alkohol auf die Umwandlung dieses Stoffes im Körper*. Erhebungen an 38 Arbeitern, die in einer Sprengstofffabrik mit der Erzeugung von Trinitrotoluol beschäftigt waren. Nach Zufuhr von A. in Form von Bier oder Schnaps waren gleichzeitig mit dem Auftreten vasomotor. Veränderungen im Harn die Red.-Prodd. des Trinitrotoluols (positive WEBSTERSche Rk.) zu finden. Der positive Ausfall der WEBSTERSchen Rk. im Harn nach Genuß von A. bedeutet eine erhöhte Absättigung der Gewebe mit Trinitrotoluol, u. läßt es ratsam erscheinen, den Arbeiter auf einige Zeit von der Arbeit fernzuhalten. (Arch. Gewerbepathol. Gewerbehyg. 4. 491—99. 1933. Prag, Allgem. Krankenh.) FRANK.

**J. T. Dunn und H. C. L. Bloxam**, *Das Vorkommen von Blei-, Kupfer-, Zink- und Arsenverbindungen in atmosphärischen Stäuben und die Herkunft dieser Verunreinigungen*. (Vgl. OLIVER, C. 1932. II. 2347.) Aus der Analyse verschiedener Pyrite von Kohle entnehmen Vff., daß Pb u. Cu fast immer, Zn häufig in diesen enthalten ist. Die Vermutung der Vff., daß das Vork. dieser Metalle u. des As in Form ihrer Verb. im Staub auf Verbrennungsprodd. von Kohle zurückzuführen ist, wird durch Analysen von stark durch Kohlenabgase belegten u. von rauchgeschützten Staubablagerungsstätten bestätigt. Die Vorkk. können unter Umständen den Tod von Weidevieh verursachen; die Giftstoffe können durch Kohlenabgase auch in menschliche Organe gelangen; ferner scheint es möglich, daß die Korrosion metall. Oberflächen durch derartige Staubablagerungen befördert wird. (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 52. Trans. 189—92. 30/6. 1933. Newcastle/Tyne, Publ. Anal. Lab.) R. K. MÜLLER.

**J. Mage und G. Batta**, *Die Rolle der Flußsäure bei der Schädlichkeit des Maasnebels von 1930*. (Vgl. C. 1932. II. 101.) Die von verschiedenen Seiten geäußerte Annahme, daß bei der Giftwrkg. der Maasnebel von 1930 flüchtige F-Verb. eine wesentliche Rolle gespielt haben, wird von Vff. damit widerlegt, daß die in Frage kommende



Phosphatfabrik nur in kleinem Umfang beschäftigt war, daß der größte Teil des F der Rohphosphate in nichtflüchtige Verb. übergeführt wurde u. daß auch die Windrichtung nicht für eine nennenswerte Beteiligung der F-Verb. an der Giftwrkg. spricht. Die Ansicht, daß diese im wesentlichen durch SO<sub>2</sub> bzw. SO<sub>3</sub> hervorgerufen wurde, wird aufrechterhalten. (Chim. et Ind. 30. 787—88. Okt. 1933.) R. K. MÜLLER.

### III. Elektrotechnik.

**O. Clemens**, *Der Drummakkumulator*. Beschreibung des Akkumulators: positive M. Ni(OH)<sub>2</sub>, negative Platte Ni- oder Monelgitter mit Zn-Überzug, Elektrolyt Zn-enthaltende KOH, D.<sup>15</sup> 1,275, Klemmenspannung etwa 1,9 V, Wirkungsgrad 90—93% (Amp.-Stdn.), bzw. 70—74% (Wattstdn.). Der Akkumulator wird für den Bahnbetrieb empfohlen. Vf. nimmt jedoch an, daß er im Triebwagenbetrieb Pb-Akkumulatoren nicht überlegen ist. (Umschau Wiss. Techn. 37. 914—15. 18/11. 1933.) R. K. MÜLLER.

**Alfred Mentzel**, Berlin, *Diaphragma für Hochdruckelektrolyseure*. Das Diaphragma soll im wesentlichen den gleichen Grad gleichmäßiger feiner Porosität wie Asbestpappe aufweisen. Man verwendet zweckmäßig gleichmäßig feinporiges Asbestpapier oder -pappe. (E. P. 398 673 vom 11/11. 1932, ausg. 12/10. 1933.) DREWS.

**Maxim Akt.-Ges. Fabrik für thermo-elektrische Apparate**, Aarau, Schweiz, *Elektrischer Widerstandsheizofen*, dad. gek., daß der Heizwiderstand in einem allseitig eine Berührung desselben verhindernden Gehäuse mit mindestens einer Reflektionsfläche zur Zerstreung der abgestrahlten Wärme in seitlicher Richtung u. Verhinderung einer Abwärtsstrahlung eingeschlossen u. das Gehäuse mittels eines Verbindungsteils auf einem zusammen mit letzterem die Wärmeübertragung zum Fußboden verhindernden Fuß gesetzt ist, welcher die Stromzuführungsorgane enthält. — Der Ofen hat den Vorteil, daß keine Brennpunkte oder Brennlinien seitlich oder unter dem Ofen entstehen können u. gleichwohl die Wärmestrahlung nach einer bestimmten Seite gelenkt werden kann. (Schwz. P. 161 770 vom 24/3. 1932, ausg. 17/7. 1933.) HEINR.

**Gotthardwerke Akt.-Ges. für elektrochemische Industrie und Arturo Paoloni**, Bodio, Schweiz, *Elektrischer Großkammerofen für höhere Temperaturen*. Jede Kammer ist vollständig aus Siliciumcarbidsteinen aufgebaut, die praktisch keine oxyd. Bindemittel enthalten. Außerhalb der Kammern, u. zwar längs ihrer Seitenwände, sind aus kohlenstoffhaltigem, körnigem Material bestehende elektr. Widerstandsmassen eingelagert, u. das Ganze ist von mindestens einer schlecht leitenden, bei höheren Temp. beständigen u. gegen Kohle indifferenten Wärmeisolationsschicht umgeben. Die Siliciumcarbidsteine werden zweckmäßig unter Verwendung von krystallin. Siliciumcarbid hergestellt. Als Wärmeisolationsschicht kann Siloxikon Verwendung finden, das auch nur an der mit der Widerstandsmasse in Berührung stehenden Seite der Wärmeisolationsschicht vorgesehen sein kann. Als Material für die Widerstandsmassen ist graphitierter Koks geeignet. (Schwz. P. 161 514 vom 19/2. 1932, ausg. 17/7. 1933.) HEINRICH.

**Continental Diamond Fibre Co.**, Newark, übert. von: [Louis T. Frederick, Valparaiso, V. St. A., *Herstellung von Glimmerplatten*. Man verbindet Glimmerplättchen zunächst mittels Schellack zu einer Schicht, überzieht die Schicht mit einem härtbaren Harz, das sich mit Schellack verschweißen läßt, legt die Schichten aufeinander u. verpreßt den Stapel h. zu einer Platte. — Z. B. läßt man die Glimmerplättchen auf ein endloses Band fallen, benetzt sie mit einer ammoniakal. Lsg. von Schellack, trocknet die Schicht, bespritzt sie mit einer Lsg. eines Phthalsäure-Glycerinharzes, trocknet wiederum die Schicht u. verfährt wie oben angegeben. Die fertige Platte, die ungefähr 95% Glimmerplatten, 2,5% Alkydharz u. 2,5% Schellack enthält, ist besonders zäh u. fest. (A. P. 1 873 753 vom 24/6. 1927, ausg. 23/8. 1932.) SARRE.

**Solar Industries Inc.**, Chicago, übert. von: **Thomas C. Russell**, Chicago, V. St. A., *Plattenförmiges Isoliermaterial aus Glimmer*. Der Isolierkörper ist aus zwei Glimmerplatten zusammengesetzt, u. zwar einer Platte aus weißem oder moskowitz. Glimmer u. einer Platte aus bernsteinfarbenem Glimmer. Die erstere Glimmerart ist härter u. hat stärkere dielektr. u. isolierende Eigg., aber sie zers. sich schon bei Temp. von etwa 650°; die letztere Glimmerart hat eine geringe elektr. Isolierfähigkeit, hält aber Temp. bis zu 1200° stand. Bei Verwendung der Platten nach dem Patent für elektr. Heizkörper wird daher z. B. die Anordnung derart getroffen, daß die Schicht aus bernsteinfarbenem Glimmer dem Heizwiderstand zugewendet, die andere Schicht dem



zu beheizenden Körper zugewendet ist. Die beiden Schichten können durch eine Zementzwischenlage miteinander verbunden sein. (A. P. 1 925 341 vom 11/3. 1932, ausg. 5/9. 1933.) HEINRICHS.

**Harvel Corp.**, New Jersey, übert. von: **Frederick M. Damitz**, Irvington, V. St. A., *Überzugs- und Imprägnierungsmasse*, bestehend aus 1 Teil *Acajounußöl*, das, nachdem es 3½ Stdn. in Ggw. eines trocknenden Öles (chines. Holzöl, Lein-, Ricinus- oder Fischöl) u. eines Schwermetalltrocknenstoffes auf 320° erhitzt worden ist, mit 2 Teilen harten Hartholzpech, das in Mineralöl u. pflanzlichen trocknenden Ölen unl. ist, bei 220° vermischt wird. Die Mischung wird zum Imprägnieren von Kabelspinnungen u. Geweben verwendet. (A. P. 1 912 435 vom 6/3. 1930, ausg. 6/6. 1933.) ENGEROFF.

**E. I. du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, V. St. A., *Überzugsmasse*, insbesondere für biegsame *Elektrokabel*, bestehend aus einem Cellulosederiv., vornehmlich Nitrocellulose, Trikresylphosphat, 5—25% nichtflüchtigem, fl. Mineralöl (hochviscoses nichtflüchtiges Mineralöl mit der Handelsbezeichnung „Nujol“, dickfl. Paraffin, wasserhelles russ. Öl u. dgl.), das infolge seiner schlechten Mischbarkeit mit dem Celluloseester auf der Oberfläche des Überzuges ausschwitzt, u. gegebenenfalls einem Zusatz eines Natur- oder Kunstharzes. — Eine geeignete Mischung besteht aus 12,5% Nitrocellulose, 15,5% Trikresylphosphat, 0,7% Mineralöl, 25,0% Äthylacetat, 15,0% Spiritus u. 31,3% Toluol. (E. P. 397 554 vom 26/2. 1932, ausg. 21/9. 1933. A. Prior. 27/2. 1931.) ENGEROFF.

**Siemens & Halske Akt.-Ges.**, Berlin-Siemensstadt, *Verfahren zur Herstellung eines Fernmeldekabels*, dad. gek., daß zum Aufbau der Induktionsschutzeinrichtung techn. reines Eisen verwendet wird, das vor der Verarbeitung einer Glühbehandlung bei Temp. von mehr als 750° u. einer allmählichen Abkühlung nach der Glühbehandlung ausgesetzt wird. Die gemäß der Erfindung hergestellte Induktionsschutzeinrichtung soll korrosionsbeständig sein u. eine höhere Wrkg. aufweisen, als bei Verwendung von Siliciumeisen erzielt wird. Die Glühung bei Temp. über 750° kann an Stelle oder außer der bisher üblichen Glühung bei Temp. von 400—600° erfolgen. (Schwz. P. 162 559 vom 28/1. 1932, ausg. 1/9. 1933. D. Prior. 29/8. 1931.) HEINRICHS.

**Hercules Powder Co.**, Wilmington, Delaware, übert. von: **Jean Piccard**, V. St. A., *Widerstandsdraht*, bestehend aus einer Legierung aus etwa 58,4% Au, Rest Ni. Der Draht dient als Ersatz für Platindrähte. Er besitzt einen hohen elektr. Widerstand bei geringem Temperaturkoeff. des elektr. Widerstandes, hoher Zugfestigkeit u. Korrosionsbeständigkeit. (A. P. 1 926 213 vom 17/1. 1930, ausg. 12/9. 1933.) GEISZLER.

**Continental Diamond Fibre Co.**, Newark, übert. von: **Arthur H. Haroldson**, Valparaiso, V. St. A., *Herstellung von elektrischem Widerstandsmaterial*. Man imprägniert Gewebe, das ein- oder beiderseitig eine flauschartige Oberfläche besitzt, z. B. Flanell, mit einem künstlichen Harz, das amorphe, elektr. leitende Substanzen enthält, z. B. mit einem Phenolharzlack mit Zusatz von Graphit, Metallpulver o. dgl., so daß die leitenden Teilchen in den Flausch eingebettet werden, trocknet das Gewebe u. verpreßt es h. Man kann auch einseitig flauschige Gewebe mit den glatten Seiten aneinander verpressen oder beidseitig flauschige Gewebe unter Zwischenlage von Gewebe oder Papier. (A. P. 1 872 581 vom 17/3. 1930, ausg. 16/8. 1932.) SARRE.

**Allen-Bradley Co.**, Milwaukee, Wis., übert. von: **Laurencé E. Power** und **Lynde Bradley**, Milwaukee, *Elektrisches Widerstandsmaterial*. Ruß wird auf Graphitisierungstemp. erhitzt, die erhaltene M. nach Zerkleinerung mit einem Harz u. Asbestfasern gemischt u. hierauf die Mischung in die gewünschte Form gepreßt. Geeignete Mischungen bestehen z. B. aus 6—16% geglühtem Ruß, 53—57% Phenolharz, 4% Stearinsäure u. Asbestfasern als Rest. Die Widerstände eignen sich besonders für Radiozwecke. (A. P. 1 927 185 vom 28/3. 1930, ausg. 19/9. 1933.) GEISZLER.

**Canadian National Carbon Co. Ltd.**, Toronto, Ontario, übert. von: **Merrill J. Dorcas**, Cleveland, Ohio, *Elektrodenkohle*. Der Kern besteht aus einem Gemisch von 40 (Teilen) CaF<sub>2</sub>, 10 SrF<sub>2</sub>, 5 Na- oder K-Silicat, 45 Kohlenstaub u. Teer als Bindemittel. Vgl. A. P. 1 867 524; C. 1933. I. 278. (Can. P. 307 403 vom 26/10. 1928, ausg. 6/1. 1931.) M. F. MÜLLER.

**Heinrich Rehm**, Minden i. W., *Zink-Kohleelement* nach Patent 489860, dad. gek., daß in die Depolarisationsmasse der Ableitungselektrode wasserdichte Zwischenlagen mit Löchern derart eingefügt sind, daß sich diese Löcher der übereinander befindlichen Zwischenlagen mit einem gewissen Abstand seitwärts voneinander befinden, damit der Elektrolyt nicht bis zur Graphitschicht vordringt, der Strom aber hierhin



abgeleitet wird. (Vgl. auch D. R. P. 539485; C. 1932. I. 854.) Die Zwischenlagen bestehen z. B. aus paraffiniertem Papier. Tritt der Elektrolyt in die akt. Depolarisationsmasse ein, so stößt er auf die erste Zwischenlage. Nur ein kleiner Teil des Elektrolyts tritt durch die Löcher der Zwischenlage in die dahinter befindliche, sehr dünne Depolarisationsmasseschicht ein, die dem seitlichen Vordringen des Elektrolyts einen erheblichen Widerstand entgegengesetzt, so daß er meist schon nicht mehr zu den Löchern der zweiten Zwischenlage gelangt. Durch die Zahl u. Ausbildung der Zwischenlagen ist unschwer zu erreichen, daß der Fluß des Stromes gewährleistet, der Elektrolyt aber zurückgehalten wird. (D. R. P. 584 003 Kl. 21b vom 7/2. 1931, ausg. 13/9. 1933. Zus. zu D. R. P. 489 860; C. 1930. I. 1988.)

HEINRICHS.

**Irvin Samuel Joseph**, Frankreich, *Galvanisches Element* vom Leclanchétypus. Als Elektrolyt wird eine wss. Lsg. von NaOH oder KOH, als Kathode ein aus einer Mischung von Holzkohlepulver, einem elektr. leitenden Stoff, z. B. Graphit, u. einem Polarisator, z. B.  $MnO_2$ , hergestellter Preßling verwendet. Das Element, das auch als Trockenelement hergestellt werden kann, besitzt, im Gegensatz zu Elementen mit  $NH_4Cl$  als Elektrolyten, eine Spannung, die lange Zeit konstant bleibt. Um die Kathode undurchlässig für  $H_2$  zu machen, wird sie mit Paraffin getränkt. Das Element läßt sich auch als Sammler verwenden. (F. P. 752 082 vom 13/6. 1932, ausg. 15/9. 1933.)

GEISZLER.

**Monark Battery Co., Inc.**, Chicago, übert. von: **Harry H. Henry**, Oklahoma City, *Sammler*. Um einem Kurzschluß infolge am Boden der Zelle sich ansammelnder Elektrodenmasse zu vermeiden, umhüllt man die einzelnen mit Verstärkungsrippen in der Längsrichtung versehenen Elektroden auf beiden Seiten mit Hartgummiplatten, die unten umgebogen u., um dem Elektrolyten freien Zutritt zu den Elektroden zu gewähren, mit Längsschlitz versehen sind. Die stehengebliebenen Rippen der Hartgummiplatten sind so angeordnet, daß sie auf den Verstärkungsrippen der Sammlerplatten zu liegen kommen. Als Diaphragmen dienen poröse Holzplatten, die ebenfalls mit Verstärkungsrippen versehen sind u. die auf den stehengebliebenen Rippen der Hartgummiplatten liegen. (A. P. 1 926 771 vom 13/3. 1931, ausg. 12/9. 1933.)

GEISZLER.

**Almeida Accumulators, Ltd.** und **Leonard Angelo Levy**, London, *Sammler*, bei dem die Kathoden aus Zn, die Anoden aus Graphitplatten bestehen, die mit einer Schicht aus Graphitkörnern u. einem Diaphragma umhüllt sind (vgl. E. P. 320 916; C. 1930. II. 2930). Zwischen den einzelnen Anoden u. Kathoden ist so viel Raum vorhanden, daß in ihm der Elektrolyt frei umlaufen kann. Dieser besteht aus einer wss. Lsg. von Chloriden oder Bromiden von Li, Mg, Na oder Be, die mit so viel HCl angesäuert ist, daß  $Zn(OH)_2$  nicht ausfallen kann. Dies ist bei einem pH-Wert zwischen 4,5 u. 5 der Fall. (E. P. 396 751 vom 9/2. 1932, ausg. 7/9. 1933.)

GEISZLER.

**Chemical & Pigment Co., Inc.**, übert. von: **James O. Johnstone**, Hammond, Ind., *Herstellung von Bleisammlerplatten*, besonders von Kathoden. Cellulosehaltige Materialien, z. B. Baumwollfasern oder Sägespäne, werden mit einer wss. Lsg. von BaS angerührt u. die M. mit einer Lsg. von  $Na_2SO_4$  versetzt. Die Paste wird getrocknet u. gepulvert. Das Pulver mischt man mit Bleiglätte u. Ruß u. stellt durch Zusatz von  $H_2SO_4$  eine Paste her, die als akt. M. für die Kathode dient. An Stelle von BaS können andere l. Ba-Verbb. u. an Stelle von  $Na_2SO_4$  andere Fällmittel für Ba-Salze verwendet werden. Die wirksame Oberfläche der Elektrode soll durch den Zusatz der unl. Ba-Verbb. enthaltenden Cellulose vergrößert werden. (A. P. 1 929 357 vom 31/10. 1930, ausg. 3/10. 1933.)

GEISZLER.

**Henry Johannes Miller**, Chicago, *Herstellung von Anoden für Vakuumröhren*. Um bei einem Elektronenbombardement eine Erwärmung u. eine sekundäre Emission der Anodenoberfläche zu verhüten, stellt man die Anode aus einer Ni-Si-Legierung mit 0,5—7% Si her, u. oxydiert sie an der Oberfläche durch Glühen in  $O_2$  oder  $O_3$  enthaltender Atmosphäre. Neben Ni u. Si können die Legierungen auch noch andere Metalle, wie Mn, Al, Zr, Ti oder V, enthalten. (A. P. 1 925 075 vom 9/6. 1930, ausg. 29/8. 1933.)

GEISZLER.

**Allgemeine Elektrizitätsgesellschaft**, Berlin (Erfinder: **Ernst Friedrich**, Berlin-Charlottenburg), *Verfahren zur Herstellung von Oxydkathoden*. Leiter aus hochschmelzenden Metallen werden in einer Lsg. solcher Verb. der emissionsfähigen Stoffe anod. behandelt, daß auf den Leitern ein Überzug einer chem. Verb. erzeugt wird, die das Leitermetall u. den emissionsfähigen Stoff enthält. Z. B. wird ein Wolframdraht oder ein Molybdändraht in Barytlauge behandelt. Werden die mit dem Überzug versehenen Drähte in der bei Oxydkathoden üblichen Weise geglüht, z. B. im Vakuum



oder in einem nicht angreifenden Gase, so wandelt sich der Überzug in das emittierende Oxyd um. Z. B. zerfällt das Bariummolybdat in Bariumoxyd u. flüchtige Molybdänsäure. (Oe. P. 134 853 vom 5/11. 1930, ausg. 10/10. 1933. D. Prior. 8/11. 1929.) HEINR.

Heinrich Geffcken und Hans Richter, Die Photozelle in der Technik. Berlin-Tempelhof: Deutschliterar. Inst. Schneider 1933. (75 S.) 8°. M. 2.—.

#### IV. Wasser. Abwasser.

Edward S. Hopkins, Die Verminderung der Korrosion in Wasserrohren. Die Entsäuerung des weichen W. in Baltimore durch Kalkzusatz hat nach zehnjähriger Erfahrung die Korrosion im Verteilungsnetz prakt. zum Stillstand gebracht. Der pH-Wert des W. kann so weit herabgesetzt werden, daß das W. nach der HEYERschen Marmorprobe mit CaCO<sub>3</sub> im Gleichgewicht steht. Das Gleichgewicht muß aber immer gewahrt sein, deshalb sind automat. Vorr., die den pH-Wert des W. ohne Rücksicht auf Sättigung an CaCO<sub>3</sub> innerhalb enger Grenzen konstant halten, abzulehnen. (Amer. City 48. Nr. 10. 51—53. 1933. Baltimore, Md.) MANZ.

T. D. Beckwith und P. F. Bovard, Zerstörung einer Rohrleitung in Californien durch Bakterien. Gewisse aerobe Bakterien oxydieren den Schwefelgeh. der Dichtungsmassen an den Bohrstellen zu Schwefelsäure. Die auf diese Weise gebildeten Sulfate werden von gewissen anaeroben Bakterien zu H<sub>2</sub>S abgebaut, das Eisensulfide bildet. Microspora desulphuricans wird durch den desinfizierenden Chlorgeh. nicht abgetötet. (Chem. metallurg. Engng. 40. 530. Oktober 1933. Los Angeles bzw. San Francisco.) HJ. v. SCHWARZE.

W. Lohmann, Neues vom Katadynverfahren. Literaturbericht, besonders über das Elektro-Katadynverf. (Mineralwasser-Fabrikant u. Brunnen-Händler 37. 815—16. 28/10. 1933. Berlin-Friedenau.) GROSZFELD.

I. F. Schapkin, Zur Wasserreinigung mit Zeolithen. Krit. Schilderung der Merkmale des Zeolithverf. (Wiederaufbau Textilind. [russ.: Sa Rekonstrukziju textilnoi Promyslennosti] 1932. Nr. 11/12. 66—69.) SCHÖNFELD.

—, Entchlörung des Wassers durch Acticarbon-Hydra. Es wird die bekannte Verwendung von aktivierter Kohle für Entchlörung u. Geschmacksverbesserung besprochen. (Chem. Age 29. 396. 1933.) MANZ.

Frank R. Filz, Wasserreinigung und Kontrolle. Nach den Betriebserfahrungen bei der Chlorung u. Alaunflockung des relativ weichen W. aus dem Nashuafluß erwies sich die Einstellung des für die Flockung günstigsten pH-Wertes 5,8—6,0 nicht immer als wirtschaftlich, weil sie zu höherem Verbrauch an Alaun führt. Innerhalb der beobachteten Schwankungen erwies sich der geringste für die Flockung ausreichende Zusatz an Aluminiumsulfat als eine lineare Funktion des Salzgeh. u. als proportional dem 3,4-fachen Betrage der Quadratwurzel der Alkalität, was als Grundlage für die Einstellung genügt. (Paper Trade J. 97. Nr. 16. 29—33. 1933. N. Leominster, Mass.) MANZ.

Howard W. Adams und A. M. Buswell, Die Orthotolidinprobe auf Chlor. Die o-Tolidinprobe tritt auch in Abwesenheit von Cl u. Chloriden mit äquivalenten Mengen Manganisalen ein, ist also eher als Oxydationsrk., denn als Eintritt von Cl in den o-Tolidinring aufzufassen. Mit Hilfe eines NH<sub>3</sub>-freien, gechlorten u. mindestens 1/2 Stde. gekochten W. ohne eigenen Cl-Verbrauch wurde die Zus. der Vergleichslsgg. aus K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> u. CuSO<sub>4</sub> u. ihre spektralphotometr. Übereinstimmung mit der o-Tolidinfärbung geprüft. Chloramine ergeben gleiche Farbstärke wie Cl oder HOCl, aber langsamer, frühestens nach 10—20 Minuten u. bei pH = 8 erst nach längerer Kontaktzeit von NH<sub>3</sub> u. Cl. Luftsauerstoff oxydiert bei pH = 7—8 Mn<sup>++</sup> zu Mn<sup>+++</sup>, bei pH über 8 noch höher; in Abwesenheit von O u. bei pH über 4,0 oxydiert auch Cl Mn<sup>++</sup> mit steigendem pH-Wert bis zu Mn<sup>+++</sup>. Zur Best. des Mn im W. wird eine Ausführungsform des Verf. nach RICHARDS unter Eindunsten mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. Oxydation mit Na-Metaperjodat gegeben. Der Rest-Cl-Geh. in Mn-haltigem W. kann entweder unter Berücksichtigung des Gesamt-Mn, des höherwertigen Mn, des Cl-Zusatzes u. des pH berechnet oder einfacher nach Red. des Mn mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> bestimmt werden. Man setzt zu 100 ccm der Wasserprobe 2 oder 3 Tropfen 6-n. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 10 oder 12 Tropfen 0,02%ig. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Lsg., nach 40 Minuten 1 ccm o-Tolidinreagens u. liest nach weiteren 5 Minuten die Färbung ab. (J. Amer. Water Works Ass. 25. 1118—36. 1933. Normal, Ill., Univ.-Urbana, Ill., Water Survey Division.) MANZ.



**Permutit Akt.-Ges.**, Berlin, *Verfahren und Vorrichtung zur Belüftung, Entsäuerung und Filtration von Wasser*, das in feiner Verteilung einem entgegengeführten Luftstrom in einem allseitig geschlossenen, mit der Atmosphäre in Verb. stehenden Behälter ausgesetzt wird. Das Verf. ist dad. gek., daß die Menge der dem herabrieselnden W. entgegengeführten Luft größer ist, als zur Erzielung des gewünschten Entsäuerungsgrades nach den Teildruckgesetzen erforderlich ist. Weitere Ansprüche betreffen das Verf. u. die Vorr. (D. R. P. 584 696 Kl. 85 b vom 29/11. 1925, ausg. 12/10. 1933.) M. F. MÜLLER.

**F. Maes**, Brüssel, *Filtermasse zum Entfernen der Kohlensäure aus Wasser*, bestehend aus zerkleinertem natürlichem  $MgCO_3$ , z. B. in Form von Dolomit oder calc.  $MgCO_3$ . (Belg. P. 368 715 vom 19/3. 1930, Auszug veröff. 17/9. 1930. D. Prior. 19/1. 1930.) M. F. MÜLLER.

**E. Dechamps**, Lüttich, *Herstellung eines Wasserenthärtungsmittels durch Umsetzung von  $CaCO_3$  mit  $HCl$ , in der  $As_2O_3$  oder eine As-Verb. u. evtl. Ameisensäure gel. ist.* (Belg. P. 368 225 vom 3/3. 1930, Auszug veröff. 17/9. 1930.) M. F. MÜLLER.

**Julius Pia**, Kohlensäure und Kalk. Einf. in d. Verständnis ihres Verhaltens in d. Binnengewässern. Stuttgart: Schweizerbart 1933. (VII, 183 S.) gr. 8°. = Die Binnengewässer. Bd. 13. Lw. M. 22.50.

## V. Anorganische Industrie.

**N. S. Artamonow**, *Untersuchung des Einflusses der Beimengung von Natriumsulfat zum Träger — Magnesiumsulfat — auf die Aktivität des Platinkatalysators bei der Reaktion  $2 SO_2 + O_2 = 2 SO_3$* . Aus reinem Magnesiumsulfat wurden durch Zusatz verschiedener Mengen Natriumsulfat (5%, 2,5%, 1%, 0,1%) Katalysatorträger dargestellt, die nach Trocknung in einem elektr. Ofen mit einer alkoh. Lsg. von Platinchlorwasserstoffsäure behandelt wurden. Durch darauffolgendes Erhitzen u. Durchsaugen h. Luft wurde das Pt zu Metall reduziert. Durchleiten eines Gases mit etwa 10%  $SO_2$  mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 70 l/Stde. ergab, daß Natriumsulfat-Zusatz zum Katalysatorträger in allen Fällen die Kontaktwrkg. verschlechtert. — Adsorptionsvers. mit Ä. an denselben Trägermustern zeigten, daß die Adsorptionsfähigkeit der katalyt. Wrkg. symbat geht. — Vf. vermutet, daß die ungünstige Wrkg. des Natriumsulfats auf einer durch den Zusatz hervorgerufenen Veränderung der Mikrostruktur u. der dabei stattfindenden Verringerung der akt. Oberfläche des Katalysators beruht. (J. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyslennosti] 10. Nr. 3. 59—62. 1933.) GURIAN.

**I. Kritschewski und P. Itzkowitsch**, *Verwendung der Neutralisationswärme zum Eindampfen von Ammoniumnitratlösungen*. Laboratoriumsvers. zeigen, daß zur erfolgreichen Verdampfung von  $NH_4NO_3$ -Lsgg. bei Atmosphärendruck unter Verwendung der Neutralisationswärme die Säure in die Ammoniaklsg. von unten möglichst an mehreren Stellen unter guter Rührung zugeführt werden muß. Die Ammoniakzufuhr muß ebenfalls von unten erfolgen. Der W.-Dampfengang muß gut funktionieren, damit keine Überhitzung der Lsg. stattfindet. — Es gelang Vff. bis zu 73% der Neutralisationswärme auszunutzen, obwohl die optimalen Vers.-Bedingungen nicht eingehalten werden konnten. (J. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyslennosti] 10. Nr. 3. 14—18. 1933.) GURIAN.

**N. I. Spitzyn, G. W. Ssokolowa, T. P. Popowa und I. I. Sorin**, *Technologie der Herstellung von saurem Fluorammonium*. Saures  $NH_4$ -Fluorid wurde dargestellt u. seine Löslichkeit in 1 u. 5% Flußsäurelsg. bei Temp. zwischen  $-20^\circ$  u.  $+50^\circ$  bestimmt. Es zeigte sich, daß bei Verlängerung der Lsg.-Dauer die Löslichkeit bei Temp. über  $0^\circ$  steigt, während sie unterhalb  $0^\circ$  fällt, was auf einen allmählichen Ausfall des Salzes mit fortschreitender Abkühlung zurückgeführt wird. — Auf Grund der Vers.-Ergebnisse halten Vff. die Darst. von saurem  $NH_4$ -Fluorid unter Vermeidung des lästigen Eindampfens (bei der sonst üblichen Darst. aus  $NH_4OH$ -Lsgg. u. Flußsäurelsgg.) für aussichtsreich, u. beschreiben die dazu notwendige App. Die Methode besteht im wesentlichen darin, daß aus HF-Gas eine 35—40%ig. Lsg. dargestellt wird, u. diese darauf mit  $NH_3$ -Gas unter Köhlen bis zur schwach alkal. Rk. behandelt wird. Das sich bildende neutrale Salz fällt z. T. aus, worauf die Gesamtlsg. mit einem HF-Überschuß gesätt. wird. Das dabei entstehende saure Salz fällt in Krystallen aus u. wird abzentrifugiert, worauf es keiner weiteren Trocknung bedarf. Die Mutterlauge geht in den Prozeß



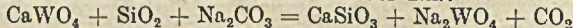
zurück. (J. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyschlennosti] 10. Nr. 3. 50—52. 1933.) GURIAN.

**S. I. Aronowa** und **S. N. Lunskaja**, *Erzeugung von Kalisalpeter aus Ammonsalpeter und Chlorkali*. (Vgl. C. 1932. I. 2297.) Es werden einige neue Methoden zur Gewinnung von  $\text{KNO}_3$  aus  $\text{KCl}$ - u.  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ -Lsgg. kurz besprochen. (Kali [russ.: Kalii] 2. Nr. 2. 24—28. 1933.) KLEVER.

**I. A. Andrukow**, *Über die Benutzung der Abgänge bei der chemischen Sylvinitumarbeitung*. Es werden Methoden zur Gewinnung von techn. Kochsalz, Speisesalz, u. Soda aus den Abfällen der Sylvinitverarbeitung besprochen. (Kali [russ.: Kalii] 2. Nr. 5. 36—39. Juni 1933.) KLEVER.

**I. G. Ryss** und **S. S. Orlow**, *Überführen von Natriumchromat in Dichromat durch Einwirkung von Flußsäure*. Experimenteller Teil: **S. S. Orlow**, **O. F. Ssuchanowa** und **B. N. Ssusslow**. Die von anderer Seite vorgeschlagene Überführung von Chromat in Dichromat mittels Flußsäure unter gleichzeitiger Ausscheidung von  $\text{NaF}$  wird auf ihre prakt. Durchführbarkeit u. die optimalen Arbeitsbedingungen hin geprüft. Die Unters. des Einflusses von in den Rohstoffen üblichen Beimengungen (Aluminate,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SiF}_6$  usw.) ergab, daß man am besten verfährt, indem die durch Absorption von  $\text{HF}$  erhaltene Flußsäure zunächst von  $\text{H}_2\text{SiF}_6$  befreit u. zu der vom  $\text{Al}$  befreiten Chromatlsg. zugesetzt wird. Die Temp.-Erhöhung ist unwesentlich. Das Rk.-Ende wird mit Kongorot- u.  $\text{BaCl}_2$ -Papier festgestellt. Das ausgefallene  $\text{NaF}$  wird abfiltriert u. bis zu einem Geh. von 5—7% Dichromat ausgewaschen. Weiteres Auswaschen ist mit Verlusten verbunden. Das erhaltene Fluorid genügt zur Herst. von „Uralit“, einem Gemisch von  $\text{NaF}$ , Dichromat u. Dinitrophenol, das zum Bestreichen von Telegraphenmasten usw. Verwendung findet. — Die Frage der genauen Konz.-Angaben, der Verwendung der Waschwässer usw. soll durch fabrikmäßige Verss. geklärt werden. — Gewisse Vorteile bietet die Arbeit mit  $\text{HF}$ -Gas, jedoch ist die Durchführbarkeit dieser Methode noch nicht erwiesen. — Die Überführung der Chromate in Chromsäureanhydrid mittels Flußsäure halten Vff. auf Grund ihrer Verss. für prakt. unmöglich. (J. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyschlennosti] 10. Nr. 4. 53—57. 1933. Ural, chem. wissenschaftl. Forsch.-Inst.) GURIAN.

**N. S. Ssingalowski** und **Sch. I. Matussewitsch**, *Verarbeitung von Scheelit nach einer alkalischen Methode*. Das Verf. beruht auf der Rk.:



durch Schmelzen des Gemisches bei 750°. Die zerkleinerte Schmelze wird darauf mit h. W. ausgelaugt. Der Rückstand besteht im wesentlichen aus  $\text{CaSiO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ , freier  $\text{SiO}_2$  u. geringen  $\text{CaWO}_4$ -Resten. Aus der Lauge wird mit  $\text{CaCl}_2$  das  $\text{CaWO}_4$  ausgefällt, welches dann in üblicher Weise mit  $\text{HCl} + \text{HNO}_3$  zers. u. wieder in  $\text{NH}_4\text{OH}$  aufgelöst wird. Zur Gewinnung von reinem  $\text{WO}_3$  wird dann das erhaltene  $\text{NH}_4$ -Parawolframat getrocknet u. gegläht. (Seltene Metalle [russ.: Redkie Metally] 2. Nr. 2. 38—40. März/April 1933.) KLEVER.

**Säurefabrik Schweizerhall**, Schweizerhalle, *Gewinnung von reinem Schwefel aus diesen enthaltenden Massen durch Extraktion mit Lösungsmitteln*, dad. gek., daß zunächst der S mit dem Lösungsm. gel. wird u. daß hierauf der S durch Kristallisation abgeschieden wird, wobei noch die Verunreinigungen mittels eines Reinigungsmittels aus dem Lösungsm. entfernt werden. — Als Reinigungsmittel verwendet man  $\text{H}_2\text{SO}_4$  oder Oleum oder Chlorsulfonsäure oder  $\text{HNO}_3$ -haltige  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . (Schwz. P. 162 140 vom 23/6. 1932, ausg. 16/8. 1933.) DREWS.

**Herman Deneke**, Berlin, *Gewinnung von Schwefel aus ausgebrauchten Gasreinigungsmassen*. Die M. wird indirekt erhitzt. Während der Dest. des S werden geringe Mengen von im wesentlichen sauerstoffreichem Verbrennungsgas oder eines anderen indifferenten Gases über die M. geleitet, so daß der S-Dampf durch die Gase fortgeführt wird. Vor der Dest. kann die M. gegebenenfalls durch Erhitzen auf 250—350° vom W. befreit werden. (E. P. 399 069 vom 26/1. 1933, ausg. 19/10. 1933. D. Prior. 26/1. 1932.) DREWS.

**General Chemical Co.**, New York, übert. von: **Lowry Gillett**, **Syosset**, und **Leroy S. Foster**, **Evansville**, *Verbrennen von Schwefel zur Gewinnung von Schwefelsäure*. Der S-Brenner wird aus einem Reservoir mit geschm. S gespeist. Der fl. Zustand des S im Reservoir wird durch direkte Wärmeübertragung vom Brenner aufrecht erhalten. Die konstruktiven Einzelheiten der Verbrennungsanlage werden näher beschrieben. (A. P. 1 928 099 vom 28/6. 1929, ausg. 26/9. 1933.) DREWS.



**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Friedrich August Henglein**, Köln-Deutz, und **Friedrich Wilhelm Stauf**, Leverkusen-Wiesdorf), *Herstellung von Schwefelsäure* gemäß D. R. P. 573 129, dad. gek., daß an Stelle von SO<sub>2</sub> andere S-haltige Stoffe verwendet werden, die mit W. verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bilden. — Genannt sind Oleum, Pyroschwefelsäure, konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Chlorsulfonsäure, Sulfurylchlorid usw. (D. R. P. 586 586 Kl. 12 i vom 12/10. 1932, ausg. 23/10. 1933. Zus. zu D. R. P. 573 129; C. 1933. II. 1413.) DREWS.

**Fison, Packard & Prentice Ltd.**, Ipswich, **Chance & Hunt Ltd.**, Oldbury, und **Richard Thompson Maudsley**, Birmingham, *Schwefelsäurekammer*. Die Kammer ist zweiteilig derart gebaut, daß sie im Querschnitt ein Paar von Segmenten einer krummlinigen geschlossenen Figur bildet u. die Sehnen der Segmente in einem Abstand so einander gegenüber stehen, daß zwischen den einander gegenüberliegenden Flächen der beiden Kammern ein enger Raum verbleibt. In diesem Raum ist ein Traggerüst untergebracht u. eine Einrichtung vorgesehen, um die gegenüberliegenden Flächen u. die Außenflächen der beiden Kammerteile mit W. zu kühlen. (Holl. P. 30 763 vom 4/11. 1930, ausg. 15/9. 1933. E. Prior. 28/3. 1930.) DREWS.

**Electrochlore, Soc. An.**, Frankreich, *Herstellung von Chlorhydrat*. Die Herst. erfolgt mittels einer injektorartigen Einrichtung, durch die das Cl durch strömendes W. angesaugt u. mit ihm unter Druck vermischt wird. Man erhält eine Lsg. mit konstanter Cl-Menge, welche bei 3° krystallisiert. (F. P. 752 897 vom 7/7. 1932, ausg. 2/10. 1933.) DREWS.

**Grasselli Chemical Co.**, Cleveland, übert. von: **Edward A. Taylor**, Cleveland, *Oxydation von Ammoniak*. Der Katalysator besteht im wesentlichen aus Pt u. Rh. Die einzelnen Elemente weisen eine verschiedene chem. Zus., verschiedene Wirksamkeit u. mechan. Festigkeit auf. Hierbei haben die hochwirksamen Elemente eine geringe mechan. Festigkeit u. die Elemente von hoher mechan. Festigkeit eine geringe Wirksamkeit. Der Katalysator enthält wenigstens ein Element aus reinem Pt u. wenigstens ein Element aus einer Pt-Rh-Legierung. (A. P. 1 927 963 vom 18/8. 1932, ausg. 26/9. 1933.) DREWS.

**E. I. Du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, übert. von: **Fred C. Zeisberg**, Wilmington, *Konzentrieren von Salpetersäure*. Das Gemisch der schwachen HNO<sub>3</sub> u. des Entwässerungsmittels passiert eine Entwässerungskolonie im Gegenstrom zu Salpetersäure- u. Wasserdämpfen, die aus der Konzentrationsanlage herrühren. Aus dem oberen Teil der Entwässerungskolonie entweichen Dämpfe von starker Salpetersäure, während aus dem unteren Teil der Kolonne ein Gemisch des Entwässerungsmittels, z. B. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, mit geringen Mengen Salpetersäure abläuft u. in die Konzentrationsanlage gelangt. Diese besteht aus doppelwandigen, mit Dampf beheizten Gefäßen. Die bei der Konzentration entweichenden Dämpfe durchströmen die Entwässerungskolonie. Die vorkonz., noch geringe Mengen von HNO<sub>3</sub> enthaltende H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gelangt in eine Denitrieranlage, in der sie mit W.-Dampf behandelt wird. Während die denitrierte Säure unten abfließt, werden die entweichenden Dämpfe in einer Waschkolonie mit k. W. behandelt. Die auf diese Weise entstandene verd. HNO<sub>3</sub> wird zusammen mit der zu verarbeitenden Säure in den Entwässerungsturm geleitet. (A. P. 1 928 749 vom 6/12. 1930, ausg. 3/10. 1933.) DREWS.

**Gewerkschaft Victor**, Castrop-Rauxel, Deutschland, *Schwefel- und salpetersaures Ammonium* durch Einführen von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. NH<sub>3</sub> in eine NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>-Lsg. dad. gek., daß die in den Sättiger fließende H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, die zur Aufnahme der entweichenden, überschüssigen NH<sub>3</sub>-Dämpfe dient, auf etwas unterhalb der Temp. gehalten wird, die dem Kp. der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> unter den im Sättiger herrschenden Druckverhältnissen (vorzugsweise Unterdruck) entspricht. Hierzu vgl. auch F. P. 703 770; C. 1931. II. 1746. (Poln. P. 17 286 vom 15/10. 1930, ausg. 20/1. 1933. D. Prior. 15/10. 1929.) HLOCH.

**Grangers Mfg. Co.**, Boston, übert. von: **Edward J. Pranke**, Bayside, *Gewinnung von Phosphoroxyden*. Ein Gemisch von zerkleinertem Naturphosphat, SiO<sub>2</sub> u. Kohle wird unter Ausschluß von Luft in die hoherhitze Zone eines elektr. Ofens gebracht, wobei elementarer P u. CO entstehen. Durch die Verbrennung dieser beiden Prodd. sowie durch die Zugabe eines fein verteilten Brennstoffes oberhalb der Rk.-Zone wird die erforderliche Temp. erzeugt. (A. P. 1 925 338 vom 19/12. 1928, ausg. 5/9. 1933.) DREWS.

**Kavalco Products Inc.**, übert. von: **Clayton Olin North**, Nitro, West Virginia, *Herstellung von Phosphoroxychlorid* durch Behandlung eines Gemisches von PCl<sub>3</sub> u. P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> mit Cl<sub>2</sub> bei allmählich bis zu 100° gesteigerten Temp. gemäß der Gleichung



$3 \text{PCl}_3 + \text{P}_2\text{O}_5 + 3 \text{Cl}_2 = 5 \text{POCl}_3$ . (A. P. 1 921 370 vom 12/1. 1933, ausg. 8/8. 1933.) M. F. MÜLLER.

**Tennessee Products Corp.**, Nashville, übert. von: **John William Walton**, Rockdale, *Gewinnung von Phosphorsäure*. In die aus der Verbrennungszone eines mit Phosphat beschickten Hochofens entweichenden h. P-reichen Gase führt man unmittelbar in der Nähe der Stelle, an der sie abgezogen werden. einen W.-Strahl ein, so daß sich an den inneren Wandungen der Abzugsleitung ein isolierender Überzug absetzt. Anschließend werden die Gase mit W. gewaschen u. danach verbrannt. Nach dem Einführen des W. in die h. Gase werden diese durch einen Behälter geleitet, in dem sich die schlammartigen Substanzen absetzen. Dieser schlammige Rückstand wird nach dem Destillieren mit  $\text{NH}_4$ -Salzen versetzt u. kann als *Düngemittel* Verwendung finden. Der Rückstand kann gegebenenfalls noch einen Zusatz von K-Salzen erhalten. (A. P. 1 925 510 vom 23/3. 1929, ausg. 5/9. 1933.) DREWS.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Trennen von Phosphorsäure und Schwefelsäure*, die im Überschuß in den Sulfatlaugen der seltenen Erden — erhalten durch Behandeln von Monazitsand mit konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  — enthalten sind. Man bringt die konz. Sulfatlauge vorzugsweise bei niedriger Temp. in Ketone oder aliph. Alkohole. Der nicht gel. Rückstand, bestehend aus den neutralen Sulfaten, wird von der Fl. getrennt, ausgewaschen u. getrocknet. Als für die Durchführung des Verf. geeignete Stoffe sind Methanol u. Aceton genannt. (F. P. 753 052 vom 23/3. 1933, ausg. 6/10. 1933. D. Prior. 25/4. 1932.) DREWS.

**Metallgesellschaft A.-G.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Conway von Girsfeld** und **Wolhart Siecke**, Frankfurt a. M.), *Abtrennung von gefälltem Arsensulfid aus Säuren* durch in die Fl. in feiner Verteilung eingeführtes Gas, 1. dad. gek., daß bei der Behandlung von konz. Säuren zur Erzeugung von  $\text{H}_2$  als gasförmigem Hilfsstoff vor, während oder nach dem Fällungsvorgang metall. Al oder Mg auf die Säure zur Einw. gebracht wird. — 2. gek. durch die Verwendung der in 1. genannten Metalle in fein zerkleinerter bzw. in Pulverform. (D. R. P. 587 036 Kl. 12 i vom 30/1. 1932, ausg. 28/10. 1933.) DREWS.

**Gustav Fester** und **Francisco Bertuzzi**, Santa Fe, *Herstellung von Arseniaten* durch Oxydation von  $\text{As}_2\text{O}_3$  mittels Hypochlorit, 1. dad. gek., daß Arsenik, trocken oder in wss. Suspension, mit einer ätzkalkfreien Lsg. von n. Ca-Hypochlorit oxydiert u. die erhaltene Arsensäurelsg. sodann nach bekannten Verf. in Arseniate übergeführt wird. — 2. dad. gek., daß die Oxydation ohne Erwärmung, zweckmäßig unter Kühlung, durchgeführt wird. — 3. dad. gek., daß die Oxydation nicht völlig zu Ende geführt u. die Arsensäurelsg. von dem nicht oxydierten Arsenik durch Dekantieren getrennt wird. — 4. dad. gek., daß an Stelle des n. Ca-Hypochlorits andere n. Erdalkalihypochlorite zur Oxydation des Arseniks benutzt werden. — 5. dad. gek., daß kein fertiges Hypochlorit verwendet, sondern in an sich bekannter Weise  $\text{Cl}$ -Gas in eine Mischung von Arsenik u. einer Erdalkalilauge eingeleitet wird, deren Menge so bemessen wird, daß die entstehende  $\text{HCl}$  gerade gebunden wird. — 1 weiterer Anspruch. (D. R. P. 586 349 Kl. 12 i vom 21/10. 1932, ausg. 20/10. 1933.) DREWS.

**Spółka Akcyjna Eksploatacji Soli Potasowych**, Lemberg, Polen, *Scheidung von Mineralien durch Flotation*. Die Flotation wird in gesätt. w. Lsgg. von Salzen durchgeführt, die mit den Hauptbestandteilen der zu trennenden Mineralien (Rohsalz, Sylvinit usw.) in der Lsg. einen Gleichgewichtszustand eingehen. 1 kg Rohsalz, das außer Gangart Kalium- u. Magnesiumsalze, sowie Anhydrit enthält, wird beispielsweise mit 6 l gesätt.  $\text{NaCl}$ -Lsg. versetzt u. nach Zugabe von Terpentin als Schaummittel in saurer Lsg. mehrere Male der Flotation unterworfen. Im Schaum befindet sich alle Gangart (270 g). Gewonnen wird 700 g Anhydrit-haltiges  $\text{NaCl}$ , 30 g gehen verloren. (Poln. P. 17 364 vom 9/1. 1931, ausg. 30/1. 1933.) HLOCH.

**T. Shiraishi**, Mie-ken, *Herstellung von kolloiden Erdalkalicarbonaten mit Fettsäuregehalt*. In eine Suspension von Erdalkalioxyden oder -hydroxyden, deren D. weniger als  $15^\circ \text{Bé}$  beträgt, wird, unter Vermeidung einer Temp.-Steigerung, möglichst konz.  $\text{CO}_2$  eingeleitet. Das entstandene bas. Carbonat wird mit einer Fl. von hoher Oberflächenspannung (Casein- oder Harzlg.) u. einer Fettsäure versetzt u. dann erneut mit  $\text{CO}_2$  behandelt. (Vgl. A. P. 1 863 945; C. 1932. II. 1672.) (Japan. P. 102 330 vom 19/11. 1932, ausg. 2/10. 1933.) BUCHERT.

**K. Sudzuki**, Tokyo-fu, *Herstellung von Magnesiumcarbonat*.  $\text{Mg}$ -Hydroxyd wird in Alkoholen suspendiert. In die Suspension wird ohne Verdünnung des angewandten



A. CO<sub>2</sub> eingeleitet. Man erhält so krystallisiertes oder kolloidales, bas. Mg-Carbonat oder Mischungen dieser. (Japan. P. 102 345 vom 25/8. 1932, ausg. 2/10. 1933.) BU.

**Aluminium Co. of America**, Pittsburgh, übert. von: **Harold W. Heiser**, East St. Louis, *Natriumaluminat*. Zwecks Gewinnung eines ohne Rückstand l., der Formel NaAlO<sub>2</sub> möglichst genau entsprechenden, insbesondere zur *Wasserreinigung* dienenden Prod. aus reinen Ausgangsstoffen (10 Teile gereinigtes Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> auf 10,5—13 Teile 99%ig. calcinierte Soda) werden diese fein gemahlen unter Zusatz von W. (10—15%) u. einem C-freien Bindemittel (15—20% NaAlO<sub>2</sub>) gemischt, u. die Mischung durch Pressen verformt, bevor die calcinierte Soda sich hydratisiert. Die Preßlinge werden getrocknet u. bei 900—1100° gebrannt. (A. P. 1 930 271 vom 28/3. 1932, ausg. 10/10. 1933.) MAAS.

**Metallgesellschaft A.-G.**, Frankfurt a. M., *Zinkoxyd*. Ein pulveriges Gemisch des Zn enthaltenden Ausgangsstoffes mit C-haltigem Brennstoff wird in einem Kohlenstaubbrenner verbrannt. Das entstandene ZnO wird aus den gekühlten Brennergasen entfernt. Als Zn enthaltendes Material verwendet man Zn-Sulfat, insbesondere von der Röstung von Zn-Erz herrührenden Flugstaub. Bei der im Kohlenstaubbrenner vorgenommenen therm. Zers. des Zn-Sulfates wird ein Überschuß von Verbrennungsluft vermieden. Das Kühlen der ZnO enthaltenden Brennergase erfolgt durch eingesprühtes W. (E. P. 398 752 vom 27/3. 1933, ausg. 12/10. 1933. D. Prior. 9/5. 1932.) DREWS.

**Royce Chemical Co.**, Carlton Hill, übert. von: **Kurt J. Petschow**, Passaic, N. J., *Gewinnung von Zinksulfat* aus dem Schlamm von der Formaldehydsulfoxylatherst. durch Verdünnen mit W. u. Einleiten von W.-Dampf u. anschließend von Luft, wodurch das Komplexsalz, z. B. Formaldehyd-Zinksulfoxylat, in l. u. unl. Verb. zerlegt wird. Nach dem Absitzen u. Abziehen des W. wird H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zu dem zurückgebliebenen ZnO zugesetzt. Die überschüssige H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wird mit Kalk neutralisiert u. nach Zusatz von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> wird CaCO<sub>3</sub> zugegeben, wodurch die Schwermetallsalze ausgefällt werden. Die ZnSO<sub>4</sub>-Lsg. wird darauf filtriert u. das ZnSO<sub>4</sub> durch Krystallisation gewonnen. (A. P. 1 921 773 vom 6/12. 1930, ausg. 8/8. 1933.) M. F. MÜLLER.

**René Joseph Dalozé**, Frankreich, *Herstellung von reinen Bleisalzen*. Pb-Sulfat wird in wss. Lsg. mit großem Überschuß von Alkaliacetat umgesetzt. Nach Abtrennung des Unl. aus den Mutterlaugen wird das in Lsg. befindliche Pb-Acetate durch ein dem herzustellenden unl. Pb-Salz entsprechendes Alkalisalz gefällt. Aus den Mutterlaugen läßt sich Alkalisulfat gewinnen. Die Herst. von Pb-Carbonat, Pb-Arseniat usw. wird erwähnt. (F. P. 752 674 vom 28/6. 1932, ausg. 28/9. 1933.) DREWS.

**Edouard Bernard**, Le problème de l'azote en France. Paris: J. B. Bailliére et fils 1933. (220 S.) Br.: 25 fr.

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

**Erich Kadmer**, *Kühl-, Schleif- und Poliermittel zum Honen und Läppen*. (Vgl. PLÜCKER, C. 1933. II. 3798.) Würdigung der Vorzüge von Graphit, besonders kolloidalem, dispergiert in W., Öl oder Fett. (Seifensieder-Ztg. 60. 763—64. 18/10. 1933.) HLOCH.

**Knapp**, *Die Fortschritte der Glasindustrie im Jahre 1932. I. Aufbau, Bestandteile und Eigenschaften der Gläser*. (Glashütte 63. 675—76. 9/10. 1933. Tokod.) RÖLL.

**A. A. Weinhardt**, *Säurefestmachen von neuen und alten Behältern*. Überblick über die Eigg. u. Anwendungsmöglichkeiten für Porox u. Poroxzement. (Chem. Markets 33. 143—44. Aug. 1933.) R. K. MÜLLER.

**K. Endell**, **W. Müllensiefen** und **K. Wagenmann**, *Über den Einfluß der wichtigsten Schlackenbildner auf die Temperatur-Viscositätsbeziehungen der Mansfeldschlacke*. Bei Durchführung der Vers.-Schmelzen diente eine fein gepulverte Mischung von 50% Krug- u. 50% Kochhütterschlacke des Junidurchschlusses 32 als Standard-schlacke. Die Schlacken wurden im Kohlegrießofen in Hartporzellantiegeln bei etwa 1500° geschmolzen. Als Zusätze wurden Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, K<sub>2</sub>O, MgO u. CaO verwandt. Die Ergebnisse der Zähigkeitsprüfung der Mansfeldschlacken mit u. ohne Zusatz sind in einer Zahlentafel in CGS-Einheiten (Poise) zwischen 1375 u. 1173° zusammengestellt. Es ergab sich, daß innerhalb der durch die Minern bedingten prozent. Schwankungen, die bei der Zus. der Pflastersteine vorkommen, in der Gegend der Gießtemp. von 1300° die Viscosität der Schlacke durch Zusätze von CaO, MgO u. K<sub>2</sub>O erniedrigt, durch SiO<sub>2</sub>- u. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Zusätze erhöht wird. Geringe Temp.-Schwankungen in der Nähe



der Gießtemp. beeinflussen die Viscosität nicht stärker als die geringfügigen Änderungen der Zus. Bei gleichbleibender Viscosität kann jedoch die Schwankung der Temp. u. der Zus. Einfluß auf die Krystallisation ausüben. Unterhalb 1300° nimmt der Temp.-Einfluß auf die Viscosität stärker zu als der der chem. Zus. Er tritt besonders stark bei tieferen Temp. in den Vordergrund, wird hier wohl aber durch Krystallisationserscheinungen überlagert. (Metall u. Erz 30. 425—31. 1/11. 1933. Berlin, Lab. für bauwissenschaftliche Technologie der T. H. u. Eisleben, Zentrallab. der Mansfeldischen Kupferschieferbergbau A. G.)

GOLDBACH.

**E. Raisch und W. Weyh**, *Die Wärmeleitzahl von Kieselguraufstrichmassen in Abhängigkeit vom Raumgewicht und Wasserzusatz*. Zur Abschätzung der Wärmeleitzahl von Kieselguraufstrichmassen kann statt des Raumgewichtes auch der zum Anmachen der pulverförmigen M. erforderliche W.-Zusatz dienen; das Verf. gibt besonders bei Leichtkieselgurmassen gute Werte. Sicher ist nur die experimentelle Best. der Wärmeleitzahlen. (Gesundheitsing. 56. 509—11. 28/10. 1933. München, Forschungsheim f. Wärmeschutz e. V.)

R. K. MÜLLER.

**Ralph B. Mason**, *Wärmeisolation mit Aluminiumfolie*. (Aciers spéc., Mét., Alliages 8. (9). 276—90. Sept. 1933. New Kensington. — C. 1933. I. 2852.)

R. K. MÜLLER.

**Oscar Gossler**, Hamburg (Erfinder: **Gedeon von Pazziczky**, Wandsbek), *Behälter zum Erschmelzen von Glas*, insbesondere zum Verarbeiten auf Glasgespinn nach Patent 580 502, dad. gek., daß nur der Teil des Behälters, der zum Sammeln des geschmolzenen Glases dient u. die eigentlichen Spindüsen aufweist, aus elektr. leitendem, gegenüber dem Glasfluß u. Temp.-Schwankungen widerstandsfähigem Werkstoff besteht u. unabhängig von dem übrigen Teil des Behälters gesondert durch Einschalten in einen elektr. Stromkreis beheizt wird. Drei Unteransprüche betreffen die Vorr. (Zeichnung). (D. R. P. 585 761 Kl. 32 a vom 18/6. 1932, ausg. 10/10. 1933. Zus. zu D. R. P. 580 502; C. 1933. II. 1571.)

M. F. MÜLLER.

**Soc. An. des Manufactures des Glaces et Produits chimiques de Saint-Gobain, Chauny & Cirey**, Paris, *Verfahren zum Härten von Glasscheiben oder Glasplatten* im Hang durch Entlangstreichen der Kühlluft über die gesamte Oberfläche der vorher entsprechend erhitzten Scheiben oder Platten, dad. gek., daß das Härten der Platten oder Scheiben in einem Raume erfolgt, in welchem während der ganzen Dauer des Härten ein Unterdruck aufrechterhalten wird. Dazu weitere Ansprüche u. Abb. der Vorr. (D. R. P. 586 478 Kl. 32 a vom 28/4. 1932, ausg. 21/10. 1933. F. Prior. 24/7. 1931.)

M. F. MÜLLER.

**Emil Busch Akt.-Ges. Optische Industrie**, Rathenow, *Verfahren zur Herstellung gehärteter Augengläser*, dad. gek., daß als Ausgangsmaterial Glas mit einer Zugfestigkeit von mehr als 7 kg/qmm dient. — Glas, das schon im ungehärteten Zustand eine so hohe Zugfestigkeit aufweist, neigt nicht zur Selbstexplosion infolge der beim raschen Abkühlen des hochehitzten Glases entstehenden Spannungen. (D. R. P. 585 705 Kl. 42h vom 1/1. 1931, ausg. 7/10. 1933.)

HEINRICHS.

**Württembergische Metallwarenfabrik in Geislingen**, Steige, *Verfahren zur Herstellung eines außen mit einer Metallschicht überzogenen Gegenstandes aus Glas oder ähnlichem Material*, das auf der Innenseite vorzugsweise nicht metallisiert ist, dad. gek., daß der Glaskörper zuerst nach den Methoden der Glasbearbeitungstechnik, insbesondere durch Schleifen, mit Einfräsungen, scharfkantigen Aussparungen o. dgl. versehen wird u. daß dann die ganze sichtbare Außenfläche auf galvan. Wege mit Metall überzogen wird. (D. R. P. 587 798 Kl. 32b vom 9/6. 1931, ausg. 7/11. 1933.)

M. F. MÜLLER.

**Naugatuck Chemical Co.**, Naugatuck, übert. von: **Iwan Ostromilensky**, New York, V. St. A., *Spaltersicheres Glas*, dessen Bindemittel aus dem Amylenester der polymerisierten *Phenylacrylsäure*, gegebenenfalls im Gemisch mit einem unvollständig polymerisierten Monomeren besteht. (A. P. 1 913 127 vom 15/2. 1928, ausg. 6/6. 1933.)

ENGEROFF.

**Libbey Owens Ford Glass Co.**, übert. von: **George R. Watkins**, Toledo, V. St. A., *Verbundglas*. Die Glasplatten werden zunächst mit einer Klebmischung, bestehend aus 1% Gelatine, 1% Nitrocellulose, 70% Essigsäure, 14% H<sub>2</sub>O u. 14% Aceton überzogen, getrocknet, mit einem Flüssigkeitgemisch aus 30% Dibutylphthalat, 30% Diäthylenglykolmonobutyläther u. 40% Diäthylenglykolmonoäthyläther aufgeweicht u. nach Dazwischenlegen einer Nitrocellulosefolie in der Wärme verpreßt. (A. P. 1 913 223 vom 13/7. 1929, ausg. 6/6. 1933.)

ENGEROFF.



**Imperial Chemical Industries Ltd.**, London, **James Sinton Bruce Fleming** und **Archibald Renfrew**, Giffnock, *Herstellung von Verbundglas*. Als Zwischenschicht verwendet man ein Polymerisationsprod., z. B. polymerisiertes *Vinylbenzol*, *Vinylacetat* oder ein polymerisiertes Gemisch von *Methylacrylat* u. *Methyl- oder Äthyl- $\alpha$ -methylacrylat* bzw. *Vinylcyanid*, gegebenenfalls mit Weichmachungsmitteln u. erhitzt dieses zwischen den Glasplatten in waagerechter Lage ohne zusätzlichen Druck 16 Stdn. auf 95°. (E. P. 398 189 vom 7/3. 1932, ausg. 5/10. 1933.) ENGEROFF.

**National Aluminate Corp.**, Chicago, übert. von: **Robert Maynard King**, Columbus, Ohio, V. St. A., *Herstellung von Gegenständen aus Ton*. Hohlkörper aus Ton werden oft in der Weise hergestellt, daß die Tonschlämme in eine Form aus Gips gefüllt wird. Der Ton setzt sich dann an den Wänden ab. Hat er die gewünschte Dicke erreicht, so wird die fl. Brühe aus dem Innern abgegossen. Dieses Ablagern wird unterstützt durch die Beimischung eines Elektrolyten zu dem Ton. Als solcher ist üblich eine Mischung von *Natriumsilicat* u. *Natriumcarbonat*. Der Elektrolyt soll eine stabile, gut fließfähige Schlämme ergeben, er soll dieser den richtigen Grad der Plastizität verleihen, er darf die Festigkeit der Körper nicht herabsetzen, die ungebrannten Körper sollen porenfrei sein, u. der Elektrolyt darf nicht durch die Tonmasse hindurch nach der Außenfläche dringen, weil er dort beim Brennen örtliche Verglasungen ergeben würde. Diese Eig., besonders aber die letztere, sollen den Körpern in hohem Grade eigen sein, wenn gemäß dem Patent als Elektrolyt eine Mischung von *Natriumsilicat* u. *Natriumaluminat* oder *Natriumaluminat* allein verwendet wird, z. B. im Verhältnis von 55—60% *Natriumsilicat* zu 45—40% *Natriumaluminat*. (A. P. 1 929 172 vom 4/4. 1932, ausg. 3/10. 1933.) HEINRICHS.

**Jean-Marie Large**, Frankreich, *Herstellung glasierter Steingutwaren*. Dem Rohmaterial wird magnesiahaltiger Sand beigemischt, um dadurch den Gegenständen, insbesondere Röhren, Platten, Flaschen u. dgl. eine erhöhte Festigkeit zu verleihen. Die Maßnahme beruht auf der Erkenntnis, daß 28—32%  $MgCO_3$  enthaltender Sand eine erhebliche Härtung der Prodd. herbeiführt. (F. P. 751 726 vom 2/3. 1933, ausg. 8/9. 1933.) HEINRICHS.

**Alfred Wanklin**, New Malden, England, *Verfahren zur Herstellung von keramischen Erzeugnissen* durch Vermischen von Ton u. h. Füllstoffen u. Formen u. Brennen der Gemische, dad. gek., daß als Formmassen Gemische aus grubenfeuchtem oder lufttrockenem, ungebranntem, zerkleinertem Ton u. h. Schamottekörnern verwendet werden, welche durch direktes Zerkleinern der aus einem Vorbrennofen kommenden h. Schamotte erhalten worden sind. — Das Verf. arbeitet billig u. soll besonders hochwertige Erzeugnisse liefern. (D. R. P. 534 833 Kl. 80b vom 8/2. 1931, ausg. 29/9. 1933.) HEINRICHS.

**Porzellanfabrik Kahla, Zweigniederlassung Freiberg**, Freiberg, Sa., *Brennverfahren für keramisches Preßgut und keramische Massen* mit Ölwiedergewinnung nach Patent 530269, bei dem das Brenngut während des dem Brennen vorangehenden Anheizabschnittes so lange, gegebenenfalls in einer in den Brennofen eingebauten, vom übrigen Ofenraum getrennten Kammer, mittelbar erwärmt wird, bis das im Brenngut enthaltene Öl verdampft ist, dad. gek., daß die Ölverdampfung in einer Atmosphäre von Kohlensäure oder anderen geeigneten Gasen vorgenommen wird, die mit den sich entwickelnden Dämpfen keine chem. Verbb. eingehen. — Durch diese Maßnahme soll das bei einer etwaigen Ölverbrennung u. der damit verbundenen plötzlichen Temp.-Steigerung hervorgerufene Platzen der Ware während der Anheizzeit vermieden werden. Außerdem wird die Verunreinigung der Ware durch Ruß vermieden, u. auch das wiedergewonnene Öl bleibt rein. (D. R. P. 586 424 Kl. 80c vom 28/10. 1931, ausg. 21/10. 1933. Zus. zu D. R. P. 530 269; C. 1931. II. 2198.) HEINRICHS.

**Joseph Harrington Comp.**, Harvey, V. St. A., übert. von: **Joseph Harrington**, Riverside, V. St. A., *Brennen von keramischem Material*. Zum Brennen von keram. Material, insbesondere von Ziegeln, werden die Feuergase aus dem Feuerraum unter erhöhtem Druck in den mit Material besetzten Brennraum eingeführt, u. sie werden unter diesem erhöhten Druck im Brennraum erhalten. Dabei sind Mittel vorgesehen, die ein Regulieren der Feuerung derart gestatten, daß eine oxydierende oder eine reduzierende Atmosphäre im Brennraum erzielt wird. (A. P. 1 927 830 vom 6/10. 1930, ausg. 26/9. 1933.) HEINRICHS.

**John Thomas Bamford**, Tunstall, England, *Brennen keramischer Gegenstände*. Als Bettungsmaterial für die Gegenstände in den Brennkapseln wird ein Strontium enthaltendes Material verwandt, insbesondere eine Mischung von *Strontiumsulfat* u.



gebrannter *Tonerde*, etwa im Verhältnis von 2—3 Teilen *Strontiumsulfat* zu 1 Teil *Tonerde*. Dieses Material wird erhalten durch Brennen u. darauffolgende Red. einer Mischung von 1—3 Teilen *Strontiumsulfat* u. 1—2 Teilen *Tonerdehydrat*. Das Material ist frei von Kieselsäure, es backt nicht zusammen u. ergibt geringe Streubldg.; wegen der Bleichwrkg. des *Tonerdehydrats* auf das *Strontiumsulfat* beim Brennen hat es eine weiße Farbe. (E. P. 397 339 vom 5/11. 1932, ausg. 14/9. 1933.) HEINRICHS.

I. G. *Farbenindustrie Akt.-Ges.*, Frankfurt a. M., *Herstellung von Zement*. Wasserhaltige, leicht l. Silicate in fester, pulveriger Form werden mit Substanzen gemischt, die mit der Kieselsäure der l. Silicate sich zu unl. u. säurefesten Silicaten verbinden. Als Substanzen dieser Art sind geeignet Metalloxyde oder Metallsilicate, z. B. *Bariumsilicat*, *Tonerde*, *Bariummonoxyd* oder *Calcium-Aluminiumsilicate*. Statt der Metalloxyde können auch solche Metallverbb. (z. B. *Borate*, *Sulfide* der Erdalkalien) Anwendung finden, die sich in Ggw. von W. zu den für die Rk. erforderlichen Oxiden oder Hydroxyden umbilden. Als Füllstoffe können *Quarz*, *Sand*, *Schamotte*, *Asbest*, *Tonerde*, *Silicate*, *Bariumsulfat*, *Siliciumcarbid* dienen. — Beispiel: 300 Teile Kaliumsilicat in Pulverform mit mindestens 20% Wassergeh. werden mit 100 Teilen Bariumsilicat u. 600 Teilen gepulvertem Quarz u. Sand gemischt. Die Mischung bildet mit W. angemacht einen Mörtel, der insbesondere gegen Schwefelsäure u. Sulfate widerstandsfähig ist. (E. P. 396 964 vom 31/10. 1932, ausg. 7/9. 1933. D. Prior. 29/10. 1931. Zus. zu E. P. 328 538; C. 1930. II. 4318.) HEINRICHS.

*Hoesch-Köln-Neuessen Akt.-Ges. für Bergbau und Hüttenbetrieb*, Dortmund, *Verfahren zur Herstellung von hochwertigem Zement mit hoher Anfangszugfestigkeit* durch Erhitzen von Zementrohstoffen, dad. gek., daß als Korrekturmittel dem Zementrohmehl mindestens ein Silicat eines Schwermetalles vom Atomgewicht 54,5—56 zugemahlen wird. Als Korrekturmittel geeignet ist Eisensilicat oder Mangansilicat oder Eisen- u. Mangansilicat. Bei Verwendung dieser Korrekturmittel geht die Wechselwrkg. der Rohmehlkomponenten leicht u. schnell vor sich, u. der Aufschlußgrad des Rohmehls wird ein hoher. Es wird schon bei verhältnismäßig niedrigen Temp. eine genügende Menge Alit gebildet, u. der Zement weist eine besonders hohe Anfangsfestigkeit auf. (Schwz. P. 162 688 vom 18/7. 1932, ausg. 1/9. 1933.) HEINRICHS.

I. G. *Farbenindustrie Akt.-Ges.*, Frankfurt a. M., *Portlandzement*. Dem Gemisch von Zement u. Bindemittel werden während des Vermahlens bis zu 10% Erdalkalisulfide zugesetzt. Vgl. E. P. 298 943; C. 1929. I. 1389. (Belg. P. 368 908 vom 25/3. 1930, Auszug veröff. 17/9. 1930.) M. F. MÜLLER.

*Giovanni Morbelli*, Mailand, *Verfahren zur Erlangung von Wasserbeständigkeit und Erhärtung von Asbestzementzeugnissen*, dad. gek., daß der als Bindemittel dienende Zement zu 70—85% durch zementfein gemahlene kieselsäurehaltige Zuschlagstoffe ersetzt u. die nach Einmischen der Asbestfasern geformten Erzeugnisse dampfgehärtet werden. — Als Zuschlagstoffe sind Kieselsäure- u. Silicatgesteine (*Quarz*, *Quarzit*, *Quarz-* u. *Silicatsande*, *Sandsteine*, *Diatomeenerde*, *Granit* usw.) oder natürliche oder künstliche *Puzzolane*, *Schlacken* u. dgl. geeignet. (D. R. P. 583 554 Kl. 80b vom 25/8. 1929, ausg. 5/9. 1933.) HEINRICHS.

*Soc. An. des Hauts-Fourneaux, Forges et Aciéries de Pompey*, Frankreich, *Beschleunigungsmittel für das Abbinden von Schlackenzement*. Als ein derartiges Mittel wird der Zusatz von *Alkalichloriden* (*NaCl*, *KCl*) vorgeschlagen, die in einer Menge von etwa 1% zugesetzt werden sollen. Gleichzeitig soll dadurch das Treiben u. das Schwinden verhindert werden. Das Abbinden des so behandelten Zements beginnt nach etwa 2—3 Stdn., es ist nach etwa 5 Stdn. beendet. (F. P. 751 853 vom 4/6. 1932, ausg. 11/9. 1933.) HEINRICHS.

*Comp. Industrielle Franco-Africaine*, Frankreich, *Verbesserung der Verarbeitbarkeit von Beton*. Um dem Beton den nötigen Zusammenhang seiner M. wie auch die erforderliche Plastizität zu sichern, soll nach der Erfindung dem Beton in irgendeinem Stadium seiner Herst. Ton beigemischt werden, u. zwar speziell *Kaolin*. Der Ton wird in einer Menge von 1/2—10% beigegeben, ein Zuschlag von *Natriumsilicat* oder *Natriumcarbonat* soll das Absetzen des Tons verhindern; dieser Zuschlag erfolgt in einer Menge von 1—10%, u. zwar wird er entweder dem Anmachewasser oder dem Ton beigegeben. (F. P. 752 944 vom 12/7. 1932, ausg. 3/10. 1933.) HEINRICHS.

*Riverside Cement Comp.*, Los Angeles, V. St. A., *Masse für die Herstellung von Betonkörpern*. Es gelangt ein *Portlandzement* zur Verwendung, dessen feingemahlene Klinker weniger als 12%  $3 \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ , weniger als 3%  $2 \text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  u. wenigstens 10%  $3 \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$  enthalten. Für den Anteil der einzelnen Bestandteile werden ver-



schiedene geeignete Prozentzahlen angegeben. Der Zement soll beim Abbinden wenig Wärme entwickeln, er soll wenig schwinden, u. die Betonkörper sollen hohe Festigkeit u. geringe innere Spannungen besitzen. (E. P. 399 101 vom 2/3. 1933, ausg. 19/10. 1933. A. Prior. 4/1. 1933.) HEINRICHS.

**François Ernest Maréchal**, Grand-Bigard, Belgien, *Leichtbeton*. Das Verf. nach dem Hauptpatent wird dahin abgeändert, daß sauerstoffabgebende Substanzen, z. B. Alkalisuperoxyde, Perborate, in kleinen Mengen den Mischungen hinzugefügt werden. Um durch katalyt. Wrkg. die Abgabe des Sauerstoffs zu beschleunigen, können z. B. Basen, Salze von Schwermetallen, poröse körnige Stoffe beigegeben werden. (Schwz. P. 162 342 vom 2/11. 1932, ausg. 16/8. 1933. Zus. zu Schwz. P. 149 945; C. 1932. I. 3930.) HEINRICHS.

**Leichtbaustoff-Ges. m. b. H.**, Frankfurt a. M., *Verfahren zur Herstellung von Leichtbaustoffen* unter Verwendung von Wasserstoffsperoxyd als Treibmittel, dad. gek., daß als die Zers. des Wasserstoffsperoxyds bewirkende Katalysatoren staubförmige Stoffe verwendet werden, welche die wirksamen Metallverbb. in feinsten Verteilung enthalten. Als Katalysatoren geeignet sind z. B. Verbb. der Metalle Eisen, Blei, Zink, Mangan, Kupfer, Kobalt u. dgl. in Staubform, u. zwar insbesondere in Mischung mit fein verteilten anorgan. Stoffen, wie Kieselsäure, Tonerde, wie sie aus den Gichtgasen metallurgischer Öfen gewonnen werden. Man kann die katalyt. wirksamen Stoffe der Zementmischung, die zur Herst. von Gasbeton verwendet wird, zumischen, oder man fügt diese Stoffe dem Zement bereits an der Herstellungsstätte zu. Beispielsweise setzt man 1—5% Hochofengichtstaub zu. (Schwz. P. 161 773 vom 19/1. 1932, ausg. 17/7. 1933.) HEINRICHS.

**Jules André Barbier-Daumont**, Frankreich, *Material für Wandverkleidungen, insbesondere in Auditorien*. Das schalldichte Material wird gebildet aus Gips, Ammoniumcarbonat, einem Silicat, z. B. Kaliumsilicat, u. Naphtha. Durch die Einw. des Ammoniumcarbonats auf den Gips wird dieser porig, durch das Kaliumsilicat wird auf den Porenwandungen ein verstärkender Kieselsäurend. erzeugt, das Naphtha härtet das Prod. u. schützt es gegen Hydratation. Die Herst. erfolgt z. B. in der Weise, daß in einem Bad Ammoniumcarbonat, Kaliumsilicat u. Naphtha gemischt werden, daß dann der Gips unter Rühren hinzugefügt wird u. das Produkt in Formen gegossen wird, wo es abbindet. (F. P. 752 912 vom 8/7. 1032, ausg. 3/10. 1933.) HEIN.

**Albert H. Biertuempfel**, Newark, V. St. A., *Schallisolierende Bauplatte*. Grobe, porige Korkschnitzel werden mit einem wasserdichten u. feuersicheren plast. Zement benetzt, der beim Erhärten die Korkteile miteinander verbindet. Dieses die Innenkorkstücken als auch zwischen denselben. Es wird auf einer Seite mit einer Zement-schicht bekleidet, auf der anderen mit einem zementgetränkten Gewebe u. einer darüber aufgetragenen Lage von durch Zement gebundenem gekörntem Kork. (A. P. 1 926 509 vom 14/3. 1931, ausg. 12/9. 1933.) HEINRICHS.

**Otto Graf**, Versuche über das Schwinden von Beton durch Austrocknung bei höherer Temperatur und über die Wärmedurchlässigkeit von feuchtem und trockenem Beton verschiedener Zusammensetzung. Berlin: Ernst & Sohn 1933. (27 S.) 4°. = Deutscher Ausschuß f. Eisenbeton. H. 74. M. 3.60.

**Hermann Salmang**, Die physikalischen und chemischen Grundlagen der Keramik. Berlin: J. Springer 1933. (VIII, 229 S.) gr. 8°. Lw. M. 18.—

**Beton-Kalender**. Taschenb. f. Beton- u. Eisenbetonbau sowie d. verwandten Fächer. Jg. 27. 1934. Berlin: Ernst & Sohn 1933. (XII, 547 S.) (VIII, 16, 16 S.) 8°. Lw. M. 4.50.

## VII. Agrikulturchemie. Düngemittel. Boden.

—, *Das Gegenstromschnellmischverfahren und seine Anwendung in der Düngemittel-industrie*. Beschreibung eines Gegenstromschnellmischers, mit dem Mischgeschwindigkeiten erzielt werden, die schneller sind als die chem. Rk. sich vollzieht. Dadurch werden die Mischzeiten sehr stark herabgesetzt u. auch schädliche Einww. von Säuren auf den App. verhindert, weil die zufließenden Säuren fast sofort neutralisiert werden. (Kunstdünger u. Leim 30. 299—304. Okt. 1933.) LUTHER.

**H. Burgevin und G. Guyon**, *Wirkung der Phosphatdünger auf die Entwicklung der Pflanze und über die Phosphorverteilung bei der Sommergerste*. Bis zur Blattbildung wird P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nur mineralisiert aufgenommen u. auch abgelagert, dann tritt ein starker P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Konsum u. Bildg. von Phytin ein. (Ann. agronom. 3. 663—74. 1933. Versailles.) GRI.



**M. Staehelin und Berthe Porchet**, *Beitrag zum Studium der teilweisen Desinfektion des Gemüse- und Gartenlandes*. Zweijährige Freiland- u. Topfverss. mit Gemüse, Rüben u. a. über den Befall mit verschiedenen Pilzen u. deren Bekämpfung ergaben: Die Pilze entwickeln sich in humusreicher Erde, bei hohen Temp. u. bei dichtem Pflanzenbestand (infolge behinderter Luftzirkulation) besonders gut. Zur Desinfektion ist Überbrausen mit h. W. wirkungslos, 1<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. Essigsäure u. CS<sub>2</sub> wirken etwas stärker, Uspulun, Terpur u. K<sub>2</sub>CS<sub>3</sub> haben eine stark fungizide Wrkg., u. ebenso Formol, das beste u. am meisten angewendete Mittel. Ferner wurde die Wrkg. der 4 letzten Mittel auf die Bodenbakterien untersucht, wobei sich alle als energ. Desinfektionsmittel erwiesen. Formalin zeigte sich wieder als das geeignetste, da es trotz seiner starken bakteriziden Wrkg. eine Steigerung der mikrobiolog. Tätigkeit verursachte, während Terpur u. Uspulun infolge der Herabsetzung der biochem. Rkk. dem Pflanzenwuchs nachteilig waren, u. K<sub>2</sub>CS<sub>3</sub> weniger günstig als Formalin wirkte. Die entwicklungshemmende Dosis für Bakterien betrug bei Uspulun 1/10 000 g.<sup>o</sup>/<sub>10</sub>, bei Formalin 1/1000 g.<sup>o</sup>/<sub>10</sub> u. bei den anderen 1/100 g.<sup>o</sup>/<sub>10</sub>, die für Sporen bedarf noch der Unters. (Landwirtsch. Jb. Schweiz 47. 761—96. 1933. Lausanne, Bundes-Weinbauvers.-Station.) LUTHER.

**C. Husemann**, *Feinheitgrad und Chlorgehalt des Staubkainits und ihr Einfluß auf den Erfolg der Unkrautbekämpfung*. Vers. auf Moorboden mit Staubkainit von 4 verschiedenen Werken ergaben, daß die Wrkg. bei der Unkrautbekämpfung um so sicherer u. nachhaltiger ist, je feiner die Mahlung ist, je besser die Streufähigkeit erhalten bleibt u. je höher der Chlorgeh. ist. So entsprach ein Staubkainit (mit 24<sup>o</sup>/<sub>10</sub> Cl) nicht den Forderungen auf Feinheit u. zeigte ebenso wie ein zweiter (mit 33<sup>o</sup>/<sub>10</sub> Cl) Neigung zum Zusammenballen, während der mit der besten Wrkg. einen trotz wechselnder Behandlungsmethoden gleichmäßigen Feinmehlgeh. von 55—60<sup>o</sup>/<sub>10</sub> u. einen Chlorgeh. von 48<sup>o</sup>/<sub>10</sub> aufwies. (Z. Pflanzenernähr. Düng. Bodenkunde Abt. B. 12. 468—72. Okt. 1933. Bremen, Moorvers.-Stat.) LUTHER.

**L. N. Makarov-Koshuchov**, *Die künstliche Einführung von Stoffen in die Pflanze und die hieraus erwachsende Perspektive einer Bekämpfung der Rebblaus*. Es ist sehr wohl möglich, Rebstöcke durch Einführung von Giften in trockner oder fl. Form zum Absterben zu bringen. Es fehlen jedoch noch Unterlagen dafür, ob hierbei auch die Wurzeln u. die an ihnen schwarztenden Rebläuse mit vernichtet werden. (Wein u. Rebe 15. 190—96. Okt. 1933. Rostov a. Don.) GRIMME.

**Willard W. Yates**, *Untersuchung über den Einfluß von Zusätzen auf die Haftfähigkeit von Kalkschwefelspritzmitteln an den Integumenten des Fichtennadelkäfers, Chionaspis Pinifoliae, Fitch*. Wertvoll erwiesen sich Zusätze von Na-Silicat u. Ölen, Magermilch, Blutalbumin. Näheres im Original. (J. econ. Entomol. 26. 989—94. Okt. 1933. Portland [Ore.]) GRIMME.

**L. Maume und A. Bouat**, *Beständigkeitszonen verschiedener Kupferverbindungen als pH-Funktion in Burgunder Brühe*. Bei steigender pH (4,70—7,95) herrschen in der Brühe vor in fortschreitender Folge (CuSO<sub>4</sub> = I, CuCO<sub>3</sub>·CuO·2H<sub>2</sub>O + CuSO<sub>4</sub> = II): I·2 CuO, I·3 CuO, I·4 CuO, I·9 CuO; II·9 CuO, II·3 CuO, II·2 CuO, II·3 CuO u. II·2 CuO, bei pH = 9,34 ist nur noch CuCO<sub>3</sub>·CuO·2H<sub>2</sub>O + Cu(OH)<sub>2</sub> nachweisbar. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 196. 2024—26. 1933.) GRIMME.

**F. B. Carpenter, und R. O. Powell**, *Kaliverluste in organischen Verbindungen bei den offiziellen Analysemethoden*. Bei unvollständiger Zers. der organ. Substanz werden öfters K-Verluste beobachtet, die anscheinend auf Verflüchtigung des K in organ. Bindung zurückzuführen sind. Es wird empfohlen, beim Erhitzen über dem Mekerbrenner (nach Abrauchen der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) nochmals ein- oder zweimal einige Tropfen H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zuzusetzen. Zweckmäßig wird die Flamme des Mekerbrenners bis zur vollständigen Zerstörung der organ. Substanz schwach gehalten. Die beste Sicherheit dürfte Erhitzen in einem elektr. Ofen geben. (Amer. Fertilizer 79. Nr. 8. 11. 7/10. 1933.) R. K. MÜLLER.

**G. Barbier**, *Über die Bestimmung des Kalibedürfnisses von Böden*. 75 g des lufttrocknen Bodens werden nach Zusatz von 3 g CaCO<sub>3</sub> u. steigenden Mengen KCl mit 75 ccm 1/3-n. CaCl<sub>2</sub>-Lsg. 3 Stdn. lang geschüttelt. CO<sub>2</sub> durch Durchleiten von Luft verjagen u. am anderen Morgen abermals 1/2 Stde. lang schütteln. Im Filtrat bestimmt man K<sub>2</sub>O wie folgt: CaO durch Kochen von 20 ccm Filtrat mit 12 ccm gesätt. Ammonoxalatlg. ausfällen, auffüllen auf 50 ccm, 20 ccm Filtrat nach dem Abdampfen mit 5 ccm Königswasser glühen, nach dem Abkühlen in 2 ccm 3<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. Essigsäure lösen u. K<sub>2</sub>O bestimmten mit Co-Nitrit. Durch Interpolierung der erhaltenen Werte erhält man so die krit. Gleichgewichtskonz. — Zur Best. des aus Silicaten regenerierbaren austausch-



fähigen K<sub>2</sub>O zieht man 20 g Boden zunächst mit Ammonacetatlsg. aus, wäscht das Ungel. auf dem Filter mit 100 ccm 0,05-n. HCl aus u. schüttelt dann mehrmals mit gemessenen Mengen 0,05-n. HCl aus. In den Filtraten wird gel. K<sub>2</sub>O bestimmt. Beispiele im Original. (Ann. agronom. 3. 651—62. 1933. Versailles.) GRIMME.

**E. Knickmann**, *Ein Beitrag zur Ermittlung des Düngedürfnisses aus wurzel-löslicher, citronensäurelöslicher und wasserlöslicher Phosphorsäure*. Auf Grund von über 5300 Bodenunterss. werden die Wechselbeziehungen zwischen den drei Löslichkeitsformen der Boden-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> untereinander derart festgestellt, daß im Normalfall einer wurzell. Nährstoffeinheit 3—4 Einheiten citronensäurelösliche P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, bzw. 1—1½ Testzahlen (nach DIRKS), u. 1 Testeinheit 2,5—3,5 citronensäurelösliche Einheiten entsprechen. Die Böden werden nach dem Vorrat an P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> der einen Löslichkeitsform gegenüber einer anderen eingeteilt. Erst durch die Best. mehrerer Löslichkeitsformen erhält die prakt. Düngerberatung eine sichere Grundlage. (Z. Pflanzenernährg. Düng. Bodenkunde. Abt. A. 32. 84—95. 1933. Uelzen, Lab. d. Land- u. Forstwirtsch. Prov.-Verains.) LUTHER.

**St. Simon**, Budapest, *Färben von frischen Blumen*. Die Blüten der Blumen werden mit wasserl. Farbpulvern, die auch klebende Zusätze (Kartoffelmehl, Reismehl) enthalten können, bestreut. (Ung. P. 105556 vom 9/11. 1931, ausg. 16/3. 1933.) G. KÖNIG.

**M. Moskovits** und **Krausz-Moskovits**, Budapest, *Mittel zum Verhindern der Fäulnis an Bananestengeln*. Das Ende der abgeschnittenen Bananentraube wird mit Stoffen, die die Festigkeit der Stengel erhöhen (Zement u. dgl.) u. auch Schädlingsbekämpfungsmittel enthalten können (Cu-Salze), versehen. (Ung. P. 105630 vom 25/11. 1931, ausg. 16/3. 1933.) G. KÖNIG.

**Hermann Nier**, Beierfeld, Sa., *Mittel zur Bekämpfung von Ungeziefer an Haustieren*, z. B. Hühnern oder Hunden, welches an den Sitzstangen oder in der Hundehütte anzubringen ist, dad. gek., daß es aus einem Gemisch von Naphthalin mit etwa 3% Nicotin besteht. Um das Anpicken durch die Hühner zu vermeiden, kann das Mittel gefärbt sein. Es soll so wirksam sein, daß es in ganz kurzer Zeit sogar die Kalkbeine des Geflügels beseitigt. (D. R. P. 587 853 Kl. 451 vom 15/3. 1932, ausg. 9/11. 1933.) GRÄGER.

**Hans Walter Frickhinger**, Gas in der Schädlingsbekämpfung. Eine Zsfassg. f. Amtsärzte, Desinfektoren, Hygieniker, Kommunalverwaltungen usw. Berlin: Parey 1933. (87 S.) 4°. = Flugschriften d. Dt. Ges. f. angewandte Entomologie. Nr. 13. M. 4.50.

## VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

**Eug. Prost**, *Einfluß der durch Flotation erzielten Erzkonzentration auf die Verhüttung*. II. (I. vgl. C. 1933. II. 3474.) Als Einfluß der Anwendung der Flotation auf die Anreicherung von Zn-Erzen ergibt sich, daß die Flotation Konzentrate liefert, die reicher an Zn u. durchweg ärmer an Pb, Ag u. Gangart sind, als die nach den alten Aufbereitungsmethoden erhaltenen Konzentrate, insbesondere im Falle der Pb-Zn-Erze. Der Zn-Geh. gerösteter Konzentrate beträgt ca. 60%, der S-Geh. des Erzes unter 0,5%. Die gerösteten Konzentrate werden in Form poröser, leicht reduzierbarer Körner erhalten. (Rev. univ. Mines, Métallurgie, Trav. publ. [8] 9. (76.) 550—56. 15/10. 1933.) KUNO WOLF.

**A. Götte** und **G. Aletan**, *Untersuchungen zur Schwimmaufbereitung bituminöser Kupfererze vom Typ Mansfeld und Niedermarsberg*. Nach einer Schilderung der aufbereitungstechn. wichtigen Eigg. des Kupferschieferaufwerks von Niedermarsberg u. Mansfeld wird zur Aufschließung der Erze für die Flotation eine Zerkleinerung auf DIN 80 bis DIN 60 mit zweckmäßigem Arbeitsgange empfohlen. Für die kollektive Flotation sind geeignete Daten (pH; Wrkg. der Xanthogenate; Einfluß des Bitumengeh. u. Adsorptionserscheinungen der bituminösen Stoffe) angeführt; für die selektive Flotation wird der ungünstige Einfluß des Bitumens kritisiert. Abschließend werden die anzustrebenden Flotationsbedingungen aufgezählt. (Metall u. Erz 30. 383—89. Okt. 1933.) SILLE.

**A. L. Marshall** und **Maynard C. Agens**, *Blankglühen und Mischgas*. Bei der Verwendung von Gas mit CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> u. Feuchtigkeit tritt bei einer Glühung bei 650° eine Ätzung der blanken Oberfläche auf. Für diese Ätzung sind beide Rkk.: 2 CO ⇌ CO<sub>2</sub> + C u. CO<sub>2</sub> + H<sub>2</sub> ⇌ CO + H<sub>2</sub>O verantwortlich. In geeigneten Mischungsverhält-



nissen der Gase tritt eine Ätzung nicht ein, wobei das Mischgas keine ungesätt. KW-stoffe u. O<sub>2</sub> enthalten darf. Während der Abkühlung von 650° auf 300° ist die Einstellung oxydierender Bedingungen zu vermeiden. Die Rolle des Feuchtigkeitageh. wird erörtert. (Metal Progr. 24. Nr. 3. 32—34. Sept. 1933. General Electric Co. Research Lab.) H. J. V. SCHWARZE.

**H. W. Dietert**, *Beziehungen zwischen Fehlern an Gußstücken und Sandeigenschaften*. Vf. gibt eine tabellar. Zusammenstellung der Fehler, die an Gußstücken beobachtet werden (Blasen, Risse, rauhe Oberfläche u. a.) u. des Einflusses der Sand- bzw. Form-eigg. hierauf. (Durchlässigkeit, Festigkeit in trockenem u. grünem Zustand, Feuchtigkeit.) (Trans. Amer. Foundrymen's Ass. 4. Nr. 3. 31—34. August 1933.) WENTRUP.

**Harry W. Dietert und Frank Valtier**, *Kontrolle des Kornes sichert die Kontrolle der Formdurchlässigkeit*. Vf. weisen darauf hin, daß die Form des Sandkornes (rund oder kantig) für die Durchlässigkeit des Formsandes von ganz besonderer Bedeutung ist. Runde Körner ergeben eine um 20% höhere Durchlässigkeit als kantige Körner, ebenso steigern runde Körner die Festigkeit von ölgebundenen Kernen. Die Zugabe von feinem Sand zu größerem verschlechtert die Durchlässigkeit schon bei sehr geringen Anteilen. Die Wrkg. des Zusammenmischens von Sanden verschiedener Körnung wird im einzelnen erörtert. (Trans. Amer. Foundrymen's Ass. 4. Nr. 3. Trans. 175—92. Amer. Foundrymen's Ass. Preprint. Nr. 83—7. 10 Seiten. 1933.) WENTRUP.

**C. M. Hardy**, *Verwendung der A. F. A.-Sandprüfung durch den Hersteller*. Wichtigkeit der Sandkontrolle durch den Hersteller mit Hilfe genauer Prüfverff., wie sie von der A. F. A. für die Gießereien bereits ausgearbeitet u. eingeführt sind. (Trans. Amer. Foundrymen's Ass. 4. Nr. 3. Trans. 167—74. Aug. 1933.) WENTRUP.

**F. Stille**, *Materialbestimmungen für Eisen und Stahl und ihre Bedeutung*. Vortrag (mit Diskussion) über die für bestimmte Konstruktionszwecke wichtigen Festigkeitseigg. u. deren Ermittlung im Gange der mechan. Materialprüfung. (Jernkontoretets Ann. 117. 105—63. 1933.) R. K. MÜLLER.

**Oliver Smalley und W. W. Kerlin**, *Entwicklung des Gußeisens für Maschinenkonstruktionen*. (Iron Age 132. Nr. 16. 24—27. 19/10. 1933. Gray Iron Inst.) H. J. V. S.

**A. C. Vivian**, *Die Festigkeit von Gußeisen*. An Gußeisenproben verschiedener Querschnittsform werden Biegeverss. unternommen. Ihre Ergebnisse werden mit solchen verglichen, die rechnermäßig unter Zugrundelegung der im Zerreißvers. erhaltenen Werte ermittelt wurden. Aus den Abweichungen der so erhaltenen Werte lassen sich Rückschlüsse auf die elast. Eigg. des Gußeisens ziehen. (Foundry Trade J. 49. 117—19. 31/8. 1933.) WENTRUP.

**J. E. Hurst**, *Die Verschleißfestigkeit nitrirten Gußeisens*. Die Verschleißfestigkeit von nitrirtem Gußeisen u. einigen anderen Gußeisensorten wurde durch Prüfung der Abnutzung von Zylinderbuchsen, die aus dem Probematerial gefertigt waren, an einem Verbrennungsmotor im Betriebe geprüft. Gleichzeitig damit wurden Vergleichverss. an einer Verschleißprüfmaschine gemacht. Die Verschleißfestigkeit des nitrirten Gußeisens gegenüber zentrifugal-gegossenem Gußeisen wurde zu 2:1, gegenüber Cr-legiertem Gußeisen zu 2,6:1 gefunden. Die Prüfung an der Verschleißmaschine ergab ähnliche Verhältnisse. (Foundry Trade J. 49. 163—65. 21/9. 1933.) WEN.

**C. Albrecht**, *Das Zementieren von legierten Einsatzstählen in Durferrit-C 3 und C 5*. Nach Besprechung der Wrkg. von Cr u. Ni auf die Zementierbarkeit, die Umwandlungstemp., die krit. Abkühlungsgeschwindigkeit u. das Kornwachstum von Einsatzstählen wird die Gefügeausldg. eines im „C 5“-Bad bei 850° während 6 Stdn. u. bei 930° während 1½ Stdn. zementierten Stahls (ECN 45) beschrieben. Die Einsatztiefe ist bei beiden Verss. ungefähr gleich, ebenso weisen die Proben gleiche Korngröße auf. Das bei höherer Temp. verstärkte Kornwachstum wird durch die entsprechend schnellere Zementation ausgeglichen. (Durferrit-Mitt. 2. 48—66. Juli 1933.) WENTRUP.

**John J. Egan, Walter Crafts und A. B. Kinzel**, *Zähigkeit legierter Stähle bei niederen Temperaturen*. Kerbzähigkeitstemperaturkurven für Temp. von 0° bis —150° werden aufgestellt. Gewöhnlicher C-Stahl für Temp. unter —100° ist nicht geeignet, wenn Kerbzähigkeit verlangt wird. Stahl mit 18 Cr u. 8 Ni zeigt bei —80° keine Änderung der Kerbzähigkeit. Gute Kerbzähigkeitswerte bei niederer Temp. ergibt der Zr-Zusatz, das gleiche gilt für V. Ferner wurden Legierungen untersucht, bei welchen mehrere Zusätze gleichzeitig erfolgten. Brauchbare Ergebnisse liefern Zusätze wie: Ni-V; Ni-Cu; Cr-Cu. (Metal Progr. 24. Nr. 3. 18—20. Sept. 1933. Long Island City, Union Carbide and Carbon Research Lab.) H. J. V. SCHWARZE.



**J. H. Andrew und J. B. Peile**, *Wirkung von Zinn als Verunreinigung in weichem Stahl*. Eine Reihe weicher Stähle mit Sn-Gehh. von 0,05—0,63% wurden durch thern. Analyse mechan. u. mkr. untersucht. In den untersuchten Grenzen beeinflusst Sn die Festigkeit nicht, jedoch wird das Material schon bei geringen Gehh. stoßempfindlich. Durch Anlassen oder langsames Abkühlen im Gebiet von 400—200° wird diese Eig. verstärkt. Abschrecken vermindert sie. Ein Verf. zur Best. der geringen Sn-Mengen in Stahl ist beschrieben. (Iron Coal Trades Rev. 127. 596—97. 20/10. 1933.) HJ. v. S.

**A. J. Gould**, *Der Einfluß der Lösungskonzentration auf die Stärke der Korrosionsermüdung*. Die Korrosionsermüdungsverss. wurden an einem n. Stahl mit 0,15% C in stark korrodierenden Chloridlgg., in dest. W. u. in Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> u. K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Schutzlgg.) durchgeführt. Die Schutzlgg. verringern die Korrosionsermüdung bei steigender Konz. Chloridlgg. (konz.) wirken stärker verschlechternd ein als dest. W. Als Vergleichsmessung diente ein Stab, der mit Vaseline eingerieben ohne Einw. von Fl. genau den gleichen Lastwechseln unterworfen wurde. (Engineering 136. 453—54. 27/10. 1933. Cambridge, Engineering Labor. of the University.) HJ. v. SCHWARZE.

**O. W. Mo Mullan**, *Erzeugung von Bearbeitbarkeit durch überwachtes Abkühlen*. Es werden an Stählen mit 0,15% C bzw. 0,21% C, 0,45% Mn, 0,015% P, 0,03% S, 0,03% Si, 1,76% Ni u. 0,27% Mo Verss. mit verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten bzw. Abkühlarten (Ofen oder Luft) durchgeführt. Das erzielte Gefüge, erzielte Härte u. Bearbeitbarkeit sind erörtert. (Metal Progr. 24. Nr. 3. 25—28. Sept. 1933. Detroit [Mich.], Timken-Detroit Axle Co.) HJ. v. SCHWARZE.

**Anton Pomp und Max Hempel**, *Untersuchungen an Stahlstäben bei wechselnder Zugbeanspruchung*. Eine neue Maschine für Dauerwechselbeanspruchungsverss. (Pulsatormaschine), deren Eichung u. die Beseitigung der auftretenden Störquellen werden beschrieben. Verss. wurden durchgeführt an St 37 u. St 52 u. zwar Wechselfestigkeitsbestst. an Voll- u. Lochstäben mit Walzhaut u. allseitig bearbeitet. Dauerbeanspruchung ruft Änderung der Streckgrenze u. Zugfestigkeit hervor, besonders deutlich bei St 37. Die Ergebnisse sind in Vergleich gesetzt zu anderen Schwingungsfestigkeitsverss. Dauerbrüche, die beobachtet wurden, gingen unter anderem aus von Fehlstellen in Walzhaut, Körnereinschlägen von Probenbezeichnung, aber eine Gesetzmäßigkeit ist nicht zu erkennen. (Mitt. Kaiser-Wilh.-Inst. Eisenforsch. Düsseldorf 15. 247—54. 1933. Düsseldorf, K.-W.-I. für Eisenforschung.) HJ. v. SCHWARZE.

**Anton Pomp und Ottokar Klein**, *Über die Alterung von Feiblechen aus Flußstahl*. Die Verss. wurden durchgeführt an Blechen aus schwach beruhigtem u. n. beruhigtem Thomasstahl, aus Armcoeisen, n. unberuhigtem S.-M.-Stahl u. unberuhigtem nach dem „Reduktionsverf.“ hergestelltem S.-M.-Stahl. Die Bleche wurden normalgeglüht, kastengeglüht bzw. normalgeglüht mit nachfolgender Kastenglühung. Unters. auf Härte, Zugfestigkeit, Dehnung, Streckgrenze, Tiefung, Biege- u. Faltfähigkeit u. Kerbzähigkeit wurden jeweils im geglühten Zustand, nach Richten bzw. Kaltwalzen u. Lagerung bis zu drei Monaten untersucht. Einfluß von Werkstoff, Glühart, Blechdicke, Kaltverformungsgrad auf die Alterung wird untersucht; ferner das künstliche Altern u. Verzinken. Beruhigter Werkstoff altert weniger als unberuhigter. Die Reihenfolge der Alterungsneigung ist: Armcoeisen, Thomasstahl, S.-M.-Stahl. Kastenglühung ist am ungünstigsten. Normalisiert u. kastengeglühte Bleche verhalten sich am besten. Langsame Abkühlung durch Stapeln nach dem Glühen ist ebenfalls günstig. Je höher der Grad der Kaltverformung, um so stärker die Alterung. Künstliche Alterung u. Verzinken bringen ganz unterschiedliche Eigenschaftsänderungen mit sich u. zwar in Abhängigkeit von Werkstoff, Schmelzung, Glühart u. Verformung. Höchstwert der Alterung wird bei bestimmter Temp. u. nach bestimmter Zeit erreicht. Die Walzendtemp. begünstigt die Alterung um so mehr, je höher sie liegt. (Mitt. Kaiser-Wilh.-Inst. Eisenforsch. Düsseldorf 15. 205—45. 1933. Düsseldorf, K.-W.-I. für Eisenforschung [Dr.-Ing.-Diss. O. KLEIN, Berg-Akad. Clausthal.]) HJ. v. SCHWARZE.

**R. A. Bull**, *Neue Fortschritte in der Aufstellung A. S. T. M.-Normen für Stahlguß*. (Steel 93. Nr. 15. 28—35. 9/10. 1933. Chicago.) HJ. v. SCHWARZE.

**Garnet Phillips**, *Schmelzverfahren für legiertes Eisen*. Es wird die Verwendbarkeit des Kupolofens u. des Elektroofens für die Herst. von unlegiertem u. legiertem Gußeisen erörtert. Die Art der Chargenführung ist angedeutet, u. es wird auf die Notwendigkeit wissenschaftlicher Kontrolle aller Vorgänge im Betrieb hingewiesen: Unters. der Ausgangsmaterialien, Zuschläge, des Sandes für die Formen usw. Durch systemat. wissenschaftliche Überwachung der Erzeugung wird die Qualität laufend verbessert



u. ständig neuen Verwendungsgebieten zugeführt. (Metal Progr. 24. Nr. 3. 35—40. Sept. 1933. Moline [Ill.], Frank Foundries Corp.) HJ. v. SCHWARZE.

**W. F. Ehret und A. F. Westgren**, *Röntgenuntersuchung von Eisen-Zinnlegierungen*. Eine Reihe von Fe-Sn-Legierungen wurde nach der Pulvermethode untersucht. Die Legierungen wurden aus Elektrolyteisen u. KAHLBAUM-Sn in einem Vakuumofen zusammengeschmolzen (1550—1570°). Ohne mechan. Rühren u. trotz langsamer Abkühlung wurden homogene Prodd. erhalten (Ausnahme 70% Sn, wo 2 Schichten entstehen). Feilspäne der Legierung wurden dann in evakuierten Glas- oder Quarzröhren einer Wärmebehandlung unterworfen, die aber nicht immer zum Gleichgewicht führte. Aufnahmen in einer Fokussierungskamera mit Fe-Strahlung. Mittlerer Fehler der Parameterwerte  $\sim 0,002 \text{ \AA}$ . — Folgende Phasen wurden gefunden:  $\alpha$ -Phase = feste Lsg. von Sn in  $\alpha$ -Fe. Löslichkeit bei 680°: 9,8% Sn, bei 900°: 18,8%. Die Gitterkonstante des  $\alpha$ -Fe-Gitters wächst linear mit der Sn-Konz. —  $\beta$ -Phase. Hexagonal mit sehr engem Homogenitätsbereich.  $a_1 = 5,292$ ,  $a_3 = 4,440 \text{ \AA}$ . Es ist wahrscheinlich, daß die Zus. FeSn ist u. daß die Elementarzelle 6 Atome (3 FeSn) enthält. —  $\beta'$ -Phase. Legierungen mit 27, 39, 48 u. 59% Sn enthalten nach der Wärmebehandlung bei 680° sämtlich diese Phase. Es ist aber möglich, daß sie aus einer Mischung von 2 oder mehr Phasen besteht; Symmetrie u. Elementarkörpergröße ließen sich nicht ermitteln. —  $\beta''$ -Phase. Sie tritt auf in Legierungen mit 27, 39 u. 48% Sn nach Wärmebehandlung bei 860°. Gleichgewicht war schwierig zu erzielen, daher konnte die genaue Lage des Stabilitätsgebietes nicht bestimmt werden. Das gilt auch für die anderen Hochtemp.-Phasen des Systems). Die Röntgenaufnahmen sprechen für ein sehr enges Homogenitätsgebiet. Die Phase ist hexagonal u. hat folgende Identitätsperioden:  $a_1 = 5,449$ ,  $a_3 = 4,353 \text{ \AA}$ . 6 Atome im Elementarkörper, wahrscheinlich 2 Fe<sub>2</sub>Sn. —  $\gamma$ -Phase. In Legierungen mit 27, 39 u. 81% Sn, die von 750—900° abgeschreckt wurden. NiAs-Struktur; Zus. wahrscheinlich in der Nähe von FeSn. Die Elementarkörpergröße wechselt von  $a_1 = 4,231$ ,  $a_3 = 5,211 \text{ \AA}$  bis  $a_1 = 4,179$ ,  $a_3 = 5,201 \text{ \AA}$ . Die Phase ist wahrscheinlich in einem engen Konz.-Bereich homogen. —  $FeSn_2$ -Phase. Sehr enges Homogenitätsgebiet, fast genau der Zus. FeSn<sub>2</sub> entsprechend. Elementarkörper wahrscheinlich hexagonal:  $a_1 = 5,317$ ,  $a_3 = 9,236 \text{ \AA}$ , mit 12 Atomen oder 4 FeSn<sub>2</sub>. —  $Sn$ -Phase. Interferenzbild stimmt mit dem von reinem Sn überein. Fe u. die anderen Phasen sind also in Sn nicht l. — Die Diskrepanzen zwischen den röntgenograph. Ergebnissen u. dem therm. Gleichgewichtsdiagramm werden besprochen. (J. Amer. chem. Soc. 55. 1339—51. April 1933. New York City, Univ.; Stockholm, Univ.) SKALIKS.

**John A. Mathews**, *Legierungsformen des Stahles 18—8 (18% Chrom und 8% Nickel)*. Zusatz von bis zu 3% Si zu 18—8-Stahl verbessert die Schweißg., macht zunderfester, erhöht die Härte u. hat geringen Einfluß auf mechan. Eigg. Intergranulare Korrosion wird verhindert. W meist in Gehh. bis zu 5% zugesetzt ergibt nur Erhöhung der Zunderfestigkeit u. der mechan. Festigkeit in Verb. mit anderen Zusätzen. Mo (2—4%) erhöht Korrosionsfestigkeit, Festigkeit bei erhöhten Temp. u. verhindert intergranulare Korrosion. Ti nicht nur zur Desoxydation, sondern als Legierungsbestandteil zugesetzt verhindert ebenfalls intergranulare Korrosion. Cu-, Al-, Zr-Zusätze haben sich wenig eingeführt. Ferner sind Angaben über die Stabilität des Gefüges dieser Legierung gemacht. (Metal Progr. 24. Nr. 3. 13—17. Sept. 1933. Crucible Steel Co. of America.) HJ. v. SCHWARZE.

**J. D. Miller**, *Prüfung von gewöhnlichen und stabilen 18—8 Legierungsschweißungen in Sulfidlauge*. Geschweißte Proben gewöhnlichen u. „stabilen“ 18-8 Cr-Ni-Stahles werden mit u. ohne vorhergehende Wärmebehandlung nach Behandlung in Sulfidlauge u. Kupfersulfat hinsichtlich des Gewichtsverlustes, des Gefüges, der Torsionsfestigkeit u. der elektr. Leitfähigkeit untersucht. Die stabilen, Ti-legierten Proben sind in allen Fällen korrosionsbeständig. Höher C-haltige Legierungen bedürfen einer Wärmebehandlung nach der Schweißung. Die Art der verwendeten Korrosionsprüfung ist zufriedenstellend für die Beurteilungsmöglichkeit der Stähle. (Paper Trade J. 97. Nr. 9. 29—34. 31/8. 1933.) WENTRUP.

**L. J. Stanbery**, *Hitzebeständige Chrom-Nickel-Eisen-Legierungen zur Ofenkonstruktion*. Vf. gibt eine eingehende Zusammenstellung der Festigkeitseigg. der verschiedenen im Handel vorkommenden hitzebeständigen Cr-Ni-Fe-Legierungen u. erörtert im Anschluß daran den Einfluß der einzelnen Elemente u. ihrer Konz. Weiterhin wird die Wrkg. insbesondere S-haltiger Ofengase auf Cr-Ni-Legierungen beschrieben u. das Verh. des Gefüges der verschiedenen Legierungen bei den vorkommenden chem.



Beanspruchungen erörtert. Hieraus ergeben sich die Verwendungsgebiete der Legierungen. (Metals and Alloys 4. 127—35. 159—64. 1933.) WENTRUP.

**W. F. Furman**, *Hochchromhaltige Eisenlegierungen für Gußstücke*. Vf. beschreibt die Eigg. chromlegierten Gusses. Er geht hierbei auf das Gefüge des Gusses u. die Möglichkeit seiner Beeinflussung ein u. erörtert die Wrkg. des C-Geh. auf die Korrosionsbeständigkeit. Im einzelnen werden alsdann die gegenüber verschiedenen Säuren, gegen Hitze sowie gegen Verschleiß u. a. besonders beständigen Zuss. angegeben. (Metals and Alloys 4. 147—50. Okt. 1933.) WENTRUP.

**Blaine B. Westcott, V. T. Malcolm und Herbert Henderson**, *Genaves über Chrom-Wolframstahlgüsse*. Nach Hinweis auf die unterschiedlichen Eigg. gewalzter u. gegossener Stücke werden die für die Herst. eines gesunden Gusses maßgebenden Faktoren besprochen u. der Einfluß innerer Fehler auf die Festigkeitseigg. wird dargestellt. Bei Wärmebehandlung ist auf die gleichmäßige Durchwärmung des gesamten Stückes u. auf die möglichen Veränderungen im Gefüge, die zur Sprödigkeit des Materials führen können, zu achten. Weiterhin wird auf die Möglichkeiten der physik., mkr. u. röntgenograph. Prüfung hingewiesen. Es folgt eine genaue Angabe über Analyse, Wärmebehandlung, Prüfung u. Gefüge Cr-W-legierten Gusses. (Refiner natur. Gasoline Manufacturer 12. 281—92. Juli 1933.) WENTRUP.

—, *Die Herstellung von Schnelldrehstahl*. Der Herstellungsgang eines Schnelldrehstahls (Rohmaterial, Schmelzen, Vergießen, Prüfen) ist kurz beschrieben. (Engineering 136. 58—59. 21/7. 1933.) WENTRUP.

**Hermann Voß und Jean v. d. Koelen**, *Neuzeitliche Ölhärtestähle und deren Verwendung*. Das Bestreben, die für Getriebe usw. bisher verwendeten Einsatzstähle zu ersetzen, führte zur Entw. der Ölhärtestähle. Sie genügen den im Betriebe gestellten Anforderungen vielfach schon nach einfacher Härtung, wenn bei der Konstruktion auf ihre Besonderheiten entsprechend Rücksicht genommen wird. Zur Verbesserung der Verschleißfestigkeit kann jedoch eine Beeinflussung der Oberfläche dadurch stattfinden, daß die Erhitzung auf Härtetemp. in einem Cyanhärtebad vorgenommen wird. Die Härtung erfolgt im Öl, beim Anlassen soll die Temp. von 200° nicht überschritten werden. Als Ölhärtestähle finden Cr-, Cr-Si-, Cr-V- oder Cr-Mo-legierte Stähle, sowie Cr-Ni- u. Cr-Ni-Mo-Stähle Verwendung. (Durferrit-Mitt. 2. 39—47. Juli 1933. Remscheid.) WENTRUP.

—, *Werkzeugstähle für die Hartstoffindustrie*. Es werden unter Berücksichtigung der erwünschten Eigg. die für die Herst. von Formen für die Hartstoffindustrie geeigneten legierten Stähle aufgezählt. Für jeden Stahl wird die für diesen Spezialverwendungszweck notwendige Wärmebehandlung angeführt. Verff. zur Herst. der Formen sind im Zusammenhang mit der Wärmebehandlung gestreift. (Brit. Plastics moulded Products Trader 5. 202—10. Okt. 1933.) HJ. v. SCHWARZE.

**K. L. Ackermann**, *Über Zink in Bleilagermetallen*. Im Pb-reichen Grundsystem Pb-Sb-Zn reagiert Zn bei niedrigen Einsätzen u. bei hohen Sb-Gehh. nur mit Sb unter Ausscheidung von Zn<sub>3</sub>Sb<sub>2</sub>, das sich bei sinkender Temp. durch Rk. mit der Restschmelze in das grobnadelige ZnSb umwandelt. Neben der labilen Phase Zn<sub>3</sub>Sb<sub>2</sub> ⇌ ZnSb bleibt noch freies Sb in einer porphyr. Grundmasse von Pb-Zn<sub>3</sub>Sb<sub>2</sub> zurück. Ab 4% Zn zeigen sich sekundär abgeschiedene Pb-Nester im Gefüge. Durch Bindung von Sb in der würfelförmigen SbSn-Phase wird das Restsystem Pb-Sb-Zn Zn-reicher. Mit Abscheiden von freiem Zn machen sich aber Entmischungserscheinungen u. Gießschwierigkeiten bemerkbar, wenn der Zn-Geh. in der Restschmelze 4% erreicht hat. — Härte u. 2%<sup>o</sup>-Druckgrenze der Zn-haltigen Lagermetalle sind günstiger als die der entsprechenden Zn-freien. Infolge der langnadeligen, spröden Sb-Zn-Bestandteile ist die spezif. Schlagfestigkeit weit geringer. Die Vergießbarkeit der Zn-haltigen Lagermetalle ist ungenügend, sie sind äußerst zähflüssig u. hinterlassen Schmand selbst bei erhöhter Gießtemp. Das Gefüge ist grobkristallin. — Noch ungünstiger als bei den Pb-Sb-Zn-Lagermetallen wirkt sich Zn auf die Vergießbarkeit von Lagermetallen aus, wenn daneben noch schwerschmelzende Elemente auftreten. (Metallwirtsch., Metallwiss., Metalltechn. 12. 618—19. 27/10. 1933. Dortmund.) GOLDBACH.

**Sidney Rolle**, *Weiter Ergebnisse mit OFHC-Kupfer*. (Vgl. C. 1933. II. 2184.) Von Gußstücken aus tough-pitch- u. OFHC-Kupfer (O-freies Cu hoher Leitfähigkeit) werden Oberflächenaufnahmen u. Schlibfbilder gezeigt. Die erstgenannte Sorte enthält etwa 0,36% Oxyde, die sich in den Körnern u. längs der Korngrenzen als dunkle, kugelige Einschlüsse erkennen lassen; die weitgehende O-Freiheit der zweiten Art gestattet die Ausbildung großer, regelmäßig gestalteter Krystalle, deren enge Be-



rührung durch keinerlei Einschlüsse gestört ist. (Min. and Metallurgy 14. 396. Sept. 1933. New York City, U. S. Metals Refining Co.)  
GOLDBACH.

**M. Hansen und W. Stenzel**, *Die Löslichkeit von Kupfer in Zink*. Das bisher wenig betrachtete Gebiet der homogenen Zn-reichen  $\eta$ -Mischkristalle im System Cu-Zn wird durch röntgenograph. u. ergänzende metallograph. Unterss. behandelt. — In den bei 395° abgeschreckten Proben bewirkt steigende Cu-Konz. eine Verschiebung der Interferenzlinien des  $\eta$ -Mischkristalles. Die Linienlage ändert sich für die Legierungen mit 3 u. 4% At.-% nicht mehr; der Mischkristall hat also gleichen Cu-Geh. Bei Präzisionsbest. der Gitterkonstanten fällt das durch Inlösunggehen von Cu bewirkte gegenläufige Verhalten von  $a$  u.  $c$  auf, das zu einer außerordentlich starken Abnahme des Achsenverhältnisses  $c/a$  führt. Diese Abnahme des Achsenverhältnisses kommt in der sehr einheitlichen Verschiebung der Röntgeninterferenzen zum Ausdruck: nicht nur die Linienabstände ändern sich verschieden stark, es kommt sogar zu Veränderungen in der Reihenfolge einzelner Linien. — Bei abgeschreckten u. angelassenen Legierungen zeigen die den gemessenen Netzebenenabständen in der Konz.-Abhängigkeit entsprechenden Cu-Gehh. der Mischkristalle Löslichkeitsverhältnisse, denen zufolge das Aufnahmevermögen von Zn für Cu höher ist als bisher in der Literatur angegeben wurde. Bei der vorliegenden peritekt. Rk. verläuft die Löslichkeitslinie auch bei hohen Temp. ziemlich steil. Der peritekt. Punkt kann deshalb mit Sicherheit durch Extrapolation auf die Peritektikale bei 424° erhalten werden; er liegt bei 2,73 At.-% Cu. Unter der Annahme linearer Konz.-Abhängigkeit der Gitterkonstanten berechnen sich diese aus den Präzisionsmessungen für den Mischkristall im peritekt. Punkt. zu  $a = 2,673 \text{ \AA}$ ,  $c = 4,8152 \text{ \AA}$  u.  $c/a = 1,8012$ . Aus der Änderung der Konstanten wird die verhältnismäßige Volumenänderung dieses Mischkristalls gegenüber Zn erhalten. Durch Inlösunggehen von 2,73 At.-% Cu tritt eine Volumenabnahme um 1,4% ein. Der angenähert errechnete Betrag der Volumen- bzw. Dichteänderung wird durch Dichtemessungen geprüft, die zwar etwas höhere, in der Größenordnung aber gut übereinstimmende Werte ergaben. (Metallwirtsch., Metallwiss., Metalltechn. 12. 539—42. 22/9. 1933. Berlin-Dahlem, Kaiser-Wilhelm-Institut für Metallforschung.)  
GOLDBACH.

**W. Broniewski und K. Wesolowski**, *Der Einfluß der Temperatur auf die mechanischen Eigenschaften der Messinge*. I. Teil. An Messingen mit 33 u. 40% Zn, Rest Cu u. mit 40% Zn, 1,3% Pb, Rest Cu wurde die Zugfestigkeit, Elastizitätsgrenze, Dehnung, Härte u. Kerbzähigkeit in Abhängigkeit von der Temp. in einem Bereich von -200 bis +700° festgestellt. Besondere Maßnahmen galten der Vermeidung starker Temp.-Schwankungen während der Messungen. Für die erste Vers.-Reihe mit 33% Zg. Messing werden die Ergebnisse in Tabellen u. Schaubildern dargestellt. — Die Zugfestigkeit u. Elastizitätsgrenze zeigen von der tiefsten Temp. beginnend ein dauerndes Absinken, das bei niedrigen Temp. u. oberhalb der Rekristallisationszone zwischen 350 u. 400° am stärksten ausgeprägt ist. Die Dehnung fällt zwischen 100° u. 500° außerordentlich ab, läßt aber außerhalb dieses Temp.-Intervalls keine weiteren Änderungen erkennen. Die Einschnürung steigt von -200° auf ein Maximum bei -80° u. hat in denselben Grenzen wie die Dehnung einen erheblichen Abfall. Die Kurve der Härtewerte ist der Festigkeitskurve ähnlich. Die Zähigkeit hat bei -80° ein Maximum u. fällt innerhalb der Rekristallisationszone stark ab. Vor u. nach diesem Abfall liegt ein Bereich sehr geringer Zähigkeitsänderung. (Rev. Métallurgie 30. 396—401. Sept. 1933.)  
GOLDBACH.

**Werner Frölich**, *Zur metallurgischen Behandlung eisenhaltiger Messingabfälle*. Fe dient im legierten Zustande zusammen mit Mn, Zn u. Al zur Verbesserung bestimmter mechan. Eigg. der Messinge u. zur Erhöhung ihrer Korrosionsbeständigkeit; Messingschrott weist aus diesem Grunde vielfach hohe Fe-Gehh. auf. Wird Fe jedoch nicht rein, sondern in Form von Carbiden zugesetzt, wie sie im Stahl vorhanden sind, so wird durch die Affinität des Fe zum C das Inlösunggehen des metall. Fe u. dessen Einlegieren unmöglich gemacht. Auch schon einlegiertes Fe kann sich sofort zu Carbid umwandeln, wenn die Schmelze mit C oder C-haltigen Verb. in Berührung kommt. Diese Carbide sammeln sich beim Gießen an oder dicht unter der Gußoberfläche u. machen sich bei Schneidbehandlungen als harte Einschlüsse unangenehm bemerkbar. Außer dem Fe, das als Legierungskomponente vorlag, werden bei Altmessing noch mechan. befestigte Teile u. Bohr- u. Schneidspäne aus Fe angetroffen. Die metallurg. Behandlung geht deshalb darauf aus, die groben mechan. Fe-Gehh. mechan. (Absägen, Abkneifen) oder magnet. zu entfernen, das restliche Fe durch vorsichtiges Schmelzen



u. Abschöpfen des ungeschmolzenen Fe auszuschalten, während des Schmelzens C-Zutritt zu vermeiden u. schon legiertes Fe durch geeignete Schlackenbehandlung zu entfernen. Durch Schlackenbehandlung gelingt auch die Zers. der Carbide. Für diese Zwecke wird oxydierende Schlacke verwendet, die als Hauptbestandteile Sulfate der Alkalien u. alkal. Erden enthält. Eine Flußmittelmischung, bestehend aus gleichen Teilen Sand u. calcinierter Soda, dient der Auflösung des Fe-Geh. überhaupt. Auch durch oxydierende Flammenführung läßt sich ein erheblicher Teil des Fe herausoxydieren. (Metallbörse 23. 1406—07. 4/11. 1933.) GOLDBACH.

**André Ancelle**, *Gleichzeitiger Einfluß von Reckgrad und Temperatur auf die mechanischen Eigenschaften von Weichstahl, Kupfer und Nickel*. I. An Drähten aus Weichstahl (0,15% C), Elektrolyt-Cu u. Ni wurden Zerreißfestigkeit, Proportionalitätsgrenze, Elastizitätsgrenze, Dehnung, Einschnürung u. Brinellhärte bestimmt. Die Drähte wurden durch Ziehen verschieden stark verformt. Ferner wurde auch der Einfluß eines nachfolgenden Anlassens bei verschiedenen Tempp. auf die angegebenen Eigg. untersucht. (Rev. Métallurgie 30. 266—74. Juni 1933.) WENTRUP.

**N. P. Allen**, *Die Verteilung von Undichtigkeiten in Aluminium- und Kupferblöcken und einige Bemerkungen zur umgekehrten Seigerung*. (Vgl. C. 1933. II. 3336.) Die Verss. wurden in gleicher Weise wie die früher beschriebenen ausgeführt. Es scheint danach, daß für das Auftreten von undichten Stellen im Gußblock nicht so sehr die Bewegung von Gasblasen als vielmehr die Art, wie sich die festen Bestandteile aus der Schmelze abscheiden, u. die Zusammenziehung des Werkstoffes bei der Erstarrung verantwortlich sind. Die Verteilung der Undichtigkeiten hängt von zwei verschiedenen Vorgängen ab, einem, der den Block mit fortschreitender Erstarrung poröser macht u. einem anderen, der im Unterteil des Blockes einen gesunden Kern erzeugt. Der erste Vorgang ließ sich in allen untersuchten Proben nachweisen u. ist offenbar die Folge der größeren Abkühlungsgeschwindigkeit an den äußeren Schichten, der Segregation gelöster Gase zum Inneren u. des hydrostat. Druckabfalls bei zunehmender Erstarrung. Der zweite Vorgang tritt unregelmäßig auf, er ist sehr deutlich bei Blöcken, die beim Erkalten zeitig entgasen oder die ein großes Erstarrungsintervall besitzen. (Metal Ind., London 43. 291—94. 22/9. 1933.) GOLDBACH.

**C. Schaarwächter**, *Über das Verhalten des „graphitischen Silizium“ im Aluminium bei höheren Temperaturen*. Durch Umpressen von Drähten aus reinem Al mit Si bzw. Umgießen von Al-Drähten mit Silumin, Glühen dieser „Körper“ bei 450°, 500°, 540° u. 577°, u. zur Wiederausscheidung von Si bei langsamem Abkühlen wird festgestellt, daß die Diffusionsgeschwindigkeit des Si bei 540° gleich 0 u. bei 577° sehr groß ist. Temperverss. an techn. Al-Guß führten zu den gleichen Ergebnissen. (Z. Metallkunde 25. 250—51. Okt. 1933. Altena [Westf.], Basse & Selve.) HJ. v. SCHWARZE.

**Kōtarō Honda und Sadajirō Kokubo**, *Über den Mechanismus der Alterungshärtung bei Al-Cu-Legierungen*. Zur Klärung des Mechanismus der Alterungshärtung bei Al-Cu-Legierungen werden Legierungen mit bis 12% Cu abgeschreckt u. die von der Zus., sowie von der verschiedenen Wärmebehandlung herrührenden Änderungen der D., des elektr. Widerstandes u. der Härte gemessen. Die D. ist eine lineare Funktion der Cu-Konz. u. hängt ferner von der Anlaßtemp. ab; bei 60° zeigen alle Legierungen ein erstes, bei 270° ein zweites D.-Minimum. Der elektr. Widerstand abgeschreckter Proben hängt ebenfalls von der Zus. u. von der Anlaßtemp. ab u. wächst bei  $30 \pm 0,1^\circ$  mit der Alterungsdauer erst rasch, später langsamer an. Legierungen mit weniger als 1% Cu zeigen nicht diese zeitliche Veränderlichkeit des Widerstandes. Die Rockwellhärte zeigt bei Legierungen mit 6—12% Cu bei einer Anlaßtemp. von 175° ein stark ausgeprägtes Maximum, welches sich bei Legierungen mit niedrigerem Cu-Geh. nach höheren Tempp. verschiebt. Die Änderung des Vol. abgeschreckter Legierungen in Abhängigkeit von der Alterungsdauer u. Temp. wurde gemessen. Die Beziehungen zwischen Anlaßtemp. u. EK. werden an Thermoelementen aus Legierungen mit 6% Cu gegen reines Al ermittelt. Der Ausscheidungsmechanismus von  $\text{CuAl}_2$  wird erörtert. Diese Verb. besitzt ein raumzentriert-tetragonales Gitter; das Elementarprisma enthält 4 Moleküle, die Gitterparameter sind  $a = 6,04 \text{ \AA}$ ,  $b = 4,86 \text{ \AA}$  (vgl. JETTE, PHRAGMÉN, WESTGREN, C. 1924. I. 2771). Die D. beträgt 4,37. Zur Theorie der Härtung durch Alterung s. Original. (Congr. int. Mines, Métallurgie, Géol. appl. Sect. Métallurgie VI. S.-Ber. 1930. 621—33. Sandai, Japan, Research Institute for Iron, Steel and other Metals.) GLAUNER.

**Siemens & Halske A. G.**, *Künstliche Erzeugung natürlichen Korrosionsschutzes auf Aluminium*. (Vgl. C. 1933. II. 3043.) Die als „Seo-X“ bezeichneten Schutzschichten



auf Al zeigen einwandfreie Korrosionsbeständigkeit in Salzwassersprühnebel, Ritzhärte etwa entsprechend elektrolyt. Cr-Ndd., Isolationsfähigkeit bis 1000 V, lichtechte Färbbarkeit mit organ. Farbstoffen. — Die durch anod. Oxydation in hochkonz.  $H_2CrO_4$ -Bädern gewonnenen schwarzen Überzüge sind chem. sehr widerstandsfähig, aber infolge mangelnder Härte leicht abnutzbar. (Chemiker-Ztg. 57. 817. 14/10. 1933.)  
R. K. MÜLLER.

**J. J. Slobodskoi**, *Untersuchung der Methoden zur Verarbeitung von antimonarmen Erzen auf pyrometallurgischem Wege*. Auf Grund von Laboratoriumsvers. konnte festgestellt werden, daß beim oxydierenden Schmelzen von oxyd. u. sulfid. Sb-Erzen bei 800° eine Sb-Ausbeute von 80% (in Form von  $Sb_2O_3$ ) erhalten werden konnte. Unter diesen Bedingungen tritt nur der sulfid. Teil des Sb in Rk., das  $(Sb_2O_4)_2$  läßt sich nicht unter 1000° verflüchtigen. Beim reduzierenden Schmelzen unter Zusatz von Kohle wird das Maximum der Sb-Ausbeute (97%) bei 900° bei 15% ig. Anthracit-zusatz erhalten. (Nichteisenmetalle [russ.: Zvetnye Metally] 7. Nr. 7/8. 108—13. 1932.)  
KLEVER.

**R. Berthold**, *Neue physikalische und wirtschaftliche Grundlagen der technischen Röntgendurchstrahlung*. Auf Grund einer Reihe von Einzelunters. an Fe, Al, Cu u. Cu-Zn-Legierungen hat Vf. Unterlagen für die Anwendung der Röntgendurchstrahlung mit Hilfe von photograph. Schichten u. von Leuchtschirmen gewonnen. Es werden besprochen: die notwendige Belichtungsgröße, die Grenzdicke des Prüflings, die Fehlererkennbarkeit, die Kosten. (Ergebn. techn. Röntgenkunde 2. 289—300. 1931. Berlin.)  
SKALIKS.

**Otto Fischer**, *Neue Apparate für die Materialuntersuchung mit Röntgenstrahlen*. Beschreibung der „Metalix“-Apparat für Grob- u. Feinstrukturunters. sowie einer SRV-Apparat für Grobstrukturunters. (Ergebn. techn. Röntgenkunde 3. 118—28. 1933. Hamburg.)  
SKALIKS.

**F. Luft**, *Radiographie mit  $\gamma$ -Strahlen*. Es werden die theoret. u. prakt. Grundlagen der Werkstoffprüfung mit  $\gamma$ -Strahlen behandelt. Gegenüber Röntgenstrahlen ergeben sich neben verschiedenen aufnahmetechn. vor allem folgende Vorteile: Objekte mit starken D.- u. Dickenunterschieden können auf einem Negativ abgebildet werden; ferner können Objekte mit größeren Materialdicken u. -dichten durchleuchtet werden. Die Fehlererkennbarkeit ist geringer als mit Röntgenstrahlen. Die Wirtschaftlichkeit des Verf. ist etwa dieselbe wie bei Anwendung von Röntgenstrahlen. (Ergebn. techn. Röntgenkunde 3. 145—61. 1933. Leipzig, Wiss. Zentrallab. d. photograph. Abt. d. I. G. Farbenind. (Agfa).)  
SKALIKS.

**Karl Baatz**, *Werkstoffeigenschaften alter Dampfkesselbleche*. An Schweißstahlblechen ausgebaute Kessel, die 30—40 Jahre im Betrieb waren, wird festgestellt, daß die Festigkeitseigg. sehr ungünstig sind. Bei Flußstahlblechen ist das Ergebnis nicht einheitlich. In manchen Fällen war im Verlauf von Jahrzehnten keine Alterung festzustellen. Ausgebesserte Kessel zeigen vielfach auch an nicht ausgebesserten Stellen Alterungserscheinungen. Starker Kerbzähigkeitsabfall zeigt sich an Nietnähten, Rohrfeldern u. dgl. Hohe P-Gehh. über 0,06% wirken kerbzähigkeitsvermindernd, obwohl dies allein zu Schäden nicht führt, wenn nicht auf Grund von Kaltverformungen Alterung eingesetzt hat. Die Lebensdauer vieler Kessel ist durch Bauart, Herst. u. Betriebsverhältnisse bedingt. (Stahl u. Eisen 53. 1149—55. 9/11. 1933. Essen, Verein zur Überwachung der Kraftwirtschaft der Ruhrzechen.)  
HJ. v. SCHWARZE.

**H. Reininger**, *Für galvanische Metallabscheidung besonders geeignetes Gußeisen*. Das Gußeisen soll in einer perlit. Grundmasse möglichst wenig feinstreifigen Graphit enthalten. (An Stellen grober Graphiteinlagerung wird der Metallüberzug leicht gedrückt.) Zur Erzielung des erwünschten Gefüges müssen bestimmte C- u. Si-Gehh. sowie bestimmte Abkühlungsbedingungen eingehalten werden. Auch Ni- u. Cr-Zusätze kommen in Betracht. — Zur Verfeinerung des Graphitkornes dienen ferner: Überhitzung der Schmelzen, Abstehtlassen in der Gießstrommel, Rütteln der Schmelzen (Beschleunigung der Graphitauflösung.) — Gelegentliche Verunreinigungen der Schmelzen durch Oxydeinschlüsse sind durch Raffination zu entfernen. (Metallwar.-Ind. Galvano-Techn. 31. 359—61. 379—81. 419—21. 15/9. 1933.)  
KUTZELNIGG.

**Allan B. Dove**, *Das Beizen von Eisen und Stahl und die Wirkung von Schutzlösungen (inhibitors)*. Zunder besteht aus drei Schichten  $FeO$  (80%),  $Fe_3O_4$  (18%) u.  $Fe_2O_3$  (2%). Die  $FeO$ -Schicht wird gel. u. infolgedessen fallen die anderen Schichten ab. Durch Auflösung von  $H_2$  an der Oberfläche wird eine Härtung hervorgerufen, die, wenn nicht chem. u. therm. kontrolliert, die Verarbeitbarkeit des Materials wesent-



lich beeinflussen kann. Die Theorie der Schutzlösungswrkg. u. die physikal. Faktoren, die bei der Schutzwrkg. eine Rolle spielen, sind erörtert. (Canad. Chem. Metallurgy 17. 192—94. Sept. 1933. Hamilton [Ont.], Steel Comp. of Canada Ltd.) HJ. v. S.

**Wallace G. Imhoff**, *Einige Ursachen für das Überbeizen von Stahl*. Teilweises öliges oder fettiges Material führt zum Überbeizen der nicht öligen oder fettigen Stellen, daher muß das Material vor dem Beizen gereinigt werden. Verrostetes Material zeigt oft Rostanfressungen, an denen der Rost stärker haftet als an anderen Stellen. Stähle verschiedenen C-Geh. u. legierte Stähle müssen jeweils besonderen Beizbedingungen unterworfen werden, wenn ein Überbeizen verhindert werden soll. Stark eingewalzter Zunder läßt sich schwer entfernen, u. um ein Überbeizen der anderen nicht stark eingewalzten Stellen zu vermeiden, empfiehlt sich ein Zusatz von Schutzlsgg. zum Beizbad, wie überhaupt Schutzlsgg. geeignet sind, ein Überbeizen zu verhindern. Temp. u. Konz. des Bades müssen ständig überwacht werden. (Iron Steel Canada 16. 101—04. Sept.-Okt. 1933.)

HJ. v. SCHWARZE.

**Oliver P. Watts**, *Die elektrochemische Theorie der Korrosion*. Da 30 Jahre seit der Feststellung von W. R. WHITNEY, daß die Korrosion der Metalle ein elektrochem. Phänomen ist, vergangen sind, hält Vf. es für angebracht, die Messungen u. Unters.-Ergebnisse über dieses Problem zusammenzufassen. Es werden die Briefe von **Wilder D. Bancroft**, **William Blum**, **Ulrick R. Evans**, **Colin G. Fink**, **W. H. Hatfield** u. **Frank N. Speller** über dieses Problem wiedergegeben. Vf. schildert dann ausführlich den heutigen Stand der Theorie u. kommt zu dem Schluß, daß WHITNEYS Darst. noch heute die beste Definition der elektrochem. Theorie der Korrosion sind. (Trans. electrochem. Soc. 64. 26 Seiten. 1933. Sep.)

GAEDE.

**W. Beck**, *Elektrolytische Korrosion in Gasleitungen*. Im 1. Teil der Arbeit werden Laboratoriumsunterss. beschrieben, bei denen mit Hilfe einer metall. Suchelektrode an verschiedenen Punkten von Rohroberflächen Messungen vorgenommen wurden. Die Rohre waren in den Boden eingebettet oder in Fl. eingetaucht. Die Reproduzierbarkeit des entwickelten Verf. wird auf Grund einer großen Zahl von Messungen im Vergleich mit den nach MICHALKE errechneten Werten festgestellt. Hieraus konnte ein Verf. zur Feststellung von Fehlstellen an isolierten Rohren entwickelt werden. Im 2. Teil der Arbeit wurde der Einfluß des Überzuges, der Temp., mechan. Erschütterungen bei Verwendung verschiedener Isolierungen untersucht. Die Ergebnisse stimmen mit den Laboratoriumsunterss. gut überein. Ferner wird eine Vorr. zur Prüfung der Durchlässigkeit von Überzügen entwickelt. (Gas Wld. 98. 584—94. 3/6. 1933. Berlin, Kaiser-Wilhelm-Inst. Phys.-Chem. Elektrochem.)

WENTRUP.

**W. O. Kroenig** und **S. E. Pawlow**, *Über den Schutz von Kühleranlagen der Verbrennungsmotoren gegen Korrosion*. Da die Kühleranlage eines Flugzeugverbrennungsmotors aus Eisen, Messing u. Aluminiumlegierung besteht, wurde der Einfluß der Temp. auf die Potentialwerte dieses Dreielektrodenelements untersucht. Ferner wurde die Einw. eines  $K_2Cr_2O_7$ -Zusatzes zum W. auf dieses Element geprüft. Gleichzeitig wurden die Metalle bzw. Legierungen gewöhnlichen Korrosionsverss. mit u. ohne  $K_2Cr_2O_7$ -Zusatz unterworfen. Bei 20° genügt ein Zusatz von 0,05%  $K_2Cr_2O_7$  zum Schutz der im Kühlersystem vorhandenen Legierungen; bei 80—90° sind bis zu 0,2% notwendig. Bei einem höheren Geh. des W. an Chloriden muß auch der Dichromatzusatz erhöht werden. (Korros. u. Metallschutz 9. 268—273. Okt. 1933. Moskau, Forschungsinst. für Luftfahrtmaterialunters.)

HJ. v. SCHWARZE.

**R. S. Russell**, *Die Lebensdauer von Blei in chemischen Betrieben beherrschende Faktoren*. Zulässige Mengen an Fremdmetallen im Pb, physikal. Eigg., korrosionsbeständige Pb-Legierungen mit Cu u. Te. (Chem. Engng. Min. Rev. 25. 421. 5/9. 1933. Melbourne, Univ.)

R. K. MÜLLER.

**Truman H. Aldrich jr.**, Birmingham, Ala., V. St. A., *Aufbereitungsverfahren für Erze*, die aus verschiedenen harten Bestandteilen bestehen, z. B. weiche Eisenerze. Die auf eine Korngröße von 6 mm u. darunter zerkleinerten Erze werden durch Abreiben der weicheren Eisenoxyde von den härteren Bestandteilen (Sand, Kalk u. Schiefer) in W. aufgeschlossen. Aus der Trübe werden dann nach bekannten Aufbereitungsmethoden die einzelnen Bestandteile gewonnen. Das Abreiben geschieht zweckmäßig in einer innen mit Vorsprüngen versehenen Trommel. (A. P. 1 921 306 vom 25/11. 1929, ausg. 8/8. 1933.)

GEISLER.

**Aaron Bysar Bagsar**, Huntington, *Gewinnung von Metallen*. Das Ausgangsmaterial wird zunächst zwecks Bldg. von Chloriden chloriert. Die hierbei entstandenen



Metallechloride werden sodann mit  $H_2$  reduziert. Das neben den Metallen entstandene Gasgemisch von  $HCl$  u.  $H_2$  wird auf  $Cl$  u.  $H_2$  verarbeitet, die beide in den Kreislauf zurückkehren. (Can. P. 306 638 vom 22/4. 1929, ausg. 16/12. 1930.) DREWS.

**Ivar Rennerfelt**, Schweden, *Herstellung von Legierungen in elektrischen Öfen*. In Öfen mit induktiver Bodenbeheizung werden Legierungen mit niedrigem C-Geh. erschmolzen u. die Leichtmetalle (Si, Al, Mg, Ca) durch Oxydation mittels Luft, die auf oder durch das Bad geblasen wird, oder durch eine geeignete Schlacke entfernt. Die sonstige Ofenbeheizung kann ebenfalls induktiv u./oder über der Schlacke durch Lichtbogen erfolgen. Der an C u. Leichtmetallen armen Fe-Charge kann eine bestimmte Menge Ferrochrom zugesetzt werden, deren Si-Geh. dann durch Heißluft oder eine oxydierende Schlacke entfernt wird, wobei das Bad durch induzierte Ströme von vorzugsweise 50 Perioden umgerührt wird. Die Induktionsspulen können mit einem Kern aus lamelliertem oder gepulvertem Fe oder  $Fe_3O_4$  versehen sein. — Die Entfernung der Leichtmetalle wird ohne große Verluste an Schwermetallen durchgeführt. (F. P. 748 932 vom 12/12. 1932, ausg. 13/7. 1933. Schwed. Prior. 14/12. 1931.) HABEL.

**Hardy Metallurgical Comp.**, Delaware, übert. von: **Charles Hardy**, Pelham Manor, *Metallbehandlung*. Geschmolzenes, metall. Ca wird mit einem andern Metall, welches in fester, zerteilter Form vorliegt, z. B. Fe (insbesondere Fe-Schwamm), Al, Cu oder Zn so zusammengebracht, z. B. unter Umrühren, daß ein mechan. Gemisch der Metalle erhalten wird, ohne daß die Metalle sich legieren. Statt Ca können auch Si, Na, K, Mg, Sr u. Ba verwendet werden. Das Gemisch wird ohne Zufügung eines Bindemittels zu Briquets gepreßt u. einem andern Metallbad, z. B. Eisen- oder Stahllegierungen, zu Reinigungszwecken zugesetzt. — Durch diesen Zusatz wird C, S,  $H_2$ ,  $O_2$ ,  $N_2$  usw. aus dem Stahlbad entfernt. (A. P. 1 922 037 vom 28/6. 1930, ausg. 15/8. 1933.) HABEL.

**A. O. Smith Corp.**, Milwaukee, übert. von: **Herbert Harris**, Milwaukee, *Frischen von Eisenmetallen*. Die Schmelze wird mit einem Fluorid eines Alkalimetalls u. einem Oxyd oder Carbonat eines Alkalierdmetalls behandelt. — Die während des Gießens mit dem Zusatz versehene Schmelze wird 5—20 Min. in der Pfanne belassen. Das Verf. ist besonders geeignet zur schnellen Entfernung von P u. S. (A. P. 1 920 465 vom 5/10. 1931, ausg. 1/8. 1933.) HABEL.

**Paul Girod**, Frankreich, *Schnellfrischen von normalen Stählen, insbesondere von Thomasstahl*. Die Verwendung von K- oder Na-Feldspat oder Feldspatmischungen, evtl. von Granit, zur Erzeugung von leichtfl. Schlacken zum Frischen von Fe-haltigem Metall, insbesondere im Hinblick auf den Fl.-Grad von Metall u. Schlacke. Für bas. Schlacken wird 5—15%, für saure Schlacken etwa 20—30% Feldspat verwendet. — Man erhält bereits bei geringen Zusätzen einen hohen Fl.-Grad. (F. P. 42 584 vom 21/9. 1932, ausg. 23/8. 1933. Zus. zu F. P. 738 493; C. 1933. I. 3781.) HABEL.

**Friedr. Krupp Grusonwerk Akt.-Ges.**, übert. von: **Friedrich Johannsen**, Magdeburg-Buckau, *Unmittelbare Herstellung von Schweisseisen*. Ein aus Fe-haltigem Material, wie Erzen, Kiesabbränden u. Schlacken, unter Zusatz von Red.-Mitteln erzeugter Eisenschwamm wird in einem Drehofen bei 900—1400° einem LUPP-Prozeß unterworfen, wobei zur Verschlackung der im Schwamm vorhandenen Verunreinigungen oxydierende Gase in den Ofen eingeblasen werden u. zwar vorzugsweise nur auf einen Teil der Beschickungsoberfläche; im übrigen Teil der Beschickung herrschen dann reduzierende Bedingungen, so daß das Material während der Ofenumdrehung abwechselnd reduzierenden u. oxydierenden Bedingungen unterworfen wird. Die Entfernung des S erfolgt durch Zuschläge an Manganoxyd oder Kalk, die den S in feuerbeständiger Form binden, oder an Alkalimetallen, die eine sehr dünnfl. S-Verb. eingehen, oder an As, Sb, Pb oder Sn, evtl. unter Zusatz von  $Cl_2$ , die mit S leicht flüchtige Verbb. bilden. — In einem Arbeitsgang wird eine weitgehende Trennung in ein schlackenarmes Fe u. in eine Fe-arme Schlacke erreicht. (F. P. 738 096 vom 3/6. 1932, ausg. 20/12. 1932. D. Prior. 5/6. 1931. Aust. P. 8134/32 vom 6/7. 1932, ausg. 13/4. 1933.) HABEL.

**Francis N. Bard**, Chicago, übert. von: **Joseph R. C. Marsh**, Chicago, *Herstellungsverfahren für Eisen oder Stahl*. Einer Fe-Cu-Schmelze, der evtl. bereits geschmolzenes Mn beigegeben ist, wird geschmolzenes Cr zugesetzt. Das Verf. kann in der Pfanne durchgeführt werden. — Der Stahl besitzt hohe mechan. Eigg. (A. P. 1 920 909 vom 10/1. 1920, ausg. 1/8. 1933.) HABEL.

**Jean Mauclet**, Frankreich, *Herstellung von Eisen-Kohlenstofflegierungen*. Der C wird mit S oder einem andern Metalloid gebunden; dann folgt eine Entkohlung, insbesondere durch  $CO_2$  u. die Entfernung des S u. überschüssigen  $O_2$  durch Erhitzen



auf ca. 850° u. Abschrecken evtl. mit einem Anlassen bei ca. 600°. Der S soll über 0,1% der Legierung u. ca. 10% des C betragen. — Nach dem Verf. kann aus Gußstücken mit hohem C-Geh. Stahl oder Schwarzkerntemperguß hergestellt werden. (F. P. 748 222 vom 11/3. 1932, ausg. 30/6. 1933.) HABELL.

**Ludlum Steel Co.**, Watervliet, übert. von: **Daniel L. Edlund**, Cambridge, *Stahllegierung* mit bis zu 1% C, 0,5—4% Cr, 0,5—2% Al, 0,1—0,5% Mo, 0,1—0,25% S, bis 2% Si, 0—0,5% V, 0—0,2% Zr, 0—2% Ni, Rest Fe. — Die aus den Legierungen hergestellten gegossenen, geschmiedeten oder gewalzten Gegenstände sind leicht bearbeitbar (freischneidend), durch Nitrieren an der Oberfläche härtbar u. widerstandsfähig gegen atmosphär. u. andere Korrosion. (A. P. 1 919 211 vom 20/4. 1932, ausg. 25/7. 1933.) HABELL.

**Francis Norwood Bard**, Chicago, übert. von: **Joseph Russel Cornell Marsh**, Arlington Heights, *Stahllegierung und ihre Herstellung*. Cu u. Al werden als Cu-Al-Legierung dem Stahlbad zugesetzt. Die Stähle enthalten vorzugsweise 0,07—0,38% Al, 0,7—1,25% Cu, 0,09—0,3% C, Rest Fe. — C, Cu u. Al liegen in äußerst gleichmäßiger Verteilung vor; der Stahl besitzt auch ohne Warmbehandlung hohe mechan. Eigg. (A. P. 1 920 910 vom 24/10. 1923, ausg. 1/8. 1933.) HABELL.

**Christian Friedrich Arnold**, Köln, *Verfahren zur Herstellung von wolframhaltigen Stählen im Elektroofen*, bei welchem der von Legierungsbestandteilen freie Eiseneinsatz des Ofens durch Einw. einer F<sub>2</sub>-haltigen Schlacke von P u. S befreit, die Schlacke entfernt u. nach Aufbringen einer Endschlacke die W u. dgl. enthaltenden Ferrolegierungen zugesetzt werden, dad. gek., daß die Endschlacke F<sub>2</sub>-frei ist u. aus Erdalkali, Alkali u. SiO<sub>2</sub> im Sättigungsverhältnis, z. B. aus einer Mischung von Metasilicaten des Ca, Mg, Na u. K, gebildet wird. — Bei diesem Verf. wird vermieden, daß sich die Legierungsmetalle W, Mo u. V mit F<sub>2</sub> zu flüchtigen Fluoriden verbinden oder mit Alkalien oder Erdalkalien sich verschlacken u. dann infolge des hohen Dampfdruckes der entstehenden Verbb. mit den Ofengasen u. -dämpfen entweichen. Bei den Temp. des Elektroofens ist die SiO<sub>2</sub> eine stärkere Säure als die Säuren der genannten Metalle, so daß eine Red. der kieselsauren Salze nicht erfolgen kann. (D. R. P. 550 127 Kl. 18 b vom 16/1. 1926, ausg. 4/11. 1933. A. P. 1 923 471 vom 11/2. 1930, ausg. 22/8. 1933. D. Prior. 15/1. 1926.) HABELL.

**Kinzoku Zairyo Kenkyusho**, Japan (Erfinder: **Hakaru Masumoto**), *Magnetische Legierung* für magnet. Teile von elektr. Maschinen u. App., die 0,5—16% Si, 0,5—16% Al u. als Rest Fe enthält. Bevorzugt werden 2—13% Si, 2—16% Al, Rest Fe. — Die Legierungen besitzen hohe Anfangs- u. Maximalpermeabilität u. hohen Widerstand sowie geringe Hysteresisverluste. Zur weiteren Verbesserung der magnet. Eigg. u. der Reckbarkeit können die Legierungen noch enthalten: weniger als 10% Ni, Co, Cr, W, Mo, Mn, V, Ti, Sn, Zn, weniger als 5% Mg, Sb, Ta, Be u. weniger als 2% B, Cu oder P. (F. P. 749 713 vom 30/1. 1933, ausg. 28/7. 1933. Japan. Prior. 6/2. 1932.) HABELL.

**George François Jaubert**, Paris, *Sonderstahl für leichte Gefäße zum Speichern von komprimierten Gasen*. Der Stahl enthält mindestens 98% Fe, ca. 0,42% C, ca. 0,62% Ni, mindestens 0,2% Si, 0,06% P + S; der Rest besteht entweder aus Mn, u. zwar Mn : Si = 5 : 2, oder aus Cr u. Mo im Verhältnis 10 : 3 oder aus Mn, Cr u. Mo im Verhältnis 4 : 3 : 2. Die Herst. des Stahles erfolgt derart, daß im Herd- oder Elektroofen zu einem Stahl mit C u. Si, jedoch ohne Mn, eine reine, im Elektroofen erschmolzene Ferrolegierung mit entsprechenden Gehh. an Ni, Mn, Cr u. Mo zugegeben wird. — Die Gefäße sind geeignet für Drucke von 200 u. mehr Atmosphären. (E. P. 396 438 vom 1/2. 1932, Auszug veröff. 31/8. 1933.) HABELL.

**William Herbert Hatfield**, Derbyshire, und **Joseph Fenwick Bridge**, Sheffield, *Rostfreier Stahl für Turbinenblätter*, bestehend aus einem austenit. Cr-Ni-Stahl mit 16—30% Cr, 6—15% Ni, einem verhältnismäßig hohen C-Geh. von ca. 0,2—0,8% u. ferner 0,8—2% Si u. 0,8—2,5% Ti. Bevorzugt wird ein Stahl mit 21% Cr, 9% Ni, 0,3% C, 1,1% Si, 1,6% Ti u. etwa 0,7% Mn. Die Legierungen können noch bis zu 1% V, Mo oder Be enthalten. Die Wärmebehandlung besteht in einer Luftabkühlung von 800—1150°. — Die Stähle besitzen hohen Widerstand gegen die gleichzeitige Einw. hoher Temp., korrodierender Gase u. mechan. Beanspruchung u. neigen auch nicht zu interkristalliner Korrosion. (E. P. 396 809 vom 13/2. 1932, Auszug veröff. 7/9. 1933.) HABELL.

**United States Steel Corp.**, New York, übert. von: **Edgar C. Bain**, Short Hills, und **Edmund S. Davenport**, Newark, *Wärmebehandlung zum Härten von Stahl*. Der



Stahl wird von einer Temp. oberhalb der Umwandlungszone abgeschreckt auf eine Temp., die unterhalb der Temp. der schnellen Perlitbildung. (ca. 540°), aber oberhalb der Temp. liegt, bei welcher eine schnelle Umwandlung von Austenit in Martensit stattfindet (ca. 150°); auf dieser Temp. wird der Stahl gehalten, bis ein Gefüge erzielt ist, welches nicht aus reinem Martensit besteht. — Der so behandelte Stahl ist frei von Härterissen u. besitzt bessere physikal. Eiggg., insbesondere höhere Schlagarbeit u. Duktilität als ein durch Abschrecken u. Anlassen vergüteter Stahl. (A. P. 1 924 099 vom 20/11. 1931, ausg. 29/8. 1933.) HABELL.

**Electro Metallurgical Comp.**, West Virginia, übert. von: **John J. Egan**, Brooklyn, *Nitrierhärtung*. Die Gegenstände werden in einem Behälter in aktivierte SiO<sub>2</sub> eingebettet; in den Behälter wird ein N<sub>2</sub> abgebendes Gas geleitet u. der Behälter auf 450—600° erhitzt. Aktivierte SiO<sub>2</sub> kann erhalten werden, indem n. Seesand mit geschmolzenem KOH bei 350° für 1—2 Stdn. behandelt, in HCl oder HF gekocht, dann gewaschen u. getrocknet wird. — Es wird eine wesentliche Beschleunigung der Nitrierhärtung erzielt. (A. P. 1 923 814 vom 11/8. 1931, ausg. 22/8. 1933.) HABELL.

**Edward G. Mahin**, South Bend, *Zementieren von Eisen oder Stahl*. Die C-Anreicherung in der äußersten Oberflächenschicht wird durch Anwendung eines Verzögerungsmittels, insbesondere eines Si enthaltenden Mittels, verringert. B hat ähnliche Eiggg. wie Si. Das Verzögerungsmittel, z. B. Ferrosilicium, soll ca. 5—20% des Kohllegungsmittels betragen. Vorzugsweise wird auf den zu zementierenden Gegenstand eine Mischung aufgetragen, die aus fein zerteiltem Ferrosilicium u. einem Träger besteht, der anhaftet u. bei Zementationstemp. beständig ist, z. B. Wasserglas. — Es können höhere Zementationstemp. verwendet werden, so daß die C-Diffusion gesteigert u. die Zementationsdauer verringert wird, ohne daß sich eine äußere übereutektoidische Zone bildet. (A. P. 1 921 367 vom 6/1. 1930, ausg. 8/8. 1933.) HABELL.

**Adolph W. Machlet**, Elizabeth, *Schlußbehandlung eiserner Gegenstände*. Das Verf. besteht aus einer Nitrierhärtung bei etwa 480—675°, einem Oxydieren bis zur Erzielung eines gleichmäßig dunkelgrauen Aussehens u. einer Behandlung mit KW-stoff bei 315—425°; mindestens 2 Verf.-Schritte müssen angewendet werden. — Die Gegenstände werden nicht angegriffen, wenn sie der Temp. u. Feuchtigkeit der freien Luft ausgesetzt werden. (A. P. 1 921 128 vom 21/4. 1930, ausg. 8/8. 1933.) HABELL.

**Charles Delassus**, Frankreich, *Kolbenring für Leichtmetallkolben*, bestehend aus einer kupferhaltigen Aluminiumlegierung, vorzugsweise folgender Zus.: 90—92% Al, 4—5% Cu, 1—2% Mg, 0,5—0,7% Ni, 0,06—0,1% Mn, 0,05—0,1% Ti, 0,1—0,3% Cr u. 0,5—1% W. Da die Legierungen annähernd den gleichen Ausdehnungskoeff. wie der Kolbenwerkstoff besitzen, brauchen die aus ihr hergestellten Ringe mit nur geringem Spiel in die Kolbennuten eingesetzt zu werden. (F. P. 750 703 vom 13/5. 1932, ausg. 17/8. 1933.) GEISZLER.

**Heraeus Vacuumschmelze Akt.-Ges. und Wilhelm Rohn**, Hanau, *Verfahren zur Erhöhung der Dauerstandsfestigkeit von Metallen und Legierungen bei Betriebstemp.*, die zwischen Rekristallisationstemp. u. dem F. liegen, dad. gek., daß die Metalle u. Legierungen bei einer oberhalb der Betriebstemp. liegenden Temp. vor Inbetriebnahme ausgeglüht werden. — Das Verf. ist besonders geeignet bei Werkstücken, die für Innenbauteile von Glüh- u. Wärmöfen Verwendung finden sollen, d. h. Unterlegplatten oder Transportketten für das Glühgut. Die Glühtemp. soll möglichst hoch gewählt werden. (Oe. P. 134 603 vom 23/2. 1931, ausg. 11/9. 1933. D. Prior. 28/3. 1930.) GEISZLER.

**Siemens-Schuckertwerke Akt.-Ges.**, Berlin, *Verfahren zum Blankglühen von langgestrecktem Metallgut*, dad. gek., daß das zu glühende Material vor dem Glühen von allen Verunreinigungen der an sich blanken Oberfläche befreit wird, dabei mindestens eine chem. Behandlung durchmacht, welche bewirkt, daß das Material in vollkommen entfettetem Zustande in den Blankglühofen gelangt. Die chem. Reinigung kann mit einer mechan. verbunden werden. So kann das zu glühende Material vor dem Glühen nacheinander eine mechan. Reinigungsvorr., eine chem. Entfettungsanlage, eine Spülvorr. zum Entfernen des verwendeten chem. Mittels u. eine weitere mechan. Reinigungsvorr. durchlaufen. — Es wird die Bldg. von Oberflächenbelägen verhindert, die durch die Zers. von gewissen Fetten, Ölen u. dgl., entstehen, die bei dem Walz- oder Ziehvorgang benutzt werden u. die das bearbeitete Material mit einer mehr oder weniger dünnen Schicht überziehen. (Schwz. P. 161 107 vom 25/2. 1932, ausg. 16/6. 1933. Oe. Prior. 15/9. 1931.) HABELL.



**Siemens-Schuckertwerke Akt.-Ges.**, Berlin, *Verfahren zum Abkühlen von metallischem Glühgut in einem geschlossenen Kühlbehälter*, dessen O<sub>2</sub>-Geh. durch Verbrennung unschädlich gemacht wird u. aus dem die Verbrennungsgase in einen Ausgleichbehälter gelangen können, dad. gek., daß zu Beginn der Abkühlperiode die Menge der nicht kondensierbaren u. nicht wasserl. Gase in den beiden Behältern so weit vergrößert wird, daß auch im abgekühlten Zustande das im Kühlbehälter sowie im Ausgleichsbehälter vorhandene Gasvol. ausreicht, um im Kühlbehälter einen vom Außendruck nur wenig verschiedenen Druck aufrecht zu erhalten. Zu diesem Zwecke kann während des Verbrennungsvorganges dem Kühlbehälter Frischluft zugeführt werden. — Durch das Verf. wird auch nach Abkühlen der Verbrennungsgase die gewünschte selbsttätige Druckregelung ermöglicht. (Schwz. P. 161 365 vom 25/1. 1932, ausg. 1/7. 1933. D. Prior. 23/5. 1931.)

HABEL.

**James Harvey Gravell**, Elkins-Park, U. S. A., *Reinigungsmittel* nach D. R. P. 579862, 1. gek. durch ein derartiges Mengenverhältnis des pulverförmigen Absorptionsmittels zu den übrigen Bestandteilen der Reinigungsmittel, insbesondere der zu verwendenden Säure, daß nach dem Trocknen der Mischung eine stückige oder schuppige, sich selbst ablösende oder mechan. leicht entfernbare Schicht auf der behandelten Oberfläche zurückbleibt. — 2. Zusatz eines Metallsalzes, z. B. Eisenphosphat. — Beispiel: 32 g Eisenphosphat, 45 cem H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (75%<sub>ig.</sub>), 125 g Fullererde, 75 g Kaolin, 250 cem Alkohol o. dgl. (D. R. P. 582 139 Kl. 48a vom 1/10. 1929, ausg. 9/8. 1933. Zus. zu D. R. P. 579 862; G. 1933. II. 1926.)

BRAUNS.

**James Harvey Gravell**, Elkins Park, U. S. A., *Verfahren zur Reinigung von Metalloberflächen*, auf die Farben o. dgl. aufgetragen werden sollen, nach D. R. P. 579862, 1. dad. gek., daß als pulverförmiges Absorptionsmittel fein zerteilte, vegetabil. Stoffe, die absorbierende Fähigkeit besitzen, wie z. B. Holzmehl, Stärke usw. verwendet werden. — Beispiel: Rohre, fein zerteilte Stärke 1,59 kg; denaturierter Spiritus 1,135 l; Butylalkohol 0,568 l; H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (75%<sub>ig.</sub>) 0,378 l; W. 1,468 l. (D. R. P. 585 222 Kl. 48a vom 8/10. 1930, ausg. 29/9. 1933. Zus. zu D. R. P. 579 862; G. 1933. II. 1926.)

BRAUNS.

**General Electric Co.**, New York, übert. von: **Yuichiro Shiraishi**, Tokio, Japan, *Erzeugung von beständigem Hochglanz auf Messing und Bronze*. Die Gegenstände werden erst in eine Mischung von HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. HNO<sub>3</sub> getaucht, dann gewaschen u. kurze Zeit in 0,5%<sub>ig.</sub> Chromsäurelsg. gehalten. Anschließend wird wieder gewaschen u. mit KCN-Lsg. nachbehandelt. (A. P. 1 927 671 vom 10/11. 1931, ausg. 19/9. 1933. Jap. Prior. 30/12. 1930.)

BRAUNS.

**Joseph Rimlinger**, Frankreich, *Metallisieren von elektrisch schlecht leitenden Oberflächen*. Die Oberflächen werden hauchdünn mit Terpentinöl, in dem Graphit suspendiert ist, eingerieben. Anschließend können die Metalle durch Elektrolyse aufgebracht werden. Event. wird noch verzinkt u. dann poliert. (F. P. 751 002 vom 21/5. 1932, ausg. 25/8. 1933.)

BRAUNS.

**Richard Köpf**, Berlin-Karlshorst, *Verfahren zur Aufbringung galvanischer Metallüberzüge auf Chrom und Chromlegierungen*, 1. dad. gek., daß abnorm saure Bäder mit einem pH-Wert unter 2,5 verwendet werden. — 2. Nach der Galvanisierung in dem sauren Bade erfolgt die weitere Galvanisierung in einem üblichen, schwächer sauren oder alkal. Bad desselben oder eines anderen Metalls. — Beispiel: Vernicklung von Cr. Das Bad besteht aus 200 g NiSO<sub>4</sub>, 30 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 20 g Borsäure u. 10 g NH<sub>4</sub>Cl in 1 l W. mit etwas H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. (D. R. P. 585 708 Kl. 48a vom 16/6. 1932, ausg. 7/10. 1933.)

BRA.

**Aluminium Co. of America**, übert. von: **George L. Moore**, U. S. A., *Überziehen von Aluminium oder dessen Legierungen mit Metallschichten*. Die Oberfläche eines Al-Körpers wird mit einer Stahlbürste bearbeitet, deren Borsten in geschmolzenes Zinn getaucht waren. Auf diese Weise wird die Oxydhaut entfernt u. durch einen Sn-Überzug ersetzt. Anschließend wird anderes Metall, z. B. Cr, aufgebracht. (A. P. 1 923 790 vom 24/11. 1928, ausg. 22/8. 1933.)

BRAUNS.

**Alphonse Tabavant**, Frankreich, *Verfahren zum Versilbern von Kupfergegenständen*. Man mischt zwei Fl. A u. B bei 20° u. fügt 5 Tropfen „bleu d'argent“ genannt „Boret“ hinzu, um das Zersetzen der Mischung durch das Licht zu vermeiden. Die Fl. A besteht aus 1000 cem destilliertem W. mit 200 g Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> u. 100 g AgBr. Die Fl. B besteht aus 1000 cem W., 10 cem gesätt. Platinchlorürlsg. u. 5 cem 11%<sub>ig.</sub> Kaliumchromatlsg. (F. P. 750 476 vom 9/2. 1933, ausg. 11/8. 1933.)

BRAUNS.

**Baker & Co., Inc.**, U. S. A., *Verfahren zum Aufbringen von Überzügen aus Rhodium insbesondere auf Silber*. Zuerst werden mehrere Verff. zur Herst. schwefelsaurer Lsgg. von Rhodium-Phosphorsäureverb. beschrieben. Anschließend kommen Beispiele für



Bäder zum Aufbringen von Rh-Überzügen auf Metalle. Beispiel 1: 1 g Rhodiumhydrat wird in 1 l W., enthaltend 5 g Oxalsäure, gel. Die zu überziehenden Gegenstände werden bei 50° Badtemp. 1 Minute bei 2 V Spannung als Elektroden geschaltet. Außer H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. Oxalsäure sind andere organ. u. anorgan. Säuren als Badzusätze geeignet, z. B. Phosphorsäure, Essigsäure, Weinsäure, Citronensäure usw. (F. P. 749 846 vom 30/1. 1933, ausg. 29/7. 1933.)

BRAUNS.

**Pierre Prier**, Frankreich, *Mittel und Verfahren zum Schützen der Oberflächen von Aluminium, Magnesium, Zink und deren Legierungen gegen Korrosion*. Die Gegenstände werden durch Eintauchen in ein h. Bad, enthaltend z. B. 1,5% Phosphorchromat u. Sulfomolybdat, 0,4% Na<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, 1,8% Soda u. 1,8% Natriumtartrat, mit einem Überzuge versehen. (A. P. 1 923 502 vom 6/4. 1931, ausg. 22/8. 1933. F. Prior. 24/4. 1930.)

BRAUNS.

[russ.] **E. F. Bachmetow**, **A. A. Botschwar**, **G. S. Shdanow** und **J. S. Umanski**, Die Rekrystallisation von Metallen. Moskau-Leningrad: Gosmaschmetisdat 1933. (351 S.) 8 Rbl.

## IX. Organische Industrie.

**A. L. Irlin**, *Ausarbeitung eines industriellen Verfahrens zur Gewinnung von Anilin aus Nitrobenzol nach einer katalytischen Methode*. Es wurde der Einfluß von reinen Ni- u. Cr-Katalysatoren bzw. von Gemischen aus Cu u. Mg-, Ca-, U-, Co- oder Th-Oxyden auf die Red. von Nitrobenzol mit H<sub>2</sub> zu Anilin untersucht. Als Trägersubstanz diente Bimsstein. Die Anilinausbeute wurde titrimetr. (Bromierung mit überschüssigem Br<sub>2</sub>, Zugabe von KJ u. Rücktitration mit Thiosulfat) bestimmt. Am geeignetsten erwies sich ein Katalysator aus Cu + 10% CaO, der bei 240—250° 96,5% C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NH<sub>2</sub> liefert. Im Laufe von 80 Stdn. verliert der Katalysator kaum an Wirksamkeit. Bei der Rk. bildet sich ein gelber Rauch unbekannter Zus., der durch Watte zurückgehalten wird, u. dessen Menge durch Anwendung von feuchtem H<sub>2</sub> herabgedrückt werden kann. Das Anilin wurde durch Waschen mit Lauge gereinigt. (Anilinfarben-Ind. [russ.: Anilinokrassotschnaja Promyschlenost] 3. 68—76. 1933. Ukrain. wiss. chem.-techn. Untersuchungsinst.)

BERSIN.

**B. I. Kissin**, *Abscheidung von m-Xylidin aus dem Gemisch der Isomeren mittels Ameisensäure*. Zur Abscheidung von m-Xylidin aus dem techn. Xylidingemisch wurde mit einem doppelten Überschuß von 85%ig. Ameisensäure versetzt, u. das dabei ausfallende *Formylxylidin*, C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>NH(OCH), F. 113—114° aus A., mit 10- bzw. 20%ig. Natronlauge unter Kochen verseift. Das im techn. Vers. gewonnene Prod. enthielt auf Grund einer Best. nach dem Verf. von LIMPACH (D. R. P. 39 947) 80—85% des m-Isomeren. Orientierende Verss. mit einzelnen isomeren Xylidinen zeigten, daß das p-Isomere fast ebenso leicht wie das o-Isomere formyliert wird. Zur Abscheidung des m-Xylidins als *Formiat* muß die Temp. unter 20° gehalten werden. (Anilinfarben-Ind. [russ.: Anilinokrassotschnaja Promyschlenost] 3. 80—84. 1933. Kineschem, Chem. Fabrik.)

BERSIN.

**Maitland C. Boswell** und **Roland R. Mc Laughlin**, Toronto, Ontario, Canada, *Herstellung von Methylchlorid*. Eine Mischung von Methan, Cl<sub>2</sub> u. N<sub>2</sub> wird bei hoher Temp. über einen Katalysator geführt, der aus einer Cu-Cl-Verb. besteht, die weniger Cu als Cu-Chlorür, aber mehr als Cu-Chlorid enthält. (Can. P. 306 629 vom 15/5. 1929, ausg. 9/12. 1930.)

R. HERBST.

**E. R. Müller**, Stockholm, *Verfahren zur Herstellung von ungesättigten Kohlenwasserstoffen* durch W.-Abspaltung aus Alkoholen oder Äthern. Als Katalysatoren dienen katalyt. wirkende Stoffe mit großer Oberfläche, auf denen sich W. abspaltend wirkende Verbb. der Elemente der 3. bis 7. Gruppe befinden, z. B. Verbb. von Al, B, Th, Wo, Mn, Ti, S, Si. (Schwed. P. 64456 vom 26/6. 1925, ausg. 24/1. 1928.) KINDERM.

**H. Th. Böhme Akt.-Ges.**, Chemnitz (Erfinder: **Hermann Brückner**, Chemnitz), *Herstellung von Alkoholen* gemäß D. R. P. 574 834 (s. u.), 1. dad. gek., daß ein Lösungsm. nicht zugesetzt wird u. als solches nur der durch die Rk. gebildete Alkohol wirkt. — 2. dad. gek., daß man an Stelle von Ca-Salzen der Fettsäuren mit mehr als 2 C-Atomen Salze dieser Fettsäuren mit anderen Basen u. an Stelle von ameisensaurem Ca andere Salze der Ameisensäure verwendet. — Z. B. wird in einen Rührautoklaven, enthaltend 50 Gew.-Teile cocosfettsaures Ca, 18 Gew.-Teile ameisensaures Ca u. 5 Gew.-Teile eines Cu-Cr-Katalysators gemäß D. R. P. 574 834, ein H<sub>2</sub>-Druck von 140 at eingepreßt,



worauf auf 280° erhitzt wird, wobei der Druck auf 250 at steigt, u. 2 Stdn. bei dieser Temp. gehalten wird. Nach dem Abkühlen u. Abblasen des H<sub>2</sub> wird das Rk.-Prod. mit Salzsäure zersetzt u. mit Ä. extrahiert. Der Rückstand der Ätherlsg. weist folgende Merkmale auf: SZ. 12, EZ. 5, Aldehyd 0, Hydroxylzahl 250. (D. R. P. 586 067 Kl. 12a vom 4/9. 1932, ausg. 18/10. 1933. Zus. zu D. R. P. 574 834; C. 1933. I. 4509.) R. H.

**Nippon Chisso Hiryo K. K.**, Osaka (Erfinder: S. Tajiro, Korea), *Herstellung von höheren Alkoholen*. Die Carboxylgruppe von Fettsäuren oder deren Estern wird mit konz. Wasserstoffgas kontinuierlich oder diskontinuierlich in Ggw. von solchen Metallseifen reduziert, die als Metall Cu oder Zn enthalten, sich in den Reduktionsprodd. vollständig lösen u. als Katalysator giftbeständig sind. (Japan. P. 102 105 vom 28/11. 1932, ausg. 22/9. 1933.)

BUCHERT.

**Chemische Fabrik von Heyden Akt.-Ges.**, Radebeul-Dresden, *Herstellung von tertiären, organischen Phosphaten*. Zur Gewinnung von *Triarylphosphaten*, *Trialkylphosphaten* u. *gemischten tertiären organ. Phosphaten* werden die entsprechenden tertiären Phosphite oxydiert. Als Oxydationsmittel können hierfür beispielsweise As<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, SO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, rauchende Schwefelsäure, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, BaO<sub>2</sub>, Stickstoffoxyde usw. gebraucht werden. Z. B. wird in 100 Teile Triphenylphosphit während 2—3 Stdn. unter Rühren u. Kühlen ein mit 30 Teilen SO<sub>3</sub> beladener Gasstrom eingeleitet. Bei 20—30° geht die Rk. vor sich. Nach Beendigung derselben wird mit der 4—5 fachen Menge W. verrührt, wobei sich *Triphenylphosphat* in sehr reinem Zustande als weiße, krystallin. M. abscheidet. Diese wird unter W. geschmolzen, neutralisiert u. schließlich getrocknet. Ausbeute ist prakt. quantitativ; E. P. des erhaltenen Triphenylphosphats 47,8—47,9°. Weiterhin werden nach dem Verf. aus Tributylphosphit (Kp. 105 bis 108°) *Tributylphosphat* (Kp. 115—118°), aus *Diphenyl-o-kresylphosphit*, erhältlich aus Diphenylphosphorigsäurechlorid u. o-Kresol, Kp. etwas über 360°, *Diphenyl-o-kresylphosphat*, aus *Monophenyl-dibutylphosphit*, erhältlich aus Dibutylphosphorigsäurechlorid u. Na-Phenolat, *Monophenyl-dibutylphosphat* (Kp.<sub>25</sub> 185—195°) erhalten. (E. P. 398 659 vom 21/10. 1932, ausg. 12/10. 1933.)

R. HERBST.

**William B. Pine**, übert. von: **Robert M. Isham**, Okmulgee, Okla., V. St. A., *Verfahren zur Herstellung von Estern aus Olefinen*. Olefine, wie *Amylen* oder Fraktionen von *Crackbenzin*, werden mit *Sulfonsäuren*, wie *Benzol-*, *Naphthalinsulfonsäure* oder *Äthylendisulfonsäure*, unter Rühren bei 25—100° zu entsprechenden Alkylsulfonaten umgesetzt u. diese, gegebenenfalls nach Abtrennung u. Reinigung, mit *Carbonsäuren*, z. B. *Essigsäure*, in die *Carbonsäureester* umgewandelt, die in üblicher Weise, z. B. durch Dest., isoliert werden. Aus *Amylen* u. Benzolsulfonsäure wird z. B. bei 50° während 75 Stdn. im geschlossenen Gefäß *Benzolamylsulfonat* als neutrale, bewegliche Fl. vom spez. Gew. 1,111 erhalten. Durch Erhitzen mit Eg. während 72 Stdn. in PAe. entsteht *Amylacetat* unter Rückblgd. der Benzolsulfonsäure. (A. P. 1 929 870 vom 11/10. 1932, ausg. 10/10. 1933.)

DONAT.

**Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel**, Basel, Schweiz, *Verfahren zur Herstellung von organischen Säurehalogeniden* durch Einw. von *Kohlenoxyhalogeniden*, ihren Analogen oder Substitutionsprodd. auf *organ. Säuren*, wobei für jede umzusetzende Säuregruppe höchstens die äquivalente Menge einer *N-Base* oder ihrer Salze zugegeben sein soll. Als *N-Basen* kommen insbesondere in Betracht *Ammoniak*, *organ. Basen*, vorteilhafterweise *tertiäre Basen* der *aliph.*, *aromat.*, *hydroaromat.* oder *heterocycl.* Reihe. Besonders genannt werden: *Trimethylamin*, *Diäthylamin*, *Tetramethyläthylen-diamin*, *Piperazin*; von *aromat. Aminen*: *Methylanilin*, *Diäthylanilin*, *Benzylanilin*, *Diphenylamin*, *Cyclohexylamin* u. einige Basen der *Pyridinreihe*. Es wird eine große Anzahl in Betracht kommender Säuren aufgeführt. Vorteilhafterweise sollen die Umsetzungen in Ggw. organ., OH-freier Lösungsmm. durchgeführt werden. Z. B. läßt man eine 20%<sub>ig</sub>. Lsg. von 23 Teilen *zimtsaurem Pyridin* in Toluol langsam unter Kühlung in eine 30%<sub>ig</sub>. Lsg. von 13 Teilen *COCl<sub>2</sub>* in Toluol einfließen. Man rührt einige Zeit u. erhitzt schließlich auf dem H<sub>2</sub>O-Bad. Die *Zimtsäurechloridlsg.* wird von dem *Pyridinchlorhydrat* abgetrennt, das Lösungsm. abgedunstet u. der Rückstand dest. Das *Säurechlorid* wird in reinem Zustande erhalten. 10 Teile *COCl<sub>2</sub>* in 12 Teilen Toluol gel., werden bei gewöhnlicher Temp. in eine Mischung von 12 Teilen *Benzoessäure* u. 10 Teilen *Triäthylamin* in Toluol eingetragen. Die Rk. vollzieht sich sofort. Die Toluollsg. wird durch Dekantieren von dem *Triäthylaminchlorhydrat* getrennt. Das Lösungsm. wird durch Dest. abgetrennt. Man erhält auf diese Weise das *Benzoylchlorid*. In weiteren Beispielen werden dargestellt: *Salicylsäurechlorid*, *o-Chlorbenzoessäurechlorid*, *m-Nitrobenzoylechlorid*, *Phenylglykolsäurechlorid*, *Anthranilsäurechlorid*, *p-Aminobenzoylchlorid*,



*Pikrinsäurechlorid, Gallensäurechlorid, 2,3-Oxynaphthoesäurechlorid, Glykolsäurechlorid, Aminoessigsäurechlorid, Hippursäurechlorid, Ameisensäurechlorid, Oxalylchlorid, Nicotinsäurechlorid, 2-Chlorpyridin-3-carbonsäurechlorid, 2-Chlorchinolin-4-carbonsäurechlorid, 8-Oxychinolin-7-carbonsäurechlorid, 8-Chlorchinolin-7-carbonsäurechlorid, 1-Diazo-1-naphthol-4-sulfonsäurechlorid, 1-Amino-2-naphthol-4-sulfonsäurechlorid, Benzoylbromid.* (F. P. 732 078 vom 10/2. 1932, ausg. 13/9. 1932. Schwz. Prior. 11/2. 1931.) GANTE.

**Henry Dreyfus**, London, *Herstellung aliphatischer Säureanhydride.* Man erhitzt die entsprechenden *aliphat. Säuren*, besonders *Essigsäure*, in Ggw. von nichtmetall. anorgan. oder organ. Basen oder ihren Salzen, wie  $\text{NH}_3$ , *prim., sek., tert. Alkylaminen*, *Tetraalkylammoniumbasen*, *Pyridin, Picolin, Chinolin, Piperidin, Anilin, Alkylaniline, Cyclohexylamine, Toluidine* oder Hydrochloride, Phosphate oder Sulfate solcher Basen auf etwa 200—700°, besonders 300—700°. (E. P. 317 907 vom 26/5. 1928, ausg. 19/9. 1929. F. P. 674 988 vom 13/5. 1929, ausg. 4/2. 1930. E. Prior. 26/5. 1928. Can. P. 306 858 vom 11/5. 1929, ausg. 23/12. 1930.) DONAT.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Preßkörper aus Cyankali.* Zwecks Verhinderung des Stäubens bei der Verwendung wird gepulvertes, bindemittelfreies Alkalicyanid einem Druck von 700 kg/qcm ausgesetzt. (Poln. P. 17 028 vom 23/8. 1930, ausg. 16/12. 1932. D. Prior. 7/9. 1929.) HLOCH.

**Y. Kato**, Tokyo (Erfinder: **K. Sugino** und **M. Kai**, Tokyo), *Herstellung von Harnstoff.* Kalkstickstoff wird bei hoher Temp. mit W. behandelt, wodurch Harnstoff u. Dicyandiamid entstehen. Das vom festen Rückstand getrennte Filtrat wird für die folgende Operation statt W. verwendet. (Japan. P. 102 300 vom 12/12. 1932, ausg. 29/9. 1933.) BUCHERT.

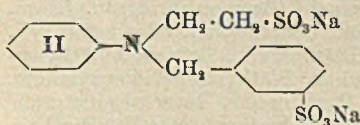
**Martin E. Cupery**, Wilmington, V. St. A., *Elektrolytische Reduktion organischer Nitroverbindungen.* Die Red. erfolgt in einer alkoh. HCl-Lsg. in einer geschlossenen Zelle, in der eine Atmosphäre von HCl herrscht. Als Depolarisatoren werden Phenol,  $\text{SO}_2$ , Äthylen oder Acetylen benutzt. Die Temp. soll 40° nicht übersteigen. Zweckmäßig beträgt sie 20—30°. Z. B. wird *2,4-Dinitrophenol* in dieser Weise elektrolyt. zu *2,4-Diaminophenol* reduziert. Die Apparatur ist durch eine Zeichnung näher erläutert. (A. P. 1 926 837 vom 10/7. 1931, ausg. 12/9. 1933.) NOUVEL.

**Dow Chemical Co.**, übert. von: **Edgar C. Britton**, Midland, V. St. A., *Behandlung von Reaktionsgefäßen.* Die zur Herst. von *Anilin* aus *Chlorbenzol* u. wss.  $\text{NH}_3$  in Ggw. von  $\text{Cu}^1$ -Verbb. (vgl. A. P. 1 726 170; C. 1930. I. 2479) verwendbaren Bomben aus Fe oder Stahl werden vor der Ausführung der Rk. jeweils mit wss.  $\text{NH}_3$  unter Druck 3 Stdn. bei einer Temp. von 200—400°, zweckmäßig bei 225°, ausgekocht. Dadurch wird die Innenwandung des Gefäßes passiv gemacht, so daß bei der anschließenden Umsetzung keine Cu-Abscheidungen stattfinden u. die Ausbeuten an Anilin erhöht werden. (A. P. 1 921 726 vom 17/9. 1931, ausg. 8/8. 1933.) NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Hans Grotowsky** und **Wilhelm Mühl**, Krefeld-Uerdingen), *Verfahren zur Darstellung von N-Sulfoäthylverbindungen von Arylaminsulfonsäuren*, dad. gek., daß primäre oder sekundäre Arylamine, die an irgendeiner Stelle des Mol. einen Sulfonsäurerest tragen, mit Chloräthansulfonsäure, vorzugsweise in Ggw. eines säurebindenden Mittels, umgesetzt werden. —

Z. B. löst man *Monobenzylanilin-3'-sulfonsäure* in wss. NaOH, gibt *chloräthansulfonsaures Na* (I) zu u. kocht 24 Stdn., während man die Lsg. durch Zugabe von NaOH alkal. hält, u. erhält das Na-Salz der *N-[ω-Sulfoäthyl]-benzylanilin-3'-sulfonsäure* der Formel II. Aus *Sulfoäthyl-m-toluidin* u. I entsteht in Ggw. von Diäthylanilin das Na-Salz des *Disulfoäthyl-m-toluidins*. Aus *anilin-2-sulfonsaurem Na* u. I erhält man das Na-Salz der *N-[ω-Sulfoäthyl]-anilin-2-sulfonsäure*. (D. R. P. 586 973 Kl. 12 q vom 19/5. 1932, ausg. 28/10. 1933.) NOUVEL.

**Gilbert Thomas Morgan** und **Alfred Edward John Pettet**, Teddington, England, *Gewinnung von p-Xylenol aus Phenolgemischen.* Man sulfoniert mit weniger  $\text{H}_2\text{SO}_4$  als zur Sulfonierung der gesamten Xylenole notwendig ist, neutralisiert u. kristallisiert aus. Z. B. werden 100 g einer Phenolfraktion vom Kp. 210—212° mit 20 g konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5 Stdn. auf 40° erwärmt. Man gießt in 400 cm W., macht mit  $\text{NH}_3$  alkal. u. dampft ein. Das auskristallisierende  $\text{NH}_4$ -p-Xylenolsulfonat wird durch Erhitzen mit 70°/jg.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  zersetzt. Man erhält das *p-Xylenol* (2,5-Dimethyl-1-oxybenzol) nach dem Umkristallisieren aus Petroleum vom F. 75° in einer Ausbeute von 6 g. Nimmt man





zum Sulfonieren 16 oder 25 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, so ist die Ausbeute geringer. (E. P. 397 148 vom 18/2. 1932, ausg. 14/9. 1933.)

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Verfahren zur Herstellung von 1-Amino-2-alkoholen*. (Vgl. D. R. P. 538 456; C. 1932. I. 583.) Nachzutragen ist: Das bekannte Verf. ist allgemein für 1-Amino-2-alkohole anwendbar. 1-Aminopropanol-2 u. Benzylchlorid geben 1-Dibenzylaminopropanol-(2), farbloses Öl, Kp.<sub>3</sub> 168°. (Üng. P. 105 607 vom 29/5. 1931, ausg. 16/3. 1933. D. Prior. 10/6. 1930.) G. KÖNIG.

**Schering-Kahlbaum Akt.-Ges.**, Berlin (Erfinder: Otto von Schieckh, Berlin), *Verfahren zur Darstellung von Glycidsäureamiden*, dad. gek., daß man Ketone oder Aldehyde mit niedrigmolekularen  $\alpha$ -Monohalogenfettsäureamiden in Ggw. von Lösungsmitteln bzw. Suspensionsmitteln mit alkal. Kondensationsmitteln unter Kühlung zur Rk. bringt. — Z. B. werden 150 Teile Chloracetamid in 3000 Teilen Aceton gel. bei 0° unter Rühren mit 38 Teilen metall. Na versetzt. Nach Abdest. des Acetons bleibt  $\beta$ -Dimethylglycidsäureamid zurück, das aus Bzl. umkrystallisiert den F. 121° hat. Aus Chloracetyl-diäthylamid entsteht entsprechend  $\beta$ -Dimethylglycidsäurediäthylamid, schwach gefärbtes Öl vom Kp.<sub>13</sub> 122—124°, aus Chloracetamid u. Äthylphenylketon in Ä. mit Na-Äthylat Äthylphenylglycidsäureamid, F. (aus CCl<sub>4</sub> oder Bzl. umkrystallisiert) 119 bis 121°, aus  $\alpha$ -Brompropionsäuremethylamid u. Benzaldehyd  $\alpha$ -Methyl- $\beta$ -phenylglycidsäuremethylamid vom F. 116° (aus h. W. umkrystallisiert) u. aus Chloracetamid u. Citral Citrallylglycidsäureamid vom F. 118,5° (aus Bzl. umkrystallisiert). (D. R. P. 586 645 Kl. 12 o vom 16/8. 1932, ausg. 25/10. 1933.) DONAT.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Verfahren zur Reinigung mehrkerniger aromatischer Kohlenwasserstoffe*, dad. gek., daß man durch pyrogene Rkk. oder durch Dehydrierung gewonnene mehrkernige arom. KW-stoffe vom Typus des Diphenyls einer chem. Reinigung mit kondensierend wirkenden Mitteln, vorzugsweise mit Schwefelsäure, unterwirft. Das Verf. wird auf Diphenylbenzol, Ditolyl, Dinaphthyl angewendet u. mit Schwefelsäure von 40—100% oder mit Phosphorsäure, HF, AlCl<sub>3</sub> in der Wärme oder Kälte ausgeführt. (D. R. P. 586 800 Kl. 12 o vom 10/10. 1930, ausg. 26/10. 1933.) KINDERMANN.

**Selden Co.**, Pittsburgh, übert. von: Alphons O. Jaeger, Mount Lebanon, und Lloyd C. Daniels, Crafton, Pa., V. St. A., *Reinigung organischer Säuren*. Durch katalyt. Oxydation von z. B. Naphthalin erhaltene unreine Säuren, wie Malein-, Fumar-, Phthal- oder Naphthalsäure, werden in wss. Lsg. durch Extraktion mit phenolartigen Lösungsm., wie Kresylsäure, von den gefärbten Verunreinigungen, wie Kondensationsprod. des Naphthochinons befreit. Die Kresylsäure, die mit W. nicht leicht mischbar ist, wird von der wss. Schicht getrennt u. aus dieser die gereinigte Säure isoliert. Nach der Extraktion mit dem phenol. Lösungsm. kann eine solche mit KW-stoffen, wie Bzl. oder Toluol, folgen, die mit W. nicht mischbar sind u. etwa emulgierte Teile des ersten Lösungsm. aufnehmen. (A. P. 1 930 054 vom 2/7. 1930, ausg. 10/10. 1933.) DONAT.

**B. F. Goodrich Co.**, New York, übert. von: Waldo L. Semon und Paul C. Jones, Cuyahoga Falls, V. St. A., *Herstellung von sekundären aromatischen Aminen*. Primäre arom. Amine werden mit Phenolen in Ggw. starker Säuren kondensiert. Z. B. erhitzt man 1 Mol.  $\beta$ -Naphthol (I) u. 1,05 Moll. Anilin (II) in Ggw. von 0,02 Mol. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 Stdn. auf 200—220°, wobei W. entweicht. Man erhält *N*-Phenyl- $\beta$ -naphthylamin in einer Ausbeute von 95—98%. In ähnlicher Weise entstehen *p*-Phenylamino-*p*'-oxydiphenylamin bzw. Bis-[*p*-phenylamino]-diphenylamin aus *p,p*'-Dioxydiphenylamin u. II, *N*-Tolyl- $\beta$ -naphthylamin aus I u. Tolidin,  $\alpha,\beta$ -Dinaphthylamin aus I u.  $\alpha$ -Naphthylamin, Mono- oder Di- $\beta$ -naphthyl-*p*-phenylendiamin aus I u. *p*-Phenylendiamin, Mono- oder Di- $\alpha$ -naphthyl-*p*-toluylendiamin aus  $\alpha$ -Naphthol u. *p*-Toluylendiamin, Phenyl- $\beta$ -naphthyl-*p*-phenylendiamin aus I u. *p*-Aminodiphenylamin, Mono- oder Di- $\beta$ -naphthylbenzidin aus I u. Benzidin, Diphenylamin aus Phenol u. II, Tolylphenylamin aus Kresol u. II. Auch mehrwertige Phenole, wie Brenzcatechin, Resorcin, Hydrochinon, Pyrogallol, Dioxynaphthalin, lassen sich mit den arom. Aminen kondensieren. Statt H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> können HCl oder Phenolsulfonsäure benutzt werden. Hierzu vgl. auch das Ref. über A. P. 1 885 355; C. 1933. I. 674. (A. P. 1 921 587 vom 13/6. 1928, ausg. 8/8. 1933.) NOUVEL.

**Selden Research & Engineering Corp.**, Pittsburgh, Pennsylvania, übert. von: Alphons O. Jäger, Crafton, Pennsylvania, V. St. A., *Katalytische Oxydation des Anthracens zu Anthrachinon*. Anthracendampf wird zusammen mit Luft bei 360—450° über gegebenenfalls auf Träger üblicher Art niedergeschlagene alkal. Kontaktmassen,



die aus basenaustauschenden Verb. bestehen, geleitet. Es gelingt so, selbst sehr unreines Anthracen mit guter Ausbeute zu Anthrachinon zu oxydieren. Die Kontaktmasse enthält mindestens ein Element der 5. oder 6. Gruppe des period. Systems. — Ein solcher Katalysator wird z. B. hergestellt, indem man 200 Teile einer K-Wasserglaslg. (33° Bé) mit der 6—8fachen Menge W. verd. werden. In diese Lsg. wird ein Gemisch gemahlener Silicate u. Kieselgur mit mehr als 25% Kieselgur eingerührt. Gleichzeitig werden 18 Teile  $V_2O_5$  in Ggw. von  $H_2SO_4$  vermittels  $SO_2$  zu blauem Vanadylsulfat reduziert u. vermittels  $\frac{1}{10}$  n. KOH in K-Vanadit verwandelt. Gleichzeitig wird auch eine 5—10%ig.  $MnSO_4$ -Lsg. bereitet. Darauf werden die Wasserglassuspension u. die Vanaditlg. unter Rühren vereinigt, worauf die  $MnSO_4$ -Lsg. unter starkem Rühren einläuft, bis die Rk. der Fl. neutral bis alkal. ist. Es entsteht ein Gel, welches gewaschen u. getrocknet wird. In einer Reihe weiterer Beispiele wird die Herst. noch anderer Zeolithe enthaltender Katalysatoren beschrieben. (A. P. 1 880 322 vom 23/8. 1928, ausg. 4/10. 1932.)

EBEN.

**Selden Research & Engineering Corp.**, Pittsburgh, übert. von: **Alphons O. Jaeger**, *Verfahren zur Gewinnung von Anthrachinon durch Oxydation von rohem Anthracen in der Dampfphase*, indem die Dämpfe von Rohanthracen mit einem oxydierenden Gas gemischt, über einen Oxydationskontakt geleitet werden, der wenigstens eine Verb. eines Metalls enthält, das zur Gruppe der Alkali- oder Erdalkalimetalle gehört. Gemäß Anspruch 2 sollen den Katalysatoren Stoffe beigegeben werden, die die Verbrennung von Verunreinigungen begünstigen. Es ist ferner vorgesehen, den Kontaktmassen Stoffe zuzusetzen, welche katalyt. akt. sind, aber nicht spezif. Katalysatoren für die Anthracenoxydation sind. Die Katalysatoren sollen gegebenenfalls Vanadin- u. auch Eisenverb. enthalten. Z. B. wird ein Katalysator bereitet, indem 18,2 Teile  $V_2O_5$  in einer Lsg. von 22,6 Gewichtsteilen 100%ig. KOH in 240 Teilen  $H_2O$  gel. werden. Die *K-Vanadatlsg.* wird in eine Lsg., die 5,6 Teile  $MnSO_4 \cdot 2H_2O$  u. 22,65  $Fe_2(SO_4)_3$  in 300 Teilen  $H_2O$  enthält, eingerührt. Der gebildete Nd. wird filtriert, gewaschen u. in einer Lsg. von 33 Gewichtsteilen konz.  $H_2SO_4$  in 200 Teilen  $H_2O$  aufgeschlemmt. Die Suspension wird auf 1250 Teile *Bimsstein* (Teilchengröße 6—10) aufgebracht. — Rohanthracen mit 40—45% Anthracengeh., das durch Dest. von Teer aus amerikan. Kohle erhalten wurde, u. das Phenole, Naphthalin, 17—22% Carbazol, 31—38% Phenanthren u. andere Substanzen enthält, wird mit Luft bei 200—260° verdampft, u. zwar so, daß auf 1 Teil Rohanthracen 30—50 Gewichtsteile Luft kommen, u. darauf über die Kontaktmasse geleitet. Die Kontaktrohren, in denen sich der Katalysator befindet, werden durch ein aus  $NaNO_2$  u.  $NaNO_3$  bestehendes eutekt. Gemisch, das eine Temp. von 380—440° hat, umgeben. Die die Umsetzungsapparatur verlassenden Gase werden in eine Reihe von Kondensatoren geleitet. Es wird in den einzelnen Kondensatoren Anthrachinon von verschiedener Reinheit erhalten. Im letzten wird ein 15%ig. Prod. mit Verunreinigungen, wie Phthalsäureanhydrid, Maleinsäure u. dgl., erhalten. In den ersten Kondensatoren sammelt sich Anthrachinon von 92—96% bzw. 83—91% Reinheit. An Stelle einer Mischung von Fe- u. Mn-Verb. in dem vorstehend beschriebenen Katalysator können gleiche Verhältnisse von Fe u. Cu benutzt werden. Gegebenenfalls können Co, Sn oder Cd an Stelle von Mn angewandt werden. Ein weiteres Beispiel erläutert außerdem das Verf. (A. P. 1 928 540 vom 28/3. 1931, ausg. 12/9. 1933.)

GANTE.

**Selden Research & Engineering Corp.**, Pittsburgh, Pennsylvania, übert. von: **Lloyd C. Daniels**, **Crafton**, **Christian J. Schwind**, Pittsburgh, und **Alphons O. Jäger**, Mount Lebanon, Pittsburgh, V. St. A., *Überführen von kristallisiertem Anthrachinon in Pulverform*. Sowohl techn., wie auch durch Sublimieren gereinigtes Anthrachinon fällt stets in Form feiner Nadeln an. Um diese Nadeln in für die Weiterverarbeitung, z. B. für die Sulfonierung geeigneter Pulverform zu bringen, genügt jede Zerteilungsvorr., z. B. eine Teigmischmaschine. (A. P. 1 842 890 vom 22/3. 1930, ausg. 26/1. 1932.)

EBEN.

**Selden Comp.**, Pittsburgh, übert. von: **Alphons O. Jaeger**, **Crafton**, *Verfahren zur Reinigung von unreinem Anthrachinon durch Behandlung dieses mit einem eine heterocycl. Verb., vorzugsweise eine Furanverb., enthaltenden Lösungsm.* Als in Betracht kommende heterocycl. Verb. werden genannt: *Thiophen*, seine Homologen u. deren fl. Deriv., *Pyrrrol*, seine Homologen u. Deriv., *Chinolin*, *Pyridin*. Besonders geeignet sind den Furanern enthaltende Verb., wie *Furan* selbst, *Alkylfuran*, *Furfurol* u. seine Homologe, ferner Stoffe, die den hydrierten Furanern enthalten, wie *Tetrahydrofurfurylalkohol* u. a. Die Furanverb. zeigen in der Kälte ein sehr hohes Lösungs-



vermögen für Carbazol, Phenanthren u. die meisten anderen in Rohanthrachinon enthaltenen Verunreinigungen. Z. B. werden 100 Teile Rohanthrachinon, das bei der katalyt. Oxydation von Rohanthracen erhalten wird u. 74% Anthrachinon enthält, mit 500 Teilen Furfurol, Methylfurfurol oder einer Mischung der beiden auf ungefähr 110° erhitzt. Die ungel. Stoffe werden abfiltriert, die h. Lsg. wird sodann abgekühlt, es scheidet sich das Anthrachinon hierbei ab. Es wird das Anthrachinon in 95,2%ig. Reinheit gewonnen, durch Umkrystallisieren läßt sich dieses noch weiter reinigen. Die Reinigung des Rohanthrachinons kann auch in der Weise durchgeführt werden, daß man dieses mit einem Lösungsmittelgemisch aus einer oder mehreren der angeführten heterocycl. Verb. u. anderen Lösungsm., wie Bzl., Toluol, Solventnaphtha, Gasolin, CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub> oder chlorierten KW-stoffen wäscht. 2 weitere Ausführungsbeispiele erläutern außerdem noch das Verf. (A. P. 1845 281 vom 1/8. 1928, ausg. 16/2. 1932.)

GANTE.

**Selden Co.**, Pittsburgh, Pennsylvania, übert. von: **Alphons O. Jäger**, Crafton, Pennsylvania, *Reinigung von Anthrachinon*. Techn. Anthrachinon wird in der Gasphase einer oxydierenden Behandlung mit bas. Katalysatoren, wie sie zur Reinigung oder zur Oxydation von Anthracen gebraucht werden, wie z. B. basenaustauschende Verb., die aber Anthrachinon selbst nicht zu oxydieren vermögen, unterworfen. Hierdurch werden die Verunreinigungen entweder vollständig durch Verbrennung entfernt oder doch in Verb. umgewandelt, die bei der Weiterverarbeitung des Anthrachinons auf Farbstoffe nicht stören. — Z. B. wird dunkelbraunes, öliges Anthrachinon mit einem Anthrachinongeh. von 78,2%, welches Carbazol, Phenanthren, Spuren von Phenanthrenchinon, sowie Phthalsäureanhydrid, Benzoesäure u. Maleinsäure enthält, mit Luft im Verhältnis 1:35—50 bei 380—400° über einen Katalysator, welcher durch Mischung von 8,7 Teilen Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit 87 Teilen TiO<sub>2</sub>, Suspendieren der Mischung in W. (140 Teile), Hinzufügen von 8 Teilen 100%ig. KOH in Form einer  $\frac{1}{10}$  n.-Lsg. u. Aufspritzen der Lsg. auf Bimssteinstücke als Träger erhalten wird, geleitet. (A. P. 1844 389 vom 15/8. 1928, ausg. 9/2. 1932.)

EBEN.

**A. Taguchi**, Nagoya, *Herstellung von o,o-Diacetyldiphenolisatin*. Man läßt Triacetyldiphenolisatin mit Alkylaminen oder aromat. Aminen reagieren. (Japan. P. 101 994 vom 16/4. 1932, ausg. 30/8. 1933.)

BUCHERT.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Eduard Dörr**, Wuppertal-Elberfeld, und **Albert Möhring**, Dormagen), *Gewinnung flüchtiger organischer Basen*, dad. gek., daß man 1. auf *Rohrzucker* (I) oder diesen enthaltende Prodd. wss. NH<sub>3</sub> oder NH<sub>3</sub>-Derivv. oder Salze derselben unter Druck bei Temp. über 100° einwirken läßt, u. aus dem Rk.-Prod. die flüchtigen organ. Basen abscheidet, — 2. bei der Rk. reaktionsfördernde Stoffe, wie *Tierkohle* (II) u. dgl., zusetzt. — Man erhitzt z. B. 30 Teile I mit 50 Teilen 20%ig. NH<sub>3</sub> 10 Stdn. auf 150° u. dest. dann ab. Aus dem wss. Destillat erhält man nach Zugabe von NaOH 5% eines Rohbasengemisches (berechnet auf I) vom Kp. 100—190°. Die Ausbeute läßt sich bei Zusatz von Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> oder H etwas steigern. Ebenso läßt sich *Melasse* verarbeiten. Als bas. Komponente kommen z. B. in Betracht NH<sub>4</sub>-Acetat, CH<sub>3</sub>NH<sub>2</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NH<sub>2</sub>. — Die Prodd. enthalten unter anderem der *Pyrazinreihe* angehörende Stoffe. (D. R. P. 588 044 Kl. 12p vom 17/12. 1931, ausg. 11/11. 1933.)

ALTPETER.

## X. Färberei. Farben. Druckerei.

**W. W. Koslow** und **T. D. Nefedowa**, *Über einige Netzmittel*. In Anlehnung an Arbeiten von **POGOSHEW** wird die Darst. von Netz- u. Emulgierungsmitteln durch Einw. von *Oleum* mit 60% SO<sub>2</sub> auf ein Gemisch aus *Naphthalin* u. *Fuselöl* bzw. *Propyl-, Isobutyl- oder Amylalkohol*, oder durch Kondensation von sulfuriertem Naphthalin bzw. *Naphthalin-1,5- oder 1,6-disulfosäure* mit *Fuselöl* beschrieben. Die Kondensationsprodd. der reinen Sulfonsäuren besaßen jedoch keine netzenden Eig. Die stalagmometr. Best. der netzenden u. emulgierenden Eig. der erhaltenen Prodd. u. die Anwendung bei der Ausfärbung mit substantiven, sauren, Chrom-, Schwefel- u. Küpenfarbstoffen wird beschrieben. (Anilinfarben-Ind. [russ.: Anilinokrassotschnaja Promyschlenost] 3. 84 bis 87. 1933.)

BERSIN.

**N. I. Planowski** und **E. K. Rytschkowa**, *Bestimmung der optimalen Färbetemperatur für substantive und saure Farbstoffe*. Es werden Best. der Optimaltemp. für die Ausfärbung von Baumwolle u. Wolle durch eine Reihe von Farbstoffen russ. Ursprungs unter Berücksichtigung der Ausnutzung der Farbbäder mitgeteilt; diese wurde



auf colorimetr. Wege durch Vergleich mit Standardausfärbungen ermittelt. Tabellen u. Einzelheiten im Original. (Anilinfarben-Ind. [russ.: Anilinkrassotschnaja Promyschlennost] 3. 88—97. 1933.)

BERSIN.

**Martin Malmeström**, *Färben von Kammzugspulen und Kreuzspulen sowie Vigoureuxdruck*. Vortrag. Übersicht über die verschiedenen Färbemethoden. (Färgeritekt. 9. 175—76. Sept. 1933.)

HELLRIEGEL.

—, *Pastellisierung von Kammgarngeweben*. Die gebleichten Gewebe werden in hellen Tönen, wie altrosa, nilgrün, meergrün u. himmelblau gefärbt u. mit verschiedenen Chemikalien mattiert. Man nimmt z. B. das gefärbte Stück durch eine Lsg. von BaCl<sub>2</sub> u. dann durch Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oder man setzt dem sauren Färbebade ZnO zu oder man färbt k. unter Zusatz von Schlammkreide zum Färbebade. Zum Schluß gibt Vf. Anleitungen zur Analyse der Mattierungsprodd. (Rev. gén. Teinture, Impress., Blanchiment, Apprêt 11. 745—47. Okt. 1933.)

FRIEDEMANN.

**Gustaf Hammar**, *Abziehmittel für gefärbte oder gebleichte Baumwollwaren*. Decamine A dient zum Abziehen von Alizarin u. Naphtholfarbstoffen, für Küpenfarbstoffe ist ein Zusatz von Lissapal A zu empfehlen. Mit Decamine A, kaust. Soda u. Hydro-sulfid wurden Naphthol AS-TR-TR Base u. Türkisrot, nicht aber Indanthrenblau RSN abgezogen; letzteres wurde mit *Peregal O* entfernt. (Färgeritekt. 9. 204. Okt. 1933.)

HELLRIEGEL.

—, *Die Schwefelfarbstoffe*. Beschreibung der Herst. u. Färbeverff. (G. Chimici 27. 369—75. Okt. 1933.)

HELLRIEGEL.

**G. Bonwetsch**, *Sicherheitstechnik bei der Fabrikation von Schwefelfarbstoffen*. Unter Anführung einiger Fälle aus der Praxis wird auf die Giftigkeit des bei der Fabrikation von Schwefelfarbstoffen entstehenden H<sub>2</sub>S u. die Explosionsgefahr von H<sub>2</sub>S-Luftgemischen hingewiesen. (Anilinfarben-Ind. [russ.: Anilinkrassotschnaja Promyschlennost] 3. 31—41. 1933.)

BERSIN.

**A. Vila**, *Studien über die Witterungsbeständigkeit und Deckfähigkeit von Farben und Lacken*. Einzeldaten. (Rech. et Invent. 1933. 247—57. Sept./Okt. 1933.)

SCHEIFELE.

**A. Vila**, *Untersuchungen über die Undurchlässigkeit von Anstrichfilmen. Prüfverfahren für Lacke*. (Rech. et Invent. 1933. 325—28.)

SCHEIFELE.

**A. B. Searle**, *Chinaclay als Farbestreckmittel*. (Paint Colour Oil Varnish Ink Lacquer Manuf. 3. 277—80. Okt. 1933.)

SCHEIFELE.

**A. Vila**, *Die Rostschutzfarben*. Studien über die Schutzwirkung industrieller Anstriche. Für Rostschutzfarben eignen sich als bleifreie Pigmente Zinkoxyd, Titan-dioxyd, Eisenoxyd, Aluminiumoxyd u. -silicat. Vf. hat damit bessere Resultate erzielt als mit Bleiweiß u. Bleimennigefarben. Als Bindemittel dienen Leinöl u. Mohnöl französ. Kolonialprovenienz. (Rech. et Invent. 1933. 290—303. Sept./Okt. 1933.)

SCHEIFELE.

**A. Vila**, *Die Permeabilität von Rostschutzfarben*. (Rech. et Invent. 1933. 328—31.)

SCHEIFELE.

**A. Vila**, *Rostschutzfarben für Weißblechkonservendosen*. Bei der Prüfung bewährten sich Eisenoxydfarben, weniger gut solche mit Zinkstaub. (Rech. et Invent. 1933. 308—18. Sept./Okt. 1933.)

SCHEIFELE.

**Herbert J. Wolfe**, *Oberflächenphänomene beim Drucken von Druckfarbe*. Adhäsion u. Kohäsion: ihre Abhängigkeit von der Beschaffenheit der Druckfarbe u. ihr Einfluß auf den Druckprozeß. (Amer. Ink Maker 11. Nr. 10. 13—15. Okt. 1933.)

FRIEDEM.

**Erich Stock**, *Fluoreszenzprüfungen*. (Farben-Ztg. 38. 1557—58. 28/10. 1933. — C. 1933. II. 2866.)

SCHEIFELE.

**W. Lenhold**, *Colorimetrische Methode zur Bestimmung von  $\alpha$ -Naphthylamin im technischen Naphthionat*. Auf Grund der größeren Kupplungsgeschwindigkeit von  $\alpha$ -Naphthylamin (I) mit *p*-Sulfo-benzoldiazoniumchlorid oder besser *Diphenyltetrazoniumchlorid* in essigsaurer Lsg. läßt sich das erstere im Gemisch mit Naphthionat (II) colorimetr. bestimmen. Zu dem Zweck werden Standardmischungen von I u. II gleichzeitig mit der zu untersuchenden Probe mit überschüssiger 33%ig. Essigsäure u. Diazoniumsalzlg. versetzt, u. die entstehenden Färbungen verglichen. Die mit diazotiertem Benzidin entstehende himbeerrote Färbung gestattet, Differenzen von 0,03% zu unterscheiden. Noch genauere Ergebnisse werden durch Ersatz der Essigsäure durch 33%ig. Ameisensäure erzielt; der Vergleich der Färbungen darf aber erst nach 1—1,5 Min. Stehen vorgenommen werden. (Anilinfarben-Ind. [russ.: Anilinkrassotschnaja Promyschlennost] 3. 87—88. 1933.)

BERSIN.



**Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges.**, Deutschland, *Wasch-, Reinigungs-, Schaum-, Netz- und Dispergiemittel*. Als solche sind die freien oder neutralisierten *Oxyalkylsulfonsäuren* mit höchstens 6 C-Atomen im Molekül, in denen eine oder mehrere Hydroxylgruppen durch Alkylgruppen mit mindestens 6 C-Atomen veräthert sind, geeignet. Neben guten oberflächenakt. Eigg. u. guter Beständigkeit machen sie das Fasergut weichgriffig u. schmiegsam. Man erhält beispielsweise solche Verb. durch Einw. von Epichlorhydrin auf Fettalkohole in Ggw. von wenig H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Waschen des Rk.-Prod. mit W. u. Befreien von hochsd. Bestandteilen durch fraktionierte Dest. im Vakuum u. schließliche Umsetzung mit Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>. (F. P. 752 756 vom 18/3. 1933, ausg. 30/9. 1933. D. Prior. 18/3. 1932.) R. HERBST.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Netz-, Reinigungs-, Dispergiemittel*. Als solche werden saure Schwefelsäureester aus aliph., cycloaliph. oder gemischt aliph.-aromat. KW-Stoffen mit mehr als 5 C-Atomen im Molekül oder ihren sauerstoffhaltigen Deriv., die im Molekül eine oder mehrere Doppelbindungen u. bzw. oder eine oder mehrere primäre, sekundäre oder tertiäre OH-Gruppen, aber keine Carboxylgruppen enthalten, mit Ausnahme der Schwefelsäureester von höheren aliph. Alkoholen, die den Fett- oder Ölsäuren entsprechen, in den verschiedensten Textilbehandlungsbadern verwendet. Diese Prodd. entwickeln in neutralen, sauren u. alkal. Bädern hohe Beständigkeit gegen Härtebildner u. ein gutes Waschvermögen. Beispielsweise können sie in Bleichbädern, beim Bäuchen, in Färbeflotten, beim Waschen von Wolle, beim Walken, beim Schlichten, zum Entbasten von Rohseide zur Anwendung gelangen. Prodd. der obigen Art werden durch Einw. sulfonierender Mittel, z. B. auf *Kresylmonoglykoläther*, *Cholesterin*, durch Red. von Stearon erhältliches *Pentatrikontanol*, *Oleonon*, ein durch Dest. von Walrat erhaltenes *Olefin*, *Olefine*, die durch W.-Abspaltung aus bei der Oxydation von fl. oder festen Paraffin- oder Naphthenkohlenwasserstoffen erhaltlichen Prodd. erzeugt werden können, gewonnen. (Holl. P. 307 19 vom 9/4. 1930, ausg. 15/9. 1933. D. Prior. 13/4. 1929.) R. HERBST.

**Mathieson Alkali Works**, V. St. A., *Herstellung von Dinatriumcarbid*. Wird *Na-Carbamat* unter Ausschluß von Feuchtigkeit erhitzt, wobei jedoch die Temp. 200° nicht übersteigen darf, tritt unter Abspaltung von NH<sub>3</sub> Bldg. von Dinatriumcarbid nach folgendem Rk.-Schema ein:  $2\text{NaCO}_2\text{NH}_2 \rightarrow (\text{NaCO}_2)_2\text{NH} + \text{NH}_3$ . Das Dinatriumcarbid kann als *Reinigungs- u. Netzmittel* verwendet werden, auch kann es zur Bindung von Säuren dienen. Mit W. zerfällt es hydrolyt. in NaHCO<sub>3</sub> u. NH<sub>4</sub>OH. Beim Erhitzen in Ggw. von W. oder Wasserdampf wird Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> oder Na-Sesquicarbonat gebildet. Bei trockenem Erhitzen auf Tempp. oberhalb 200° entsteht NaOCN u. bei Ggw. von Reduktionsmitteln NaCN. (F. P. 753 038 vom 23/3. 1933, ausg. 5/10. 1933. A. Prior. 25/4. 1932.) EBEN.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Sulfonierung von Carbinolen*. *Ketone*, wie *Aceton*, *Diäthylketon*, *Methyläthylketon* oder *Methylpropylketon* werden katalyt. oder vermittels Na u. A. zu den entsprechenden Carbinolen, bzw. deren Mischungen mit den Ketonen, reduziert, worauf die Prodd. bei 0—50° mit Sulfonierungsmitteln, wie H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, ClSO<sub>3</sub>H, SO<sub>3</sub> oder *Oleum* behandelt werden. Die Prodd. dienen als Hilfsstoffe in der Textilindustrie, besonders als *Netzmittel* in *Mercerisierlaugen*. — Z. B. leitet man Mesityloxyd (durch W.-Abspaltung aus Diäcetonalkohol erhalten) mit H<sub>2</sub> bei 200° über einen Pt-Katalysator. Dann werden 120 Teile des erhaltenen Prod. mit 120 Teilen ClSO<sub>3</sub>H bei 0—5° sulfoniert, worauf sofort mit 50%<sub>ig</sub>. Sodalg. neutralisiert wird. In weiteren Beispielen wird eine Mischung von Mesityloxyd u. Phoron katalyt. reduziert u. das Prod. mit gleichen Teilen ClSO<sub>3</sub>H bei 15—25° sulfoniert oder ein vermittels Alkali kondensiertes Methyläthylketon zum Teil katalyt. reduziert, worauf das Gemisch in Trichloräthylenslg. mit 20%<sub>ig</sub>. *Oleum* bei 20—30° sulfoniert wird oder *Methylisobutylcarbinol* aus Mesityloxyd mit der berechneten Menge ClSO<sub>3</sub>H bei 8—15° oder ein Carbinol, welches durch katalyt. Red. des Kondensationsprod. aus Methylpropylketon entstanden ist, mit der gleichen Menge ClSO<sub>3</sub>H bei 15—25° sulfoniert. (F. P. 751 652 vom 28/2. 1933, ausg. 7/9. 1933. D. Prior. 29/2. 1932.) EBEN.

**Ernst Alfred Mauersberger**, Deutschland, *Herstellung von Sulfonsäuren aus mit Borsäure veresterten höhermolekularen aliphatischen Alkoholen*. Höhermolekulare aliph. Alkohole geästt. oder ungesätt. Natur werden mit Borsäure verestert u. darauf zweckmäßig bei höherer Temp. sulfoniert. Ohne daß der B(OH)<sub>3</sub>-Rest abgespalten wird, bilden sich hierbei beständige Sulfonsäuren der Borsäureester, die ausgezeichnete *Reinigungs-, Weichmachungs-, Schaum-, Dispergier- u. Imprägnierungsmittel* dar-



stellen. Die Veresterung mit  $B(OH)_3$  wird zweckmäßig im Vakuum vorgenommen, kann aber auch bei gewöhnlichem Druck u. erhöhter Temp. erfolgen. Die Sulfonsäuregruppe tritt an das den  $B(OH)_3$ -Rest tragende C-Atom. — Z. B. werden 250 kg *Spermölalkohol* mit 25 kg  $B(OH)_3$  unter 2 mm Druck bei sich allmählich von 130 auf 220° steigender Temp. verestert. Es entsteht der *Orthoborsäureester* des Spermölkoholgemisches. 100 kg dieses Esters werden bei Temp. bis zu 80° mit ca. 60 kg Monohydrat sulfoniert u. danach neutralisiert. In weiteren Beispielen wird die Herst. eines *Metaborsäureesters* des *Octylalkohols* u. seine Sulfonierung mit konz.  $H_2SO_4$  in  $CCl_4$ -Lsg. bei Temp. bis zu 60°, die Herst. von *Metaborsäureestern* eines *Wolffettalkoholgemisches* u. ihre Sulfonierung mit konz.  $H_2SO_4$  bei Temp. von 35—40° u. die Herst. eines *Orthoborsäureesters* des *Monochlorhexadecylalkohols* u. seine Sulfonierung mit konz.  $H_2SO_4$  bei 35° beschrieben. (F. P. 753 080 vom 24/3. 1933, ausg. 6/10. 1933. D. Prior. 2/11. 1932.)

EBEN.

**G. K. Nitrosilk Kakojo**, Kyoto (Erfinder: **S. Kimura**, Kyoto), *Behandlung von gefärbter Kunstseide*. Das gefärbte Kunstseidegut wird zuerst in ein Ätzalkalibad eingetaucht, dann in einer w. Fl., die als Hauptbestandteil Al-Hydroxyd, Al-Seife, Seife, nicht trocknende oder halbtrocknende Öle enthält, imprägniert, mit W. gewaschen u. getrocknet. Dadurch wird der Farbstoff besser fixiert, die Färbung echter u. der Griff weicher u. seideartiger. (Japan. P. 102 253 vom 4/7. 1932, ausg. 29/9. 1933.)

BUCHERT.

**C. Sugimoto**, Kyoto, *Herstellung von Druckmustern auf Geweben*. Naturseide wird in Ca-Nitratlsg. gelöst. Mit dieser Lsg. wird ein Gewebe bedruckt. Durch Entwässern mit absol. A. wird an den bedruckten Stellen die Seide regeneriert. Diese Stellen unterscheiden sich durch Glanz u. Farbstoffaffinität von dem übrigen Gewebe. (Japan. P. 102 395 vom 4/6. 1932, ausg. 2/10. 1933.)

BUCHERT.

**O. Mayeki**, Naha, *Ätzen von Kasurimustern auf Leinen*. Mit Indigo gefärbtes Leinengarn wird in geeigneter Weise verknotet, mit einer lauwarmer Lsg., die Rongalit, Ätznatron, Reiskleister u. Hydrosulfit enthält, geätzt, mit W. gewaschen, in verd. Essigsäure getaucht u. wieder mit W. gewaschen. Das Verf. wird mehrmals wiederholt, wobei zum Schluß das erstgenannte Bad. h. u. in stärkerer Konz. verwendet wird. (Japan. P. 102 316 vom 15/10. 1932, ausg. 2/10. 1933.)

BUCHERT.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung von 6-Halogen-2,4-dinitranilin*. Man läßt  $Cl_2$  oder  $Br_2$  bei 40—60° auf wss. Suspensionen von 2,4-Dinitranilin unter kräftigem Rühren allmählich einwirken. Z. B. suspendiert man 183 Teile 2,4-Dinitranilin in 4000 Teilen W., führt bei 40—50° mittels einer Düse 170 Teile  $Br_2$  innerhalb 30—40 Stdn. ein, u. rührt noch 15 Stdn. bei 55°. Es entsteht 6-Brom-2,4-dinitranilin vom F. 151—152° in einer Ausbeute von 99%. In ähnlicher Weise wird 6-Chlor-2,4-dinitranilin vom F. 155° durch Chlorieren in Ggw. von  $FeCl_3$  dargestellt. Die Prodd. dienen zur Herst. von Farbstoffen. (E. P. 399 769 vom 30/6. 1933, ausg. 2/11. 1933. D. Prior. 2/7. 1932.)

NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Verfahren zur Herstellung von 4-Amino-2,5-dimethoxydiphenyl*. Man behandelt 2,5-Dimethoxydiphenyl mit  $HNO_3$  in Eg. oder in einer Kugelmühle u. reduziert das erhaltene 4-Nitro-2,5-dimethoxydiphenyl (F. aus Eg. 102—103°) mit  $H_2$  in Ggw. von Ni zum 4-Amino-2,5-dimethoxydiphenyl (F. aus A. 89°). Das Prod. dient zur Herst. von Farbstoffen. (Schwz. P. 161 565 vom 21/6. 1932, ausg. 17/7. 1933. D. Prior. 24/6. 1931.)

NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Deutschland, *Herstellung von Derivaten des 4-Aminodiphenylamins*. In 3-Stellung durch Alkoxy oder Alkyl substituierte Diphenylamine werden mit Diazoverb. gekuppelt. Dann wird reduziert. Z. B. kuppelt man 3-Methoxydiphenylamin (I) mit diazotierter Sulfanilsäure, reduziert mit Zn u. NaOH u. erhält das 4-Amino-3-methoxydiphenylamin (II). In ähnlicher Weise entsteht aus 3-Methoxy-3'-chloridiphenylamin (III) das 4-Amino-3-methoxy-3'-chloridiphenylamin (IV, F. 79—80°, F. der Acetylverb. 136—137°) u. aus 3-Methyldiphenylamin (V) das 4-Amino-3-methyldiphenylamin (VI, F. 77—78°). — In 3-Stellung durch Alkoxy oder Alkyl substituierte Diphenylamine werden N-nitrosiert. Dann wird umgelagert u. reduziert. Z. B. behandelt man I mit  $NaNO_2$  in saurer Lsg., lagert das 3-Methoxy-N-nitrosodiphenylamin mittels HCl in das 4-Nitroso-3-methoxydiphenylamin um u. reduziert dieses zu II. In ähnlicher Weise entsteht VI aus V, 4-Amino-3-methoxy-3'-methyldiphenylamin (F. 52—53°, F. der Acetylverb. 166—167°) aus 3-Methoxy-3'-methyldiphenylamin, 4-Amino-3,2'-dimethoxydiphenylamin (F. 104—105°) aus 3,2'-Dimethoxydiphenylamin u. 4-Amino-3-methoxy-2'-äthoxydiphenylamin aus 3-Methoxy-



*2'-Äthoxydiphenylamin.* — In 3-Stellung durch Alkoxy oder Alkyl substituierte Diphenylamine werden acyliert. Dann wird nitriert, verseift u. reduziert. Z. B. nitriert man *3-Methoxy-N-benzoyldiphenylamin* (F. 104—105°) mit  $\text{HNO}_3$ , verseift das *4-Nitro-3-methoxy-N-benzoyldiphenylamin* (F. 166—167°) mit  $\text{KOH}$  u. reduziert zu II. In ähnlicher Weise entsteht II aus *3-Methoxy-N-formyldiphenylamin* (Kp. 208—209°) über das *4-Nitro-3-methoxy-N-formyldiphenylamin* (F. 133—134°), *4-Amino-3-äthoxydiphenylamin* (F. 77—78°) aus *3-Äthoxy-N-acetyldiphenylamin* (F. 88—89°) über das *4-Nitro-3-äthoxy-N-acetyldiphenylamin* (F. 105—106°) u. IV aus der Acetylverb. von III über das *4-Nitro-3-methoxy-3'-chlor-N-acetyldiphenylamin*. — Nach den gleichen Verff. lassen sich Derivv. des 4-Aminodiphenylamins herstellen, die durch folgende Reste substituiert sind: *3-n-Propyloxy-* (F. 52—53°), *3-n-Butyloxy-* (F. 87—88°), *3,6-Dimethoxy-* (F. 117—118°), *3-Methoxy-5-methyl-* (F. 64—65°), *3-Methoxy-6-methyl-* (F. 80 bis 81°), *3-Methoxy-2'-methyl-* (F. 60—61°, F. der Acetylverb. 144—145°), *3-Methoxy-2'-chlor-* (F. 84—85°), *3-Methoxy-2',5'-dimethyl-* (F. 89—90°, F. der Acetylverb. 129 bis 130°), *3-Methoxy-2'-methyl-5'-chlor-* (F. 102—103°), *3-Methoxy-2',5'-dichlor-* (F. 116 bis 117°), *3,6-Dimethyl-* (F. 86—87°), *3-Methyl-3'-chlor-* (Kp. 188°, F. der Acetylverb. 144—145°), *3-Benzoyloxy-* (F. 91—92°), *3,2'-Dimethyl-6,5'-dichlor-* (F. 81—82°), *3-Isopropyloxy-* (F. 73—74°), *3,6-Diäthoxy-* (F. 81—82°) u. *3-Cyclohexyloxy-* (F. 100—101°). — Die Prodd. dienen zur Herst. von Farbstoffen. (F. P. 752 207 vom 9/3. 1933, ausg. 19/9. 1933. D. Prior. 9/3., 10/3. u. 2/7. 1932.)

NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Erwin Hoffa**, Frankfurt a. M., **Wilhelm Schumacher**, Frankfurt a. M.-Sossenheim, **Ernst Tietze**, Köln a. Rh., und **Anton Ossenseck**, Köln-Mülheim), *Verfahren zur Darstellung von Tetrazoverbindungen*, dad. gek., daß man arom. p- u. m-Diamine der Bzl.-Reihe in Ggw. von  $\text{HBF}_4$  tetrazotiert. — Z. B. löst man 11 Teile *1,4-Diaminobenzol* u. 15 Teile  $\text{NaNO}_2$  in 250 Teilen W. u. läßt die Lsg. unter 0° in überschüssige  $\text{HBF}_4$  einfließen. Man erhält das Bisdiazoniumborfluorid des p-Phenylendiamins als hellgelben, in W. l. Nd. In ähnlicher Weise erfolgt die Tetrazotierung von *1,3-Diaminobenzol*, *2,5-Diaminohydrochinondimethyläther*, *2,5-Dichlor-1,4-diaminobenzol* u. *4,4'-Diaminodiphenylamin*. (D. R. P. 586 353 Kl. 12 q vom 25/2. 1932, ausg. 20/10. 1933. E. P. 397 034 vom 24/2. 1933, ausg. 7/9. 1933. D. Prior. 24/2. 1932. F. P. 751 306 vom 24/2. 1933, ausg. 31/8. 1933. D. Prior. 24/2. 1932.)

NOUVEL.

**Fritz Müller**, Frankfurt a. M.-Nied, *Wasserunlösliche Azofarbstoffe*. Man vereinigt Aminobenzole mit 2 Trifluormethylgruppen mit 2,3-Oxynaphthoesäurearylid. Die erhaltenen orange Färbungen sind licht-, koch- u. waschecht. Die auf der Faser aus diazotiertem *1-Amino-3,5-bis-trifluormethylbenzol* u. 2,3-Oxynaphthoylaminobenzol sind lebhaft gelblich orange. Ähnliche Färbungen erhält man mit *1-Amino-2,5-bis-trifluormethylbenzol* u. anderen 2,3-Oxynaphthoesäurearylid. (A. P. 1 929 328 vom 5/4. 1933, ausg. 3/10. 1933. D. Prior. 12/4. 1932.)

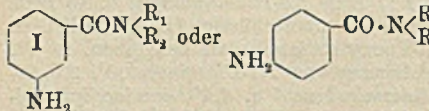
FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung wasserunlöslicher Azofarbstoffe*. Man vereinigt Diazoverbb. in Substanz oder auf der Faser mit Aminohydroxyaminanthrachinonen der Acylessigsäure, Aroylenbissigsäure oder der 2,3-Oxynaphthoesäure. Um die Affinität der Kupplungskomponenten zur Baumwolle zu verbessern, setzt man dem Imprägnierungsbade Reduktionsmittel, vorzugsweise Hydro-sulfit zu, man erhält dann erheblich kräftigere u. gleichmäßigere Färbungen als mit den nicht reduzierten Imprägnierungsbädern. Die erhaltenen Färbungen sind waschecht u. teilweise auch beucheht. Man tränkt Baumwolle mit einem Bade aus *1,4-Di-(p-acetoacetylaminooanilido)-anthrachinon*, Türkischrotöl,  $\text{NaOH}$  u. Hydro-sulfit u.  $\text{NaCl}$  in W., nach  $\frac{1}{2}$  Stde. entfernt man die Baumwolle aus dem Bade, oxydiert an der Luft u. entwickelt mit einer Lsg. von diazotiertem *1-Amino-4-chlor-2-methylbenzol*, nach dem Seifen erhält man wasch- u. beuchehte grüne Färbungen. Die in gleicher Weise hergestellten Färbungen aus *1,4-Di-(m-acetoacetylaminooanilido)-anthrachinon* u. diazotiertem *1-Amino-2-methoxy-5-chlorbenzol* sind wasch- u. beucheht grün. Die Färbungen des Farbstoffes *1,5-Di-(p-acetoacetylaminooanilido)-anthrachinon* ← *1-Amino-2-methyl-5-chlorbenzol* sind braun; ähnliche Färbungen erhält man mit diazotiertem *1-Amino-2-methyl-4-nitrobenzol*, *1-Amino-2-nitro-4-methylbenzol*, *1-Amino-3-chlorbenzol*, *1-Amino-2-nitrobenzol*, *1-Amino-2-methoxy-4-nitrobenzol*, *1,4-Di-(4'-benzoylacetylaminophenyl-1'-amino)-anthrachinon* gibt mit diazotiertem *1-Amino-2-methyl-4-nitrobenzol* olivgrüne, *1-Amino-4-benzoylamino-2,5-dimethoxybenzol* khakifarbene, *1-Amino-3-benzoylamino-4,6-dimethylbenzol* grüne, *1,4-Di-(4'-acetoacetylaminoo-2',5'-dichlorphenyl-1'-amino)-anthrachinon* mit *1-Amino-2-methyl-4-chlorbenzol* gelbstichgrüne, *1-Amino-*



4-benzoylamino-2,5-dimethoxybenzol khakifarbene, Diäthylamid der 1-Amino-2-methoxybenzol-5-sulfonsäure gelbstichiggrüne, 1,4-Di-(4'-acetoacetylamino)diphenyl-4'-amino-anthrachinon mit 1-Aminoanthrachinon olivekhaki, o-Aminoazotoluol khakiolive, 1,4-Di-(3'-benzoylacetylaminophenyl-1'-amino)-anthrachinon mit 1-Amino-2-methyl-4-chlorbenzol, 1-Amino-2-methoxy-5-chlorbenzol oder 1-Amino-4-benzoylamino-2-chlor-5-methoxybenzol braune, 1,5-Di-(4'-benzoylacetylaminophenyl-1'-amino)-anthrachinon mit 2,5-Dichloranilin, m-Nitranilin u. 1-Amino-3-benzoylamino-4,6-dimethylbenzol braune, 1-Amino-2-methyl-5-chlorbenzol rötlichbraune, 1,5-Di-4'-(2'',3''-oxynaphthoylaminophenyl)-1'-aminoanthrachinon mit 1-Amino-2-methoxy-4-nitrobenzol, 1-Amino-anthrachinon, 1-Amino-2-methyl-4-nitrobenzol, 1-Amino-2-methyl-5-nitrobenzol, 2-Amino-4-chlordiphenyläther rötlichbraune, Bis-1-anilido-4-(terephthaloxy-bis-essigsäure)-4'-aminophenyl-1'-aminoanthrachinon mit 1-Amino-2-methoxy-4-nitrobenzol, o-Chloranilin, 1-Amino-2-methyl-5-nitrobenzol u. 1-Amino-2-methoxy-5-nitrobenzol grünolive, 1-Aminoanthrachinon khaki, 1,4-Di-(4'-acetoacetylamino)phenyl-1'-amino-anthrachinon mit 1-Amino-2-methyl- oder -2-methoxy-5-chlorbenzol grünolive, 1-(4'-Benzoylacetylaminophenyl-1'-amino)-anthrachinon mit 1-Amino-2-methyl-4-chlorbenzol, 1-Amino-2-methoxy-5-chlorbenzol, 1-Aminoanthrachinon u. 1-Amino-2-methyl-5-chlorbenzol rötlichbraune, o-Aminoazotoluol braune Färbungen. (F. P. 749 348 vom 19/1. 1933, ausg. 22/7. 1933. D. Prior. 19/1. 1932.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., Herstellung in Wasser unlöslicher Monoazofarbstoffe. Man vereinigt diazotierte Basen der Formel I ( $R_1$  u.  $R_2$  = Aryl oder Aralkyl), mit 2,3-Oxynaphthoesäurearyliden. Man erhält gelblich rote bis bordeauxrote Färbungen. Die Basen erhält man durch Einw. von m- oder p-Nitrobenzoylchlorid auf Diaryl- oder Diaralkyl- oder Arylaralkylamine u. darauffolgende Red.



$$\text{I} \quad \text{CON} \begin{matrix} \langle R_1 \\ R_2 \end{matrix} \text{ oder } \text{NH}_2 \quad \text{CO.N} \begin{matrix} \langle R_1 \\ R_2 \end{matrix}$$

3-Aminobenzoylphenyl- $\alpha$ -naphthylamin, F. 157°, 3-Amino-4-methylbenzoylphenyl- $\beta$ -naphthylamin, F. 154—155°, 3-Amino-4-phenoxybenzoyldiphenylamin, F. 172 bis 173°, 3-Amino-6-methoxybenzoyldiphenylamin, F. 165°, 3-Amino-4-chlorbenzoyldiphenylamin, F. 175°, 4-Aminobenzoylbenzylanilin, F. 118°, 4-Aminobenzoyl-(p,p'-dimethoxy)-diphenylamin, F. 193°, 4-Amino-6-methylbenzoyldiphenylamin, F. 181—182°, 4-Aminobenzoylphenyl- $\beta$ -naphthylamin, F. 222°. — 2',3'-Oxynaphthoyl-2,5-dimethoxy-4-chlor-1-aminobenzol liefert auf Baumwolle mit diazotiertem 3-Amino-4-methoxybenzoyldiphenylamin wasch- u. chlorechte lebhaft rote Färbungen. Die Färbungen aus 2',3'-Oxynaphthoyl-2-methyl-4-chlor-1-aminobenzol u. diazotiertem 3-Aminobenzoyl-4-methylbenzoyl-(p,p'-dimethoxy)-diphenylamin sind scharlachrot, der aus diazotiertem 3-Amino-4-methylbenzoyldiphenylamin u. 2,3-Oxynaphthoesäureanilid hergestellte Farbstoff bildet klare scharlachrote Farblacke. (F. P. 749 926 vom 1/2. 1933, ausg. 1/8. 1933. D. Prior. 1/2. 1932.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., Herstellung wasserunlöslicher Azofarbstoffe. Man vereinigt Diazoverbb. in Substanz, auf der Faser oder in Ggw. eines Substrates mit einem Arylamid der 2-Oxy-5,6-dihydro-7,8-benzocarbazol-3-carbonsäure. Die erhaltenen Färbungen sind sehr echt. — Das 2-Oxy-5,6-dihydro-7,8-benzocarbazol, F. 183°, erhält man aus der entsprechenden 2-Aminoverb. nach SANANDMEYER oder aus der 2-Sulfosäure durch Verschmelzen mit Alkali. Aus der 2-Oxyverb. erhält man nach KOLBE die 2-Oxy-5,6-dihydro-7,8-benzocarbazol-3-carbonsäure, die sich beim Erhitzen auf 200° unter Abspalten von CO<sub>2</sub> zersetzt. Durch Erhitzen der Säure in Toluol mit 4-Anisidin unter Zusatz von PCl<sub>5</sub> erhält man das p-Anisidid der 2-Oxy-5,6-dihydro-7,8-benzocarbazol-3-carbonsäure, F. 244°. In ähnlicher Weise erhält man das 2'-Methyl-4'-anisidid, F. 234°, 2'-Chloranilid, F. 237°, 4'-Chloranilid, F. 264°, 2'-Toluidid, F. 247°, 3'-Nitranilid, 2'-Naphthylamid u. 2'-Carbazoylamid, F. über 300°, der 2-Oxy-5,6-dihydro-7,8-benzocarbazol-3-carbonsäure. Der auf der Faser hergestellte Farbstoff aus 1-(2'-Oxy-5',6'-dihydro-7',8'-benzocarbazol-3'-carbonylamino)-methoxybenzol u. diazotiertem 2,5-Dichloranilin ist orangebraun. Mit anderen Diazoverbb. u. Amidien erhält man ebenfalls Brauntöne. (F. P. 750 915 vom 17/2. 1933, ausg. 22/8. 1933. D. Prior. 18/2. 1932.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., Herstellung in Wasser unlöslicher Azofarbstoffe. Man vereinigt 4-Amino-3-alkoxydiphenylamine in Substanz oder auf der Faser mit 2,3-Oxynaphthoesäurearyliden. Man erhält sehr echte violette, blaue bis grüne Färbungen. Als Diazokomponente verwendet man 4-Amino-3-meth-



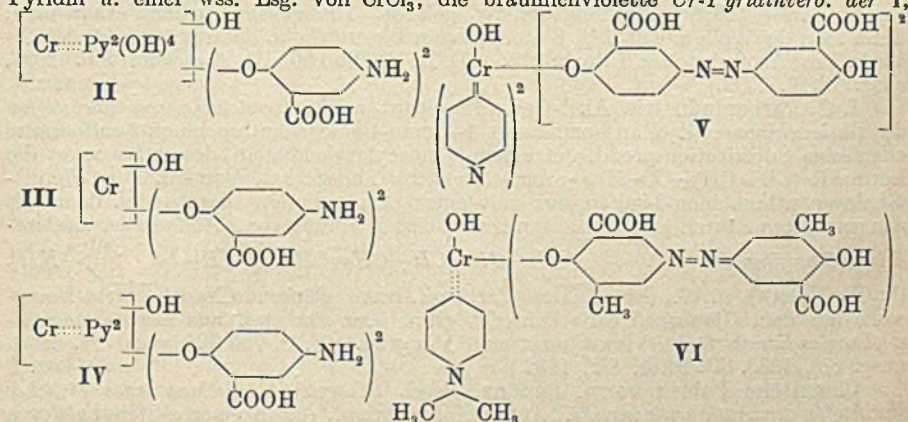
oxy-, -3-äthoxy-, -n. propyloxy-, -3-isopropoxy-, -3-n. butyloxy-, -isobutyloxydiphenylamin. (F. P. 751 653 vom 28/2. 1933, ausg. 7/9. 1933. D. Prior. 29/2. 1932. Japan. Prior. 14/10. 1932.)

FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung wasserunlöslicher Dis- oder Polyazofarbstoffe*. Man vereinigt Tetrazoverbb. in Substanz, auf der Faser oder in Ggw. eines Substrates in saurer Lsg. einseitig mit einer in o-Stellung zur OH-Gruppe kuppelnden Komponente u. dann in schwach saurer, neutraler oder alkal. Lsg. mit einer anderen oder der gleichen Komponente. — Man tränkt Baumwollgarn mit einer Lsg. von 2,3-Oxynaphthoylaminobenzol, entfernt die Fl. durch gutes Abpressen u. behandelt dann mit einer Lsg. Benzol-1,4-bis-diazoniumfluorborat, Essigsäure u. NaCl, man erhält eine bräunlichrote Diazoazoverb., nach dem Spülen entwickelt man mit einer alkal. Lsg. von 2,3-Oxynaphthoylaminobenzol, nach kochendem Seifen u. Trocknen erhält man tief blaue Färbungen; verwendet man als letztes Entwicklungsbad eine Lsg. von 1-(2')Oxycarbazol-3'-carboylamino)-4-chlorbenzol oder 4,4'-(Diacetoacetylamin)-3,3'-dimethyldiphenyl, so erhält man ein Korinth. Man tränkt Baumwollgarn mit 4,4'-(Diacetoacetylamin)-3,3'-dimethyldiphenyl, entfernt die Fl. sorgfältig durch Abpressen u. behandelt dann mit einer Lsg. von Benzol-1,4-bis-diazoniumfluorborat u. hierauf mit einer alkal. Lsg. 4,4'-(Diacetoacetylamin)-3,3'-dimethyldiphenyl, man erhält gelbe Färbungen. Die in analoger Weise hergestellten Färbungen aus 1-(2',3'-Oxynaphthoylamin)-4-chlor-2-methylbenzol u. 1,4-Dimethoxybenzol-2,5-bisdiazoniumfluorborat sind grünstichig blau. Als Tetrazokomponente kann man ferner Diphenylamin-4,4'-bisdiazoniumfluorborat verwenden. (F. P. 751 581 vom 27/2. 1933, ausg. 6/9. 1933. D. Prior. 26/2. 1932.)

FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung von chromhaltigen Azofarbstoffen*. Man vereinigt die komplexen Cr-Verbb. der 4-Amino-1-oxybenzol-2-carbonsäure oder ihre Substitutionsprod. mit Kupplungskomponenten. Die Cr-Verbb. besitzen eine erheblich größere Kupplungsenergie als die Cr-freien Verbb. Das Cr kann ferner noch an nicht diazotierbare Basen, wie Äthylendiamin, Dibutylamin, Piperidin usw. gebunden sein. Durch Behandeln der Cr-haltigen Farbstoffe mit Ätzalkalien oder HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wird die etwa vorhandene Base u. das Cr abgespalten. — 4-Amino-1-oxybenzol-2-carbonsäure (I) erhitzt man 3 Stdn. unter Rückfluß mit W., Pyridin u. einer wss. Lsg. von CrCl<sub>3</sub>; die bräunlichviolette Cr-Pyridinverb. der I,



C<sub>24</sub>H<sub>31</sub>N<sub>4</sub>O<sub>11</sub>Cr, Krystalle (II) kann in der üblichen Weise diazotiert werden; die Diazo-verb. bildet rötlich braune Krystalle. Ohne Zusatz von organ. Basen erhält man Verb. III. Man erhitzt I 2 Stdn. mit W. u. Pyridin u. Cr<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, man erhält die gelbe Komplexverb. IV, wl. in W., l. in NH<sub>3</sub>. — Beim Erhitzen von 6-Sulfo-4-amino-1-oxybenzol-2-carbonsäure mit W., Triäthanolamin u. Cr<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> entsteht eine Cr-Verb. der Triäthanol-6-sulfo-4-amino-1-oxybenzol-2-carbonsäure, graugrüner Körper, l. in W. Der Azofarbstoff (V) aus diazotiertem II u. 2 Moll. Salicylsäure färbt Wolle rein gelb, die Färbungen werden durch Nachchromieren röter u. farbkräftiger. Vereinigt man die diazotierte Cr-Komplexverb. aus Dimethylanilin u. I mit 2 Moll. 6-Methyl-1-oxybenzol-2-carbonsäure, so entsteht ein Farbstoff VI, der Wolle gelb färbt, durch Nachchromieren werden die Färbungen tiefer u. walkecht. Der Azofarbstoff aus diazotiertem II u.



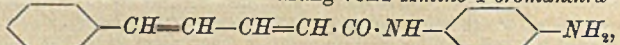
2 Moll. 2-Oxynaphthalin-8-sulfonsäure färbt Wolle gelblich. Einen ähnlichen Farbstoff erhält man aus der entsprechenden Cr-Verb. der Triäthanolverb. Die durch Kochen von I mit  $\text{CrCl}_3$  erhaltliche Verb. liefert mit 2-Oxynaphthalin-3,6-disulfonsäure einen Wolle rot färbenden Farbstoff, mit  $\text{BaCO}_3$  gibt er wasserechte blaurote Farblacke. Die Cr-Verb. der *Triäthanol-6-sulfo-4-amino-1-oxybenzol-2-carbonsäure* gibt mit 2 Moll. Salicylsäure einen Farbstoff, der beim Behandeln mit Mineralsäuren Cr abgibt, der dann gebildete Farbstoff färbt Wolle rein gelb, durch Nachchromieren werden die Färbungen walkecht. (F. P. 749 971 vom 2/2. 1933, ausg. 2/8. 1933. D. Prior. 2/2. 1932.)

FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Fritz Lange, Ludwigshafen a. Rh. und Richard Stüsser, Köln-Deutz), *Herstellung von Chromverbindungen von Farbstoffen* in Substanz oder auf der Faser, dad. gek., daß man Cr-Verbb. chromierbarer, Sulfonsäuregruppen enthaltender Azofarbstoffe mit Sulfonsäure- u. Aminogruppen enthaltenden, von chromierbaren Gruppen freien Farbstoffen der Triarylmethan- oder Xanthenreihe umsetzt. — Die Farbstoffe dienen zum Färben von Wolle, gewöhnlicher oder erschwelter Seide, Leder; vor den mit Chromverbb. von Azofarbstoffen hergestellten Färbungen zeichnen sich die Färbungen durch einen leuchtenderen u. reineren Farbton aus. Zu einer 90° h. Lsg. von Sulforhodamin B in W. gibt man die Cr-Verb. des Azofarbstoffes 4-Nitro-2-amino-1-oxybenzol-6-sulfonsäure  $\rightarrow$  Acetessigsäureanilid (I) in W., nach kurzem Erhitzen salzt man den Farbstoff aus; er färbt Wolle aus schwefelsaurem Bade sehr gleichmäßig leuchtend gelbrot. Aus Alkaliviolett 6 B u. der Cr-Verb. des Azofarbstoffes 1-Amino-2-oxynaphthalin-4-sulfonsäure  $\rightarrow$  1-Oxynaphthalin-8-sulfonsäure erhält man einen Farbstoff, der Wolle, gewöhnliche u. erschwerte Seide leuchtend blau färbt; auf Chromleder erhält man satte blaue Färbungen; ersetzt man das Alkaliviolett 6 B durch Säureviolett 7 B, so erhält man eine etwas rotstichiger färbende Cr-Verb., der Farbstoff aus Sulforhodamin B u. der Cr-Verb. des Azofarbstoffes 4-Nitro-2-amino-1-oxybenzol-6-sulfonsäure  $\rightarrow$  1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon (II) färbt Wolle u. Seide leuchtend rot. Das Sulforhodamin aus Benzaldehyd-p-sulfonsäure u. 3-Diäthylamino-1-oxybenzol u. darauffolgende Oxydation gibt mit der Cr-Verb. des Azofarbstoffes II einen Farbstoff, der Seide wasserecht leuchtend rot färbt. Aus einem Färbebade, das 0,75% Sulforhodamin B u. 0,55% der Cr-Verb. des Azofarbstoffes I enthält, wird Wolle unter Zusatz von 4%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  leuchtend gelbrot gefärbt. Die gleiche Färbung erhält man, wenn man die Wolle mit 0,75% Sulforhodamin B vorfärbt u. dann mit 0,55% der Cr-Verb. des Azofarbstoffes I nachfärbt. (D. R. P. 586 180 Kl. 22 a vom 8/6. 1932, ausg. 18/10. 1933.)

FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung von Farbstoffen der Anthrachinonreihe*. Man kondensiert 1-Amino-4-halogenanthrachinon-2-sulfonsäure oder seine Substitutionsprodd. mit einem Monoacylarylendiemin, dessen Säurerest die Formel  $\text{R}-(\text{CH}=\text{CH})_x-\text{CO}-$ , R = arom. Rest, x = 1 oder 2 hat. Man kann die 1-Amino-4-halogenanthrachinon-2-sulfonsäure mit einem Arylendiemin umsetzen u. dann mit den genannten Säuren umsetzen. Man erhitzt eine Mischung von 1-Amino-4-bromanthrachinon-2-sulfonsäure mit



$\text{Cu}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{NaHCO}_3$  u. W., der gebildete Farbstoff, bronzeglänzende Nadeln, färbt Baumwolle aus dem Glaubersalzbade lichteht grün. Der Farbstoff aus *Monocinnamoyl-p-phenylendiemin* färbt Viscosekunstseide blaugrün. (F. P. 750 329 vom 8/2. 1933, ausg. 8/8. 1933. D. Prior. 8/2. 1932.)

FRANZ.

**Chemische Fabrik vorm. Sandoz**, Basel, Schweiz, *Herstellung wasserlöslicher Farbstoffe der Anthrachinonreihe*. Anthrachinonderivv., die in einer  $\alpha$ -Stellung durch  $\beta$ -Naphthylamin oder seinen Substitutionsprodd., in der anderen  $\alpha$ -Stellung durch eine Acylaminogruppe substituiert sind, behandelt man mit Sulfonierungsmitteln. Beim Lösen der Ausgangsstoffe in konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  erfolgt Ringschluß zu Carbazolderivv. u. Sulfonierung. Die Farbstoffe dienen zum Färben der Faser, pflanzlichen u. künstlichen Faser. — 1-Benzoylamino-2-methyl-4- $\beta$ -naphthylaminoanthrachinon trägt man unter Rühren bei gewöhnlicher Temp. in 96%ig.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , die Rk. kann durch Erwärmen auf 30—40° beschleunigt werden, der Farbstoff färbt Wolle aus saurem Bade sehr echt braun; man kann aus saurem oder neutralem Bade Wolle, Leder, Baumwolle, erschwerte oder unerschwerte Seide, Kupferseide usw. färben. Der Farbstoff aus 1-Benzoylamino-4- $\beta$ -naphthylaminoanthrachinon färbt etwas rötlicher braun. Ähnlich färbt der Farbstoff aus 1-Benzoylamino-2-brom-4- $\beta$ -naphthylaminoanthrachinon. Der



Farbstoff aus *1-Acetylamino-2-methyl-4-β-naphthylaminoanthrachinon* färbt braungrau. Als Ausgangsstoffe kann man ferner *1,5-* oder *1,8-Benzoylamino-β-naphthylaminoanthrachinon*, *Acetylamino-4-β-naphthylaminoanthrachinon*, *1-Benzoylamino-2-methyl-4-β-chlornaphthylaminoanthrachinon*, *1-Benzoylamino-2-brom-4-β-naphthylamino-5-chloranthrachinon* usw. verwenden. (F. P. 752 280 vom 11/3. 1933, ausg. 20/9. 1933. Schwz. Prior. 12/3. 1932. Schwz. P. 160 757 vom 12/3. 1932, ausg. 1/6. 1933.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung von Aminoacylaminoanthrachinonen*. Man behandelt Sulfaminocarbamidoanthrachinone mit sauren verseifend wirkenden Mitteln unter milden Bedingungen u. beendet die Behandlung des Rk.-Gemisches nach bekannten Verf. Unter den milden Bedingungen soll nur die Sulfogruppe aber nicht Carboxylgruppe durch Verseifen abgespalten werden. Die erhaltenen Verb. sind teils selbst Farbstoffe, teils sollen sie zur Herst. von Farbstoffen dienen. Die Sulfaminoacylaminoanthrachinone können durch Kondensation von Halogenacylaminoanthrachinonen mit Sulfamiden oder durch Acylieren von Aminosulfaminoanthrachinonen hergestellt werden. *1-p-Toluolsulfamino-4-p-chlorbenzoylaminoanthrachinon*, darstellbar durch Behandeln von *1-Aminoanthrachinon* mit *p-Chlorbenzoylchlorid*, darauffolgendes Chlorieren mit  $\text{SO}_2\text{Cl}_2$ , Kondensieren des *1-Chlor-4-p-chlorbenzoylaminoanthrachinons*, gelbliche Krystalle, F. 228°, mit *p-Toluolsulfamid* in Nitrobenzol in Ggw. von Na-Acetat u. einem Cu-Salz, löst man in konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  u. rührt einige Zeit bei 25°, sobald eine Probe in W. sich in blauvioletten Flocken abscheidet, gießt man in W., wäscht neutral u. trocknet. Das in nahezu quantitativer Ausbeute erhaltene *1-Amino-4-p-chlorbenzoylaminoanthrachinon*, violette Nadeln färbt Baumwolle aus der Küpe violett. In ähnlicher Weise erhält man aus *1-p-Toluolsulfamino-4-(m-methoxy)-benzoylaminoanthrachinon* das *1-Amino-4-(m-methoxy)-benzoylaminoanthrachinon*, aus *1-p-Toluolsulfamino-4-(2,5-dichlor)-benzoylamino-* oder aus *4-benzoylaminoanthrachinon* das *1-Amino-4-(2,5-dichlor)-benzoylamino-* oder das *1-Amino-4-benzoylaminoanthrachinon*. — *1-p-Toluolsulfamino-5-(2,5-dichlor)-benzoylaminoanthrachinon*, darstellbar aus *1-Chlor-5-aminoanthrachinon* durch Behandeln mit 2,5-Dichlorbenzoylchlorid u. Kondensieren des Prod. mit *p-Toluolsulfamid*, liefert beim Behandeln mit konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bei 20—25° das *1-Amino-5-(2,5-dichlor)-benzoylaminoanthrachinon*, orangefarbene Nadeln, das Baumwolle aus der Küpe gelb färbt. In ähnlicher Weise erhält man aus *1-p-Toluolsulfamino-5-benzoylaminoanthrachinon* das *1-Amino-5-benzoylaminoanthrachinon*, F. 258—260°. Das *1-p-Toluolsulfamino-5-benzoylaminoanthrachinon* erhält man aus *1,5-Dichloranthrachinon* durch Umsetzen mit *p-Toluolsulfamid*, Abspalten des *p-Toluolsulfonsäurerestes*, Benzoylieren der  $\text{NH}_2$  u. Kondensieren des *1-Chlor-5-benzoylaminoanthrachinons* mit *p-Toluolsulfamid*. In ähnlicher Weise gewinnt man *1-Amino-5-acetylaminoanthrachinon* oder *1-Amino-5-β-naphthoylaminoanthrachinon*, *1-Amino-5-benzoylamino-8-methoxyanthrachinon*, F. 234—236°, oder *1-Amino-5-benzoylamino-8-oxyanthrachinon*. — *1-p-Toluolsulfamino-8-benzoylaminoanthrachinon*, darstellbar aus *1-Chlor-8-aminoanthrachinon* durch Benzoylieren u. kondensieren mit *p-Toluolsulfamid*, gibt beim Verseifen mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  *1-Amino-8-benzoylaminoanthrachinon*, Nadeln, das Baumwolle aus der Küpe lachsrot färbt. *2-p-Toluolsulfamino-3-benzoylaminoanthrachinon*, darstellbar durch Kondensation von *2-Brom-3-benzoylaminoanthrachinon* mit *p-Toluolsulfamid*, liefert beim Verseifen mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  *2-Amino-3-benzoylaminoanthrachinon*, Nadelchen. Aus *1-p-Toluolsulfamino-2-benzoylaminoanthrachinon* erhält man in analoger Weise *1-Amino-2-benzoylaminoanthrachinon* u. aus *1-Benzoylamino-2-p-toluolsulfaminoanthrachinon* das *1-Benzoylamino-2-aminoanthrachinon*. *1-(o-Toluolsulfamino)-5-benzoylaminoanthrachinon* liefert mit konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bei 10—20° das *1-Amino-5-benzoylaminoanthrachinon*. Die gleiche Verb. erhält man aus *1-Benzoylsulfamino-5-benzoylaminoanthrachinon*, darstellbar aus *1-Chlor-5-benzoylaminoanthrachinon* u. Benzoylsulfamid, durch Verseifen mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  von 90%. In gleicher Weise kann man von *1-(Naphthalin-α-sulfamino)-5-benzoylaminoanthrachinon* oder *1-(Anthrachinon-β-sulfamino)-5-benzoylaminoanthrachinon* ausgehen. — *1-p-Toluolsulfamino-5-(o-oxylbenzoylamino)-anthrachinon* gibt mit konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  *1-Amino-5-oxylbenzoylaminoanthrachinon*, orangefarbenes Pulver. In gleicher Weise erhält man aus *1,4-Di-(o-oxylbenzoylamino)-5-p-toluolsulfaminoanthrachinon*, darstellbar aus 1 Mol. *1,4-Diamino-5-chloranthrachinon* durch aufeinanderfolgendes Behandeln mit 2 Moll. Salicylsäurechlorid u. 1 Mol. *p-Toluolsulfamid* das *5-Amino-1,4-di-(o-oxylbenzoylamino)-anthrachinon*. — *1,5-Di-(p-toluolsulfamino)-benzoylaminoanthrachinon*, darstellbar aus *1,5-Dichloranthrachinon* durch Nitrieren, Red. der  $\text{NO}_2$ -Verb., Behandeln der  $\text{NH}_2$ -Verb. mit Benzoylchlorid u. *p-Toluolsulfamid*, liefert mit schwach verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bei 20—25° *1,5-Diamino-*



*benzoylaminoanthrachinon*. — 5-*p*-Toluolsulfamino-1,4-di-(*m*-methoxybenzoylamino)-anthrachinon gibt beim Behandeln mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 96% 5-Amino-1,4-di-(*m*-methoxybenzoylamino)-anthrachinon, violettes Pulver. Das Einwirkungsprod. von *p*-Toluolsulfamid auf Tetrachlor-1,8-di-(benzoylamino)-anthrachinon gibt mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 95%ig. eine Amino-benzoylaminoverb., braunes Pulver. (F. P. 745 072 vom 3/11. 1932, ausg. 2/5. 1933. D. Prior. 7/11. 1931.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Verfahren zur Herstellung eines anorganischen Farbpigments*, dad. gek., daß man Zinkoxyd mit Eisenoxyd durch gemeinsames Erhitzen von die genannten Oxyde bildenden Verbb. vereinigt. — 47,5 g ZnSO<sub>4</sub>·7 H<sub>2</sub>O u. 0,5 g FeSO<sub>4</sub>·7 H<sub>2</sub>O werden innig gemischt u. bei ca. 1000° zwecks Vertreibung des SO<sub>3</sub> geglüht. Das Prod. wird bis zur FeO-Stufe reduziert, z. B. durch Glühen in einem Strom aus ca. 50 Vol.-% CO u. 50 Vol.-% CO<sub>2</sub>. Man erhält ein hellolivgrünes Pigment von guten Echtheitseig. (Schwz. P. 162 360 vom 9/2. 1932, ausg. 16/8. 1933. D. Prior. 11/2. 1931.) M. F. MÜLLER.

**William Charles Blachley Turner**, Australien, *Herstellung einer emulgierten Farbe aus gewöhnlicher Ölfarbe*, der ein Pulver, enthaltend Harz, MgSO<sub>4</sub>, Mg<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> u. Alaun, u. gewöhnliches W. zugesetzt werden. Eventl. wird dem Pulver Bleiweiß zugesetzt. Zweckmäßig wird der emulgierten Farbe Leinöl zugesetzt. (Aust. P. 7886/1932. vom 18/6. 1932, ausg. 13/7. 1933.) M. F. MÜLLER.

**Knoll A.-G. Chemische Fabriken**, Ludwigshafen a. Rh., *Verfahren zur Herstellung von physikalischen Leuchtstoff* (Phosphor), der eine aktivierende Substanz enthält, der als Grundlage ein schwer schmelzbarer, Sauerstoff enthaltender anorgan. Stoff, z. B. ein Carbonat, Oxyd oder Silicat, dient. Aktivierende Substanzen sind Salze von seltenen Erden von starker violetter bis ultravioletter Leuchtkraft, z. B. von Gd, Pr, Y, Tb u. Er. Zweckmäßig werden noch Flußmittel in Form von Alkali- oder Erdalkalihalogenenidien zugesetzt. An Stelle der Salze von seltenen Erden können auch Schwermetallsalze, z. B. Mn-, Cu-, Bi-, Fe-, Cr-, Pb- u. Sb-Salze benutzt werden. — 0,001 g Gd-Nitrat, 1,03 g ZnF<sub>2</sub>, 1,56 g KF u. 1,80 g SiO<sub>2</sub> werden innig gemischt u. bei 1100° eine Stde. geglüht. — 0,00025 g PbSO<sub>4</sub>, 2,06 g ZnF<sub>2</sub> u. 1,20 g SiO<sub>2</sub> werden innig gemischt u. bei 1100—1200° 1 Stde. geglüht. Dazu noch zahlreiche weitere Beispiele. (Schwz. P. 162 468 vom 12/5. 1932, ausg. 1/9. 1933. D. Prior. 22/5. 1931, 27/2. u. 21/3. 1932.) M. F. MÜLLER.

**Alfred Weichsel**, Jugoslawien, *Mittel zur Entfernung von Anstrichen auf Holz, Metalloberflächen u. dgl.*, bestehend aus 48 Teilen Bzl., 22 Teilen Spirit, 5,5 Teilen Aceton u. 4,5 Teilen Paraffin. (Jugoslaw. P. 9598 vom 3/12. 1931, ausg. 1/2. 1933.) SCHÖNFELD.

**P. Bary**, *Les fibres textiles et la peinture (les colloides dans l'industrie)*. Paris: Dunod 1933. (XIV, 256 S.) Br.: 49 fr.; rel.: 58 fr.

**Erich Herzog**, Reaktionstabelle der Küpenfarbstoffe und Indigosole. Hrsg. unter dem Patronat der Sektion Schweiz des Internat. Vereins der Chemiker-Koloristen. Basel: B. Wepf & Cie. 1933. (32 S.) fr. 2.50; geb. fr. 3.50.

**J. Hetzer**, *Textil-Hilfsmittel-Tabellen* (insbesonder Schaum-, Netz-, Wasch-, Reinigungs-, Dispergier- usw. -Mittel). Berlin: J. Springer 1933. (IV, 211 S.) gr. 8°. Lw. M. 12.—

## XI. Harze. Lacke. Firnis. Plastische Massen.

**A. Imhof**, *Über das Reißen von Bakelitschichten, welche Metallteile umschließen*. Zu der gleichnamigen Arbeit von BRANDENBURGER (C. 1933. II. 3055) bemerkt Vf., daß durch die Beifügung organ. Schnitzleinlagen nicht die Zugfestigkeit, sondern die Elastizität der Preßmittel verbessert wird. (Plast. Massen Wiss. Techn. 3. 210. Okt. 1933.) W. WOLFF.

**K. Mienes und G. v. Frank**, *Zur Technologie der Cellulosederivate. (Vergleichende Betrachtungen über Herstellung, Eigenschaften und Weiterverarbeitung der Celluloseester und Celluloseäther.)* Von den techn. wichtigen Eigg. der Celluloseester u. -äther sind veränderungsfähig: Brennbarkeit, Wasserfestigkeit u. mechan. Eigg., teilweise auch Schmelzpunkt u. Stabilität, während chem. Widerstandsfähigkeit, Klarheit u. Durchsichtigkeit, sowie das Verh. gegen Lösungsm. meist unverändert in Erscheinung treten. Hinsichtlich Durchsichtigkeit sind die Celluloseester den Celluloseäthern überlegen. Äthyl- u. Acetylcellulose sind lichtechter als Nitro- u. Benzylcellulose. Nitro- u. Benzylcellulose eignen sich für wasserfeste Überzüge. Die Reißfestigkeit nimmt in der Reihenfolge: Nitrocellulose, Acetylcellulose, Äthyl- u. Benzylcellulose ab, während



für die Dehnung fast die umgekehrte Reihenfolge gilt. Nitrocellulose eignet sich für Auto-, Holz-, Metall- u. Flugzeuglacke, Acetylcellulose für Isolier- u. Flugzeuglacke, Benzylcellulose für Isolierlacke. (Angew. Chem. 46. 583—84. Beiheft 5. 16 Seiten. 1933.)

SCHEIFELE.

**Nordmann**, Zur Viscosität von Nitrolacken. Erzielung niedrigviscoser Nitrocellulose-lsgg. durch Anwendung geeigneter Lösungsmm. u. nicht durch Verwendung abgebauter Kollodiumwolle. Die Viscosität der gleichen Wolle nimmt ab, wenn man als Lösungsmm. Diacetonalkohol, Butylacetat, Äthylacetat u. Aceton in der angegebenen Reihenfolge anwendet. Auch Harzzusätze, vor allem Dammar bzw. „Cello-dammar“ erniedrigen die Viscosität der Nitrocellulose-lacke. (Farbe u. Lack 1933. 497. 18/10.)

SCHEIFELE.

**Ibert Mellon**, Campherersatzmittel. Übersicht über die wichtigsten, in der Industrie der plast. Massen u. der Lacke als Weichmachungs- u. Plastifizierungsmittel verwendeten Prodd. nebst einem Verzeichnis der Patente sämtlicher für diese Zwecke vorgeschlagenen chem. Verbb. (Plast. Products 9. 323—25. Okt. 1933.)

W. WOLFF.

**Dewey**, Plastische Massen auf Grundlage von Asbest und Kautschuk. (Anfang vgl. C. 1933. II. 2465.) Genauere Angaben über die techn. Herst. derartiger Prodd. (Rev. gén. Matières plast. 9. 513—15. Sept. 1933.)

W. WOLFF.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., Mischpolymerisate aus Vinylverbindungen und Estern ungesättigter hochmolekularer Fettsäuren. Man verwendet einen oder mehrere Ester monomerer Fettsäuren mit mehr als einer Doppelbindung. Solche Fettsäuren sind Ricinensäure, Säuren des Holz-, Lein-, Perilla- u. dgl. Öls mit mehr als einer Doppelbindung, die man verestert mit Äthyl-, Propyl-, Butyl-, Hexyl-, Octyl-, Decyl-, Dodecyl-, Cetylalkohol, Cyclohexanol, Benzylalkohol, Äthylen-, Propylen-, Butylenglykol, Glycerin u. seinen Homologen, Phenolen, Estern u. Äthern mehrwertiger Alkohole mit mindestens einer freien OH-Gruppe, wie der Monoäthyl-, -methyl-, -propyl-, -butyl- oder -amyläther des Äthylenglykols oder der Polyäthylenglykole, der Acetate, Propionate, Butyrate, Stearate, Palmate, Benzoate oder Phthalate dieser mehrwertigen Alkohole wie Di- oder Triäthylen- oder -propylenglykol, vorausgesetzt, daß diese Ester noch eine freie OH-Gruppe enthalten. Man kann diese Ester auch in Form der Mischungen verwenden, wie sie in den pflanzlichen fetten Ölen vorliegen. Als Vinylverbb. sind genannt *Butadien-KW-stoffe*, *Vinylacetylen*, *asymm. Dichloräthylen*, *Acrylsäureester*, *Acrylnitril*, *Vinylalkylketone* wie *Vinylmethyl-*, *Vinyläthylketon*, *Vinyläthyl-*, *-propyl-* oder *-butyläther*, *Vinylacetat*, *-chloracetat*, *-propionat*, *-butyrat*, *-chlorid*, die auch geringe Mengen Halbpolymerer enthalten können. Bei überwiegenden Mengen von Vinylverbb. erhält man feste, im umgekehrten Falle fl. Prodd. Die Polymerisation erfolgt durch Erhitzen, Stehenlassen bei gewöhnlicher Temp., Bestrahlung, stille elektr. Entladung oder eine Kombination dieser Mittel, evtl. unter Druck oder in Ggw. von Katalysatoren wie  $\text{POCl}_3$ ,  $\text{BF}_3$  u. dessen Additionsprodd. mit Äther,  $\text{H}_2\text{F}_2$ , Borsäureanhydrid, Metallcarbonyl,  $\text{SnCl}_4$ ,  $\text{AlCl}_3$ ,  $\text{O}_2$  oder solchen abgebenden Substanzen wie Ba-, Acetyl-, Benzoylperoxyd, Sikkative wie Co-, Pb-, Mn-Naphtenate, Al-Salze von Fettsäuren mit mehr als 9 C oder Naphtensäuren. Diese Substanzen können vor oder während der Polymerisation zugesetzt werden, wobei die Polymerisation bei mäßiger Temp. begonnen u. bei höherer Temp. beendet werden kann. Auch Metalloxyde sind manchmal wirksam. Man kann auch zunächst mit einem bei niedriger Temp. (50—150°) wirksamen Beschleuniger wie  $\text{BF}_3$  polymerisieren u. beim Übergang auf höhere Temp. einen anderen Beschleuniger wie Peroxyde zusetzen. Man kann die Vinylverbb. auch in die Ester in Form ihrer Dämpfe einführen. Vor oder während der Polymerisation können Harze wie durch Glykol oder Glycerin verestertes Kolophonium, Kopal, Alkydharze aus Phthalsäure, Leinölsäure u. Glycerin zugesetzt werden. Die erhaltenen Polymerisate können als Firnis, zur Herst. von Kunstleder u. Wachtuch, nach Zusatz von Füll- u. Farbstoffen für Fußbodenbekleidungen, als Überzüge auf Holz, Metall, Beton, Mörtel, Ziegel oder organ. Kunststoffen dienen. — Man erhitzt 100 Teile Holzöl mit 50 Teilen Vinylacetat u. 0,1 Teil Benzoylperoxyd im Autoklaven 8 Stdn. auf 100°. Das Rk.-Prod. trocknet schnell u. gibt wasserfestere Überzüge als Holzöl. (F. P. 747 583 vom 15/12. 1932, ausg. 20/6. 1933. D. Prior. 18/12. 1931.)

PANKOW.

**B. F. Goodrich Co.**, New York, übert. von: **Waldo Lonsbury Semon**, Ohio, *Polyvinylhalogenidmassen*. Man löst sogenanntes unl. Polyvinylhalogenid (Chlorid, Bromid, Jodid) bei höheren Temp. in Lösungsmm. wie Chlornaphtalin, o-Nitrodiphenyläther, Dibutylphthalat, Trikresylphosphat oder Benzylbenzoat. Beim Ab-



kühlen erhält man ein Gel. Chlorbenzol, Acetophenon, Xylidin, Anisol, Pyridin, Chlorphenol, Nitrobenzol oder Nitrotoluol eignen sich wegen ihrer Flüchtigkeit nicht. Dichlorbenzol, Dichloracetone, m-Dinitrobenzol, Naphthalin oder Nitronaphthalin geben zu harte Gele, doch sind ihre Mischungen mit den zuerst genannten Lösungsmm. brauchbar. Fette Öle, Mineralöle, Fettsäuren oder Wachse sind keine brauchbaren Lösungsmm. Allgemein eignen sich aromatische KW-stoffe, chlorierte, nitrierte aromatische KW-stoffe, aromatische Äther, Ketone oder Ester, Amine, aromatische oder aliphatische aromatische Ester, Äther oder Ketone oder Ester anorganische Säuren. Die Gele können mit Pigmenten u. Füllstoffen gemischt u. geformt oder gespritzt werden. Man kann mit ihnen Gewebe imprägnieren oder überziehen, zu welchem Zweck man sie mit Xylol, Chlorlöl oder  $\alpha$ -Äthyl- $\alpha$ -hexenaldehyd erweichen kann. Herst. von Regenmänteln, *Gasmasken*, Schuhen, Autoverdeck, *Isoliermaterial*, *Fußbodenbelag*, Gasolinschläuche, Auskleidungen für Behälter. — Man löst für den zuletzt genannten Zweck z. B. 1 Gewichtsteil hochpolymeres Vinylchlorid in 1—4 Teilen einer Mischung aus 2 Teilen o-Nitrodiphenyläther, 1 Teil m-Dinitrobenzol u. 1 Teil Dinitrotoluol. (E. P. 398 091 vom 30/1. 1933, ausg. 28/9. 1933. A. Prior. 17/9. 1932. F. P. 751 504 vom 9/2. 1933, ausg. 5/9. 1933. A. Prior. 17/9. 1932.) PANKOW.

**Imperial Chemical Industries Ltd.**, London, und **Archibald Renfrew**, Giffnock, *Entfernen von Blasen aus Polyvinylmassen*. Man erhitzt die Polyvinylverbb. wie *Polyvinylacetat* oder *polymeren Methacrylsäuremethylester* auf Erweichungstemp. unter Fll., die zweckmäßig die in den Polymeren evtl. vorhandenen Spuren von Lösungsmm. lösen, wie W., Alkohol, Ricinusöl, KW-stofföl, fl. Paraffin. Die Form des Heizgefäßes kann gleichzeitig die Form des herzustellenden Gegenstandes besitzen. Polyvinylacetat erhitzt man nicht über 120°, da sonst Gefahr der Zers. besteht. (E. P. 398 194 vom 29/2. 1932, ausg. 5/10. 1933. F. P. 751 605 vom 27/2. 1933, ausg. 7/9. 1933. E. Prior. 29/2. 1932.) PANKOW.

**Plastix Corp.**, übert. von: **Joseph V. Meigs**, Brooklyn, V. St. A., *Preßmasse* auf Basis eines schmelzbaren Kohlenhydratphenolharzes (I), dad. gek., daß sie ein Metall-oxyd oder -hydroxyd, z. B. CaO, BaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, u. eine formaldehydabgebende Substanz enthält. Z. B. besteht die Preßmasse aus 1000 g eines schmelzbaren I, wie es im A. P. 1 593 342 (C. 1926. II. 1594) beschrieben ist, 120 g CaO, 150 g Hexamethylentetramin u. 1400 g Holzmehl. Die Herst. der M. u. ihre Verpressung geschieht in üblicher Weise. Die Zusätze bewirken insbesondere eine Verbesserung der isolierenden Eig. der Preßkörper. (A. P. 1 877 417 vom 10/11. 1927, ausg. 13/9. 1932.) SARRE.

**John Stoddell Stokes**, Huntingdon Valley, Pa., übert. von: **Emil E. Novotny**, Philadelphia, Pa., und **William Courtney Wilson**, Chicago, Ill., V. St. A., *Kondensationsprodukte aus Thioharnstoff und Formaldehyd oder aus Thioharnstoff, Harnstoff und Formaldehyd*. Thioharnstoff oder ein Gemisch von Thioharnstoff u. Harnstoff wird vorzugsweise im Verhältnis 1:1,25—2,0 Mol., mit einer wss. Formaldehyd-lsg. ohne Wärmezufuhr in schwach alkal. Lsg. kondensiert. Dann wird durch Einleiten von CO<sub>2</sub> neutralisiert u. das W. durch Dest., gegebenenfalls im Vakuum, entfernt. Bei der Rk. können Beschleuniger, wie *Hexamethylentetramin*, zugesetzt werden. Die erhaltenen farblosen Harze können zur Herst. von *Locken*, *Überzügen* u. *Imprägnierungen* von Papier, Textilien, Asbest usw. verwendet werden, wobei die üblichen Weichmachungsmittel, Plastizierungsmittel, Farbstoffe u. dgl. zugesetzt werden können, sowie zur Herst. von bearbeitbaren *Formkörpern*, z. B. in der Heißpresse, dienen. Gegebenenfalls können auch die üblichen Füllmittel zugesetzt werden. — Z. B. werden 120 Teile Thioharnstoff mit einer Lsg. von 1 Teil Ba(OH)<sub>2</sub> in 160 Teilen einer 36%/ig. Formaldehyd-lsg. gemischt u. unter Rühren kondensiert, wobei die Temp. allmählich auf ca. 40° steigt, auf welcher Höhe sie zweckmäßig durch Kühlung gehalten wird. Nach ca. 2 Stdn. ist die Kondensation beendet. Darauf werden 2 Teile wss. NH<sub>3</sub>-Lsg. (spez. Gew. 0,9) zugegeben. Vor der Dest. wird durch Einleiten von CO<sub>2</sub> neutralisiert. In weiteren Beispielen werden Ansätze von 1 Teil Ba(OH)<sub>2</sub>, 104 Teilen 36%/ig. Formaldehyd-lsg., 160 Teilen Thioharnstoff u. 25 Teilen Hexamethylentetramin oder 1 Teil Ba(OH)<sub>2</sub>, 835 Teilen 36%/ig. Formaldehyd-lsg., 305 Teilen Thioharnstoff, 120 Teilen Harnstoff u. gleichzeitig 8 Teilen wss. NH<sub>3</sub> (spez. Gew. 0,9) oder 3 Teilen Ba(OH)<sub>2</sub>, 800 Teilen 36%/ig. Formaldehyd-lsg. u. 600 Teilen Thioharnstoff unter Zugabe von 8 Teilen wss. NH<sub>3</sub> (spez. Gew. 0,9) nach der Kondensation verwendet. (A. P. 1 926 786 vom 22/12. 1928, ausg. 12/9. 1933.) EBEN.

**Ambi-Verwaltung Akt.-Ges. i. L.**, Berlin-Johannisthal (Erfinder: **Arthur Müller**, Berlin-Charlottenburg, **Stefan Goldschmidt**, **Emil Gerisch** und **Wilhelm**



**Beuschel**, Karlsruhe i. B.), *Verfahren zum Herstellen großer Scheiben aus Kunststoffmassen aus Kondensationsprod.* von Formaldehyd, seinen Polymeren u. Harnstoffen, Thioharnstoffen bzw. Gemischen derselben durch Gießen in Formen u. nachheriges Trocknen der Formlinge, 1. dad. gek., daß das Gießen in geschlossenen vertikalen Formen aus saurem Material, wie sauren Gesteinen, Gläsern u. dgl., vorgenommen wird u. die erstarrten planparallelen Formlinge unter wiederholtem Umwenden in bewegter Luft von allmählich steigender Temp., deren Feuchtigkeitsgeh. etwa 10—40% unter dem Sättigungsdruck des Wasserdampfes bei der jeweiligen Trocknungstemp. liegt, so weit getrocknet werden, daß das spez. Gewicht der Formlinge im Gebrauch nicht mehr zunimmt. — 2. dad. gek., daß ein Stapel übereinandergelegter Scheiben als Ganzes gewendet wird, wobei ein Herausfallen der Scheiben aus dem Stapel beispielsweise durch Zusammenpressen desselben vermieden wird. (D. R. P. 584 898 Kl. 39a vom 11/5. 1932, ausg. 19/9. 1933.) SARRE.

**László d'Antal**, Budapest, *Verfahren zur Herstellung einer plastischen Masse* nach D. R. P. 538 800, 1. dad. gek., daß 20—60 (Gewichtsteile) Mineralölsäureharze mit 80—40 Pflanzenölen zusammengeschmolzen werden, bis eine homogene M. entsteht. — 2. dad. gek., daß nicht ausgewaschene Säureharze bzw. säurearme Säureharze unter Zusatz von Schwefelsäure, vorzugsweise Abfallsäure, verwendet werden. — Man vermischt z. B. 30 kg Sonnenblumenöl mit 30 kg Rüböl, erhitzt auf etwa 200°, setzt allmählich 40 kg Säureharze mit einem Säuregeh. von etwa 30—50% unter Umrühren zu u. erhitzt weiter auf etwa 350°, bis ein homogenes Gemisch entsteht, das nach Erkalten eine plast. linoleumartige Struktur aufweist. Die so erhaltenen Massen sind beim Erhitzen dünnflüssiger als die nach dem Hauptpatent erhaltenen u. eignen sich insbesondere zum Imprägnieren von Geweben u. Faserstoffen. (D. R. P. 585 766 Kl. 39b vom 24/4. 1931, ausg. 9/10. 1933. Zus. zu D. R. P. 538 800; C. 1932. I. 3890.) SARRE.

**Ellis-Foster Co.**, übert. von: **Boris N. Lougovoy**, Montclair, V. St. A., *Überzugsmasse aus Cellulosederivaten*, insbesondere aus niedrigviscoser Nitrocellulose, die mit einem Weichmachungsmittel, Harz o. dgl. in einem gebräuchlichen Lösungsm., z. B. Butylacetat oder Diacetonalkohol gel. u. mit einem gecrackten Petroleumdest., dessen F. zwischen 75 u. 200° liegt u. Monochlorbenzol verd. wird. (A. P. 1 913 679 vom 4/12. 1925, ausg. 13/6. 1933.) ENGEROFF.

**Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel**, Basel, *Verfahren zum Reinigen von mit Celluloseesterlacken überzogenen Gegenständen*, gek. durch die Verwendung von  $\alpha$ -Chlornaphthalin, gegebenenfalls in Verb. mit organ. Lösungsmm. (Oe. P. 185 052 vom 12/9. 1932, ausg. 25/10. 1933. Schwz. Prior. 1/10. 1931.) M. F. MÜLLER.

**Clarence P. Byrnes**, Sewickley, übert. von: **Joseph Hidy James**, Pittsburgh, Pennsylvania, V. St. A., *Gewinnung von Lösungsmitteln*. Die *Prodd. der partiellen Oxydation von KW-stoffölen*, beispielsweise einer Petroleumfraktion von einem geringeren Durchschnittsmolekulargewicht als Kerosin, werden fraktioniert u. die niedrigd. Fraktionen in bekannter Weise von Carbonsäuren u. gegebenenfalls von Aldehyden u. Ketonen befreit, Zweckmäßig kann die Veresterung der Carbonsäuren mit den in dem Oxydationsprod. enthaltenen Alkoholen durch Einleiten von HCl u. Erwärmen vorgenommen werden. Weiterhin kann nach der Veresterung eine Zerlegung in gewisse Fraktionen mit Hilfe geeigneter Lösungsmm., wie A., erfolgen. Die so gewonnenen Lösungsmm. können zur Herst. von Lacken dienen. (A. P. 1 894 097 vom 31/10. 1924, ausg. 10/1. 1933.) R. HERBST.

## XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

**W. E. Singer, J. D. Long und W. P. Davey**, *Die Struktur des Kautschuks, wie sie sich in der zeitlichen Verzögerung der Faserbildung äußert*. Röntgenograph. Unterss. der Vf. haben ergeben, daß die Faserbildg. beim Kautschuk gegenüber der sie bedingenden Dehnung eine zeitliche Verzögerung aufweist. Die einzelnen Beobachtungen, die kurz angegeben sind, sprechen dafür, daß Kautschuk aus einem Gewirr von spiral- (oder zickzack-) förmigen Moll. besteht, deren Enden ziemlich fest verankert sind, deren Längen aber durch äußere Kräfte zeitweise geordnet werden können. (Physic. Rev. [2] 44. 319. 15/8. 1933. The Pennsylvania State College.) SKALIKS.

**Max Verneuil**, *Der Einfluß der Belastungen auf die Reizbarkeit von Gummifäden*. Vergleichende Dehnungsverss. an trockenen u. 10 Stdn. lang in fließendes W. getauchten



Gummifäden zweier verschiedener Firmen. (Rev. gén. Caoutchouc 10. Nr. 94. 24 bis 29. 1933.) H. MÜLLER.

**B. S. Garvey jr. und W. D. White**, *Die Chemie der Weichgummivulkanisation. I. Messung der Vulkanisation*. Messung der Änderung physikal. Daten während der Vulkanisation bei einer Reihe Gummi-Schwefelmischungen u. gummirichen beschleunigten Mischungen. Bei den Gummi-Schwefelmischungen wurde ebenfalls der gebundene Schwefel bestimmt. Aus den Resultaten ergeben sich Kriterien für eine scharfe Abgrenzung der Begriffe vulkanisiert u. unvulkanisiert. (Ind. Engng. Chem. 25. 1042—46. Sept. 1933. Akron, Ohio, Goodrich Comp.) H. MÜLLER.

**Raymond P. Allen und Frank K. Schoenfeld**, *Verteilung von Gasruß. I. Methoden zur Messung der Gasrußverteilung*. Es besteht eine enge Beziehung zwischen der Natur einer gerissenen Oberfläche einer Gasrußmischung u. dem mikroskop. Bild der Mischung. Mischungen mit gut verteiltem Ruß reißen sich glatt u. zeigen glänzende Oberflächen, die mit schlecht verteiltem Ruß reißen ein u. die Oberfläche sieht stumpf aus. (Ind. Engng. Chem. 25. 994—97. Sept. 1933.) H. MÜLLER.

**Frank K. Schoenfeld und Raymond P. Allen**, *Verteilung von Gasruß. II. Bewertung von Gasrußen*. (I. vgl. vorst. Ref.) Vergleichende Verss. mit verschiedenen Gasrußsorten. Messung der Energiemengen, die notwendig sind, um verschiedene Füllstoffe einzumischen. Einfluß von Zinkstearat, der Hitzebehandlung von Ruß, des Feuchtigkeitsgeh. von Ruß u. der Einmischtemp. auf die Verteilung von Ruß in Gummimischungen. (Ind. Engng. Chem. 25. 1102—06. Okt. 1933.) H. MÜLLER.

**J. Ch. Bongrand**, *Eine neue Technik in der Kautschukindustrie*. Herst. von Fäden, die zur Hälfte aus Kautschuk, zur anderen Hälfte aus Fasern bestehen, wobei die Umkleidung der Fasern durch fl. Latex bewirkt wird. (Chim. et Ind. 29. Sond.-Nr. 6 bis. 1080—84. 1933.) H. MÜLLER.

**Otto Merz**, *Über Löslichkeit und Harzverträglichkeit von Kautschuk und Chlor-kautschuk*. Chlorkautschuk zeigt nicht nur bessere Löslichkeit als Kautschuk, sondern auch bessere Verträglichkeit mit Harzen. (Farben-Ztg. 38. 1361—62. 9/9. 1933.) H. MÜ.

**Frank H. Roninger jr.**, *Mikroskopische Prüfung von Gummi und anderen festen technischen Produkten*. Angabe zur Herst. von mikroskop. Schnitten zur Prüfung von Rohmaterialien, halbfertigen u. vulkanisierten Proben der Gummiindustrie. Die Proben werden in geschmolzenem Schwefel gehärtet, poliert u. im reflektierten Licht untersucht. Eine Möglichkeit zur quantitativen Auswertung der Untere. ist durch eine Einteilung des Gesichtsfeldes in 40 Felder gegeben. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 5. 251—53. 15/7. 1933.) H. MÜLLER.

**W. A. Gibbons, R. H. Gerke und H. C. Tingey**, *Die T-50-Prüfung zur Bestimmung des Heizungsgrades*. Eine schnelle u. einfache Prüfung des Heizungsgrades wird beschrieben, die unabhängig ist von der Zus. der Mischung. Die Prüfung beruht auf der Tatsache, daß, je stärker der Durchheizungsgrad ist, um so tiefer die Temp. liegt, bei der gefrorenere gedehnter Gummi sich wieder zusammenzieht. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 5. 279—83. 15/7. 1933.) H. MÜLLER.

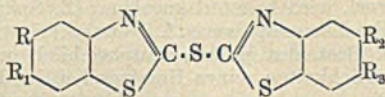
**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Vulkanisieren von Kautschuk unter Verwendung von Thiuramsulfiden* als Beschleuniger. Man verwendet neben Vulkanisationsbeschleunigern, die zur Anvulkanisation neigen, wie Dithiocarbamaten, Xanthogenaten, Mercaptothiazolen oder Thiuramsulfiden mit frühem Vulkanisations-einsatz solche mit spätem Vulkanisationseinsatz wie Dimethyl- oder Diäthylphenylthiuramdisulfid, Tetrabutylthiuramdisulfid, Dipentamethylen- oder Dicyclohexyl-diäthylthiurammonosulfid. Genannt sind die Kombinationen von Tetrabutylthiuramdisulfid, Dipentamethylthiurammonosulfid, Diäthylphenylthiuramdisulfid oder Dicyclohexyldiäthylthiurammonosulfid mit Tetramethylthiuramdisulfid, Diäthylphenylthiuramdisulfid mit Di-(perhydromethylindol)-thiuramdisulfid, Piperidinpiperidyl-dithiocarbamat mit Dimethylphenylthiuramdisulfid, Mercaptobenzothiazol mit Diäthyl- oder Dimethylphenylthiuramdisulfid oder Tetrabutylthiuramdisulfid, Diisopropylxanthogenat mit Dimethylphenylthiuramdisulfid. Die Aldehydaminbeschleuniger können in dieser Kombination nicht verwendet werden. (F. P. 751 796 vom 3/3. 1933, ausg. 9/9. 1933. D. Priorr. 3/3. u. 23/7. 1932.) PANKOW.

**E. I. du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, übert. von: **Ira Williams**, Woodstown, und **Carlton W. Croco**, Wilmington, *Vulkanisationsbeschleuniger*, bestehend aus Rk.-Prodd. von CoCl<sub>2</sub> mit einem Salz von Mercaptobenzothiazol, 3-Äthoxy-, 5-Äthoxy-, 3-, 4- oder 5-Methyl-, 3,4- oder 3,5-Dimethyl-1-mercaptobenzothiazol. Genannt



ist das *Dibenzothiazyl-1-s,s'-dithiocarbonat* (F. ca. 134° unter Zers.). (A. P. 1 928 773 vom 4/3. 1932, ausg. 3/10. 1933.) PANKOW.

**Goodyear Tire & Rubber Co.**, V. St. A., *Vulkanisationsbeschleuniger* bestehend aus *Dibenzothiazylmonosulfid* untenstehender Formel, worin R, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> u. R<sub>3</sub> H, NO<sub>2</sub>, NH<sub>2</sub>, Phenyl, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, CH<sub>3</sub>, Br, Cl u. a. bedeuten kann, das durch NH<sub>3</sub>, ein Amin oder eine SCHIFFSCHE Base aktiviert wird. Als Aktivierungsmittel sind genannt Diphenyl-, Triphenyl-, Di-



o-tolyl-, Dicyclohexylguanidin, Hexamethylenetetramin, Dicyclohexylpiperazin, Piperazin, Pyridin, Äthylendiamin, Polyäthylendiamin, Allyl-, Propyl-, Heptyl-, Benzyl-, Isoamyl-, Dibutyl-, Phenyläthyl-, Methylcyclohexylamin,  $\alpha$ -Carbodiphenyldiimid, Aminoäthylalkohol, Crotonyliden-, Butyliden-, Aldol-, Äthyliden-, Methylenanilin, Methyltoluidin, -xylydin u. deren HCHO-, CH<sub>3</sub>-CHO- u. a. Aldehydderiv., die Kondensationsprodd. von Äthyl-, Propyl-, Äthylendiamin mit Acet-, Propion-, Butyr-, Crotonaldehyd u. Aldole. Als Thiazylsulfid sind genannt: 6-Nitro-, 6-Nitro-5-chlor-, 6-Nitro-5'-chlor- oder 6,6'-Dinitro-5-chlordibenzothiazylmonosulfid. (F. P. 748 992 vom 12/1. 1933, ausg. 13/7. 1933. A. Prior. 25/2. 1932.) PANKOW.

**B. F. Goodrich Co.**, New York, übert. von: **Harold Gray**, Ohio, *Kautschuküberzüge auf Metall*. Man verwendet eine Zwischenschicht aus Salzen von zwei- oder mehrwertigen Metallen wie Cu, Co, Mn, Fe, Pb mit organ. Säuren wie Stearin-, Palmitin-, Margarin-, Öl-, Leinöl-, Ricinusöl-, Laurin-, Abietin- oder auch Essig-, Butter-, Oxal-, Bernstein- oder Benzoesäure. Man kann das Salz auch in Kautschuklsg. aufbringen. — Eine Mischung aus 100 (Gewichtsteilen) Kautschuk, 150 ZnO, 25 Ruß, 5 S, 1/2 organ. Beschleuniger u. 5 Co-Stearat wird in der 3-fachen Gewichtsmenge Gasolin gel., der Zement auf die gereinigte Metallfläche aufgebracht u. nach dem Verdampfen des Lösungsm. eine Kautschukplatte aufvulkanisiert. Man kann den Kautschukzement auch 8 Tage in Ggw. von Luft rühren. Die Klebeigg. sind dann noch besser. — Man spritzt eine Co-Linoleatlg. in Bzl. auf die Metallfläche, bringt dann eine Kautschuklsg. u. schließlich die Kautschukplatte auf. (A. P. 1 919 718 vom 25/3. 1930, ausg. 25/7. 1933.) PANKOW.

**Naugatuck Chemical Co.**, Naugatuck, übert. von: **Harry L. Fisher**, *Kautschuküberzüge auf Metall*. Man bringt auf das gereinigte Metall eine Lsg. aus Mischungen von verschieden weit vulkanisiertem Kautschuk auf u. nach Verdampfen des Lösungsm. die eigentliche evtl. ebenfalls vulkanisierte Kautschukplatte, worauf das ganze vulkanisiert wird. Der Zwischenschicht kann man Weichmacher wie Anilin, Dimethylamin, Cyclohexanol, Cyclohexanon, Nitrobenzol, Methylsalicylat, Cumarharz, fl. Faktis, BRV (ein fl. hochsd. Kohlenteerdest.) oder Paraflux (Rückstand vom Petroleumcracken) zusetzen. (A. P. 1 926 867 vom 9/8. 1930, ausg. 12/9. 1933.) PANKOW.

**Dunlop Rubber Co. Ltd.**, London, **Anode Rubber Co. Ltd.**, Guernsey, und **Edward Arthur Murphy**, Birmingham, *Kautschukfasermassen*. Lockere ziemlich lange Fasern wie Roßhaar, Schweineborsten, Jute, Cocosnußfaser, Kapok, Baumwollfasern, Abfälle von künstlicher Seide werden mit den durch Koagulation in Ggw. großer W.-Mengen erhaltenen griesigen Kautschukmilchkoagulaten behandelt oder überzogen u. locker auf Polstermaterial oder nach dem Pressen auf Schuhsohlen u. Lederersatz vulkanisiert. (E. P. 398 319 vom 14/7. 1932, ausg. 5/10. 1933.) PANKOW.

## XV. Gärungsgewerbe.

**Vojt. Juha** und **Fritz Hartig**, *Weitere Mitteilungen über die Arbeit mit Diaspirit in der Praxis*. Es wurden zahlreiche Verss. durchgeführt mit vollem oder teilweisem Ersatz des Grünmalzes durch *Diaspirit* (vgl. C. 1933. I. 3376) bei Kartoffel- u. Maismaischen. Außerdem wurde die Beschaffenheit der Schlempe dieser Maischen untersucht. Das Prod. ergibt einwandfreie Vergärungen u. Verzuckerungen beider Rohstoffe u. wird zumindest als Zusatzstoff empfohlen. (Landwirtsch. Brennerci-Ztg. 20. 99—103. 15/10. 1933.) SCHINDLER.

**K. R. Dietrich** und **W. Lohrengel**, *Der Luftgehalt des Äthylalkohols*. An Hand eingehender Verss., die durch Tabellen erläutert sind, wurde festgestellt, daß in 99,9 Gew.-%ig. A. 146 ccm Luft, davon 43 ccm O<sub>2</sub> im Liter gel. sind. Der Luftgeh. nimmt mit fallendem A.-Geh. ab, so daß z. B. 25 Gew.-%ig. A. nur 20 ccm Luft, davon 7 ccm O<sub>2</sub>, enthält. Der O<sub>2</sub>-Geh. steigt nicht in gleichem Verhältnis an wie der Luftgeh., der ferner



noch die D. des A. beeinflusst. Es wird sodann die Herkunft des Luftgeh. bei der azeotropen Destillation besprochen, wobei die Luftgeh. von *Drawinol* (besonders stabilisiertes Trichloräthylen), Benzol u. Bzn. eine Rolle spielen. Fraglich ist die Beeinflussung des Verbrennungsvorgangs in Kraftmaschinen u. der Oxydationserscheinungen dabei durch den Luftgeh. im A. — Untersuchungsverf. wird bekannt gegeben. (Z. Spiritusind. 54. 232—33. 26/10. 1933. A. d. Labor. d. Reichsmonopolverw. f. Branntw.) SCHIND.

—, *Das Malz.* Übersicht über Herst. u. Best. des Malzes, hauptsächlich in der Bierbrauerei, sowie kurze Diskussion über Möglichkeiten seines Ersatzes bei der Bierherst. (G. Chimici 27. 332—38. Sept. 1933.) HELLRIEGEL.

**Gottfried Paula**, *Einfluß von Säurenebel auf die Keimung.* (Brauer- u. Hopfenztg. Gambrinus 60. 154—57. Aug. 1933. — C. 1933. I. 520.) SCHINDLER.

**Max Hamburg**, *Zur Frage des Einflusses von Säurenebel auf die Keimung.* II. (I. vgl. C. 1933. II. 3207.) Erwiderung auf die Arbeit von PAULA (vgl. vorst. Ref.). (Brauer- u. Malzind. 26 (33). 127—29. 1/10. 1933. Wien, Mitt. a. d. Inst. f. Gärungsind.) SCHINDLER.

**Heinrich Lüers und Sven Jacobsen**, *Der Einfluß kieselsäurehaltigen Brauwassers auf die Hefegärung.* Verss. mit SiO<sub>2</sub>-haltigen Nährsgg. ergaben, daß Hefen mit fortschreitender Weiterzüchtung in ihrer Gärkraft leiden. Im Verfolg dieser Verss. wurde sodann die Ausscheidung von SiO<sub>2</sub> in enthärteten Wässern studiert. Es gelingt nicht, durch bloße Enthärtung die Kieselsäure aus dem W. zu entfernen. Außer der üblichen Enthärtung ist die gleichzeitige Zugabe stark positiv geladener Metalle, wie Al, bei stark alkal. Rk. erforderlich. Jedoch müßte dann das behandelte W. durch Einblasen von CO<sub>2</sub> neutralisiert u. durch Kochen nochmals enthärtet werden. Dieses Verf. ist somit techn. ungangbar. (Wschr. Brauerei 50. 347—48. 14/10. 1933. München, Mitt. a. d. Lab. f. angew. Chemie d. Techn. Hochsch.) SCHINDLER.

**Leo Kaps**, *Soma, ein neues, praktisch alkoholfreies, weitgehend bierähnliches Getränk und seine diätetisch-therapeutische Verwendbarkeit.* Bei dem prakt. A.-freien, bierähnlichen Getränk *Soma* (VEREINIGTE BRAUEREIEN, Wien-Schwechat) ist die Gärung nicht durch *Saccharomyces cerevisiae*, sondern durch das Thermobakterium mobile LINDTNER durchgeführt. Das unfiltrierte Soma enthält das lebende Thermobakterium mobile u. ist ein diätet. wertvoller Heilbehelf bei Darmerkrankungen verschiedenster Art, das filtrierte Soma stellt ein einwandfreies, prakt. A.-freies Erfrischungsgetränk von bedeutendem Nährwert dar. (Wien. klin. Wschr. 46. 334—38. 1933. Wien, Wilhelminenspital.) FRANK.

**Ernst Vogt**, *Die Verwendung luftundurchlässiger Behälter zur Lagerung von Wein.* Bei Verwendung von einwandfreiem Material wie V 2 A- u. glasemalliertem Stahl wird der Wein weder in der Zus. noch geschmacklich verändert, kein Unterschied gegenüber in der Flasche gelagerten Weinen; Jugendfrische wird bewahrt u. Geh. an CO<sub>2</sub> bleibt unverändert. Beseitigt sind Schwund des Weines u. Entw. von Kulturen, Essigbakterien u. anderen Krankheitserregern. Mit V 2 A-Stahl tritt kein Metallgeschmack u. keine Trübung auf, auch nicht bei Ggw. von viel gel. Fe. Für beide Fehler ist also Zutritt von Luft nötig. (Weinbau u. Kellerwirtsch. 12. 175—79. 19/10. 1933. Bad. Weinbauinst.) GROSZFELD.

**Erich Weber**, *Ein neues, praktisches Gerät zur Prüfung von Druckluft auf ihre biologische Beschaffenheit.* (Tagesztg. Brauerei 31. 660—61. 12/10. 1933.) SCHINDLER.

**Lucien Semichon und Michel Flanzky**, *Über die organischen Säuren der Traubensäfte.* Zur Best. der Weinsäure im Most dient die zuerst von PASTEUR (1873) empfohlene Racematmethode mit CaSO<sub>4</sub>-Lsg., von der ein Überschuß nicht schadet. Zur polarimetr. Best. der Äpfelsäure wird die Weinsäure durch Zusatz von berechneten Mengen l-NH<sub>3</sub>-Tartrat zunächst opt. neutralisiert, sehr genaue Ergebnisse. Neben Wein- u. Äpfelsäure wurde *Glyoxylsäure*, selbst in Wein gefunden, Nachweis durch Überführung in Oxalsäure mit der CANNIZZARO-Rk. Außerdem müssen auf Grund der Red. von Ag-Salzen u. der noch unbekanntem Differenz der gefundenen Säuren von 100% weitere Aldehydsäuren vorliegen, deren Rolle bei der Reifung wichtig sein muß. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 197. 198—201. 10/7. 1933.) GROSZFELD.

**Rudolf Horch**, Radeberg, Sa., *Korrosionssicheres Gär- und Lagergefäß für die Gärungsindustrie.* Die bisher durch elektr. isolierende pechartige Schutzüberzüge nicht vollkommen zu vermeidende elektrolyt. Korrosion wird dadurch verhindert, daß die Gär- u. Lagergefäße entsprechend der Hochspannungsisolierung auf teller- oder glocken-



artig geformte Elemente zu stehen kommen. (D. R. P. 587 638 Kl. 6b vom 5/6. 1930, ausg. 6/11. 1933.) SCHINDLER.

**A. Riebecke** *Montanwerke Akt.-Ges.*, Halle, *Verfahren zur Vergällung von Spiritus*. Verwendet werden die aus den Destillationsgasen von bituminösen Schiefen gewonnenen Leichtöle. Da diese Vergällungsmittel hauptsächlich zur geschmacklichen Vergällung dienen — Geruchsstoffe sind erträglich — eignen sie sich besonders zur Verwendung in geschlossenen Räumen. (Oe. P. 133 879 vom 8/8. 1931, ausg. 26/6. 1933.) SCHINDLER.

**Gottfried Jakob**, München, *Verfahren zur Behandlung von Bierwürze*. Entgegen dem bisherigen period. Verweilen filtrierter oder gekühlter Würze zu irgendeinem Zeitpunkt während des Arbeitsganges, wird nunmehr durch entsprechendes Hintereinschalten der Vorr. Filtration u. Kühlung in einem Arbeitsgang vorgenommen. Es wird hierdurch Infektion fast vollkommen ausgeschaltet. (D. R. P. 587 782 Kl. 6b vom 15/9. 1931, ausg. 8/11. 1933.) SCHINDLER.

**Aleksandar Jovičić**, Belgrad, *Alkoholfreier Wein*. Der Most wird über 72—75° h. Elemente (Spiralen u. dgl.) geleitet u. hierauf in verschlossene Gefäße gebracht. (Jugoslaw. P. 9444 vom 18/9. 1931, ausg. 1/1. 1933.) SCHÖNFELD.

## XVI. Nahrungsmittel. Genußmittel. Futtermittel.

**G. Rossi und A. Marescotti**, *Über das Absorptionsvermögen verschiedener Weizenmehltypen und Mehle anderer Getreide*. Die Vers. zeigten ein Ansteigen des Absorptionsvermögens gegen Nachtblau mit steigenden Kleber- u. Kleiegeh. (Ann. Chim. applicata 23. 331—34. 1933. Bologna.) GRIMME.

**W. Mohr und W. Müller**, *Untersuchungen über die Verwendung von Restmilchprodukten zur Roggenbrotbereitung*. (Durchführung und Auswertung von Backversuchen.) Die bei der Herst. von Milchpulvern häufig verwendeten Neutralisationsmittel können den Geschmack ungünstig beeinflussen. Die Trockenmasse von frischer hochehitzter Magermilch bindet nicht wesentlich mehr W. als Mehl trockenmasse. Ein Einfluß von Kartoffelmehlzusatz zum Roggenmehl auf Verbacken mit W. oder mit Magermilch war nicht festzustellen. Walzenmagermilchpulver kann beim Teigmachen direkt dem Mehl zugesetzt werden. Die prozent. Ausbeute aus der Trockenmasse bleibt bei steigenden Milchpulvermengen unverändert. Dagegen sind die Ausbeuten beim Verbacken der einzelnen Walzenmilchpulver je nach Art der Herst. sehr verschieden, teilweise günstiger als bei frischer Magermilch. Der Geschmack der Milchbrote ist etwas milder als der der Wasserbrote. Neutralisiertes Buttermilchpulver ergibt ebenso hohe Backausbeuten wie gutes Magermilchpulver. Nach dem Zerstäubungsverf. gewonnenes Magermilchpulver verhält sich wie n. Walzenpulver. Halbfeste Buttermilch u. eingedickte saure Molke sind frischer Milch fast gleichwertig. Milchsäurecaseine liefern beim Verbacken im Roggenbrot ebenso große prozent. Ausbeuten wie gute Magermilchpulver; nachteilig ist die handelsübliche körnige Beschaffenheit, die zu kleinen dunklen Flecken in der Brotkruste führt. (Milchwirtschaftl. Forschg. 15. 448—65. 15/10. 1933. Kiel, Preuß. Vers. u. Forschungsanst.) GROSZFELD.

**C. Massatsch**, *Schokoladepulver (Schokolademehl, Puderschokolade, Trinkschokolade)*. Bericht über Unters. von Handelsproben, Photogramme u. Analysen. Über Einzelheiten vgl. Original. (Dtsch. Nahrungsmittel-Rdsch. 1933. 149—51. 14/10. Berlin SW 68.) GROSZFELD.

**R. Whymper**, *Die Veränderungen der diffundierbaren Substanzen in den Lebensmitteln. I. Vorbereitung des Kakaos*. Bei der n. Kakaofermentation steigt die Temp. von 20—25° in den ersten 72 Stdn., wobei der W.-Geh. der Bohnen unter Schwankungen abnimmt, um dann wieder unter W.-Aufnahme auf 50—40° ebenso zu sinken. Die Schwankungen stehen zur Temp. nicht in Beziehung u. werden durch Änderungen der Schalendurchlässigkeit verursacht. Schalen u. Pülpe zeigen bei 6-tägiger Gärung stetige pH-Zunahme, die Kerne zur selben Zeit variable, anscheinend mit der W.-Aufnahme, bis am Schluß pH von Kern u. Schalen gleich werden. Das pH des Kernes hängt auch von der Bldg. organ. Säuren in situ, nicht nur von der aufgenommenen Pülpe ab. — Die Rotfärbung von FeCl<sub>3</sub>-Papier durch einen Tropfen wss. Auszug aus frischen Kernen von Calabacillokakaos ist stets von einer Blaufärbung begleitet. Die entstehende Purpurfarbe ist vom Rot, erhalten mit einem Auszug aus echten Forasterokakaos deutlich verschieden, Criollokakaos liefert eine blaßrote, gewisse weißfleckige Kakaosorten liefern keine Rotfärbung. Sobald bei einer Kakaofermentation die rote



Zone um den dunklen durch Gerbstoff bedingten Flecken bei Calabacillo von Dunkelpurpur am 6. Tage verblaßte, verschwanden immer mehr die Gerbstoffe des Kernes. — Mit Uranacetatpapier, das sonst wenig konstante Ergebnisse lieferte, erhielt man bei frischen Kernen von Calabacillo, bei 90—100° vorbereitet, Blaufärbung, nach 24 Stdn. in Rot umschlagend, während die Auszüge aus dem gleichen Kakao, bei niedriger Temp. vorbereitet, sofort eine ausgesprochene Rotfärbung lieferten. Nach den Absorptionsspektren scheint die mit den frischen Bohnen von Calabacillokakao erhaltene Rotfärbung größtenteils durch ein Säurederiv. von Phloroglucinpentosan bedingt zu sein. In frischem Calabacillo- u. Forasterokakao konnten in keinem Fall Pyrogallotannine oder Gallussäure, in allen Fällen aber Brenzcatechin nachgewiesen werden. — Bei Verfolgung der Lösungsänderungen im Kern im Laufe der Fermentation unter dem Einfluß der äußeren Pülegärung verschwanden die Gerbstoffe, die mit FeCl<sub>3</sub> eine schwarze, blaue oder grüne Färbung lieferten, in 6 Tagen immer mehr aus den Kernen in die Schalen, wo sie fixiert blieben. Weiter wurde die Entstehung unerwünschter Stoffe u. von Schimmeln während der Gärung untersucht. Entw. von NH<sub>3</sub> beim Schimmeln u. Bldg. von Aminen aus NH<sub>4</sub>-Acetat scheinen die unangenehmen Eigg. der Bohnen zu erklären. (Chim. et Ind. 30. 507—17. Sept. 1933.) GROSZFIELD.

**J. M. Brannon**, *Rachitis und vitaminisierte Milch. Geschichte und Ursachen dieser verbreiteten Mangelkrankheit, eingeführte Verhütungs- und Heilungsmaßnahmen durch die Milchindustrie.* (Vgl. C. 1933. II. 2912.) Fortsetzung. Ursachen der Erkrankung liegen in Mangel an P u. Ca, deren unrichtigem Verhältnis sowie Mangel an Vitamin D. Hinweis auf Milch als beste Quelle für Ca u. P, nötigenfalls unter künstlicher Erhöhung des Vitamingeh. nach verschiedenen Verff. (Milk Plant Monthly 22. Nr. 10. 44—50. Okt. 1933. Univ. of Illinois.) GROSZFIELD.

**H. C. Sherman**, *Natürliche und künstliche Veränderungen in den Vitamingehalten von Milch.* Grundzüge der Vitaminlehre, nach denen der Tierorganismus Vitamine nicht aufbauen, sondern durch das Futter zuführen muß. Prakt. Verff. zur künstlichen Anreicherung des Vitamin-D-Geh. in Milch. (Amer. J. publ. Health Nation's Health 23. 1031—34. Okt. 1933. New York, Columbia Univ.) GROSZFIELD.

**Max Setterl**, *Beitrag zur Reinigung von Milchflaschen mit P<sub>3</sub>-Steril im Vergleich zu anderen Reinigungs- und Sterilisationsmitteln.* P<sub>3</sub>-steril übertraf andere Reinigungsverff. in Wrkg. u. prakt. Handhabung. Die Flaschen wurden völlig geruchfrei u. übertrugen auch keinerlei nachteiligen Geschmack auf die Milch. Auch bei Reinigung von bei den Verss. gebrauchten Glaswaren wie Röhrchen, Schalen, Pipetten, Büretten, Objektträgern u. a. bewährte sich das Präparat. (Milchwirtschaftl. Forschg. 15. 413—25. 15/10. 1933. München.) GROSZFIELD.

**Th. G. Stathopoulos**, *Untersuchung echter Proben von in Griechenland hergestellter Schaf- und Ziegenbutter.* Bericht über die Unters. spezieller griech. Buttersorten hinsichtlich der Übereinstimmung ihrer Konstanten mit den 1926 von einem griech. Untersuchungsausschuß festgesetzten Normen für Butter. (Praktika 8. 111—17. 1933. [Orig.: griech. Auszug: französ.]) HELLRIEGEL.

**Karl J. Demeter und Ernst Haase**, *Über Butterwaschversuche mit Katadynwasser (Beeinflussung der Buttermikroflora und Haltbarkeit).* In der frischen Butter werden durch Ag-haltiges Washwasser die Gesamtkeimzahl auf Lactoseagar, die Säurebildner, die Gesamtkeimzahl auf Caseinagar u. die Coli aerogenes-Gruppe z. T. bedeutend vermindert, bei den Proteolyten wirkt sich der Einfluß nicht eindeutig aus, unbeeinflußt sind Schimmelpilze. Während der Lagerung geht die Schädigung der Säurebildner weiter; die Gesamtkeimzahl der auf Caseinagar wachsenden Keime nimmt bei Katadynbutter kräftiger zu; die Proteolyten werden nicht beeinflusst, Schimmelpilze dagegen deutlich, Hefen stark gehemmt. In der Qualität bewirkten geringere Ag-Gaben keine Schädigung, größere einen deutlichen Abfall. (Milchwirtschaftl. Forschg. 15. 546—72. 15/10. 1933. Weihenstephan, Süddeutsche Forschungsanst. f. Milchwirtschaft.) GD.

**Frank Ewart Corrie**, *Der Mineralgehalt der Futtermittel.* Inhaltlich ident. mit der C. 1933. II. 1208 ref. Arbeit. (Fertiliser, Feed. Stuffs Farm Suppl. J. 18. 344—46. 341. 1933.) DEGNER.

**J. Großfeld**, *Zur Bestimmung der Lecithinphosphorsäure.* Bei Verss. mit Sojabohnen, Butterzwieback u. Eierlikör lieferte Extraktion mit absol. A., Propyl- u. Isopropylalkohol sowie mit Bzl.-A. (4 + 1) nach REWALD (vgl. C. 1931. II. 343) prakt. die gleichen Lecithinausbeuten; Mehrausbeuten durch A.-Bzl. wurden nicht bestätigt. W.-Geh. wirkt leicht erhöhend auf die scheinbare Lecithinausbeute, vermutlich durch Mitlsg. P-haltiger Begleitstoffe. Angabe einer einfachen Arbeitsvorschrift zur prakt.



Lecithinbest. (Dtsch. Nahrungsmittel-Rdsch. 1933. 154—55. 31. Okt. Berlin, Preuß. Landesanst. für Lebensmittelchemie.) GROSZSFELD.

**Thomas McLachlan** und **Margaret Ida Stern**, *Die bakteriologische Untersuchung von Fleischkonserven*. Kurze Beschreibung der Prüfung des Fleisches, des Gases aus den Büchsen u. der sterilen Probenahme. (Food Manuf. 8. 378—80. Nov. 1933.) Gd.

**M. Rolle**, *Entnahme von Milchproben zum Zwecke der Untersuchung auf Fettgehalt bei der Milchkontrolle in Städten*. Beschreibung mit Abb. eines Mischlöffels zur Probeentnahme von Milch. Um eine einwandfreie Durchschnittsprobe zu erzielen, genügt eine 7-malige Durchmischung der Milch mit diesem Löffel. (Dtsch. tierärztl. Wschr. 41. 115—16. 1933. Riga [Lettland], Univ.) FRANK.

**Alexander Küster**, *Blutnachweis in der Milch mittels Benzidin*. (Dtsch. tierärztl. Wschr. 41. 174—75. 1933. — C. 1933. I. 1041.) H. WOLFF.

**British Thomson-Houston Comp. Ltd.**, London, übert. von: **Ralph Elton King**, Fort Wayne, *Verfahren zum Konservieren von Lebensmitteln*. Über die in einem Kühlraum befindlichen Lebensmittel wird mit einer Geschwindigkeit von 6—90 m pro Minute, vorzugsweise 9 m, ein Luftstrom von 2—7° u. einer relativen Feuchtigkeit von 80—85% im Kreislauf geleitet. Der Luftstrom passiert auf seinem Wege eine Kühlvorr., die abwechselnd nahe über u. unter dem Gefrierpunkt gehalten wird. An dem Kühler scheidet sich die überschüssige Feuchtigkeit u. dabei auch die unerwünschten Geruchsstoffe aus. (E. P. 398 735 vom 27/2. 1933, ausg. 12/10. 1933. A. Prior. 27/2. 1932.) JÜLICHER.

**Quaker Oats Comp.**, Chicago, übert. von: **Edward D. Shumway**, Lake Forest, *Verfahren zur Herstellung antirachitisch wirkender Getreideprodukte*. Getreide wird gereinigt, geschält u. event. geschrotet, aber nicht vermahlen u. nach Beseitigung jeglichen Staubes 10—30 Sekunden mit ultravioletten Strahlen bestrahlt. Das Getreide kann dann in beliebiger Weise, z. B. durch Vermahlen, Puffen u. dgl., aufgearbeitet werden, ohne daß ein Verlust an Vitamin D erfolgt. Die Bestrahlung von Mehl führt wegen der dabei auftretenden Staubentw. zu ungünstigen Ergebnissen. (A. P. 1 928 397 vom 13/4. 1929, ausg. 26/9. 1933.) JÜLICHER.

**Boyd Preble**, Long Beach, *Verfahren zum Salzen reifer Oliven*. Um eine schwarze, marktfähige Ware zu erhalten, werden die Früchte zunächst mit einer ca. 2%ig. Natronlauge übergossen. Hat die Lauge die Früchte durchdrungen, wird mit h. W. bis zur Neutralität gewaschen. Dann werden die Oliven in eine Pyrogallollsg. eingelegt (5 Min. bis mehrere Stunden je nach Qualität der Früchte), anschließend erneut mit einer verd. Natronlauge (ca. 1%) kurz behandelt, bis die Lauge gerade die Haut durchdrungen hat, nach Ablassen der Lauge einige Stunden der Einw. des Luftsauerstoffs ausgesetzt, dann bis zur völligen Beseitigung der Lauge mit W. gewaschen u. schließlich in üblicher Weise gesalzen. (A. P. 1 928 229 vom 3/8. 1931, ausg. 26/9. 1933.) JÜLICHER.

**Anthony R. Sanna**, Minneapolis, V. St. A., *Herstellung von halbbarem Milchpulver*. Man erwärmt Milch auf über 150° F, setzt Säure hinzu, um die Eiweißstoffe zu koagulieren, trennt die koagulierte M. ab u. löst sie in verd. NaOH. Das Prod. wird dann in üblicher Weise, z. B. unter Verspritzen in Pulver übergeführt. (A. P. 1 929 450 vom 8/5. 1931, ausg. 10/10. 1933.) SCHÜTZ.

**A. Philip Wright**, *Testing milk and cream*. Washington: Gov't Pr. Off.; Sup't of Doc. 1933. (42 S.) 16° pap., —.05.

**Handbuch der Lebensmittel-Chemie**. Hrsg. von Aloys Bömer, Adolf Juckenack, Joseph Tillmans. [8 Bde.] Bd. 2. Allg. Untersuchungsmethoden. Tl. 1. Berlin: J. Springer 1933. 4°.

2, 1. Physikal. Methoden. (IX, 536 S.) M. 66.—; Lw. M. 69.—.

## XVII. Fette. Wachse. Wasch- u. Reinigungsmittel.

**G. Paris**, *Das Klima und die chemischen Eigenschaften des Öles*. (Olii mineral., Olii Grassi, Colori Vernici 13. 136—37. 30/9. 1933. — C. 1933. II. 2763.) GRIMME.

**Colin H. Lea**, *Wirkung des Lichtes auf Fette*. Zusammenfassung der neueren Unters. (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 52. Trans. 146—49. 26/5. 1933.) SCHÖNF.

**Mitsuo Nakamura**, *Antioxydantien von Fetten und Ölen*. VII. *Wirkung von Terpenkohlenwasserstoffen, Alkoholen, Aldehyden, Ketonen, Säuren und Phenolderivaten auf die Oxydation von halbtrocknenden Ölen*. (VI. vgl. C. 1932. II. 1714.) Untersucht



wurde der Einfluß verschiedener Verbb. auf die Oxydation von *Sojabohnenöl*.  $\alpha$ -*Pinen* war ohne Wrkg. Terpenalkohole der Olefinreihe, arom. Alkohole u. arom. Terpene wirkten schwach antioxygen, mit Ausnahme der wirkungslosen Citronellol u.  $\beta$ -Phenyläthylalkohol u. des äußerst schwach antioxygen wirkenden *l-Menthols*. Äther einwert. Phenole, wie *Anethol*, *Diphenyloxyd* u. *Jara Jara Öl* wirken stark prooxygen, besonders das letztere. *Thymol* hatte stark antioxygene Wrkg. Derivv. zweiwert. Phenole mit einer OH- u. einer Alkyläthergruppe mit einem Propenyl- oder Allylrest verzögerten deutlich die Öxydation (untersucht an *Eugenol*, *Isoeugenol* u. *cis-Isosafroegenol*). *Safrol* wirkte als Antioxygen, *Isosafrol* beschleunigte stark die Oxydation. *Citronellal* ist ein schwaches Prooxygen, *Benzaldehyd*, *Vanillin* u. *Heliotropin* sind starke Prooxygene. *Campher* war unwirksam. Aromat. Ketone, wie *Acetophenon*, *Benzophenon* u.  $\alpha$ -*Ionon* beschleunigen die Oxydation in hohem Maße. Aromat. Säuren mit der Carboxylgruppe am Kern sind Prooxygene (*Benzoe-*, *Salicylsäure*), *Phenyllessigsäure* dagegen ohne Wrkg. — VIII. *Wrkg. von Terpen-KW-stoffen, Alkoholen, Aldehyden, Ketonen, Säuren u. Phenolderiv. auf die Oxydation von nichttrocknenden Ölen*. An *Tsubakiöl* wurden folgende Beobachtungen gemacht:  $\alpha$ -*Pinen* wirkt schwach prooxygen. Außer *Linalool* (schwach prooxygen) sind Terpenalkohole der Olefinreihe unwirksam. *l-Borneol* u. *l-Menthol* u. *Isopulegol* sind ohne Einfluß,  $\alpha$ -*Terpineol* wirkt schwach prooxygen. Aromat. Alkohole sind inakt. *Diphenyloxyd* ist unwirksam, *Anethol* wirkt prooxygen; *Thymol* ist ein starkes Prooxygen, *Jara Jara Öl* wirkt anfänglich als Pro-, später als Antioxygen. *Safrol*, *Isosafrol*, *Isoeugenol* u. insbesondere *cis-Isosafroegenol* verzögern die Oxydation, *Citronellal* wirkt schwach prooxygen. *Benzaldehyd* u. *Heliotropin* sind starke Prooxygene, *Vanillin* hat schwach antioxygene Wrkg. *Campher* ist ohne Einfluß, *Acetophenon*, *Benzophenon* u.  $\alpha$ -*Ionon* sind starke Oxydationsbeschleuniger. Aromat. Säuren sind ohne Wrkg. — IX. *Inversion der Oxydationskatalysatoren unter dem Einfluß der Fettart*.  $\beta$ -*Naphthol*, bekannt als ein starkes Antioxygen, wirkte auf Sojaöl unter gewissen Umständen als Prooxygen. Aus den mit Leinöl, Sojaöl u. *Tsubakiöl* ausgeführten Verss. ist zu ersehen, daß eine Umkehrung der Katalysatorwrkg. bei stark oxydativ wirkenden Katalysatoren selten beobachtet werden konnte, wohl aber bei den schwächeren. Im allgemeinen sind schwache Anti- oder Prooxygene für trocknende u. halbtrocknende Öle inakt. bei nicht trocknenden Ölen. Die Umkehrung der katalyt. Wrkg. bei starken Katalysatoren hängt sehr eng mit der JZ. des Öles zusammen. Ähnlich wie in bezug auf die Oxydation verhalten sich die Oxydationskatalysatoren gegenüber den Ölfarbstoffen. Wird z. B. ein Öl mit einer kleinen Menge eines Prooxygens, wie Benzaldehyd, Acetophenon oder Benzophenon versetzt u. belichtet, so wird es schon bei Raumtemp. entfärbt. Ein Antioxygen kann dagegen als Schutz gegen das Ausbleichen des Öles benutzt werden. Die Oxydationskatalysatoren erleiden bei Einw. auf das Öl ihrerseits weitgehende, durch Oxydation bedingte Veränderungen. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 36. 286 B—92 B. 1933. Tokio, Univ. [Orig.: engl.].)

**Charles F. Goldthwait**, *Einfache Methode zur Emulgierung von Ölen*. Vf. rührt das Öl mit einer starken Seifenlg., die 40%, kalkuliert auf Fettsäuren, enthält, an, u. zwar so, daß die Seife rund 5% des zu emulgierenden Öls ausmacht u. gibt das nötige W. ganz allmählich zu. Ist die Emulsion dünn, wird konz. Ammoniak u. schließlich der Rest des W. zugegeben. Als pH erwies sich 8,2—8,5 als richtig. Die erhaltene Emulsion ist sehr lange beständig. Vf. gibt eine Reihe weiterer Details über seine Verss. u. Erfolge u. zählt eine Reihe von Seifen u. Ölen auf, die er nach seiner Methode erfolgreich emulgiert hat. (Amer. Dyestuff Reporter 22. 589—90. 622. 9/10. 1933.)

SCHÖNFELD.

**M. Junker**, *Notizen über die Sojabohnenextraktion*. Extrahiertes Sojaöl wird durch Behandeln mit geringen Mengen W. ohne Elektrolytzusatz in der Wärme entschleimt u. das W. durch Vakuumhitzen oder besser Zentrifugieren entfernt. Der anfallende Sojaschleim mit 25% Öl- u. 10% Eiweißgeh. wird durch Salzbehandlung oder besser durch Benutzung von Schälzentrifugen, Zers. mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. Dest. in Öl u. lecithinhaltige Eiweißsubstanz getrennt. Besser gelingt die Aufarbeitung durch Extraktion mit Aceton o. dgl. (Allg. Öl- u. Fett-Ztg. 30. 492—95. Okt. 1933.)

FRIEDEMANN.

**Haruichi Ikuta**, *Untersuchung von japanischem Bienenuachs*. III. *Die Zusammensetzung der sogenannten Oxyfettsäuren*. (II. vgl. C. 1933. II. 3506.) Die Fettsäuren des Bienenuachs (180 g, F. 48,5—49°, NZ. 190,5 — aus 400 g Wachs) wurden als Äthylester im Hochvakuum dest. Die Fraktion Kp.<sub>2</sub> 180—200° wurde acetyliert u. nochmals der fraktionierten Vakuumdest. unterworfen. Verseifen der Fraktionen



Kp.<sub>115</sub> 185—196° ergab Fettsäuren vom F. 46—48°, NZ. 188—192. Zur Isolierung der Oxyssäuren wurde das Material mehrmals aus PAe. u. Lg. kristallisiert, wobei schließlich Kristalle vom F. 73,8—74,2° erhalten wurden. Ihre Zus. entsprach nicht der einer *Isooxymargarinsäure*, sondern der Formel C<sub>16</sub>H<sub>32</sub>O<sub>3</sub>. Die Säure wird als *Oxypalmitinsäure* bezeichnet; sie bildet 20%<sub>0</sub> der Gesamtsäuren u. ist im Wachs teilweise in freiem Zustande enthalten. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 36. 444 B—447 B. 1933. Osaka, Univ. [Orig.: engl.] SCHÖNFELD.)

**G. Knigge**, *Die Kunstwaxse und ihre Verwendung*. Übersicht unter Angabe der Kennziffern der neueren synthet. Waxse. (Seifensieder-Ztg. 60. 817—18. 8/11. 1933.) FLOCH.

**R. Krings**, *Über die Kernseifenherstellung*. Betrachtungen über den zweckmäßigen Fettansatz unter besonderer Berücksichtigung des Harz- u. Leimfettzusatzes. (Allg. Öl- u. Fett-Ztg. 30. 495—500. Okt. 1933.) FLOCH.

**R. Krings**, *Die Herstellung der Grundseifen zu Feinseifen nach dem Siedeverfahren*. Besprechung der einzelnen Vorgänge der Grundseifenherst. (Allg. Öl- u. Fett-Ztg. 30. 152—58. 194—99. 1933.) SCHÖNFELD.

**Oskar Hagen**, *Natriumthiosulfat zur Konservierung von Seife*. (Vgl. C. 1931. II. 3172.) Als Konservierungsmittel ist Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dem Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> überlegen. Nachteile des Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sind auf die Abspaltbarkeit von S zurückzuführen; so erklärt sich insbesondere die graue Färbung der kaltgerührten, mit Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> versetzten Seifen durch das Freiwerden von S. (Seifensieder-Ztg. 60. 523—24. 1933. Radebeul-Dresden.) SCHÖNFELD.

**H. Tatu**, *Analyse eines sulfonierten Ricinusöles*. Hervorhebung der wichtigsten, bei der Prüfung von sulfonierten Ricinusölpräparaten auszuführenden Analysen. (Rev. gén. Teinture, Impress., Blanchiment, Apprêt 11. 403—09. 483—91. 1933.) SCHÖNF.

**H. Deger**, *Die mikrobiologische Margarineuntersuchung, ihre wissenschaftliche Grundlage und Technik*. Besprechung der Ursachen des Verderbens von Margarine u. der bakteriolog. Prüfverf. (Margarine-Ind. 26. 189—91. 201—03. 1933.) SCHÖNFELD.

**Georges-Honoré Dupont**, *Verfahren zum Aromatisieren von Fetten, Ölen, Margarine u. dgl.* durch Zusatz eines Gemisches aus Weinsäure u. ihren durch Oxydation ihrer Alkoholfunktionen erhaltenen Derivv., z. B. *Dioxyweinsäure*. Die Säurefunktionen können ganz oder teilweise verestert sein. (F. P. 752 693 vom 29/6. 1932, ausg. 28/9. 1933.) JÜLICHER.

**Imperial Chemical Industries Ltd.**, London, **Wilfried Archibald Sexton** und **Denis Ward**, Manchester, *Verfahren zur Herstellung von Wachsalkoholen*. Waxse werden mit trockenem K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> oder mit einer äquimolekularen Mischung von K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> u. Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> verseift u. die Alkohole mittels überhitztem Dampf bei gewöhnlichem oder vermindertem Druck dest. (E. P. 398 807 vom 17/3. 1932, ausg. 12/10. 1933.) G. KÖN.

**Soc. An. des Matières Colorantes et Produits Chimiques de Saint-Denis** und **Jean-Paul Sisley**, Frankreich, *Sulfonierung und Kondensation von Oleyloleat mit höhermolekularen aliphatischen Alkoholen*. Aliphat. Alkohole, wie *Amyl-, Lauryl-, Stearyl-* u. *Oleinalkohol* werden mit Oleyloleat gleichzeitig sulfoniert u. kondensiert. Als Sulfonierungs- u. Kondensationsmittel dienen H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Monohydrat, Oleum u. ClSO<sub>3</sub>H. Die Prodd. haben ausgezeichnete *Reinigungswirkg.* u. sind dabei gegenüber Säuren u. den Härtebildnern des W. außerordentlich beständig. Bekanntlich bildet das Oleyloleat den Hauptbestandteil des Spermöls. — Z. B. werden 175 Teile Oleyloleat mit 75 Teilen Oleinalkohol u. 10 Teilen Essigsäureanhydrid gemischt, worauf diese Mischung unter Rühren langsam in 225 Teile 20%<sub>ig</sub>. Oleum bei Temp. unterhalb 0° eingetragen wird. Nach eingetretener W.-Löslichkeit des Rk.-Gemisches wird Eis zugegeben u. bei tiefer Temp. neutralisiert. Weitere Beispiele erläutern die gleichzeitige Sulfonierung u. Kondensation des Oleyloleats mit einem Cetyl- u. Amylalkoholgemisch, sowie mit Cetylalkohol allein. (F. P. 753 055 vom 23/3. 1933, ausg. 6/10. 1933.) EBEN.

**Chemische Fabrik Dr. Trost Nachf.**, Bad Ems, *Kontaktreinigungsmittel für Gegenstände mit einer Edelmetalloberfläche*, bestehend aus calc. Soda u. einer Umhüllung aus einem unedlen Metall, dad. gek., daß die Umhüllung aus dem unedlen Metall eine Folie ist, z. B. Aluminiumfolie. Die Metallfolie dient gleichzeitig als unedle Elektrode. Nach dem Entfernen der Umhüllung wird die Soda in der vorgeschriebenen Menge W. gel., die Metallfolie eingelegt u. mit dem zu reinigenden Gegenstand in Berührung gebracht. Nach kurzer Zeit sind die Schmutzstoffe entfernt u. es bedarf nur eines einfachen Nachspülens. (Schwz. P. 162 698 vom 27/7. 1932, ausg. 1/9. 1933.) M. F. MÜ.



R. F. Ludwig Wille, Eldena, Mecklenburg, *Leder für Reinigungszwecke*. Leder wird mit einer Mischung aus 75 Teilen einer 5%ig. Seifenlsg. u. 25 Teilen  $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3$  imprägniert. Das so imprägnierte Leder dient zum Reinigen von mit Öl beschmutzten Händen. (E. P. 398 695 vom 21/12. 1932, ausg. 12/10. 1933.) SEIZ.

## XVIII. Faser- und Spinnstoffe. Holz. Papier. Cellulose. Kunststoffe.

G. F. Dalenoord, *Materialien für Schlichte, Appretur und Druck*. (Text. Colorist 55. 671—74. 708. Okt. 1933. — C. 1932. II. 3805.) FRIEDEMANN.

Carl Heinz Fischer, *Der Patentschutz des Ölschlichteverfahrens*. 19 auf das Ölschlichten bezügliche in- u. ausländ. Patente sind besprochen. (Kunstseide 15. 392—95. Nov. 1933.) SÜVERN.

Mario Gallotti und Alberto Moggi, *Direkte Sulfonierung höhere Alkohole enthaltender Naturstoffe*. Zur Darst. eines Textilhilfsmittels wird folgendes Verf. vorgeschlagen: 10 kg Spermacetöl werden in 100 kg  $\text{C}_2\text{HCl}_3$  gel., die Lsg. auf  $-2^\circ$  abgekühlt u. langsam, zweckmäßig unter Rührung, 8 kg Chlorsulfonsäure zugesetzt. Die Rk. ist nach 48 Stdn. prakt. beendet. Die M. wird vorsichtig auf ein Gemisch von 100 kg Eis u. 50 kg W. gegossen, mit CaO neutralisiert u. das Lösungsm. mit Dampf abgetrieben. Es wird dann h. filtriert u. mit h. W. nachgewaschen. Durch  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Zusatz wird  $\text{CaCO}_3$  gefällt u. das Na-Salz des Sulfoctylalkohols durch Eindampfen im Vakuum gewonnen. Es stellt getrocknet ein gelblichweißes stark hygroskop. Pulver dar, das in Lsg. starke Schaumbldg. zeigt. Aus dem Rückstand der Fällung mit CaO läßt sich mit verd. HCl bei mäßiger Wärme Palmitinsäure gewinnen. Auch aus analogen Stoffen können Prodd. mit hoher Schaum- u. Emulgierwrkg. erhalten werden. (Ind. chimica 8. 1226. Okt. 1933. Mailand, BARZAGHI-Lab. f. chem. techn. Forsch.) R. K. MÜLLER.

W. Fehre, *Neu eingeführte Verbesserungen in der Herstellung saugfähiger Baumwolle*. Die Baumwolle wird zuerst auf einem ausgebrauchten Bleichbad, das NaOH, Na-Silicat,  $\text{H}_2\text{O}_2$  u. ein Netzmittel enthält, abgekocht u. dann bei  $80-90^\circ$  mit  $\text{H}_2\text{O}_2$  u. Na-Silicat gebleicht; bei sehr schmutziger Baumwolle wird erst ein Reinigungsbad mit Soda, NaOH u. einem Netzmittel gegeben. Passende Netzmittel sind *Tibalène NMS* u. *NED*. (Rev. gén. Teinture, Impress., Blanchiment, Apprêt 11. 737—39. Okt. 1933.) FRIEDEMANN.

I. Lipowski, *Verfahren zur Gewinnung des Delints*. Übersicht über die Möglichkeiten des Ersatzes von Baumwollinter durch *Delint*, den kurzfasrigen Haarflaum der Baumwollsamens, welcher als Abfallprod. bei der Gewinnung von Baumwollsamensöl entsteht. (Papier-Ind. [russ.: Bumashnaja Promyshlennost] 1932. Nr. 7. 49—51.) BERS.

—, *Kann die Yuccafaser die Baumwolle ersetzen?* Die Yuccafaser kommt infolge ihres Charakters als Bastfaser weder als Ersatz für Baumwolle, noch für die Cotonisierung in Frage; höchstens eignet sie sich als Ersatz für Sisal. (Z. ges. Textilind. 36. 531—33. 25/10. 1933.) FRIEDEMANN.

Guido Colombo, *Die Zusammensetzung der Seide in Beziehung zur Ernährung der Seidenraupe*. Es wurde untersucht, ob ein Unterschied hinsichtlich der Tyrosin- u. Tryptophanbldg. durch hungernde u. n. Seidenraupen besteht. Die bisher gewonnenen Ergebnisse lassen einen solchen nicht erkennen. (Boll. uff. R. Staz. sperim. Seta 3. 65. 1933.) HELLRIGEL.

G. van Iterson jr., *Biologische Einleitung zum Cellulosesymposium*. Röntgenographie u. Mikroskopie der Zellwand, die Doppelbrechungserscheinungen, die Beziehung zwischen der Fibrillenstruktur u. den mechan. Eigg. der Zellwand, Druck- u. Macerationsprobe (Quellungsbilder) u. die Struktur der trockenen Zellwand werden an Hand der Literatur ausführlich u. krit. besprochen. — Eigene mkr. Unters. über den lamellaren Bau u. die Streifungssysteme bei *Valonia*. Best. der Hauptbrechungsindices der ohne chem. Behandlung isolierten Fibrillen der Valoniawand ergab 1,533 u. 1,598; die trockene Wand ist also wahrscheinlich aus reiner Cellulose aufgebaut. — Von L. Corbeau aufgenommene Kurven der Abhängigkeit zwischen Doppelbrechung u. Brechungsindex der Imbibitionsfl. für *Ramie*, trocken u. naßgesponnene *Acetatseide* lassen sich nach der WIENERSchen Theorie erklären, wenn die trocken gesponnene Seide eine geringe positive, die naß gesponnene eine negative Eigendoppelbrechung besitzt. — Durch Ausspritzen von *Pektinlsg.* in A. + Ä. gewonnene Pektinfäden sind in Luft u. in Canadabalsam opt. negativ einachsig doppelbrechend, in W. werden sie kurz vor der Auflösung positiv einachsig doppelbrechend. Beim vorsichtigen



Schmelzen in Phenol einachsige positive Doppelbrechung; beim vorsichtigen Abkühlen des Phenols, derart, daß es noch gerade fl. bleibt, wird die Doppelbrechung negativ. Wahrscheinlich finden sich im Pektinfaden submikr. stäbchenförmige, in die Fadenrichtung gestellte Kristallite u. ein intermicellarer Stoff von mittlerem Brechungsindex. In durch Eintrocknen der Lsgg. gewonnenen Pektinplatten liegen die Kristallite wahrscheinlich parallel mit der Oberfläche der Platte, sind aber darin nicht weiter geordnet; bei *Cellophan* muß noch eine 2. Orientierungsrichtung angenommen werden. Die längste Achse des Indexellipsoids steht in den Pektinkristalliten  $\perp$  zur Stäbchenrichtung. Röntgenograph. Unters. von **W. G. Burgers** an Pektinpulver-, -fäden u. -platten bestätigen diese Annahmen. Die Röntgenogramme von *Cellophan* liefern Bilder wie die von TRILLAT bzw. ECKLING u. KRATKY bei gedehnten Filmen von Nitrocellulose bzw. Celluloseamylaxalat erhaltenen. (Chem. Weekbl. **30**. 2—19. 1933. Delft, Lab. f. Techn. Botanik.) KRÜGER.

**J. Böeseken**, *Einleitung über die Cellulose vom organisch-chemischen Gesichtspunkt*. Zusammenfassende Darst. der Erforschung der Cellulosestruktur mit organchem. Methoden. (Chem. Weekbl. **30**. 20—24. 1933. Delft.) KRÜGER.

**H. B. Kruyt**, *Die Cellulose vom kolloidchemischen Standpunkt*. Darlegungen über die Primärteilchen von Cellulose in Lsgg., Größe, Bau u. Eigg. der Cellulosemicellen u. anderes. (Chem. Weekbl. **30**. 24—26. 1933.) KRÜGER.

**J. B. Katz**, *Röntgenographische Einleitung zum Cellulosesymposium*. (Chem. Weekbl. **30**. 26—40. 1933.) KRÜGER.

**E. L. Selleger**, *Die Veränderung des Zellstoffes beim Mahlen in der Papierfabrik*. Das Mahlen ohne u. mit Verschleimung u. die Wrkg. der Schlcimbdg. auf die Eigg. des Papiers werden besprochen. Die Verschleimung ist nicht eine fortgesetzte Fibrillierung. Mikrophotographien im Original. (Chem. Weekbl. **30**. 44—46. 1933.) KRÜGER.

**L. de Weerd**, *Die Orientierung der Fasern im Papierblatt*. Röntgendiagramme von Papieren mit großen bzw. geringen Unterschieden der Eigg. in den beiden Hauptrichtungen zeigen einen deutlichen bzw. nur geringen Orientierungseffekt. Unters. von Papieren, die in Sieb- u. Filzseite gespalten worden sind, ergibt eine merkliche Orientierung in der Maschinenrichtung bei der zuerst abgesetzten Schicht, während die darüber gebildeten Faserschichten nur einen geringen Unterschied in der Orientierung in den beiden Hauptrichtungen aufweisen. (Chem. Weekbl. **30**. 46—47. 1933.) KRÜGER.

**J. G. Weeldenburg**, *Die Kolloidchemie des Viscosetherstellungsprozesses*. (Chem. Weekbl. **30**. 47—51. 1933. Arnheim, Lab. der A. K. Univ.) KRÜGER.

**H. L. Bredée**, *Die Kolloidchemie des Viscosospinnprozesses*. Das zonenweise Fortschreiten der kolloidchem. Koagulation u. Dehydratation u. der darauffolgenden chem. Umwandlung des Xanthogenatgels in Cellulose („Fixierung“) bei dem aus der Düse austretenden Viscosestrahl, sowie die Orientierung unter Spannung wird besprochen. Alle Faktoren, die die Gelatinierung beschleunigen u. die Fixierung verzögern, wirken günstig auf die Entstehung des Fadens; Sulfate erhöhen die Gelatinierungsgeschwindigkeit u. drücken das  $p_H$  der  $H_2SO_4$  u. damit die Fixierungsgrenze im Faden herunter. Best. der Trocken- u. Naßfestigkeit bei zunehmendem  $Na_2SO_4$ -Geh. im Spinnbad ergibt einen sprungweisen Anstieg bei 1,8-n.  $Na_2SO_4$ , ungefähr entsprechend dem Bisulfatverhältnis. Bei mit zunehmender Spannung gesponnenen Viscoseseidenproben nimmt die spezif. Doppelbrechung u. der Richtungseffekt in den Röntgendiagrammen mit der Spannung zu. (Chem. Weekbl. **30**. 51—54. 1933. Breda, Unters.-Lab der N. V. Hollandsche Kunstzijde-Industrie.) KRÜGER.

**L. A. van Bergen**, *Über die Kohäsion in der Kunstseidenfaser als Funktion ihres schichtenweisen Aufbaus*. Betrachtung der Geschwindigkeitsverteilung u. des Koagulationsverlaufes in verschiedenen Schichten des aus der Düse austretenden Viscosestrahls führt zu der Annahme, daß der Viscoseseidenfaden aus einer Haut mit stark gerichteten Micellen u. einem Kern aus prakt. nicht gerichteten Micellen besteht. Dieser Bau vermag verschiedene Eigg. des Fadens, insbesondere die Form des Belastungs-Dehnungsdiagramms zu erklären. (Chem. Weekbl. **30**. 55—58. 1933. Breda, Unters.-Lab. d. N. V. Hollandsche Kunstzijde-Ind.) KRÜGER.

—, *Mercerisieren von Kunstseide — Verhütung von Faserschäden*. In der Patentliteratur niedergelegte Verff. sind besprochen. (Kunstseide **15**. 390—92. Nov. 1933.) SÜVERN.

**Harold R. Rafton**, *Prüfmethode für Undurchsichtigkeit und Weiße von Papierstreichpigmenten*. (Paper-Maker Brit. Paper Trade J. **86**. Nr. 4. Techn. Suppl. 184—86. 2/10. 1933. — C. 1933. II. 1808.) FRIEDEMANN.



**James D'A. Clark**, *Methode zur Schätzung des Schmutzes in Zellstoff und Papier.* (Paper-Maker Brit. Paper Trade J. 86. Nr. 4. Techn. Suppl. 188—89. 2/10. 1933. — C. 1933. II. 2345.) FRIEDEMANN.

**Helge Aspelund und F. W. Klingstedt**, *Über die quantitative Bestimmung der Furfurazolzahl der Cellulose.* (Verss. von J. Lindberg.) Es wurde eine Methode zur Best. der Pentosane in Zellstoff auf Grund der Tatsache ausgearbeitet, daß Furfurol, nicht aber Oxymethylfurfurol, unter gewissen Bedingungen mit *m-Xylidin* Rotfärbung gibt. 1 ccm *m-Xylidin*, 5 ccm Eg., 1 ccm Standardlsg. aus Furfurol u. toluolgesätt. W. (1:50 000) u. 3 ccm toluolgesätt. W. werden zusammengegossen u. bei 15° aufbewahrt. Vom Furfuroldestillat des zu untersuchenden Zellstoffes werden 4 ccm mit toluolgesätt. W. versetzt, mit NaOH neutralisiert (der NaCl-Geh. der Standardlsg. muß derselbe sein wie der der Analysenfl.) u. auf 100 ccm verd. Verschieden große Mengen der Analysenfl. werden mit derselben Menge Xylidin u. Eg. versetzt u. mit W. auf 10 ccm gebracht. Bei 15° bleiben die Proben 20—30 Min. stehen. — Durch abermalige Dest. des Furfuroldestillats wird das die *Thiobarbitursäure* störende Oxymethylfurfurol zers., so daß sich diese Rk. (vgl. DOX u. PLAISANCE, J. Amer. chem. Soc. 38 [1916]. 2156) dann auch zur Furfurolbest. eignet. (Pappers-Trävarutidskr. Finland 1933. 682—83. 30. Sept. Åbo, organ. Inst.) HELLRIEGEL.

**British Celanese Ltd.**, London, **Harold Maximilian Hibbert und Robert Pierce Roberts**, Spondon, *Behandlung von Textilfasern, Fäden, Garnen u. dgl.* Zum Schmelzen oder Schlichten eignen sich hydrierte Fette oder Öle, die einen relativ hohen Geh. an Estern mittlerer Fettsäuren (Laurin- oder Myristinsäure) aufweisen, z. B. *hydrierte Kakaobutter* oder *Palmkernöl*. (E. P. 398 243 vom 11/3. 1932, ausg. 5/10. 1933.) BEIERS.

**Orianiburger Chemische Fabrik Akt.-Ges.**, Berlin-Charlottenburg, *Verfahren zum Glätten, Schlichten, Appretieren und Schmelzen von Textilfasern mit Phosphatiden (Lecithinen)*, 1. dad. gek., daß die *Phosphatide* (Lecithine) im Gemisch mit solchen flüchtigen organ. Lösungsmm. zur Anwendung gelangen, welche allein für die vorgenannten Zwecke ungeeignet sind. — 2. dad. gek., daß das Gemisch der Phosphatide (Lecithine) zuvor mit oder ohne Zuhilfenahme von Emulgierungsmitteln wasser-mischbar gemacht wird. — 3. dad. gek., daß dem Gemisch von Phosphatiden (Lecithinen) u. flüchtigen organ. Lösungsmm. noch andere *Fettstoffe, Wachse, Paraffine, Mineralöle* u. dgl. zugefügt werden. (D. R. P. 585 724 Kl. Sk vom 11/7. 1929, ausg. 10/10. 1933.) BEIERSDORF.

**Kalle & Co. Akt.-Ges.**, Deutschland, *Entschlichten und Reinigen von Textilgut.* Es werden hierzu *Amylasepräparate* verwendet, denen stickstoffhaltige Verb. bas. Natur, wie z. B. Amine, Di- u. Polyamine, Oxo- u. Oxyamine, Hydrazine, Hydroxylamine, gegebenenfalls in Form ihrer Salze, allein oder in Verb. mit anderen Aktivatoren, Stabilisatoren u. puffernden Substanzen zugegeben sind. Durch die Zugabe der Stickstoffverb. wird die Wirksamkeit der Amylasen verbessert. Beispielsweise verwendet man zum Ablösen einer stärkehaltigen Schlichte von Baumwollgeweben eine Lsg., die durch Lösen von 1 kg NaCl u. 20 g *Äthylendiaminchlorhydrat* in 1000 l W., Neutralisieren dieser Lsg. gegen Lackmus u. Zugabe von *Pankreasamylase* mit einem Geh. von 1000 Amylaseeinheiten (s. WILLSTÄTTER, WALDSCHMIDT-LEITZ u. HESSE, HOPPE-SEYLER, Z. physiolog. Chem. 126. 143ff.) bei 45—50° erhalten wurde. Andere geeignete Stickstoffverb. sind *Hydrazinsulfat, Triäthanolamin, Hydroxylaminchlorhydrat, Dimethylaminchlorhydrat, p-Phenylendiaminchlorhydrat*. (F. P. 753 728 vom 3/4. 1933, ausg. 23/10. 1933. D. Prior. 2/4. 1932.) R. HERBST.

**Waldemar Zänker**, Barmen, *Beschweren von Natur- oder Kunstseide.* Man behandelt die Seide zuerst in einem ein oder mehrere *Zinnsalze* enthaltenden Bade u. hierauf in einem oder mehreren Bädern, die kein Zinnsalz, sondern ein oder mehrere andere Beschwerungssalze enthalten, wie *Sb-, Al-, Fe-, Cr-, Mn-Salze*, wobei jedoch mindestens eines der Bäder auch ein *Mg-Salz*, z. B. *MgCl<sub>2</sub>*, enthalten soll. Dann findet eine Nachbehandlung in einem Fixierbad statt. Den Beschwerungs- oder Fixierbädern setzt man zweckmäßig *Thiophenole* zu. Auch empfiehlt sich eine Vorbehandlung der Seide mit *Harnstoff* oder Derivv. desselben u. *Aldehyden*, z. B. *Formaldehyd*. (E. P. 398 323 vom 25/7. 1932, ausg. 5/10. 1933. D. Prior. 23/5. 1932.) BEIERSDORF.

**Mariner & Hoskins, Inc.**, Chicago, Ill. und **Elton R. Darling**, Elgin, Ill., *Entfernen von Druckerschwärze aus Zeitungspapier etc.* durch Mahlen desselben mit einer Lsg. von NaOH u. Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> u. eventl. Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (pH der Lsg. 9,0—12,6) unter Zusatz eines Emulgierungsmittels, z. B. von Seife oder eines in W. l. sulfonierten KW-stoffs. Die



erhaltene Suspension wird durch ein Sieb filtriert, wobei die Cellulosefasern zurückgehalten werden, während die Füllstoffe u. Schwärze durchlaufen. Der Papierstoff wird wieder zu Papier oder Pappe verarbeitet. (A. P. 1 925 372 vom 14/11. 1931, ausg. 5/9. 1933.) M. F. MÜLLER.

**Industrie-Bureau Dr. Oskar Arendt**, Berlin, *Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Hohlkörpern aus Faserstoff durch Niederschlagen einer Faserstoffschicht aus Faserstoffwasser auf eine durchlässige Wand*, wobei die Bldg. der Faserstoffschicht unter gleichzeitig wirkendem Stoffwasserüberdruck u. Gas-, z. B. Luftunterdruck im Innern der Fabrikationsform (Siebform) erfolgt. Die Ansprüche betreffen das Verf. u. die Vorr. Dazu mehrere Zeichnungen. (D. R. P. 586 156 Kl. 54 e vom 6/7. 1929, ausg. 26/10. 1933.) M. F. MÜLLER.

**„La Cellulose Rosen“ Soc. An.**, Luxemburg, *Behandeln harzhaltigen Holzes für Holzbreiherstellung mit SO<sub>2</sub>*. Man behandelt Holzspäne ein oder mehrere Male mit Kalkmilch (0,5—2° Bé) vorteilhaft bei 80—90° während 4—5 Stdn. u. nachher nach Abziehen der Fl. mit gasförmiger SO<sub>2</sub>. Hierauf wird mit W. u. mit einer 1%ig. NaCl-Lsg. gewaschen. (Poln. P. 17 182 vom 23/7. 1931, ausg. 10/1. 1933. F. Priorr. 7/8. u. 25/11. 1930.) HLOCH.

**Mathieson Alkali Works**, New York, übert. von: **Robert Burns Mac Mullin** und **Wesley King Mc Cready**, Niagara Falls, *Behandlung von Cellulose*, um dieselbe zum Quellen, Pergamentieren oder Gelatinieren zu bringen, mit l. Alkalisalzen, z. B. NaJ, NaNO<sub>3</sub>, KJ oder NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> in fl. NH<sub>3</sub> gel. — Z. B. wird Cellulose in Breiform in eine Lsg. von 80 g NaNO<sub>3</sub> in 100 cem fl. NH<sub>3</sub> bei —34° bis +30° etwa 30 Minuten eingetaucht. Dabei wird eine gallertartige M. erhalten, die mit fl. NH<sub>3</sub> oder W. gewaschen wird. (E. P. 399 725 vom 27/3. 1933, ausg. 2/11. 1933. A. Prior. 25/4. 1932.) M. F. MÜ.

**Zellstofffabrik Waldhof** und **Walter Leupold**, Mannheim-Waldhof, *Verfahren und Vorrichtung zum Entfernen von Behandlungsflüssigkeiten aller Art, insbesondere Bleichflüssigkeit, aus mit veränderlicher Geschwindigkeit umlaufenden Fasermassen, insbesondere Zellstoff*, durch Abschleudern oder Abpressen an Filterflächen, dad. gek., daß die Behandlungsfl. an Stellen größter Umtriebsgeschwindigkeit abgeschleudert oder abgepreßt wird. Einige Unteransprüche betreffen das Verf. u. die Vorr. (Zeichnung). (D. R. P. 586 205 Kl. 55 c vom 15/3. 1931, ausg. 21/10. 1933.) M. F. MÜLLER.

**Hercules Powder Co.**, Wilmington, übert. von: **David R. Wiggam**, Kenvil. V. St. A., *Verfahren zur Reinigung von Nitrocellulose*, dad. gek., daß die Nitrocellulose in 50—95%ig. wss. Glycerin oder Glykol, das mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, (COOH)<sub>2</sub> oder H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> entsprechend einem pH-Wert von etwa 3,0 angesäuert worden ist, 3 Min. bis 3 Stdn. je nach dem Nitrierungsgrad auf 120—150° erwärmt wird. Anschließend wird ausgewaschen u. 1 Stde. in W. oder verd. NaOH gekocht. (A. P. 1 908 500 vom 12/2. 1929, ausg. 9/5. 1933.) ENGEROFF.

**Viscose Co.**, Marcus Hook, V. St. A., *Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide*. U. zu verhindern, daß die Spinnlsg. in der der Spinnpumpe folgenden bzw. an diese angeschlossene Druckausgleichskammer in turbulente Bewegung gerät u. sich dort, gegebenenfalls auch bei Stillstand der Spinnmaschine, Lösungsreste ansammeln, als deren Folge dann eine ungleichmäßige Seide erhalten wird, wird die Ausgleichskammer mit einer durch Luftdruck regulierten Gummimembran versehen u. direkt mit einer Filterkerze kurz über der Spindüse verbunden. (E. P. 395 333 vom 9/10. 1931, ausg. 10/8. 1933. A. Prior. 11/10. 1930.) ENGEROFF.

**N. V. Fabrik van Chemische Producten**, Schiedam, Holland, *Verfahren zur Herstellung von Kunstseide aus Acetylierungsprodukten unvollständig nitrierter Nitrocellulosen*, 1. dad. gek., daß derartige Nitrocellulose in Ggw. eines Schwefelsäurekatalysators bis zur völligen Veresterung von mindestens 91% acetyliert wird, daß nach beendeter Acetylierung lediglich das überschüssige Essigsäureanhydrid durch Zugabe einer ihm entsprechenden Menge von W. oder A. zerstört wird u. daß das Acetylierungsgemisch danach solange stehen gelassen wird, bis die Schwefelsäure in dem veresterten Cellulosemolekül durch Essigsäure zers. ist, worauf die so erhaltenen Lsgg. unmittelbar filtriert u. in einem Spinnbad versponnen wird. — 2. dad. gek., daß die in der Spinnlsg. enthaltene freie Schwefelsäure in an sich bekannter Weise durch Zugabe eines Neutralisationsmittels gebunden wird. (D. R. P. 586 228 Kl. 29 b vom 10/8. 1929, ausg. 19/10. 1933. Holl. Priorr. 24/8. 1928.) ENGEROFF.

**Bemberg S. A.**, Gozzano, Italien, *Verfahren zur Herstellung von Kupferoxydammoniak-Kunstseide* unter Anwendung eines Spinntrichters u. unter Wiedergewinnung des Ammoniaks u. Kupfers, dad. gek., daß die gebrauchte Fällfl. bei 40—70° unter



Vakuum gesetzt, durch Filtration von der dadurch abgeschiedenen, unl. Kupferverb. befreit u. das Filtrat wieder dem Spintrichter zugeführt wird. (Schwz. P. 162 112 vom 26/5. 1932, ausg. 16/8. 1933.) ENGEROFF.

**Bemberg Soc. An.**, Gozzano, *Enteisenen von Kupfersalzlösungen*. Die Lsgg. werden in Ggw. von alkal. wirkenden, O<sub>2</sub> abspaltenden Mitteln erhitzt. Die Erhitzung erfolgt z. B. mit Alkalisalzen der Übermangansäure. Das Verf. eignet sich besonders für die Aufarbeitung von Abwässern der Kupferkunstseidenfabrikation. (Hierzu vgl. D. R. P. 488 601; C. 1930. I. 2034.) (Schwz. P. 161 563 vom 26/5. 1932, ausg. 17/7. 1933.) DREWS.

**Chemical Holding Corp.**, übert. von: William F. Richter, Apollo, V. St. A., *Herstellung von matter Kunstseide*. Viscose wird in ein 30—45° w. Fällbad versponnen, das 5—7% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. 1,5—4,5% NiSO<sub>4</sub> enthält. (A. P. 1 899 725 vom 28/10. 1930, ausg. 28/2. 1933.) ENGEROFF.

**Henry A. Gardner**, Washington, V. St. A., *Matte Kunststoffe aus Celluloseestern*. Die Lsgg. bzw. Lösungsmm. werden mit einer hydrolysierbaren alkylierten Metallverb., z. B. Ti-, Zr-, Al-, Mg- oder Zn-Tetra- bzw. Diäthylat versetzt. Die Celluloseesterlsgg. lassen sich in bekannter Weise auf Fäden, Filme, Lacke von opalisierendem mattem Aussehen verarbeiten. Gibt man der Lsg. außerdem noch einen bas. Farbstoff zu, so werden die sich bildenden feinen Metallhydroxyde gefärbt; ein blauer Farbstoff vermag den gelblichen Ton der Faser zu kompensieren. (A. PP. 1 906 148 u. 1 906 149 vom 1/7. 1929, ausg. 25/4. 1933.) ENGEROFF.

**Du Pont Rayon Comp.**, New York, übert. von: Louis Maugé, Lyon, Frankreich, *Behandlung von Kunstseide*. Um den Glanz von Acetatseide bzw. solche enthaltenden Mischgeweben herabzusetzen, behandelt man sie zuerst mit einer 10—30%ig. Lsg. eines Leichtmetallechlorids, wie CaCl<sub>2</sub>, MgCl<sub>2</sub>, LiCl, u. hierauf mit einer h., nicht mehr als 1/10-n. Lsg. eines sauren Salzes, bzw. eines Salzes, das bei erhöhter Temp. hydrolyt. Zers. unter Bldg. einer sauren Lsg. erleidet. Für diese zweite Behandlungsstufe eignen sich in erster Linie Alkalibisulfate, ferner unter anderem Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, AlCl<sub>3</sub>, ZnCl<sub>2</sub>. (A. P. 1 927 412 vom 23/4. 1931, ausg. 19/9. 1933.) BEIERSDORF.

**British Celanese Ltd.**, London, *Behandlung von Kunstseide*. Um den Glanz von Kunstseide zu vermindern, behandelt man sie — zweckmäßig in Ggw. eines Quellschnitts — mit einer wss. Suspension eines unl. Salzes einer höheren Fettsäure, z. B. des Zn-, Al-, Ca-, Sr- oder Ba-Salzes der Stearinsäure, Oleinsäure, Palmitinsäure, Cerotinsäure. (E. P. 395 380 vom 14/1. 1932, ausg. 10/8. 1933. A. Prior. 23/1. 1931.) BEIERSD.

**British Celanese Ltd.**, London, *Behandlung von Textilstoffen aus Celluloseestern oder -äthern*. Die bei der Mattierung von Kunstseide u. dgl. mittels Dampf, h. Seifenlsgg. usw. häufig beobachteten Ungleichmäßigkeiten im Mattierungsgrad werden vermieden, wenn man die Kunstseide vor dem eigentlichen Mattierungsprozeß mit Lsgg. oder Emulsionen freier Fettsäuren, z. B. Ölsäure, behandelt. (E. P. 398 371 vom 1/12. 1932, ausg. 5/10. 1933. A. Prior. 1/12. 1931.) BEIERSDORF.

**British Celanese Ltd.**, London, und **George Holland Ellis**, Spondon, *Verminderung des Glanzes von Kunstseide*. Man verleibt der Seide unl. Titanverb. ein, indem man ein l. Titansalz, z. B. das Chlorid, Sulfat oder Thiocyanat, mit anorgan. oder organ. Salzen oder Basen auf den Fasern zur Umsetzung bringt, so daß sich eine unl. Titanverb. auf ihnen bildet. Will man Titanoxyd oder -hydroxyd auf den Fasern fixieren, verwendet man zur Umsetzung z. B. NH<sub>3</sub>- oder Alkali- bzw. Erdalkalihydroxyde; auch organ. Basen sind geeignet. Wenn unl. Titansalze erzeugt werden sollen, bewirkt man die Umsetzung z. B. mittels Alkalicarbonaten, -phosphaten, -silicaten oder -boraten, Alkali- oder Erdalkalisalzen geeigneter organ. Säuren, wie höherer Fettsäuren usw. Das l. Titansalz oder die zur Umsetzung erforderliche Komponente kann auch bereits der Spinnlsg. zugesetzt werden. (E. P. 391 772 vom 14/10. 1931, ausg. 1/6. 1933.) BEIERSDORF.

**British Celanese Ltd.**, London, **Reginald Henry Parkinson** und **Charles Wesley Addy**, Spondon, *Behandlung von aus Cellulosederivaten bestehenden Textilstoffen*. Man kann das Verf. des E. P. 343 121 (C. 1931. II. 1788) verbessern, wenn man dafür sorgt, daß die bei dem genannten Verf. zur Modifizierung des Glanzes verwendeten Dispersionen oder kolloidalen Lsgg. weißer anorgan. Substanzen schwach alkal. sind. Zu diesem Zweck setzt man ihnen Seifen, NH<sub>3</sub>, Borax oder Alkalicarbonate zu. (E. P. 391 497 vom 31/10. 1931, ausg. 25/5. 1933.) BEIERSDORF.

**Henry Dreyfus**, England, *Behandlung von Kunstseidenfäden*. Um Fäden aus Celluloseacetat oder einem anderen organ. Cellulosederiv. über ihre Elastizitätsgrenze



hinaus strecken zu können, behandelt man sie vor der Streckung mit einem *Ester* oder *Äther-Ester* eines *mehrwertigen Alkohols* in wss. Medium, wobei man dem Behandlungsmittel noch andere Lösungs- oder Quellmittel für das betreffende Cellulosederiv. zusetzen kann. Geeignet ist z. B. das *Monoacetat* des *Methylglykols*. (F. P. 742 736 vom 10/9. 1932, ausg. 15/3. 1933. E. Prior. 19/10. 1931.) BEIERSDORF.

**Henry Dreyfus**, England, *Behandlung von Fäden aus Celluloseestern oder -äthern*. Um Kunstseidenfäden über ihre Elastizitätsgrenze hinaus strecken zu können, behandelt man sie vor der Streckung mit einem mit einem organ. Lösungsm. (z. B. einem arom. KW-stoff) verdünnten *Ester* oder *Äther-Ester* eines *mehrwertigen Alkohols*, ausgenommen Mono-, Di- oder Triacetin. Geeignet sind z. B. die Ester oder Äther-Ester eines Alkylenglykols, wie das *Monoacetat* des *Methylglykols*. (F. P. 742 910 vom 17/9. 1932, ausg. 20/3. 1933. E. Prior. 19/10. 1931.) BEIERSDORF.

**British Celanese Ltd.**, London, **Henry Dreyfus**, London, **William Alexander Dickie**, **Donald Finlayson** und **Percy Frederick Combe Sowter**, Spondon, *Behandlung von Fäden aus Cellulosederivaten für die Herstellung von Kreppgeweben*. Man behandelt die Fäden vor der für die Kreppwrkg. erforderlichen Drehung mit sog. latenten Lösungsm. für das betreffende Cellulosederiv., d. h. solchen, die eine Schrumpfung des Fadens hervorrufen. Geeignet sind für diesen Zweck z. B. *Methylenchlorid*, *Chloroform*, *Tetrachloräthan*, *Dichloräthylen*, *Athylacetat*. Die Wrkg. dieser Stoffe kann durch Beimischung von Verdünnungsmitteln, wie *Benzol*, *Toluol*, *Xylol*, *Benzin*, *Tetrachlorkohlenstoff*, *Trichloräthylen* u. dgl. modifiziert werden. (E. P. 388 796 vom 22/8. 1931, ausg. 30/3. 1933.) BEIERSDORF.

**Masa G. m. b. H.** zur *Herstellung künstlicher Oberflächen*, Berlin (Erfinder: **Karl Eichstädt**, Berlin), *Bedrucken von Celluloidfolien*, 1. dad. gek., daß der Druck vor dem Polieren, insbesondere unmittelbar nach dem Hobeln der Folien, solange sie noch einen Teil ihres Lösungsm. enthalten, vorgenommen wird. Nach dem Bedrucken werden die Folien durch Pressen poliert. (D. R. P. 587 431 Kl. 15 k vom 12/8. 1932, ausg. 3/11. 1933.) GROTE.

**Visking Corp.**, Chicago, übert. von: **Julius Voss**, Wiesbaden, *Bedrucken von Cellophan*. Die Gegenstände aus Cellophan werden mit einer Ölfarbe bedruckt, getrocknet u. dann mit trockener Hitze von ca. 100° behandelt. (A. P. 1 929 394 vom 31/3. 1933, ausg. 3/10. 1933. D. Prior. 12/11. 1931 [?].) GROTE.

**Emanuel M. Hacker** und **David Usdan**, U. S. A., *Mustern von Cellophanpapieren* durch Aufbringen einer Lsg. von  $Al_2(SO_4)_3$  bzw. Alaun in h. W. auf gleichmäßig gefaltetes Cellophan. (A. P. 1 921 819 vom 20/12. 1932, ausg. 8/8. 1933.) BRAUNS.

**Lonza Elektrizitätswerke und Chemische Fabriken Akt.-Ges.**, Basel, *Verfahren zum Kaschieren von flächenartigen Gebilden, insbesondere von Druckschriften, Landkarten und Plakaten*, dad. gek., daß zum Kaschieren Cellulosederivatfolien, z. B. Celluloseacetatfolien, die mindestens auf einer Seite eine matte Oberfläche aufweisen, verwendet werden u. das Kaschieren ohne Anwendung von Klebmitteln lediglich durch starkes Pressen bei die Folien erweichender Temp. ausgeführt wird. Dazu mehrere Unteransprüche. (Schwz. P. 161 575 vom 14/7. 1931, ausg. 17/7. 1933.) M. F. MÜLLER.

**Bennett Box Co.**, Boston, übert. von: **Willis A. Boughton**, Cambridge, V. St. A., *Herstellung von Belagstoffen*. Eine durch starkes Rühren gewonnene Suspension von Cellulosefasern in W. wird mit entvulkanisiertem Kautschuk gut vermischt u. auf einem Metallsieb von W. befreit u. in Blattform gebracht. Zur Erhöhung der Klebkraft wird die so erhaltene M. mit einem Kautschuklösungsm., wie Bzl., angefeuchtet u. durch Verpressen oder Walzen auf die gewünschte Stärke gebracht, dann getrocknet, wobei das organ. Lösungsm. verdampft u. zurückgewonnen wird. — Bei der Verwendung von Celluloid als Bindemittel wird Celluloid in Pulverform der Fasersuspension zugesetzt u. Aceton als Lösungsm. verwendet u. wie oben verfahren. (A. P. 1 926 028 vom 15/9. 1926, ausg. 12/9. 1933.) SEIZ.

**Euböolithwerke A.-G. Olten**, Olten, Schweiz, *Fugenloser Unterlaßboden für Linoleum, Parkett usw.*, bestehend aus *Kork* u. einem schnell erhärtenden Bindemittel, z. B. einer Magnesitverb. Der *Kork* wird zweckmäßig imprägniert verwendet, indem man z. B. den *Kork* zunächst expandiert u. während des Expandierens mit einer Asphaltemulsion oder Hartpech vermengt. (Schwz. P. 161 505 vom 31/5. 1932, ausg. 1/7. 1933.) SARRE.

**Allgemeine Electricitäts-Gesellschaft**, Berlin, *Verfahren zur Herstellung von Zahnrädern für geräuschlose Getriebe bzw. eines Werkstoffes für solche*, 1. dad. gek., daß die in üblicher Weise mit Phenolformaldehydharz getränkten u. vorgetrockneten Faser-



stoffbahnen vor dem Pressen im Vakuum erwärmt werden. — 2. dad. gek., daß die Faserstoffbahn in fortlaufendem Zuge durch das das gelöste Phenolformaldehydharz enthaltende Gefäß u. dann durch den Trockenofen geführt wird, worauf nach erfolgtem Aufteilen der Stoffbahn eine weitere Trocknung im Vakuumofen erfolgt. — Durch die Vakuumbehandlung wird das Bindemittel an die Oberfläche der Bahnen befördert. Man erhält dann beim Verpressen der Bahnen besonders elast. Schichtkörper. (D. R. P. 582 798 Kl. 47b vom 1/4. 1925, ausg. 23/8. 1933. A. Prior. 8/4. 1924.) SARRE.

**Bendix Brake Comp.**, South Bend, Ind., V. St. A., übert. von: **Raymond J. Norton**, Washington, V. St. A., *Bremskörper*. In den aus Faserstoff, beispielsweise Asbest, bestehenden Bremskörper wird ein Stoff, der besondere Mischungskraft mit W. hat, z. B. Kieselgel, eingebettet, u. zwar in gleichmäßiger Verteilung oder an einzelnen Stellen. Dieser Stoff nimmt das etwa mit dem Bremskörper in Berührung kommende W. auf, so daß im übrigen die Bremsfläche trocken bleibt u. nicht ihre Griffigkeit durch das W. verliert. (A. P. 1 926 699 vom 27/2. 1929, ausg. 12/9. 1933.) HEINRICHS.

## XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

**Ch. Berthelot**, *Die Flotationsverfahren zur Reinigung von Feinkohlen*. Entw. in den letzten Jahren. Beschreibung der verschiedenen Apparaturen. Trocknung der Feinkohlen. Prakt. Ergebnisse, besonders aus niederländ. Anlagen. (Chim. et Ind. 30. 770—86. Okt. 1933.) SCHUSTER.

**R. G. Davies** und **R. A. Mott**, *Studien über die Koksbildung. X. Die Plastizität von Kohle*. (IX. vgl. K. 1933. II. 3938.) Blähen oder Deformation durch inneren Druck ist ebenso ein Kennzeichen für die Plastizität wie das nach Aufhören des Blähens zu beobachtende Einsinken eines auf der Kohlenschicht aufsitzenden Stempels. Best. der Endtemp. der Plastizität (Temp. der Wiederverfestigung) für frei expandierende Kohlen; diese Temp. liegt um so höher, je größer die Expansion durch das Blähen war. Unbelastete Kohlen spalten die flüchtigen Bestandteile leicht ab, die Temp. des Plastizitätendes liegt verhältnismäßig niedrig. Wird durch Belastung verhindert, daß die Kohlenbeschickung expandieren kann, dann werden die flüchtigen Bestandteile bis zum Wiederverfestigungspunkt in der Kohlenmasse zurückgehalten u. dann plötzlich abgespalten. Die Endtemp. der Plastizität liegt dann aber höher als für die unbelasteten Kohlen. Diese Zusammenhänge zeigen, daß der innere Gasdruck die primäre Ursache der Plastizität ist. Der zum Verhindern der Expansion erforderliche Druck liegt um so höher, je besser eine Kokskohle im allgemeinen ist. Die Temp. der plötzlichen Gasabspaltung aus einer belasteten Kohle fällt zusammen mit der Temp. des größten Widerstandes gegen Gasdurchgang, die von FOXWELL als Punkt der maximalen Plastizität angesehen wird, was nach den vorliegenden Unters. zweifelhaft ist. — Anhangsweise wird eine Arbeitsvorschrift zur Best. der Porosität u. der D. von Koks angegeben, die den Anteil der geschlossenen Poren berücksichtigt. (Fuel Sci. Pract. 12. 371—82. Nov. 1933. Sheffield.) SCHUSTER.

**S. G. Aronow**, *Eisen-Ammoniakverfahren zur Schwefelregeneration aus Kokereigas*. Es wurde laboratoriumsmäßig die S-Regeneration aus Kokereigas nach dem Naßverf. unter Anwendung von NH<sub>3</sub> statt Soda untersucht; die alkal. suspendiertes Fe(OH)<sub>3</sub> enthaltende Fl. wird beim Kontakt mit dem NH<sub>3</sub> u. H<sub>2</sub>S enthaltenden Gas H<sub>2</sub>S absorbieren: 2NH<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>S = (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S; 3H<sub>2</sub>S + 2Fe(OH)<sub>3</sub> = 2FeS + S + 6H<sub>2</sub>O; 3(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S + 2Fe(OH)<sub>3</sub> = 2FeS + S + 6NH<sub>4</sub>OH usw. Die Verss. wurden mit einem 25% H<sub>2</sub>S, 25% NH<sub>3</sub> u. 50% H<sub>2</sub> enthaltenden Gasgemisch ausgeführt. Die Absorptionsfl. enthielten 0—0,5% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 0,5% Fe als Fe(OH)<sub>3</sub> u. Teerwasser. Die Verss. waren sehr befriedigend, beim Arbeiten mit 3—4 Skrubbern kann das H<sub>2</sub>S gänzlich ausgewaschen werden; auch die S-Ausbeute ist befriedigend. Die Regeneration der Absorptionsfl. verläuft gut, vorausgesetzt, daß die Fl. eine Temp. von 50°, die Luft eine Temp. von 130 bis 200° hat; erforderlich sind pro kg absorbierten S bis 10 cbm Luft. Bei der Regeneration der Absorptionsfl. werden 20—25% NH<sub>3</sub> frei. (Koks u. Chem. [russ.: Koks i Chimija] 1932. Nr. 4. 42—48. Charkow, Kohleforschungsinst.) SCHÖNF.

**G. W. Kopelewitsch** und **A. I. Brodowitsch**, *Ursachen des Verderbens der Waschöle bei der Absorption von Benzol aus Kokereigas*. Unters. der Veränderlichkeit der Waschöle nach Erhitzen (von Solaröl) für sich u. in Ggw. von S, CuSO<sub>4</sub>, Phenolen, FeS, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>S + NH<sub>3</sub>, FeS usw. Die D. u. Viscosität eines phenolfreien Waschöles ist etwas niedriger als bei einem gewissen Phenolgeh. Bei Erhitzen steigt die D. u.



Viscosität des phenolhaltigen Öles etwas mehr als die des phenolfreien. Nach 85-std. Erhitzen ist der Geh. an freiem C im phenolhaltigen Öl erhöht, während sich dieser im phenolfreien Öl nicht verändert; demnach ist die Veränderung des Öles beim Erhitzen eine Folge der Verflüchtigung der leichten KW-stoffe u. der Verharzung der Phenol-Kresole. S wird beim Erhitzen mit dem Öl von diesem gel. u. addiert; phenolhaltiges Öl wird weitergehend verdorben als phenolfreies.  $\text{CuSO}_4$  zers. sich beim Erhitzen mit Waschöl zu  $\text{CuO}$ ,  $\text{SO}_2$  u. O u. wirkt auf das Öl oxydierend u. polymerisierend; hauptsächlich unterliegen die sauren Ölbestandteile der Polymerisation. Analog wirken  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ,  $\text{FeSO}_4$ ,  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  u.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Bei Einw. von FeS findet nur eine geringe Zunahme der D. u. Viscosität des Öles statt, bei einer gewissen Steigerung seines S-Geh.  $\text{NH}_3$  hat einen weit größeren Einfluß auf das phenolhaltige als auf das phenolfreie Öl. Auf Grund der Verss. muß für die Absorption phenolfreies Waschöl zur Anwendung kommen; die S-Reiniger sind vor den Bzl.-Skrubbern aufzustellen. Frisches u. gebrauchtes Öl gleicher D. verhalten sich gleich, so daß ein jedesmaliger Ersatz des Öles überflüssig ist; zu achten ist darauf, daß sich in der Apparatur keine Ndd. anhäufen. Solaröl bildet mit W. keine Emulsionen; bei einer Acidität bis zu 0,012%  $\text{SO}_3$  emulgiert es auch nicht mit Ammoniakwasser (bis 3%/); die Emulgierung nimmt zu mit der Acidität des Solaröles. (Koks u. Chem. [russ.: Koks i Chimija] 1932. Nr. 4. 35—42. Char-kow.)

SCHÖNFELD.

**R. Biayna Nicolau**, *Der Urteer oder Tieftemperaturteer*. Überblick über die Methoden der Tieftemp.-Dest., Zus., Eigg. u. Anwendung der erhaltenen Urteere nach Literaturangaben. (Quim. e Ind. 10. 276—79. Sept. 1933.) R. K. MÜLLER.

**G. Free**, *Über das Verhalten einer Urteerlösung bei der Dialyse*. Eine Lsg. von Urteer in Eg. wurde unter Benutzung von Dialysatormembranen aus Pergamentpapier (Schleicher u. Schüll Nr. 521) der fraktionierten Dialyse unterworfen; dabei wurden im Laufe von fast einem Jahr 6 Dialysate u. ein Dialysenrückstand erhalten. Nach Trennung der Einzelanteile vom Lösungsm. durch Dest. u. Behandeln mit überschüssiger Soda wurde mit Ä. extrahiert. Ausbeuten, D.D., Elementarzus. u. Verbrennungswärme der ätherlöslichen Teersubstanzen. Anreicherung von H u. C mit fortschreitender Dialyse. Ausbeuten u. Elementarzus. der ätherunl. Teersubstanzen. Zerlegung der Einzelanteile mit Aceton, Bzl. u. Bzn. nach KEPPELER u. HOFFMANN (vgl. C. 1933. I. 876); Feststellung des Geh. an Hartparaffin, Basen, Phenolen u. Neutralölen in den benzinlöslichen Anteilen. Der Geh. an Teerbasen geht durch einen Höchstwert für das 3. Dialysat. Anreicherung der Phenole im 1. Dialysat. Allmählicher Anstieg der Neutralöle mit fortschreitender Dialyse. Die Dialyse bietet eine neue Möglichkeit der Teerzerlegung. — In den Teerlsgg. wurden drei Zustandsmöglichkeiten nachgewiesen: der molekular- u. der kolloiddisperse Zustand u. die mechan. Aufschwemmung. (Brennstoff-Chem. 14. 401—04. 1/11. 1933. Bochum.) SCHUSTER.

**Hilding Bergström** und **Karl Cederquist**, *Trockendestillation von Holzteer*. (Vgl. C. 1933. II. 309.) Vff. untersuchen die einzelnen Fraktionen eines Dest.-Öles aus Stubbenteer nach Behandlung mit Lauge u. 80%ig.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (D., Kp., Flammpunkt, Viscosität, Verteerungszahl). Es werden erhalten: 3% Terpentinöl + leichtflüchtige Öle, 17% Brennole, 40% Schmieröle (Viscosität  $> 10^{\circ}$  E. bei 20°), 23% Retenfraktion (Kp. 220—260°), 13% sehr dickfl. Öl. Die Verteerungszahl der Schmierölfraction ist etwa 2. Die aus dem Öl nach Abtreiben von ca. 16, 29 u. 40% erhaltenen Rückstände zeigen hohe Asphaltzahl. (IVA 1933. 90—93. 1/10.) R. K. MÜLLER.

**I. Kligerman**, *Die Raffination von Petroleumdestillaten mit flüssiger schwefliger Säure*. Aus Leuchtöl lassen sich nach dem EDELEANU-Verf. bis zu 4% schwerer nichtklopfender KW-stoffe, geeignet als Bzn.-Zusatz, extrahieren. (Petrol.-Ind. Aserbaidshan [russ.: Aserbaidshanskoe nefljanoe Chosjaistwo] 1932. Nr. 5. 87—90. London.) SCHÖNF.

—, *Die gumartigen Substanzen in den Brennstoffen*. Besprechung der die Gumbldg. in Crackbenzin hervorruhenden Faktoren, der Mittel zur Hintanhaltung u. der Verf. zur Gumbest. (G. Chimici 27. 323—29. Sept. 1933.) HELLRIEGEL.

—, *Schmierfette, Fabrikation kaltgerührter Erzeugnisse*. Fabrikationsgang, Fabrikationseinrichtung u. Vergleich mit gekochten Erzeugnissen. (Chem. Trade J. chem. Engr. 93. 319. 3/11. 1933.) HLOCH.

**L. Sherdeva**, *Ceresinerzeugung aus Grosnyer paraffinischem Erdöl*. Ergebnisse der Verss. zur Ceresingewinnung aus dem Petrolatum, d. h. den Rückständen der Entparaffinierung von Zylinder- u. anderen Schmierölen. (Petrol.-Ind. Aserbaidshan [russ.: Aserbaidshanskoe nefljanoe Chosjaistwo] 1932. Nr. 5. 78—83.) SCHÖNFELD.



**André Léauté**, *Über die Alterung von Straßenbelägen auf Teerbasis*. (Vgl. C. 1933. II. 1629.) Vf. streicht präparierten Steinkohlenteer mit u. ohne Füllung auf Blechstreifen auf, erhitzt im Ofen bis zur Gewichtskonstanz, dann auf dem Sandbad auf 250°, biegt nach Abkühlung den Streifen über einen Dorn u. untersucht nach leichtem Abreiben u. Aufbiegen den Belag. Bei Teer allein wird merkliche Rißbildg. beobachtet, die bei Verwendung von 35% Kreidepulver als Füllmaterial noch erheblich stärker ist; eine gewisse Verbesserung wird in letzterem Falle durch Zusatz von 12% Bitumen (auf Teer berechnet) festgestellt. Völlig einwandfrei verhält sich ein Teerbelag, der 40% einer (zur Hälfte durch das 300-Maschensieb durchgehenden) Kohle mit langer Flamme u. 33% flüchtigen Bestandteilen als Füllung enthält. (C. R. hebdomadaire Séances Acad. Sci. 197. 751—52. 9/10. 1933.) R. K. MÜLLER.

**A. P. Schachno**, *Zur Methodik der Feuchtigkeitsbestimmung in Kohlen*. Kritik der zahlreichen, in Vorschlag gebrachten Methoden. (Koks u. Chem. [russ.: Koks i Chimija] 1932. Nr. 11. 65—73.) SCHÖNFELD.

**P. K. Ssakmin**, *Analyse von Kokereigas und seinen Fraktionen*. Um den durch geringe Temp.-Änderungen bedingten Fehler bei der Gasanalyse in der BUNTE-Bürette auszuschalten, wird folgende Arbeitsweise vorgeschlagen: In die Bürette werden 102 ccm Gas eingesogen, mit dem in der Bürette verbliebenen W. durchgeschüttelt, nach Öffnen des oberen Hahnes W. bis zur Marke zugegossen, 10 Min. stehen gelassen u. das Gasvol. abgelesen. Hierauf wird das W. aus der Bürette durch eine TISCHTSCHENKO-Flasche abgesogen, unter das untere Bürettenende eine Schale mit Absorbens gestellt, dieses in die Bürette eingesogen, mit dem Gas durchgeschüttelt, dann nach Absaugen des Absorbens das Neutralisationsmittel eingesogen u. mit dem Gas durchgeschüttelt, das gleiche dann mit W. wiederholt, der obere Bürettenhahn für 30 Sek. geöffnet u. nach 10 Min. das verbliebene Gasvol. abgelesen. Als Absorptionsfl. bei der Kokereigasanalyse wurden verwendet: für CO<sub>2</sub> 400 g KOH in 600 ccm W.; für Olefine 1 l 10%ig., mit Br<sub>2</sub> gesätt. KOH-Lsg.; als Neutralisator 10% KOH; zur O<sub>2</sub>-Absorption: für jede Absorption werden 30 ccm gesätt. Na-Hydrosulfittlg. in 10%ig. KOH bereitet, oder man vermischt 5 ccm 25%ig. Pyrogallol mit 25 ccm 40%ig. KOH; für CO: 200 g Cu<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> werden mit 250 g NH<sub>4</sub>Cl in 750 g W. geschüttelt, 400 ccm NH<sub>3</sub> (D. 0,91) zugefügt u. in einer mit Cu-Spirale versehenen Flasche aufbewahrt. Neutralisator: 10%ig. HCl. Analysengang: CO<sub>2</sub> wird mit 40%ig. KOH, Olefine mit Bromwasser, O<sub>2</sub> mit Pyrogallol oder Hydrosulfit, CO mit ammoniakal. Cu-Lsg. absorbiert, das NH<sub>3</sub> mit HCl neutralisiert. Es folgt die Best. von H<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> u. CH<sub>4</sub>. Sie erfolgt nach EGER durch fraktionierte Verbrennung über CuO bei 300 u. 800°; N<sub>2</sub> wird nach der Differenz bestimmt. Zur fraktionierten Verbrennung wurde ein App. konstruiert, der gewisse Mängel der RASSFELDSchen Methode beseitigt. Der Verbrennungsapp. besteht aus 2 Gasbüretten, einem Quarzrohr mit CuO u. einer Pipette mit Alkali. Statt einer gebogenen Capillare ist an die Pipette ein 300 mm langes Glasrohr von 3 mm Durchmesser angeschmolzen; dieses ist durch einen Kautschukschlauch mit der Bürette verbunden. (Koks u. Chem. [russ.: Koks i Chimija] 1932. Nr. 4. 31—34. Charkow, Kohlenforschungsinst., u. Leningrad, Hochdruckinst.) SCHÖNFELD.

**A. Guyer und R. Weber**, *Die Bestimmung kleiner Stickoxydmengen und ihre Entfernung aus Kokereigas*. Zur raschen Best. der in Kohlendest.-Gasen enthaltenen NO-Mengen (bis 0,2 pM) werden diese mit schwefelsaurer KMnO<sub>4</sub>-Lsg. oxydiert u. die durch das entstehende NO<sub>2</sub> in GRIESZSchem Reagens erzeugten Färbungen colorimetr. ausgewertet. Genaue Angabe der Arbeitsvorschrift; Aufstellung einer Tabelle zur Ermittlung der wahren NO-Gehh. — Feststellung der günstigsten Absorptionsbedingungen für Ferrosulfid u. eisenhydrathaltige Massen mittels NO- u. H<sub>2</sub>S-haltigen Stickstoffs. Vergleich der Aufnahmefähigkeit verschiedener Massen 2 (bis 5) pM werden als höchstzulässige NO-Gehh. angesehen, um eine gleichzeitige Abscheidung mit verzehrenden KW-stoffen (Cyclopentadien usw.) zu vermeiden. (Brennstoff-Chem. 14. 405—08. 1/11. 1933. Zürich.) SCHUSTER.

**Graham Edgar und George Calingaert**, *Schwefelbestimmung in Benzin*. Vff. beschreiben an Hand von Abbildungen, gegenüber der A. S. T. M.-Standardmethode, modifizierte Ausführungen der S-Best. mittels Lampen, bei denen die Durchführung u. Flammeinstellung während des Vers. geregelt werden kann. Auch die Absorptionsgeräte für das sich bildende SO<sub>2</sub> haben eine andere Form erhalten, um engsten Kontakt zwischen der durchgesaugten u. mit SO<sub>2</sub> beladene Luft u. der Sodalslg. zu erhalten. Dadurch, daß das Durchperlen der Luft durch die Absorptionslsg. vermieden wird u. damit jede Pulsierung aufgehört, brennt die Flamme ruhiger. Die Titration erfolgt



nicht wie bei der Standardmethode im Absorptionsgefäß, sondern in einer besonderen Flasche. Durch eine besondere Kaminausbildung glauben Vff., daß bei der modifizierten Methode Blindverss. sich erübrigen. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 2. 104—06.) K. O. MÜLLER.

—, *Kritik an den Klopfmeßmethoden in Verbrennungskraftmaschinen*. Zusammenstellung der Verbesserungsvorschläge, die von verschiedenen Raffinerien betreffs der Klopfmessung im C. F. R.-Motor gemacht worden sind, um zu Werten zu gelangen, die den prakt. Erfordernissen angepaßt sind. (Wld. Petrol. 4. 338—39. Okt. 1933.) K. O. MÜLLER.

**Eintracht, Braunkohlenwerke und Brikettfabriken, Neu-Welzow, N.-L., Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Braunkohlenbriketten** in Strangpressen, dad. gek., daß zur Verminderung der Reibung u. Abnutzung der Formteile ölarziges Schmiermaterial während des Verdichtungsvorganges unter Druck in den Formkanal zwischen Brikett u. Schwalbungen eingeführt wird. (D. R. P. 585 943 Kl. 80a vom 14/2. 1931, ausg. 13/10. 1933.) HEINRICHS.

**Stevan Ružička und Pavle Jovanović, Belgrad, Metallurgischer Koks**. Nicht oder schwach kokende Anthracit- u. Steinkohlen werden mit Teer vermischt u. zu Briketts gepreßt u. hierauf in üblicher Weise verkocht. (Jugoslaw. P. 9345 vom 12/3. 1931, ausg. 1/12. 1932.) SCHÖNFELD.

**Stevan Ružička und P. Jovanović, Belgrad, Metallurgischer Koks**. Die Kohle wird zwecks Abtreiben der flüchtigen Stoffe bei niedriger Temp. erhitzt u. dann bei hoher Temp. derart verkocht, daß etwa 2—3% flüchtiger Stoffe zurückbleiben. (Jugoslaw. P. 9931 vom 23/5. 1931, ausg. 1/4. 1933.) SCHÖNFELD.

**Koppers Co. of Delaware, Pittsburgh, übert. von: Alfred Dierschke, Essen, Trockenkühlen von Koks**. Vor die Kammern der Horizontalofenbatterie wird eine fahrbare u. mit Türen versehene Kühlkammer gebracht, in die der glühende Koks gedrückt wird. In der Kühlvorr. sind Wasserrohre nach Art eines Dampfkessels vorgesehen, die die Wärme aufnehmen u. zur Erzeugung von h. W. dienen. Zur besseren Ableitung der Wärme kann ein indifferentes Gas im Kreislauf durch den Koks geblasen werden. (A. P. 1916 718 vom 14/12. 1931, ausg. 4/7. 1933. D. Prior. 10/12. 1930.) DERSIN.

**Koppers Co., Pittsburgh, übert. von: Frederick W. Sperr jr., Pittsburgh, V. St. A., Kennzeichnung von Koks**. Dem Löschwasser von Koks sollen Stoffe zugesetzt werden, die ihn oberflächlich färben, so daß er dadurch als Markenware kenntlich gemacht wird. Man kann wasserlösliche Farbstoffe oder Aufschwemmungen unl. Pigmente, z. B. *Ultramarin, Preußischblau, Kalk, Eisenoxyd, Bronze, Al- oder Cu-Pulver* verwenden. (A. P. 1 928 214 vom 25/9. 1925, ausg. 26/9. 1933.) DERSIN.

**August Gümbel, Bochum, Verfahren zur Verwertung von reinem oder verdünntem Ammoniak u. Cl<sub>2</sub> unter Bldg. von NH<sub>4</sub>Cl durch Einleiten von Cl<sub>2</sub> in das gegebenenfalls in wss. gel. Form vorliegende NH<sub>3</sub> oder die NH<sub>3</sub>-haltigen Gase, insbesondere Kohlendestillationsgase**, dad. gek., daß die Einleitung zweckmäßig als Vorstufe bei der Gewinnung von NH<sub>4</sub>-Salzen mittels anderer fl. Säuren als HCl unter Bedingungen erfolgt, bei denen aus einem Teil des vorhandenen NH<sub>3</sub> u. dem eingeleiteten Cl<sub>2</sub> HCl-Gas bzw. HCl, n H<sub>2</sub>O entsteht. (D. R. P. 587 585 Kl. 12k vom 2/7. 1931, ausg. 6/11. 1933.) MAAS.

**Concordia-Bergbau A.-G., Oberhausen, Rhld. (Erfinder: Louis Nettlenbusch und Reinhard Schneider, Oberhausen, Rhld.), Verfahren zur Gewinnung eines hitzebeständigen Kohlenwasserstofföls als Nebenerzeugnis bei der Reinigung von Bzl. mit Schwefelsäure**, dad. gek., daß man sowohl die durch Verdünnen der Schwefelsäure mit W. in Ggw. des Bzl. ausgeschiedenen benzol- u. säureunl. Harzanteile wie auch die durch das Neutralisieren des Bzl. mit Lauge entstandene harzhaltige Zwischenschicht von dem Bzl. abtrennt u. den nach dem Abdest. des Bzl. hinterbleibenden Rückstand einer trockenen Dest. unterwirft. — Man erhitzt den Blasenrückstand u. erhält 65% eines stark benzolhaltigen Öles u. 35% Harzpech. Von dem Öl sieden 33% bis 200°, 60% bis 250° u. 90% bis 300°. Die von 200—300° übergelenden Anteile stellen ein hitzebeständiges KW-stofföl dar. (D. R. P. 588 048 Kl. 12 r vom 22/2. 1930, ausg. 11/11. 1933.) DERSIN.

**Jacob Meyer, Berlin-Lichterfelde, Verfahren zur Herstellung reiner Phenole aus Braunkohlenteer und Schiefernteer**, dad. gek., daß man den aus den Teeren gewonnenen alkal. Auszug oxydiert u. anschließend aus der alkal. Lsg. die vorhandenen Ver-



unreinigungen durch Einleiten von W.-Dampf bei höherer Temp., welche zuletzt mindestens 150° erreicht, abtreibt. — Z. B. werden 200 g *Braunkohlenurteerdestillat* (Kp. 185 bis 215°) mit 10<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. NaOH behandelt. Durch den alkal. Extrakt wird einige Stdn. k. ein Luftstrom u. dann unter Erhitzen bis auf 220° W.-Dampf geleitet. Der feste Rückstand ergibt beim Aufarbeiten 34 g *Kresol*. Die Oxydation kann auch mit NaClO vorgenommen werden. (D. R. P. 584 857 Kl. 12q vom 18/6. 1929, ausg. 25/9. 1933.)

NOUVEL.

**Gilbert Thomas Morgan und Alfred Edward John Pettet**, Teddington, England, *Reinigung von Phenolen und Neutralölen*. Urteeröl werden mit geringen Mengen CH<sub>2</sub>O kondensiert u. mit W.-Dampf dest. Z. B. erhitzt man 1 kg *Urteeröl* mit 10 g *Paraformaldehyd* in Ggw. von 10 ccn konz. HCl 30 Min. auf 100°, dest. mit W.-Dampf, trennt im Destillat die *Phenole* von den *Neutralölen* u. dest. im Vakuum. Wss. CH<sub>2</sub>O, Trioxymethylen, Methylal oder Hexamethylentetramin sind ebenfalls geeignete Mittel für die Kondensation. Statt HCl kann auch NaOH verwendet werden. (E. P. 397 847 vom 29/2. 1932, ausg. 28/9. 1933.)

NOUVEL.

**General Chemical Co.**, New York, übert. von: **Alfred Paul Thompson**, Long Island City, V. St. A., *Reinigung von Naturgas*. Zur Entfernung des H<sub>2</sub>S setzt man dem Gas eine zur Oxydation des H<sub>2</sub>S zu S ausreichende Menge Luft zu u. leitet es bei Temp. von 225—275° über aktivierten *Bauxit*, der Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. TiO<sub>2</sub> enthält, so daß der gebildete S gasförmig bleibt, kühlt das Gas im Gegenstrom zum Frischgas ab u. scheidet den S aus dem Gas in einem Filter ab. (A. P. 1 922 872 vom 22/12. 1927, ausg. 15/8. 1933.)

DERSIN.

**Arthur W. Lewis**, Pasadena, übert. von: **Oliver G. Bowen**, V. St. A., *Trennung von Gas und Öl*. Man leitet das aus Rohpetroleumquellen kommende Gemisch unter Druck in einen Zentrifugalseparator, aus dem die Öltröpfchen von der Peripherie u. die Gase vom Zentrum abgezogen werden. (Vorr.) (A. P. 1 917 792 vom 27/7. 1932, ausg. 11/7. 1933.)

DERSIN.

**Otto D. Lewis**, Seattle, V. St. A., *Gewinnung von Öl aus ölhaltigem Sand*, darin bestehend, daß durch ein in den Sand eingelassenes Dampfzuführungsrohr Dampf vermischt mit einer 10—15<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>-Lsg. eingeblasen wird u. das Öl durch besondere Abzugsrohre abgesaugt wird. (Can. P. 303 905 vom 27/11. 1929, ausg. 9/9. 1930.)

ENG.

**Julian A. Campbell**, Kalifornien, *Trennen von Flüssigkeiten aus Flüssigkeitsgasgemischen*. Es soll Öl aus Öl u. Dämpfe enthaltenden Gasgemischen, z. B. Erdgasen abgeschieden werden. Es werden Fangplatten benutzt, an denen die Fl.-Tröpfchen sich abscheiden u. in einen Sammelbehälter fließen, der sich automat. durch Schwimmventil entleert. Die zu reinigenden Gase werden zunächst auf größere Fangplatten geführt u. dann unter doppelter Richtungsänderung durch ein System von Fangplatten, die schräg hintereinander in Reihen auf Lücke angeordnet sind. Jede der Platten ist an beiden Seiten, dem Gasstrom zugekehrt, spitzwinklig umgebogen u. in den durch die Umbiegung entstandenen Taschen befinden sich Drahtnetze als Tropfenfänger. (A. P. 1 926 262 vom 12/2. 1929, ausg. 12/9. 1933.)

HORN.

**Texas Co.**, New York, übert. von: **Willie L. South und Charles T. Anne**, Port Arthur, V. St. A., *Regenerierung von Mineralölfiltern*. Um die bei dem Abfiltrieren von Absorptionserden aus Schmierölen eintretende Filterverstopfung zu beheben, wäscht man die Filterschicht zuerst mit *Bzn.* u. verdrängt dann letzteres mit *Gasöl* oder einem leichten *Schmieröldest.* (A. P. 1 925 824 vom 3/12. 1929, ausg. 5/9. 1933.)

DERSIN

**Atlantic Refining Co.**, Philadelphia, übert. von: **Edwin R. Birkhimer**, Philadelphia, *Zerlegen von Kohlenwasserstoffölen*. Die Öle werden durch Extraktion mit einem aromat. Aldehyd, insbesondere Benzaldehyd, in einen an paraffin. KW-stoffen u. einen an naphthen. KW-stoffen reicheren Anteil zerlegt. (A. P. 1 904 402 vom 15/5. 1931, ausg. 18/4. 1933.)

K. O. MÜLLER.

**Indian Refining Co.**, Lawrenceville, übert. von: **Francis X. Govers**, Lawrenceville, *Destillieren von Kohlenwasserstoffölen*. Das Öl wird aufwärts durch ein Rohrbündel gepumpt, dabei durch Diphenyldämpfe mittelbar erhitzt, u. dann gegen eine in einem Verdampferraum befindliche Prallfläche gespritzt. (A. P. 1 896 618 vom 5/11. 1928, ausg. 7/2. 1933.)

K. O. MÜLLER.

**Standard Oil Developement Co.**, Delaware, übert. von: **Ch. R. Ewing**, Toronto, und **Th. Montgomery**, Sarnia, *Destillation von Kohlenwasserstoffölen*. Das in Röhren erhitzte Öl wird zusammen mit W.-Dampf in einen seitlich am Rückstandsabscheider angeetzten, mit Prallplatten versehenen, als Verdampfer dienenden Behälter geleitet,



u. gelangt von dort unmittelbar in die Mitte des unter Vakuum stehenden Rückstandsabscheiders. (A. P. 1 904 213 vom 3/1. 1929, ausg. 18/4. 1933.) K. O. MÜLLER.

**Gasoline Products Co., Inc.**, Wilmington, übert. von: **Albert G. Davis**, Elizabeth, V. St. A., *Druckwärmespaltung von Mineralölen*. Das Rohöl wird in einer Rohrschleife unter Druck auf Spalttemp. erhitzt u. in eine liegende Spaltblase eingeführt, aus der das Öl unter Druckverminderung in einen Verdampfer eintritt, aus dem die Dämpfe zu einer Dest.-Kolonne gehen, während das C-haltige Rückstandsöl abgezogen wird. Das gebildete Gas wird von den kondensierten Leichtölen getrennt u. in die Fraktionierkolonne unter den Flüssigkeitsspiegel eingeführt. Dadurch soll die Trennung der Leichtöle begünstigt werden. (A. P. 1 922 528 vom 10/12. 1925, ausg. 15/8. 1933.)

DERSIN.

**Sigbert Seelig**, Berlin-Charlottenburg, *Verfahren und Vorrichtung zur Druckwärmespaltung von Kohlenwasserstoffölen*. Verf. zur Druckwärmespaltung von KW-stoffölen unter Verwendung einer Metallschmelze als Heizmittel nach D. R. P. 535 277, wobei das zu spaltende, vorteilhaft bereits vorgewärmte Gut von oben her zwischen mindestens zwei zweckmäßig leicht herausnehmbar u. abmontierbar in die Metallschmelze gesenkten Metallzylindern abwärts gedrückt, im unteren Teil des Druckbehälters aufgefangen u. durch eine von der Schmelze umgebene Rohrleitung hindurch am oberen Ende des Druckbehälters abgeführt wird, dad. gek., daß zu Betriebsbeginn die in dem Raum oberhalb der Schmelze vorhandene Luft nach Maßgabe der durch die Erwärmung bedingten Ausdehnung u. während des Betriebes das in diese Räume eingedrungenen Öl oder Gas sofort selbsttätig, etwa durch eine oder mehrere Rohrleitungen, nach dem Ölabzugsrohr abgeleitet werden. (D. R. P. 587 983 Kl. 23 b vom 31/8. 1930, ausg. 10/11. 1933. Zus. zu D. R. P. 535 277; C. 1931. II. 3292.)

DERSIN.

**Gyro Process Co.**, übert. von: **Adolph Frederick Spiehler** und **Cary Richard Wagner**, Illinois, V. St. A., *Crackverfahren*. Mineralöldampf wird in einer Rohrschleife auf Temp. von ca. 1100° erhitzt u. in eine Koks-kammer eingeführt, in die auf 450—500° vorgewärmtes Rohöl in solcher Menge eingesprüht wird, daß die Öldämpfe auf 750—900° F abgekühlt werden. In einem zweiten Kühlgefäß wird dann k. Rohöl in den Dampfstrom eingesprüht, so daß die Dämpfe auf Temp. unter 600° abgekühlt werden, worauf sie in eine Fraktionierkolonne eintreten, aus der die Leichtöldämpfe zur Kondensation geführt werden. Das Kolonnenrücklauföl wird in einer Rohrschleife aufgeheizt u. in einen Verdampfer eingeführt, in dem 95% des Öles in Dampf-form übergeführt werden, um danach zu den zuerst genannten Spaltrohren geleitet zu werden, während das Rückstandsöl als Kühlöl zum Einsprühen dient. Man erhält bei dem Verf. nur Leichtöle, Gase u. Koks. (Austr. P. 5481/1931 vom 22/12. 1931, ausg. 12/1. 1933.)

DERSIN.

**Fabrication Française de Produits du Lait**, Frankreich, *Herstellung eines Motor-treibmittels*. Man leitet ein Gemisch der Dämpfe von Alkohol u. Acetylchlorid über einen auf 200—250° erhitzten Katalysator, z. B. Ni oder Fe u. erhält ein Kondensat, das Triäthylmethan u. Trimethylmethan enthält. Läßt man auf den gleichen Katalysator ein Gemisch von Acetylen, H<sub>2</sub> u. Acetylchlorid oder Äthylenchlorid einwirken, so erhält man ein Kondensat, das aus KW-stoffen der C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>-Serie besteht. (F. P. 753 890 vom 5/8. 1932, ausg. 26/10. 1933.)

DERSIN.

**Hans Navratil**, Berlin, *Verfahren zur Selbstreinigung von Zündkerzen* u. ähnlichen Vorr., dad. gek., daß auf die mit den Verbrennungsprodd. in Berührung kommenden Isolatorfuß- u. Körpergasraumflächen zur Verhinderung des Verrußens katalyt. wirkende Überzüge aufgebracht werden. Solche Überzüge bestehen z. B. aus Metallen, wie seltenen Erden oder Erdmetallen, sowie aus Metalloxyden, wie CuO. Evtl. werden auch solche Stoffe als Überzüge benutzt, die die Ionisierung oder Elektronenemission im Gemisch erhöhen. Geeignete Stoffe sind z. B. Thor- u. Uranoxyd, Pt oder Metall-oxydkombinationen. Den Überzugsmitteln können auch schlecht leitende Verb. zugesetzt werden. (D. R. P. 585 260 Kl. 46 c<sup>3</sup> vom 8/9. 1931, ausg. 30/9. 1933.)

M. F. Mf.

**Maurice E. Barker**, Maryland, *Katalysator zur Oxydation von Kohlenoxyd in Auspuffgasen*. Zum Unschädlichmachen von Auspuffgasen von Verbrennungsmotoren wird eine Legierung benutzt, die aus Mn, Pb u. Cu besteht u. oberflächlich oxydiert ist. Man verwendet z. B. eine Legierung von 25% Mn, 10% Pb u. 65% Cu. Der Katalysator wird in Form von Röhren benutzt, durch die die zu reinigenden Gase geführt werden. (A. P. 1 903 803 vom 4/6. 1926, ausg. 18/4. 1933.)

HORN.

**Texas Co.**, New York, übert. von: **Ray F. Nelson**, Port Arthur, Texas, *Herstellung von Schneideölen*. Mineralöle mit einer Viscosität von mindestens 70 Sek. Saybolt bei



100° F werden unter Zusatz von beispielsweise 4—10% S bei etwa 350—450° F u. hohem Druck erhitzt. (A. P. 1 929 955 vom 13/12. 1930, ausg. 10/10. 1933.) RICHTER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung wertvoller Kohlenwasserstoffprodukte*, insbesondere *Schmieröle*. Feste oder fl. KW-stoffe werden mit etwa 10% Polymerisationsprodd. aus Isoolefinen, insbesondere Isobutylen, die ein Mol-Gew. über 1000 haben, versetzt. (E. P. 399 527 vom 4/3. 1932, ausg. 2/11. 1933.) RICHTER.

**Kodak Ltd.**, London, übert. von: **Kenneth Claude Devereux Hickman**, New York, *Schmiermittel*, bestehend aus Celluloseäthern u. -estern, wie z. B. Celluloseacetat, -propionat, -butyrat u. -laurat, vegetabil. Ölen, insbesondere Ricinusöl, oder Fisch- u. Mineralölen. (E. P. 398 936 vom 18/4. 1932, ausg. 19/10. 1933. A. Prior. 17/4. 1931.) RICHTER.

**Edeleanu G. m. b. H.**, Berlin, *Raffination hochviscoser Schmieröle nach dem Edeleanuverfahren*. Die Schmieröle werden zwecks Herabsetzung der Viscosität vor der eigentlichen Reinigung mit fl. SO<sub>2</sub> nach dem Gegenstromprinzip mit soviel SO<sub>2</sub> vermischt, daß zwar die Löslichkeitsgrenze der SO<sub>2</sub> in den Ölen erreicht wird, jedoch noch keine Trennung der Öle in Extrakt u. Raffinat stattfindet. (E. P. 398 992 vom 29/7. 1932, ausg. 19/10. 1933. D. Prior. 30/12. 1931.) RICHTER.

**Fernando Elosegui**, Spanien, *Herstellung von Teeremulsionen*. Der Teer wird unter Zusatz einer geringen Menge Wachs (bis zu 3%) u. Wollfett (bis zu 2%) geschmolzen, der Mischung wird eine h. kaust. Lauge zugesetzt, u. das Ganze wird mit einfachen Mitteln, z. B. einem Stock, an der Verwendungsstelle zu einer Emulsion verührt, die unverd. oder mit höchstens 5—10% W. verd. im Tränk- u. Mischverf. für Straßendecken oder mit stärkerer Wasserverdünnung zur Herst. von Asphaltmakadam im Straßenbau Anwendung finden kann. (F. P. 752 178 vom 9/3. 1933, ausg. 18/9. 1933.) HEINRICHS.

**Soc. An. des Établissements Jean François**, Frankreich, *Herstellung von Teer-Bitumenmischungen*. Es wird zunächst der Teer mit Kieselgur gemischt, die vorher mit W. getränkt ist. Wird dann unter ständigem Rühren das Bitumen hinzugesetzt, so ergibt sich eine stabile homogene Emulsion, die auch zur Tränkung nasser Chausseen anwendbar ist. Es wird z. B. Teer u. Bitumen im Verhältnis von 80 zu 20% verwendet. In der fertigen Mischung nimmt der Teer-Bitumenanteil 65% ein, die mit W. benetzte Kieselgur etwa 35%. (F. P. 751 956 vom 4/3. 1933, ausg. 13/9. 1933.) HEINRICHS.

**Hermann Plauson**, Darmstadt, Deutschland, und **Maurice Imer**, Genf, Schweiz, *Herstellung von Makadamstraßen*. Der zur Ausfüllung der Zwischenräume zwischen den Steinen dienende Mörtel besteht aus hydraul. Bindemittel mit pulverförmigen bituminösen Beimischungen u. Füllstoffen (Sand, feiner Splitt). Als Bindemittel ist z. B. geeignet eine pulverige Mischung von Kalk, Teer u. Zement, wobei der Teergeh. dieser Mischung nicht mehr als 15% ausmacht. Das Material wird zunächst trocken aufgebracht u. eingewalzt, dann mit W. angehäßt u. erneut gewalzt. Die Decke soll die Eig. einer Betondecke u. einer Asphaltdecke vereinigen. (E. P. 368 800 vom 5/11. 1930, ausg. 14/9. 1933.) HEINRICHS.

**William Griffiths**, London, und **Frank Foulger**, Purley, England, *Straßenbaustoff*. Ein bituminöses Bindemittel (Teer, Pech) wird mit einem inerten Füllstoff gemischt. Als solcher dient oxyd. Cyanitrückstand, wie er bei Fabrikationsprozessen als Abfallprod. gewonnen wird, insbesondere der oxyd. Rückstand, der bei der Cyan-gewinnung sich ergibt. Dieser besteht, abgesehen von dem Wassergeh., aus 11% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 20% CaO, 21% SO<sub>3</sub>, 4% FeCy<sub>6</sub> u. zusammen 10% CO<sub>2</sub>, S-Spuren, H<sub>2</sub>S-Spuren u. a. Das Bindemittel wird mit dem Füllstoff zusammen unter Rühren auf 102—135° erhitzt, was ohne Schädigung der Gesundheit der Arbeiter geschehen kann, da das FeCy<sub>6</sub> in Ggw. von Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. CaO u. in Abwesenheit anderer Cyanverbb. beständig ist. Das Prod. wird in Fässer gefüllt, wo es erstarrt. Es wird für die Herst. verschleißfester Straßendecken im Gemisch mit Schotter verwandt. Ein Zusatz von Harz verleiht den Decken Elastizität. (E. P. 397 864 vom 22/2. 1932, ausg. 21/9. 1933.) HEINRICHS.

**Giovanni Della Coletta**, Udine, Italien, *Verfahren zur Herstellung von Straßenbaustoffen* durch Bekleiden von Sandkörnern oder Steinchen mit Bitumen u. gesteinsmehlhaltigem Asphaltpulver, dad. gek., daß die Körner des zu behandelnden Materials nur bis auf etwa 45° erwärmt, mit fl. w. Bitumen vermischt werden, u. daß dann die nötige Menge von gesteinsmehlhaltigem Asphaltpulver in k. Zustand unter inniger Durchmischung der M. zugefügt wird, bis die Trennung sämtlicher Körner zu einer lockeren, nicht klebenden M. erzielt ist. — Die Klebwrkg. des Bitumens ist durch die Außenbestäubung aufgehoben, u. kommt erst beim festen Zusammenstampfen zur



Wrkg., indem sich dabei das Bitumen mit der asphaltartigen Bestäubungsmasse vermischt u. zu einem trag- u. bindefähigen Mörtel vereinigt. Der Baustoff kann daher ohne die Gefahr vorzeitigen Zusammenbackens lange gelagert werden u. er kann auf der Baustelle eingestampft werden, ohne daß dabei Erwärmungsvorr. oder Mischer noch erforderlich wären. (D. R. P. 586 423 Kl. 80b vom 25/2. 1931, ausg. 21/10. 1933.) HEINRICHS.

Carl Alexander Agthe, Zürich, *Verfahren zur Herstellung eines Straßenbaustoffes*. Hochschmelzende Erdöl- oder Naturasphalte werden mit zwischen 150 u. 400° sd. Fraktionen aus der Dest. von Kohle, Holz, Schiefer, Erdöl u. dgl. u. mit einem geringen Prozentsatz Kautschuk vermischt. Die Mischung ergibt einen Straßenbelag, der auch im Verkehr rauh bleibt. Der Kautschuk verkittet anscheinend die sich bildende poröse M. u. verhindert deren Versprödung u. zu schnelle Abnutzung. Beispiel: 810 kg Straßen-teer von niedriger Viscosität werden mit 40 kg einer 5%/ig. Lsg. von Kautschuk ver- setzt, hierauf werden 150 kg Erdölaspalt mit einem F. von 65—75° hinzugefügt. Unter Umrühren wird erwärmt, bis der Asphalt geschmolzen ist u. sich gleichmäßig in der M. verteilt hat. (Oe. P. 134 618 vom 28/11. 1930, ausg. 11/9. 1933.) HEINRICHS.

Uvalde Rock Asphalt Comp., San Antonio, Texas, V. St. A., übert. von: Glenn H. Alvey, San Antonio, Texas, *Masse für Straßendecken*. Nichtbituminöses Stein- material verschiedener, gegeneinander abgestimmter Korngröße wird mit einer wasser- freien Bitumenemulsion gemischt, bis diese die Mineralkörner umhüllt. Dann wird ein mit Hitze behandelte pulverisierte bitumenhaltiger Füllstoff, z. B. Asphaltstein, zu- gefügt u. unter Beigabe von W. das Mischen so lange fortgesetzt, bis sich eine homogene M. ergibt. Die M. ist lagerfähig u. wird k. aufgebracht. (A. P. 1 928 303 vom 9/3. 1932, ausg. 26/9. 1933.) HEINRICHS.

Anceau, Manuel du graissage. Bibliothèque Professionnelle. Paris: J.-B. Baillièrre et fils 1933. (336 S.) Cart.: 22 fr.

## XX. Schieß- und Sprengstoffe. Zündwaren.

A. J. Lukin, *Einige Angaben über den autokatalytischen Zerfall von Nitroglycerin*. In Anlehnung an das Verf. von ROGINSKI u. SSAPOSCHNIKOW (C. 1933. I. 1566) wurde der Einfluß von Katalysatoren auf den therm. Zerfall von Nitroglycerin (I) durch Messung der bis zur Explosion verstreichenden Zeit untersucht (Explosionszeit = E.Z.). Beim Erhitzen von I allein in zugeschmolzenen evakuierten Ampullen auf 165° wird eine vorübergehende Bldg. von braunem NO<sub>2</sub> beobachtet. Das gasförmige Zers.-Prod. besteht nach 2—2½ Stdn. aus 30% CO<sub>2</sub>, 22% CO, 37% NO, N<sub>2</sub>O, N<sub>2</sub> u. W. Bei 95—98° bzw. 70—78° wurde daneben die Bldg. von Oxalsäure festgestellt, wobei die CO-Menge auf 6% zurückging, die Menge an CO<sub>2</sub> u. NO dagegen anstieg (34 bzw. 52%). In Ggw. von Luft, N<sub>2</sub>O u. NO werden bei 155° gleiche E.Z. gefunden; O<sub>2</sub> dagegen beschleunigt wegen der vermutlichen Übertragung durch NO. Noch mehr wird die E.Z. durch steigende NO<sub>2</sub>- u. H<sub>2</sub>O-Mengen verkürzt (Temp. 110, 140, 150°); bei größeren H<sub>2</sub>O-Mengen tritt keine Explosion ein. Die Beschleunigung durch NO<sub>2</sub> ist geringer als die durch H<sub>2</sub>O; es wird vermutet, daß bei absol. Trockenheit NO<sub>2</sub> nur eine geringen Einfluß besitzen wird. Die Explosionen verlaufen selbst in Ggw. optimaler Katalysatormengen nie momentan. Die Aktivierungswärme wird für reines I zu 25 800 cal/Mol. berechnet; sie ist nur halb so groß wie bei einem monomolekularem Zerfall. Konz. oder H<sub>2</sub>O-freie H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bzw. KOH verkürzen die E.Z. sehr stark. Der Einfluß verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub> u. HOOC·COOH äußert sich in einer Begünstigung der Hydrolyse. (Chem. J. Ser. W. J. physik. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. W. Shurnal fitscheskoi Chimii] 3. 406—18. Leningrad, Staatsinst. f. chem. Physik.) BERSIN.

S. Roginski, *Über den monomolekularen Zerfall von Sprengstoffen*. Es wurde früher (C. 1932. II. 3664. 1933. I. 1566) vom Vf. gezeigt, daß Nitroglycerin u. Trotyl beim Entfernen der Zers.-Prodd. therm. in monomolekularer Rk. zerfallen, wobei die Konstante B der ARRHENIUSschen Gleichung  $k = B e^{-A/RT}$  Werte von 10<sup>20</sup>—10<sup>21</sup> erreichte. Ein Vergleich mit den Literaturangaben zeigt, daß ähnlich hohe Werte (10<sup>18</sup>—10<sup>27,5</sup>) auch für andere Explosivstoffe Geltung besitzen, was für die seinerzeit gegebene Deutung des Rk.-Ablaufs spricht. Die mit der Zers.-Temp. steigende Aktivierungswärme A beim Nitroglycerin deutet entweder auf eine Verlängerung der Rk.-Ketten, oder auf ein „Auftauen“ neuer Freiheitsgrade bei der Temp.-Steigerung. Zur Entscheidung sollte die starke Inhibitorwrkg. bei Kettenrkk. herangezogen werden;



eine solche wurde aber nicht beobachtet. Die photochem. Zers. von *Nitroglycerin*, *Tetryl* u. *Pikrinsäure* gelang nicht. Beim Elektronenbombardement (100 V bei 0°) des *Nitroglycerins*, das mit einer Spur KJ versetzt worden war, wurden pro Elektron 4—10 Moll. zerlegt, was gegen eine Kettenrk. spricht. (Chem. J. Ser. W. J. physik. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. W. Shurnal fisitscheskoi Chimii] 3. 419—24. Leningrad.)

BERSIN.

**Atlas Powder Comp.**, Wilmington, übert. von: **Sylvester B. Large**, Tamaqua, *Zündmasse*. Als Primärladung für Sprengkapseln werden Körper von der allgemeinen Formel  $C_nH_n + 2(NO_2)_n$ , u. zwar insbesondere Hexanitromannit vorgeschlagen. Dieser Körper soll wesentlich handhabungssicherer sein u. eine größere Initierfähigkeit aufweisen als Knallquecksilber. (A. P. 1 928 204 vom 15/12. 1930, ausg. 26/9. 1933.) JÜL.

**Atlas Powder Comp.**, Wilmington, übert. von: **Sylvester B. Large**, Tamaqua, *Zündmasse*. Um Primärladungen aus Nitrokörpern von der allgemeinen Formel  $C_nH_n + 2(NO_2)_n$  wie Hexanitromannit oder Nitroerythrit, event. im Gemisch, sicher zünden zu können, ist eine Zündmasse, die unter semi-explosivem Zerfall mit h., konz. Flamme verbrennt, notwendig. Es werden daher für die Pillen der elektr. Zünder chlorathaltige Zündmassen verwendet. Z. B. besteht die Zünderpille aus einem Kern aus Acetylenkupfer u. einer äußeren Schicht aus Kaliumchlorat u. Kohle, oder ein Kern aus Knallquecksilber ist mit einem Gemisch aus einem Nitrokörper, wie Tetryl, u. Chlorat überzogen, oder die Pillenmasse besteht aus einem Gemisch aus Knallquecksilber, Nitrostärke u. Chlorat. Zweckmäßig wird die Zündpille mit einem neutralen (Lack-)Überzug versehen, um Beeinflussungen der Primärladung zu verhindern. (A. P. 1 928 205 vom 15/12. 1930, ausg. 26/9. 1933.) JÜLICHER.

**Atlas Powder Comp.**, Wilmington, übert. von: **Sylvester B. Large**, Tamaqua, *Zündmasse*, bestehend aus einem Gemisch aus dem Nitrierungsprod. eines mehrwertigen Alkohols der allgemeinen Formel  $C_nH_n + 2(OH)_n$ , insbesondere Nitromannit, u. einem Nitrokörper, der weniger empfindlich ist als Knallquecksilber, insbesondere Nitromilchzucker, Nitropentaerythrittetranitrat, Tetryl. Das Mischungsverhältnis beträgt ca. 1:1. Zwecks Herst. eines gleichmäßigen Gemischs können beide Komponenten in Aceton gel. u. dann durch W. ausgefällt werden. Das Gemisch dient als Ersatz für Knallquecksilber u. ähnliche Initialsprengstoffe u. kann für sich allein oder zusammen mit einer Sekundärladung angewendet werden. (A. P. 1 928 206 vom 18/11. 1931, ausg. 26/9. 1933.) JÜLICHER.

**Atlas Powder Comp.**, Wilmington, übert. von: **Sylvester B. Large**, Tamaqua, *Zündmasse*. Als Primärladung für Sprengkapseln sollen Salpetersäureester von Disacchariden, insbesondere Nitromilchzucker allein oder vermischt mit geringen Mengen eines arom. Nitrokörpers, z. B. Tetryl, verwendet werden. Die Sekundärladung besteht vorzugsweise aus Nitromannit event. zusammen mit Tetryl. (A. P. 1 928 207 vom 18/11. 1931, ausg. 26/9. 1933.) JÜLICHER.

**Atlas Powder Comp.**, Wilmington, übert. von: **Sylvester B. Large**, Tamaqua, *Sicherheitszünder*. Zur Zündung von Primärladungen aus sicheren Initialsprengstoffen — Nitromannit, Nitromilchzucker u. dgl. — muß eine Zündmasse verwendet werden, die zwar genug Hitze entwickelt, um die Primärladung sicher zu initiieren, jedoch nicht genug, um das Hülsen- bzw. Innenhütchenmaterial zu schmelzen u. nur geringe Mengen Gas entwickelt. Folgende Mischungen sind brauchbar: Rauchloses Pulver (40%), K-Chlorat (20%), Rhodanblei (40%), oder 74% Selenpulver u. 26% Ba-Peroxyd, oder 40% Ba-Nitrat, 10% Magnesiumpulver, 25% Tetryl, 25% Bleihypophosphit. (A. P. 1 928 208 vom 29/8. 1932, ausg. 26/9. 1933.) JÜLICHER.

A. Th. Maass, *Biologie und Toxikologie der chemischen Kampfmittel*. (Gase, Dämpfe u. Zerstäubgn.) Bedingungen d. Wrkg., Pathologie, Krankheitszustände u. ihre Verhütg. Berlin: Junk 1933. (S. 231—296) gr. 8°. nn. M. 8.—

Aus: *Tabulae biologicae periodicae*. Bd. 3. (= *Tabulae biologicae*. Bd. 9.)

## XXI. Leder. Gerbstoffe.

**M. Bergmann** und **W. Hausam**, *Bericht über praktische Salzungsversuche im Jahre 1932*. Nach Anweisungen der Vff. wurden in verschiedenen deutschen Großstädten Konservierungsverss. an Kalbfellen durchgeführt, bei denen sich Salzungen mit reinem Steinsalz u. solche mit einem Gemisch von NaCl, 2% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> u. 3% Naph-



thaler gegenüberstanden. Stets stellten die genannten Zusätze einen sehr starken Schutz gegen Salzflecken u. Verfärbungen dar. Auch ein Zusatz von nur 1% Naphthalin neben 2% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> erwies sich als ausreichend. Bei einem Tastvers. mit 1% NaF traten überhaupt keine bakteriellen Schäden auf. Die Felle wurden meist nicht nur bei den Häuterverwertungen, sondern auch nach Ankunft in der Gerberei u. nach der Einarbeitung besichtigt. Weitere Besichtigungen erfolgten in der Reinmacherei, in der Falzerei u. nach Herst. des Fertigfabrikats. Die hierbei gewonnenen Eindrücke werden ausführlich wiedergegeben, der Umfang der Beanstandungen bei den einzelnen Vergleichspartien ist aus den tabellar. Gegenüberstellungen ersichtlich. (Ledertechn. Rdsch. 25. 100—102. 104. 114—16. Okt. 1933. Dresden, Kaiser Wilh.-Inst.f. Lederforsch.) SELIGSBERGER.

**R. W. Frey und I. D. Clarke**, „Nierenfett“ in schweren Häuten und Bodenleder. (Unter Mitarbeit von L. S. Stuart.) Auf amerikan. Unterleder treten in der Hautregion, die sich zu beiden Seiten der Rückenlinie über den Nieren befand, in steigendem Maße Fettflecken auf (vgl. C. 1933. II. 3226). Um der Ursache nachzugehen, wurden die Häute von ca. gleichaltrigen Hereford-Rindern aus Texas u. Michigan, die vor der Schlachtung 140 bzw. ca. 300 Tage zu Fütterungsverss. godient hatten, nach Übergabe an eine Lederfabrik halbiert u. nach einem bestimmten Plan verarbeitet. Vor der Einarbeitung u. nach beendiger (lohgarer) Gerbung oder Zurichtung wurden nach einem näher angegebenen Schema aus dem Kern u. am Hals Muster gezogen, deren Geh. an PAe.-I. Fett u. an Hautsubstanz bestimmt wurde. Es ergab sich, daß besonders starke Flecken auftraten, wenn die gesalzene, entfleischte u. abgeschorene, wasserfrei gemachte Haut im Kern 11% u. mehr Fett enthält, daß aber auch schon bei einem Fettgeh. von 5—8% Flecken entstehen, die der Handel als solche bewertet. Durch die Zurichtung, namentlich durch das Walzen, wird die Ausbreitung der Flecken über größere Hautflächen stark begünstigt. Die gruppenweise durchgeführten Fütterungsverss. sprachen für einen deutlichen Zusammenhang zwischen dem Auftreten der Fettflecken u. dem Ernährungsstand der Tiere. Mit einer Ausnahme wiesen die Häute nur, wenn die Tiere infolge reichlicherer u. nahrhafterer Kost eine besonders starke Gewichtszunahme zu verzeichnen hatten, einen sehr starken Fettgeh. auf, so daß später auf dem Leder Flecken zum Vorschein kamen. Zus. u. Geh. des Futters an Nährstoffen sowie sein Gesamtcaloriengeh. vgl. Original. Der länger dauernde Fütterungsverss. in Michigan zeigte stärkere Kontraste als der in Texas durchgeführte Vers.: bei ersterem hatten in der einen Gruppe 6 Tiere 270—312 kg zugenommen u. ungefähr parallel mit dieser Gewichtszunahme stieg der Fettgeh. in der Haut (die wie oben präpariert war) von 8,4 bis 21,9%; die 2. Gruppe umfaßte 2 Tiere, die im Mittel nur 212 kg zunahm; hier betrug der Fettgeh. in der Haut nur 2,6—4%. Weder in der Wasserwerkstatt noch während der Gerbung geht der Fettgeh. wesentlich zurück. In mehreren Versuchsreihen wurde untersucht, inwieweit Weich- u. Äscherzusätze die Entfernung von Fett zu begünstigen vermögen. In der Weiche bewirkte 1% (der Lsg.) NaOH einen Rückgang des Hautfetts um 76%, 01% NaOH u. 1% Na<sub>2</sub>S einen solchen um 33%, Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, Na<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, Triäthanolamin, A. + NaOH u. A. + Seife eine Abnahme um 20—22%. Im Kalkäschern war der Einfluß aller dieser Mittel auf die Entfernung des Fettes geringfügig. Die beste Wrkg., einen Rückgang von 8,3%, hatte ein Zusatz von Na<sub>2</sub>S (1,08 g/l + 12 g/l CaO auf 100 g gesalzene Haut). Durch Verb. einer w. u. k. Weiche wurden 8—9% Fett entfernt, durch nachfolgendes Äschern mit CaO bei 28—30° insgesamt 35—56%. Wahrscheinlich würde auch mechan. Auspressen der Häute infolge Freilegung des in den Hautzellen eingeschlossenen Fettes einen Rückgang des Naturfettgeh. bewirken. (J. Amer. Leather Chemists Ass. 28. 490—511. Okt. 1933. U. S. Dep. of Agricult., Bur of Chem. a. Soils.) SELIGSBERGER.

**J. S. Rogers**, Die Beseitigung von „Nierenfett“-Flecken auf Sollledern. Prakt. ist es sehr schwierig, schon in der Wasserwerkstatt oder während der Gerbung zu erkennen, welche Häute so viel Fett enthalten, daß es auf den aus ihnen hergestellten Ledern zur Fleckenbildg. kommen kann. Bei der Unters. fettreicher halbfertiger Leder wurden mittels PAe.-Extraktion in der Narbenschicht 3,7—7,55% Fett in fl. Zustand u. im Fleischspalt 15,3—21,6% halbfestes Fett (F. 38—40°) gefunden. Je stärker die Flecken auf fertigem Leder waren, desto mehr Fett wurde darin gefunden u. desto höher lag dessen F. Für fleckige Leder hat sich nach Vf. am besten folgende Behandlung bewährt, wenn hierbei die Flecken auch nicht ganz verschwinden. Die Leder werden 1—2 Tage bei 50° mit einer Fermentlsg. behandelt, die Bittersalz u. Glucose enthält, u. entweder unmittelbar darnach fertig zurichtet oder nochmals in eine Gerbrühe eingelegt.



Ausführliche Diskussion. (J. Amer. Leather Chemists Ass. 28. 511—25. Okt. 1933. Morganton, N. C., Int. Shoe Co.) SELIGSBERGER.

**Leopold Pollak**, *Die Fettung (das Einbrennen) von Riemenleder, Fettverteilung, Verwendung gehärteter Fette*. Bei der Unters. über den Einfluß gehärteter Fette auf die Fettung von Riemenleder fand Vf., daß von besonderer Bedeutung F., Viscosität u. SZ. der zur Einw. gelangenden Fettgemische sind. Durch Unters. der einzelnen Lederschichten (Narben, Mitte, Fleischseite) stellt Vf. den Fettgeh., sowie die physikal. u. chem. Eigg. der in den einzelnen Lederschichten enthaltenen Fette bzw. Fettgemische fest (Tabellen). (Gerber 59. 80—81. 89—90. 100—02. 10/11. 1933.) MECKE.

**Graton and Knight Co.**, Worcester, übert. von: **Robert W. Chandler**, Worcester, V. St. A., *Verfahren zum Imprägnieren von Leder*. Vegetabil. oder chromgegerbte Leder werden nach dem Auftrocknen mit einer auf 60° erwärmten Lsg. von Kunstharzen, z. B. Phenol- oder Harnstoff-Formaldehydkondensationsprodd. oder Glyptalharzen imprägniert. Nach dem Trocknen in Trockenräumen werden die Leder mit einer Heißplattenpresse gepreßt. An Stelle der Kunstharzlgg. können die Leder auch mit trocknenden Ölen imprägniert werden. (A. P. 1 930 158 vom 24/8. 1929, ausg. 10/10. 1933.) SEIZ.

**Chemische Werke vorm. H. u. E. Albert**, Amöneburg, *Verfahren zur Herstellung von Chromgerbstoffen* aus Mineralsäuren, Chromaten oder Bichromaten u. organ. Stoffen, dad. gek., daß die organ. Stoffe, insbesondere Blätter, durch stufenweisen Zusatz von Mineralsäuren u. Chromaten bzw. Bichromaten, sowie durch wiederholtes Erwärmen u. Abkühlen in Lsg. gebracht werden. — Z. B. werden 650 kg pflanzliches Abfallmaterial mit so viel W. angerührt, daß ein dünnfl. Brei entsteht. Dazu fließen unter ständigem Rühren 530 kg konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Die Aufschlammung wird sodann kurze Zeit auf höhere Temp. gebracht u. dann wieder völlig erkalten gelassen. Sodann wird in mehreren Einzelportionen 600 kg Na<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> in der Weise eingetragen, daß man nach dem jeweiligen Eintragen des Na<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> auf höhere Temp. erhitzt u. dann wieder erkalten läßt. Hierbei ist darauf zu achten, daß sich keine CO<sub>2</sub> entwickelt. Vor dem Eintragen der letzten 2 Portionen Na<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> werden weitere 50—100 kg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> unter Rühren zulaufen gelassen. Nach dem Erkalten wird filtriert, konz. u. event. zur Trockne eingedampft. (D. R. P. 587 724 Kl. 28a vom 25/9. 1931, ausg. 7/11. 1933.) SEIZ.

**Chil Medrowski**, Lodz, Polen, *Pulverförmiges Glasur- und Färbemittel für Schuhe* wird erhalten durch Eindampfen einer wss. Lsg. von 7—8% Borax nach Zusatz von 15—25% Schellack u. Farbstoffen. (Poln. P. 17 209 vom 27/3. 1931, ausg. 14/1. 1933.) HLOCH.

## XXII. Leim. Gelatine. Klebmittel usw.

**Fritz Hoyer**, *Gelatinefolien*. Bericht über die Herst. von Gelatinefolien u. Gelatine-kapseln. (Seifensieder-Ztg. 60. 551—52. 1933.) SCHÖNFELD.

**G. Herrera Galludo**, Spanien, *Klebstoff*, bestehend aus einer Mischung aus 100 g Terpentin, 150 g Gummilack, 30 g ZnO, 25 g Methylol. Derselbe dient zum Aufkleben von Buchstaben u. dgl., insbesondere auf Metall. (F. P. 751 683 vom 1/3. 1933, ausg. 7/9. 1933.) SEIZ.

**Swift & Co.**, Chicago, übert. von: **Edward F. Christopher** und **Frank L. De Beukelaer**, Chicago, Illinois, V. St. A., *Behandlung von Leim*. Durch Einw. von Formaldehyd unl. gemachte Leim u. Gelatine werden durch Behandlung mit Harnstoff wieder l. gemacht. (A. P. 1 895 447 vom 13/7. 1931, ausg. 31/1. 1933.) R. HERBST.

**Gehr. Thalheimer**, Deutschland, *Verfahren zur Herstellung eines streichflüssigen, alkalischen Holzleimes* mit einem Geh. an Kautschuk in dispergierter Form, dad. gek., daß zur Verhinderung des Leimdurchschlages eine streichfl. Mischung von W., Kautschuk u. Leimstoffen mit Alkali in den Grenzen von 0,1—8,5% Ca(OH)<sub>2</sub>, bezogen auf den Geh. an organ. Koll., versetzt wird, wobei die Gesamttrockensubstanz zwischen 15 u. 75% liegt. — Beispiele: 100 Gew.-Teile Casein (neutralisiert), 500 Gew.-Teile Latexkonzentrat (33% W.), 2 Gew.-Teile NaOH, 750 Gew.-Teile W. — 100 Gew.-Teile Pflanzeneiweißmehl (50% Protein), 1000 Gew.-Teile Regeneratdispersion (25% W.), 10 Gew.-Teile NaOH, 5 Gew.-Teile Ca(OH)<sub>2</sub>, 300 Gew.-Teile W. — 100 Gew.-Teile abgebaute Stärke, 150 Gew.-Teile Latex (50% W.), 1 Gew.-Teil NaOH, 150 Gew.-Teile W. — 100 Gew.-Teile Lederleim, 30 Gew.-Teile Latexkonzentrat (25% W.).



5 Gew.-Teile NaOH, 200 Gew.-Teile W. (F. P. 751 658 vom 28/2. 1933, ausg. 7/9. 1933. D. Prior. 7/3. 1932.) SEIZ.

**Henry G. Halloran**, Milton, Mass., V. St. A., *In Wasser unlöslicher Leim*. Leder wird mit dem darin enthaltenen Gerbstoff der Wrkg. von Druck u. Hitze in Ggw. von W. ausgesetzt. Es bildet sich ein Leim, der infolge der Wrkg. des Gerbstoffs in W. unl. ist u. der insbesondere geeignet ist zur Herst. von gegen W. widerstandsfähigen Körpern aus Faserstoffen, z. B. Wolle, Baumwolle, Seide, Kapok o. dgl. (A. P. 1 926 943 vom 9/4. 1932, ausg. 12/9. 1933.) HEINRICHS.

**Henry V. Dunham**, Bainbridge, N. Y., V. St. A., *Klebbemittel*. Zur Bereitung einer leimenden Lsg. einer trockenen Mischung aus einem alkalilöslichen Proteinmaterial, wie Casein, oder einem proteinreichen Mehl, Erdalkalihydroxyd u. einem alkal. reagierenden Alkalisalz wird eine wss. Kienölemulsion benutzt bzw. dem W. eine geringe Menge Kienöl zugesetzt. Der Zusatz des Kienöls bewirkt, daß das sonst beim Lösen der obigen Mischung auftretende lästige Schäumen hintangehalten wird. Zur Lsg. der Trockenmischung wird die ca. 2—3-fache Menge W. mit 1—5 % Kienöl verwendet. Z. B. werden 100 Teile einer Mischung aus 70 Teilen trockenem Casein, 10 Teilen Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 20 Teilen Ca(OH)<sub>2</sub> u. 3 Teilen NaF in 200 Teilen W., enthaltend 2 Teile Kienöl, unter Rühren gel. (A. P. 1 927 927 vom 10/7. 1929, ausg. 26/9. 1933.) R. HERBST.

**Henry V. Dunham**, Bainbridge, N. Y., V. St. A., *Klebbemittel*. Einen *Kalleim* erhält man durch Mischen einer Proteinsubstanz, die zum größten Teil in W. unl., aber in alkal. Lsgg. l. ist, eines Erdalkalihydroxyds, eines in Ggw. von W. mit dem Erdalkalihydroxyd sich umsetzenden Alkalisalzes u. *Elfenbeinnußmehl*. Z. B. besteht eine geeignete Mischung aus 60 Teilen Casein, 15 Teilen Ca(OH)<sub>2</sub>, 4 Teilen Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 4 Teilen NaF, 17 Teilen *Elfenbeinnußmehl*. 1 Teil dieser Mischung wird mit ca. 2 Teilen W. verrührt; nach 20 Min. ist eine dicke Creme entstanden. Die gekennzeichneten Mittel können mit Vorteil zum Leimen von Holz verwendet werden. (A. P. 1 895 979 vom 16/4. 1931, ausg. 31/1. 1933.) R. HERBST.

**Albert Benteli**, Bern, Schweiz, *Nitrocellulose enthaltendes Klebbmittel*, gekennzeichnet durch einen Zusatz an Harnstoff-Aldehyd-Kondensationsprodd. Beispielsweise verwendet man zur Herst. des Klebstoffes: 10 kg Kollodiumwolle, 1 kg Campher, 2 kg Dibutylphthalat, 2 kg eines Harnstoff-Formaldehydkondensationsprod. (Plastopal), 0,5 kg eines anderen Kunstharzes, 5 kg C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>, 3 kg Methanol, 4 kg Äthylglykol, 2 kg Butylacetat, 6 kg Dioxan, 8 kg Äthylacetat. Dieser Klebstoff dient insbesondere zum Verkitten von Glas. (Schwz. P. 161 052 vom 13/5. 1932, ausg. 16/6. 1933.) SEIZ.

**Charles Deluzenne** und **Victor Bouriette**, Frankreich, *Pulverförmige Kleb-, Anstrichmittel und Belagstoffe*. Leim oder Gelatine, ein nichtkoagulierender Stoff u. andere Zusatzstoffe, wie Farbkörper usw., werden in der Wärme in bekannter Weise vermischt u. sodann in der üblichen Weise vollständig entwässert, worauf die erhaltene, völlig wasserfreie M. pulverisiert wird. Die so erzeugten pulverförmigen Massen zeichnen sich durch eine gute Lagerbeständigkeit aus u. sind nach dem Verrühren mit W. sofort gebrauchsfertig. Z. B. kann man Prodd. der genannten Art aus 30% Leim u. 70% Infusorienerde, aus 10% Leim, 80% Bimsstein u. 10% Farbkörper u. aus 7% Leim u. 93% Schiefermehl bereiten. (F. P. 741 178 vom 9/11. 1931, ausg. 8/2. 1933.) R. HE.

**American Sealcone Corp.**, New York, übert. von: **Alexander Frieden**, New Rochelle, V. St. A., *Klebeverfahren*. Zum Aufkleben von mit Gelatineschichten versehenen Materialien, z. B. auf Papier, verwendet man eine mit Alkalien auf p<sub>H</sub> = 3,5 bis 5 eingestellte Lsg. eines 3-wertigen Metallsalzes (Fe-, Cr- oder Al-Salz), die auf die Gelatineschicht aufgetragen wird, worauf die Materialien miteinander verbunden werden. (A. P. 1 927 166 vom 14/11. 1930, ausg. 19/9. 1933.) SEIZ.

**Murk Jan Schoen**, Zaandam, Holland, *Kitt*. Kurz vor dem Gebrauch werden 2 homogene Massen miteinander verknetet, von denen die eine aus einem in W. unl. Carbonat, wie Ca-, Sr-, Ba- oder Mg-Carbonat, einem trocknenden Öl, einem mehrwertigen Alkohol, einem plast. Mittel, wie Seife u. gegebenenfalls noch einem Mineralöl, die andere aus Bleiglätte, W., einem Füllstoff, wie Infusorienerde u. einem plast. Mittel, wie Seife, besteht. Z. B. werden 10 Teile einer M. I mit 1 Teil einer M. II verknetet. M. I wird aus 100 Teilen Kreide, 14 Teilen rohem Leinöl, 2 Teilen gekochtem Leinöl, 0,6 Teilen K-Oleat u. 30 Teilen Glykol hergestellt, die M. II aus 2000 Teilen Bleiglätte, 67,5 Teilen Infusorienerde, 135 Teilen W. u. 135 Teilen K-Oleat. Der so gebildete Kitt eignet sich vor allem als *Glaserkitt*. (A. P. 1 903 709 vom 11/7. 1931, ausg. 11/4. 1933. Holl. Prior. 14/7. 1930.) R. HERBST.



**Alfred Dierauer**, Dübendorf, Schweiz, *Schlauchdichtungsmittel*. Dasselbe besteht aus 12 Teilen Asbest (fein u. grob), 2 Teilen feinem Korkschröt, 2 Teilen Ton u. 10 Teilen Klebstoff, zu einem dünnen Brei angerührt, mit einem Lösungsm. für den Klebstoff. (**Schwz. P. 162 153** vom 15/4. 1932, ausg 16/8. 1933.) SEIZ.

**Chemie und Technologie der Leim- und Gelatinefabrikation**. Mit e. Anh.: Sonstige Klebstoffe. Hrsg. von **Otto Gerngross** und **E. Goebel**. Dresden u. Leipzig: Steinkopff 1933. (XII, 535 S.) gr. 8°. M. 34.—; geb. M. 36.—.

## XXIV. Photographie.

**F. Chapuis**, *Eine neue Formel zur Darstellung der charakteristischen Kurve*. Vf. versucht die Schwärzungskurve unter Berücksichtigung verschiedener Einflüsse wie Entwicklungszeit, KBr-Geh. des Entwicklers, Lichtabsorption der Schicht usw. mathemat. darzustellen. Er geht dabei von dem Ansatz aus:  $D = D_m \cdot E / (E + E_0)$ , wobei  $D$  die D.,  $D_m$  die maximale D.,  $E$  die Exposition u.  $E_0$  die vor Gebrauch der Schicht vorhandene tatsächliche oder virtuelle Exposition bedeutet. Prakt. Anwendungen der Methode z. B. für die Empfindlichkeitsdefinition werden angegeben. (*Sci. Ind. photogr.* [2] **4**. 210—21. 249—56. 281—89. 313—20. Okt. 1933.) FRIESER.

**G. E. M. Jauncey** und **H. W. Richardson**, *Empfindlichkeit photographischer Filme für Röntgenstrahlen bei niedrigen Temperaturen*. Verschiedene Teile desselben Films wurden bei verschiedenen Temp. gehalten, u. es wurden die Belichtungszeiten bestimmt, die zur Erzeugung gleich starker Röntgenintensität erforderlich waren. Hieraus wurde berechnet, daß für eine gegebene Röntgenintensität die bei 103, 203 u. 293° K. erzielten Schwärzungen im Verhältnis 0,32:0,49:1,00 zueinander stehen. Extrapolation auf 0° K. ergibt 0,17 der Schwärzung bei Zimmertemp. — Die Verss. wurden mit einer effektiven Wellenlänge von 0,33 Å. angestellt (durch Absorptionsmessung bestimmt). Die Strahlen wurden in einer mit 55 kV Scheitelspannung betriebenen Röhre erzeugt u. passierten 1,065 cm Al. (*Physic. Rev.* [2] **44**. 328. 15/8. 1933. St. Louis, Missouri, WASHINGTON UNIV.) SKALIKS.

**Burt H. Carroll** und **C. M. Kretchman**, *Photographische Umkehrung durch desensibilisierende Farbstoffe*. (Vgl. C. 1933. II. 1291.) Vf. untersuchten die Umkehrung von vorbelichteten, desensibilisierten, photograph. Schichten durch Nachbelichtung mit spektral zerlegtem Licht. Es zeigte sich, daß die spektrale Empfindlichkeit der Umkehr-Rk. im direkten Zusammenhang steht mit der Absorption des mit dem Desensibilisator angefärbten AgBr. Der HERSCHEL-Effekt war bei nicht angefärbten Schichten zu vernachlässigen. Mit Safranin wurde je nach der KBr-Konz. Umkehrung oder n. Sensibilisierung erzielt. Zur Erklärung des Prozesses wird angenommen, daß die Umkehrung durch eine Oxydation des Photosilbers durch den im Licht aktivierten Farbstoff bewirkt wird u. in Analogie zu dem chem. wie photograph. entgegengesetzt verlaufenden Sensibilisierungsprozeß steht. (*Bur. Standards J. Res.* **10**. 449—64. April 1933.) FRIESER.

**Lüppo-Cramer**, *Zur Jodwirkung im Bromsilber*. Vf. beobachtete, daß bei sonst gleicher Herst. AgJ-freie Emulsionen grobkörniger sind als AgJ-haltige. Nach einer therm. Nachreifung schleieren AgJ-haltige Emulsionen früher als AgJ-freie, was als Reifungskeimbloßlegung gedeutet wird. (*Photographische Ind.* **31**. 972. 18/10. 1933. Jena, Inst. f. angew. Optik.) FRIESER.

**Raymond Davis** und **Gerald Kent Neeland**, *Ein Vergleich von verschiedenen Entwicklern und die Bestimmung der relativen Empfindlichkeit*. (Vgl. C. 1933. II. 485.) Vf. stellten fest, daß der als internationaler Standardentwickler vorgeschlagene p-Amidophenolentwickler ungünstiger ist als bestimmte Metholhydrochinonentwickler, da er einerseits den Durchhang der Schwärzungskurve vergrößert u. den Wert der Inertia nach höheren Belichtungen verschiebt, andererseits ist die Lsg. des Entwicklers übersättigt. Weiter wurde beobachtet, daß sich das Verhältnis der Empfindlichkeit bezogen auf Inertia u. auf einen Minimalgradienten (0,2) mit der Entwicklungszeit verändert. Die von LUTHER gefundene Beziehung, daß der Gradient an der Stelle der Inertia gleich dem halben Gammawert ist, wurde bestätigt. Es wurde versucht, diese Beziehung zu einer Verknüpfung der Empfindlichkeitsdarstellung nach der Inertia u. nach dem Minimalgradienten zu verwenden. (*Bur. Standards J. Res.* **11**. 379—407. Sept. 1933.) FRIESER.



**R. B. Forster und H. T. Hanson**, *Ein Beitrag zur Beziehung der Struktur zu den photographischen Entwicklungseigenschaften (Entwicklungsfähigkeit) von Verbindungen der Naphthalinreihe*. Vff. untersuchten eine große Reihe von NH<sub>2</sub>- u. OH-Deriv. des Naphthalins auf ihre Entwicklungsfähigkeit. Besonders geeignet erwiesen sich die 1-Amino-2-oxyverbb. Einige Verbb. besaßen auch ohne Alkali Entwicklungsfähigkeit. (Photographic J. 73. ([N. S.] 57.) 466—70. Nov. 1933.) FRIESER.

**Lucas**, *Beitrag zum Studium der Entwicklung*. Um Negative von einheitlichem Kontrast (1 : 30) zu erhalten, empfiehlt Vf. mit konstanter Entwicklungszeit, aber mit verschiedener, dem Kontrast des Objektes angepaßter Konz. des Entwicklers zu arbeiten. Die Beziehung zwischen Kontrast des Objektes u. Entwicklerkonz. wird für einen Metol-Hydrochinonentwickler angegeben. (Rev. franç. Photogr. 14. 320—24. 15/10. 1933.) FRIESER.

**L. Lobel**, *Die neue feinkörnige Emulsion für Pathé-Baby und die neue mechanische Entwicklungsmethode*. Vf. bespricht die Umkehrentw. von 9,5 mm Film in der Entwicklungsmaschine. Eine fehlerhafte Belichtung wird durch Variation der 2. Belichtung während des Entwicklungsprozesses ausgeglichen. (Bull. Soc. franç. Photogr. Cinématogr. [3] 20. (75.) 151—61. Juli 1933.) FRIESER.

**H. D. Russell und J. I. Crabtree**, *Verbesserung von alauhaltigen Fixierbädern durch Zusatz von Borsäure*. (C. 1933. II. 3375.) (Sci. Ind. photogr. [2] 4. 347—51. Okt. 1933.) FRIESER.

**K. Jacobsohn**, *Eine Lösung des Problems der Farbenphotographie und Farbenkinematographie*. Beschreibung des Gasparcolorverf., eines 2- bzw. 3-Farbenverf., das darauf beruht, daß 2 bzw. 3 photograph. Schichten, die für die entsprechenden Spektralgebiete sensibilisiert sind, übereinander auf einem Schichtträger aufgebracht sind. Die Schichten enthalten neben AgBr organ. Farbstoffe, die unter Vermittlung des photograph. Ag-Bildes an den belichteten Stellen proportional der Schwärzung des Ag-Bildes zerstört werden. Das fertige Mehrfarbenbild baut sich aus den verbleibenden Restfärbungen der einzelnen Schichten auf. Das Verf. besitzt anderen Methoden gegenüber den Vorteil der Zwangsläufigkeit der Anfärbung u. der genauen Passung der Teilbilder. Es kann sowohl für farbige Aufsichtsbilder, als auch für Kinokopien verwendet werden. (Photographische Ind. 31. 689—90. 19/7. 1933.) RÖLL.

**Bruno Claus**, Deutschland, *Herstellung photographischer Emulsionen*. Zur Erzielung feinkörniger Emulsionen werden bei oder nach der Herst. auf den gelatinearmen Emulsionsansatz durch Piezooscillographie erzeugte hochfrequente, mechan. Schwingungen (Ultraschallwellen) zur Einw. gebracht. Die Emulsionen werden während oder nach der Behandlung erhitzt. Die Einrichtung zur Erzeugung der oscillograph. Schwingungen wird beschrieben. (F. P. 752 847 vom 21/3. 1933, ausg. 30/9. 1933. D. Priorr. 29/3., 28/11. 1932, 23/1. 1933.) GROTE.

**General Electric Co.**, New York, übert. von: **Albert Narath**, Berlin, *Lichtofreier photographischer Film*. Der Film wird vor dem Aufbringen der z. B. aus C-Staub bestehenden Lichtschutzfarbe auf der Rückseite aufgeraut. (A. P. 1 929 254 vom 12/11. 1930, ausg. 3/10. 1933. D. Prior. 16/11. 1929.) GROTE.

„**Koh-I-Noor**“ **Pencil-Factory L. & C. Hardtmuth**, Budweis, Tschechoslowakei, *Färben von Silberbildern*. Zu dem Ref. F. P. 745 365; C. 1933. II. 2090 ist nachzutragen, daß zwischen dem Einfärben u. Bleichen des Ag-Bildes dieses mit einer gefärbten oder ungefärbten Kolloidschicht überzogen wird. (E. P. 398 644 vom 20/9. 1932, ausg. 12/10. 1933.) GROTE.

**Bela Gaspar**, Berlin, *Herstellung photographischer Farbstoffbilder*. Es wird auf Halogensilberemulsionen kopiert, die mit schwärzlichen oder schwarzen Farbstoffen angefärbt u. für Infrarot sensibilisiert sind. Durch Kopieren mit infrarotem Licht erhält man schwarze Bilder nach Entfernen der Farben an den Bild- oder Nichtbildstellen, ohne eine längere Belichtungszeit anwenden zu müssen. Als Farbstoffe werden genannt *Naphthylaminschwarz 4 B* u. *Diaminschwarz BO*, als Sensibilisator *Kryptocyanin*. Das Verf. eignet sich insbesondere für Vervielfältigung von Dokumenten. (F. P. 753 079 vom 23/3. 1933, ausg. 6/10. 1933. D. Prior. 24/3. 1932.) GROTE.

**Bela Gaspar**, Berlin, *Aufnahmematerial für Mehrfarbenphotographie*. Es sind farblose, lichtempfindliche Schichten, kombiniert mit lichtempfindlichen Schichten, die Filterfarbstoffe u. Farbstoffe zur Bilderzeugung enthalten, übereinander angeordnet. Die farblosen Schichten können farbstoffbildende Stoffe enthalten. Z. B. wird ein Zweipack verwendet, dessen vorderer Film blauempfindlich ist u. eine farb-



lose, aber farbstoffbildende Verb., z. B. einen Leukoester, enthält u. dessen hinterer Film rotempfindlich u. rotgefärbt ist. So wird die sonst übliche Vorschaltung besonderer Farbfilter überflüssig. (F. P. 753 061 vom 23/3. 1933, ausg. 6/10. 1933. D. Prior. 24/3. 1932.) GROTE.

**Carl Alstrup**, Kopenhagen, *Mehrfarbenkinofilm*. Der Rohfilm ist bildweise verschieden angefärbt, wobei einzelne Felder streifenweise (z. B. grün-blau) angefärbt sein können. Die Farben eines Feldes wiederholen sich innerhalb einer Serie. (E. P. 399 013 vom 13/9. 1932, ausg. 19/10. 1933.) GROTE.

**Armeno Secci**, Frankreich, Seine, *Mehrfarbenkinematographie*. Die Aufnahme der drei Teilfarbenbilder auf den Film findet durch zwei Objektive u. zwei im Winkel von 45° geneigte Spiegel, von denen der eine halb, der andere ganz versilbert ist, u. eine rotierende Filterscheibe mit drei Farbstreifen statt. Die Filterstreifen sind auf der Scheibe so angeordnet, daß bei der Drehung abwechselnd vor jedem Objektiv ein Farbfilter u. das dritte Farbfilter nur vor einem Objektiv zu liegen kommt, so daß auf dem Film zwei Teilbilder nebeneinander u. das dritte Teilbild darunter entstehen. Die Projektion des Films findet durch eine rotierende Scheibe mit drei Filtersektoren statt. (F. P. 753 682 vom 1/8. 1932, ausg. 21/10. 1933.) GROTE.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Projektion von Linsenrasterfilmen*. Unter Berücksichtigung der auf verschiedene Feuchtigkeitsverhältnisse zurückzuführenden Krümmung des in Längsrichtung geriffelten Films wird der Zwischenraum zwischen Dreifarbenfilter u. Film bei der Projektion größer gewählt als bei der Aufnahme. Hierdurch wird eine bessere Farbwiedergabe, insbesondere an den Rändern des Films, erreicht. (E. P. 399 428 vom 26/4. 1933, ausg. 26/10. 1933. D. Prior. 27/4. 1932.) GROTE.

**A.-G. für Filmfabrikation**, Berlin, *Herstellung von Tonbildfilmen, wobei die Ton- und Bildaufnahme gemeinsam entwickelt wird*, dad. gek., daß die Beleuchtung des aufzunehmenden Gegenstandes wesentlich härter gemacht wird, als es für die üblichen Filmaufnahmen gebräuchlich ist, u. zwar derart hart, daß bei einer für die Tonaufnahme optimalen Entwicklungszeit auf dem Bildnegativ die erforderlichen Bildkontraste vorhanden sind. (D. R. P. 586 440 Kl. 57b vom 22/2. 1931, ausg. 21/10. 1933.) GROTE.

**Franz Ehrenhaft**, Deutschland, *Herstellen von Tonbildfilmen*. Bild- u. Tonaufzeichnung werden auf getrennten Filmen aufgenommen, deren lichtempfindliche Emulsionen verschiedene Gradation haben, damit trotz gemeinsamer u. gleichlanger Entw. die dem Bild u. Ton entsprechenden Gammawerte erhalten werden. (F. P. 753 034 vom 23/3. 1933, ausg. 5/10. 1933. Oe. Prior. 24/3. 1932.) GROTE.

**Fernseh A.-G.**, Berlin, *Film für Fernkinematographie*. Um die Reflexionswrkg. des Films auf die lichtempfindliche Photozelle zu erhöhen, ist dem lichtempfindlichen Film Metall zugesetzt oder die lichtempfindliche Schicht ist auf einer Metallfolie, wie Al, angeordnet. (E. P. 398 858 vom 24/3. 1933, ausg. 19/10. 1933. D. Prior. 24/3. 1932.) GROTE.

**Masa G. m. b. H.** zur Herstellung künstlicher Oberflächen, Berlin, *Drucken möglichst naturgetreuer Marmormuster*, dad. gek., daß auf die zu verzierende Oberfläche zunächst eine Grundfarbe aufgetragen u. dann die aufeinanderfolgenden Übertragungen außer Register von einer photomechan. nach einem Negativ hergestellten Tiefdruckplatte oder -walze oder einer sonstigen ein Negativ druckenden Platte oder Walze erfolgen. (D. R. P. 586 449 Kl. 15k vom 16/3. 1928, ausg. 21/10. 1933.) GROTE.

**Druckerei und Kartonnagen vorm. Gebr. Obpacher A.-G.**, München, *Nachahmen von Edelholzmaserungen*. Nach photograph. Vergrößerungen kleiner Edelholzstücke werden photomechan. die drei Teilfarben-Rasterdruckplatten hergestellt u. auf diesen die Rasterpunkte zum Teil weggeätzt, so daß in den gedruckten Bildern die Unterlage durchscheint u. so die Maserung der Druckplatten mit der Maserung der bedruckten Flächen zusammenwirkt. (Holl. P. 30 710 vom 6/3. 1930, ausg. 15/9. 1933.) GROTE.

**Josef Maria Eder**, Rezepte, Tabellen und Arbeitsvorschriften für Photographie und Reproduktionstechnik. Unter Mitw. von Otto Krumpel. 14.—15. Aufl. Halle: Knapp 1933. (XXVII, 487 S.) kl. 8°. M. 8.80; geb. M. 9.60.