

# Chemisches Zentralblatt

1939. II. Halbjahr

Nr. 21

22. November

## A. Allgemeine und physikalische Chemie.

**W. I. Tschernjajew**, *Wasserstoffisotop der Masse 3*. Krit. zusammenfassende Übersicht. (Успехи Физических Наук [Fortschr. physik. Wiss.] 21. 466—476. 1939. Leningrad.) KLEVER.

**Vladimir Majer**, *Herstellung und Konzentrierung des radioaktiven Goldes*. Das radioakt. Isotop  $^{197}\text{Au}$ , das aus gewöhnlichem Au durch Einw. von langsamen (therm.) Neutronen entsteht, kann auf zweierlei Weise konz. werden. Um die aktivierten Atome (Ionen) am Platzwechsel mit den nichtaktivierten zu hindern, wählt man eine möglichst wenig ionisierbare Verb., also eine organ. oder stark komplexe. I: 50 g  $\text{Na}_3[\text{Au}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]$  (MÖLLGARDS „Sanocrysin“) wird 48 Stdn. in einem Paraffinblock mit Neutronen aus Rn + Be bombardiert. Die pulverige M. wird 4 Stdn. mit 5 g metall. Hg geschüttelt, dann in 3 Fraktionen zerlegt. Die größte spezif. Aktivität zeigt aus feinzerteiltem Hg gewonnenes Au. II: 1 ccm ca. 0,05-mol.  $\text{AuCl}_3$ -Lsg. wird mit einigen Tropfen konz. Oxalsäure schwach erwärmt. Diese Lsg. wird im Augenblick, wo sie aufhört, opt. leer zu sein, zu einer Lsg. von 10 bzw. 20 ccm stark alkal. (ca. 5-mol. NaOH)  $\text{AuCl}_3$  (0,05- u. 0,5-mol.) gegossen, wobei diese intensiv schwarz wird. Diese Lsg. wird im Paraffinblock der Einw. von Neutronen aus Rn + Be von mittlerer Intensität (ungefähr 400 Millicurie) 48 Stdn. ausgesetzt. Ein Teil des aktivierten Au geht dabei langsam aus dem Ionenzustand in den metall. koll. über u. koaguliert. Nach Zugabe von  $\text{AuCl}_3$  wird zentrifugiert u. die spezif. Aktivität mit dem GEIGER-MÜLLER-Zähler bestimmt. Verf. II ergibt ungefähr die 10-fache Aktivität (80 Stöße/Min./mg) wie Verf. I. (Chem. Listy Vědu Průmysl 33. 130—32. 10/4. 1939. Kopenhagen, Inst. f. theoret. Physik, u. Prag, Tschech. Techn. Hochsch.) ROTTER.

**A. H. W. Aten jr.**, *Künstliche radioaktive Stoffe als Indicatoren*. Zusammenfassung über die Anwendung radioakt. Isotopen zur Lsg. physikal.-chem. Probleme, wie der Umtauschrkk., wo bes. Halogene wegen ihrer kurzen Halbwertszeit ( $1/2$  Stde.) benutzt werden, sowie über ihre Verwendung in der Chemie der Lebensvorgänge, wo hauptsächlich P wegen seiner der Geschwindigkeit biol. Prozesse vergleichbaren Halbwertszeit (16 Tage) angewendet wird. So läßt sich mit Hilfe des radioakt. P die Zerfallsgeschwindigkeit der Phosphorsäureester im Blut auf 10% genau bestimmen. Durch Injektion radioakt. Ionen in die Blutbahn ist man in der Lage, den Verbrauch der einzelnen Organe an diesen Ionen festzustellen. (Chem. Weekbl. 36. 607—09. 9/9. 1939. Eindhoven, N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken.) STRÜBING.

**B. N. Cacciapuoti und F. Ferla**, *Anwendung des Radiokobalts zur Bestimmung der Löslichkeit seiner dreiwertigen Salze mit  $\alpha$ -Nitroso- $\beta$ -naphthol und  $\beta$ -Nitroso- $\alpha$ -naphthol*. (Vgl. C. 1939. II. 581.) 8,09 mg akt. Co (aus Fe durch Deuteronenbeschüßung im Cyclotron) mit der Halbwertszeit ca. 220 Tage wurden, je zur Hälfte in 1 l W. gelöst u. mit HCl auf  $\text{pH} = 1-1,1$  gebracht, bei 70° mit  $\alpha$ -Nitroso- $\beta$ -naphthol (I) bzw.  $\beta$ -Nitroso- $\alpha$ -naphthol (II) gefällt. Die Aktivitätsmessung des nach Abkühlung u. Filtration in der Mutterlauge verbliebenen Co ergab bei I eine Löslichkeit von 1,5 mg/l, bei II 0,17 mg/l an Co. Das Reagens II verdient also bei der gravimetr. Co-Best. den Vorzug, zumal bei Ggw. von Ni der Nd. bei obigem  $\text{pH}$  von diesem Metall frei bleibt. (Ann. Chim. applicata 29. 166—69. April 1939. Palermo, Univ., Inst. f. Mineralogie u. Physik.) DESEKE.

**Giuseppe d'Este**, *Umwandlungsgeschwindigkeit von Hypojodit in Jodat und Mechanismus der Reaktion*. In einer alkal. Lsg. von Jod + Jodid tritt zunächst eine Bldg. von Hypojodit ein, letzteres geht allmählich durch mol. Umlagerung des  $\text{O}_2$  in Jodat über. Die Rk.-Geschwindigkeit läßt sich volumetr. verfolgen, sie verläuft bimolekular. Einzelheiten durch die Formeln und Kurvenbilder des Originals. (Boll. chim. farmac. 78. 117—24. 15/3. 1939. Venedig.) GRIMME.

**G. F. Huettig**, *Die Zustände der aus einzelnen Oxyden und deren stöchiometrischen Gemischen bestehenden Katalysatoren, erläutert an dem System Zinkoxyd/Eisenoxyd*. 111. Mitt. in der Abhandlungsreihe über „Aktive Oxyde und Reaktionen fester Stoffe“.

Gleichgewichte u. Kinetik in organ. Systemen s. S. 3549—3553, 3557.



(110. vgl. C. 1939. I. 4562.) Zusammenfassender Vortrag über die Arbeiten des Vf. über akt. u. inakt. feste Stoffe, bes. über die Eig. der Gemische von Zinkoxyd u. Eisenoxyd (vgl. hierzu die nachst. Ref.). (Atti X Congr. int. Chim., Roma 2. 678—88. Mai 1938. Prag, Deutsche Techn. Hochsch.) KLEVER.

G. F. Hüttig, A. Zörner und O. Hnevkovsky, *Die Darstellung von neutralem Zinkcarbonat  $ZnCO_3$* . (Akt. Oxyde.) 112. Mitt. (111. Mitt. vgl. vorst. Ref.) Die Darst. von neutralem  $ZnCO_3$  gelingt auf 2 verschied. Wegen, jedoch nur bei strenger Einhaltung der Vers.-Bedingungen. Abweichungen von denselben führen zu  $ZnCO_3$ , dem mehr oder weniger bas. Carbonat beigemischt ist. Allg. gilt: Neutrales  $ZnCO_3$  entsteht bei möglichst niedriger Fällungstemp. u. nicht zu geringer Konz. der Ausgangslösungen. Der Alterungsprozeß des prim. gefällten, noch vorwiegend amorphen  $ZnCO_3$  muß entweder unter der Mutterlauge bei zunächst tiefen Temp. möglichst langsam vor sich gehen u. erst wenn geordnete u. größere Krystallaggregate vorliegen, wird auf Zimmertemp. erhöht oder unter  $CO_2$ -Druck auf Raumtemp. gebracht. 1. Zu 700 ccm auf  $3^{\circ}$  abgekühlter, 0,1-mol.  $ZnSO_4$ -Lsg., 300 ccm mit  $CO_2$  gesätt., ebenso gekühlter n.  $KHCO_3$ -Lsg. unter Rühren geben. 3—4 Tage bei Temp. unter  $10^{\circ}$ , weitere 2—3 Tage bei etwa  $20^{\circ}$  stehen lassen, bis sich der anfänglich voluminöse Nd. in einen feinen krystallinen Bodensatz verwandelt hat. Mit  $H_2O$  dekantieren, bis zur  $SO_4^{--}$ -Freiheit waschen. Bei Zimmertemp. oder bei  $130^{\circ}$  trocknen. Die Analyse entspricht dem reinen  $ZnCO_3$  (natürlich Smithsonit). Ein 1 Jahr im verschlossenen Gefäß gealtertes Präp. entspricht röntgenograph. dem natürlichen Smithsonit. Das frisch dargestellte Prod. weist gleiches Gitter, jedoch mit etwa 0,64% Gitteraufweitung auf. Zum Vgl. werden auch die völlig verschied. Diagramme des bas. Zn-Carbonats herangezogen. — 2. 10 ccm  $ZnCl_2$ -Lsg. (konz.) werden im Einschmelzrohr mit festem  $CO_2$  eingefroren, darüber festes  $KHCO_3$  in 4-fachem Überschuß gegeben u. 10 ccm  $H_2O$  u. etwas festes  $CO_2$  zugefügt. Das unter Kühlung geschlossene Einschmelzrohr wird so lange bei Zimmertemp. gehalten, bis der gesamte Inhalt aufgetaut ist, dann 2 Stdn. bei  $130^{\circ}$  erhitzt. Das so erhaltene  $ZnCO_3$  ist bes. rein. (Mh. Chem. 72. 31—41. Juni 1938. Prag, Dtsch. Techn. Hochschule, Inst. f. anorgan. u. analyt. Chem.) ERNA HOFFMANN.

Gustav F. Hüttig, *Die Zustände der Mischkatalysatoren in der Abhängigkeit von ihrem Mischungsverhältnis und ihrer Temperaturvorbehandlung, erläutert an dem System Zinkoxyd/Eisenoxyd*. 113. Mitt. über aktive Oxyde und Reaktionen fester Stoffe. (112. Mitt. vgl. vorst. Ref.) Aus Vers. über das Verh. der einzelnen Oxyde  $ZnO$  u.  $Fe_2O_3$  u. Gemischen derselben im wechselnden Mischungsverhältnis im Verlauf einer allmählich steigenden Erhitzung u. aus den dabei gewonnenen experimentellen Ergebnissen über die Änderung der magnet. Suszeptibilität, der Sorption von Farbstoffen, der katalyt. Wirksamkeit gegenüber dem Stickoxydzerfall u. den rechner. ermittelten Werten für die Änderung des Vol. breiter u. schmaler Capillaren in den Substanzen, der Qualität u. Quantität schlechter bzw. besser sorbierender Stellen (vgl. 110. Mitt.) werden folgende Schlüsse gezogen: In Gemischen mit relativ kleinen Mengen  $Fe_2O_3$  (5—25 Mol-%) tritt das  $Fe_2O_3$  in einem Zustand relativ hoher magnet. Massensuszeptibilität auf. Die höchsten Werte werden bei einer Vorerhitzung von  $300^{\circ}$  erhalten. In dem gleichen Mischungsbereich u. gleicher Temp. der Vorbehandlung erreicht die Qualität der besser sorbierenden Stellen ein Maximum. Dies ist bes. ausgeprägt bei 5 Mol-%  $Fe_2O_3$  u.  $300^{\circ}$ . Für die Qualität der schlechter sorbierenden Stellen ist das Maximum etwas zu höheren  $Fe_2O_3$ -Geh. hin verschoben. Die katalyt. Wirksamkeit erreicht ebenfalls bei kleinen Eisenoxydgeh. ein Maximum. Zwischen der Güte der besser sorbierenden Stellen, der katalyt. Wirksamkeit u. der Steigerung der magnet. Suszeptibilität besteht demzufolge wahrscheinlich folgender Zusammenhang: Auf der Oberfläche der Mischkatalysatoren entstehen Stellen, die Träger eines intensiven Adsorptionsvermögens, einer großen katalyt. Wirksamkeit u. einer erhöhten magnet. Suszeptibilität sind. Vielleicht sind es auch diese Stellen, die diese Eig. in prakt. ausschließlicher Weise bestimmen, über die sich die Wirkungen der anderen Faktoren nur in wenig einflußreicher Weise noch überlagern. Dieser an Präp. mit geringem  $Fe_2O_3$ -Geh. bei etwa  $300^{\circ}$  gefundenen „ersten Aktivierung der Oberfläche“ folgt mit steigendem  $Fe_2O_3$ -Geh. auf den  $ZnO$ -Moll. eine „erste Desaktivierung“. Die Zustände, die mit einer geringeren Konz. der  $Fe_2O_3$ -Moll. auf der  $ZnO$ -Oberfläche zusammenhängen, haben eine längere Lebensdauer u. können sich besser u. zeitlich länger auswirken, wenn die Gemische verhältnismäßig  $Fe_2O_3$ -arm sind. „Prinzip von der individuellen Wrkg. kleiner Konz.“ oder „homöopath. Effekt“. Die zweite Aktivierung beruht in einer Diffusion der  $Fe_2O_3$ -Moll. in das Gitter der  $ZnO$ -Krystalle. Sie erreicht bei etwa  $600^{\circ}$  ihr Maximum. Hierbei ist die katalyt. Wirksamkeit um so größer, je höher der  $Fe_2O_3$ -Geh. ist. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 44. 571—77. Sept. 1938. Prag, Deutsche Techn. Hochsch., Inst. f. anorgan. u. analyt. Chem.) ERNA HOFFMANN.



**Gustav Hüttig**, *Die Zwischenzustände in den Reaktionen in festem Zustand: Aktive Oxyde*. 114. Mitt. (113. vgl. vorst. Ref.) Die Veränderung der Eigg. von Oxydpulvern bei stufenweise wachsender Temp. wird an  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{BeO}$  u. deren Gemischen zwischen  $0-1000^\circ$  nach folgenden Gesichtspunkten untersucht: Magnet. Suszeptibilität, Farbe, Adsorption von Eosin, von Kongorot, von  $\text{CH}_3\text{OH}$ -Dampf bei  $60\text{ mm}$  u. bei  $2\text{ mm}$  Druck, Qualität u. Quantität besserer u. schlechterer Adsorptionspunkte, Capillarmolumina, röntgenograph. Eigg., Fluoreszenzvermögen, katalyt. Eigg. bei der Bldg. von  $\text{CO}_2$  u. der Zers. von  $\text{N}_2\text{O}$ . Bei  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  lassen sich folgende Phasen erkennen:  $200^\circ$  Superpositionseffekt (1),  $200-400^\circ$  erste Oberflächenaktivierung, bedingt durch Diffusion der Oberflächenmoll. (2),  $400-500^\circ$  erste Desaktivierung bedingt durch Oberflächenrekristallisation (3),  $500-600^\circ$  zweite (Haupt-) Aktivierung bedingt durch innere Diffusion (4),  $600-700^\circ$  Verlauf der allg. Rekrystallisation,  $700^\circ$  zweite Desaktivierung bedingt durch vollständige Rekrystallisation (5),  $700-800^\circ$  Bldg. von Aggregaten großer Krystalle, oberhalb  $800^\circ$  geringe  $\text{O}_2$ -Abspaltung. Bei  $\text{ZnO}$  u.  $\text{BeO}$  liegen diese Phasen wesentlich nach höheren Temp. verschoben. Für die absol. Schmelztemp. der Oxyde (Tf) u. die Temp. des Beginns der inneren Diffusion (Tz) u. des Beginns der Oberflächendiffusion (Tz') besteht die Beziehung:  $Tz = 0,52 \cdot Tf$ ;  $Tz' = \frac{1}{2} Tz$ . Die Kurven des magnet. Verh. trocken gemischter Oxyde ( $\text{ZnO-Fe}_2\text{O}_3$ ) zeigen wesentliche Unterschiede gegenüber den gefällten Hydroxyden gleichen Molverhältnisses. Letztere weisen 4 Maxima auf, von denen 2 auf Dehydratation u. 2 auf innerem Einfl. des Syst.  $\text{ZnO-Fe}_2\text{O}_3$  beruhen. Bei trockenem Gemisch, das keine derartige Vielzahl der Maxima hat, beobachtet man nach obigen Gesichtspunkten folgende Phasen:  $250^\circ$  (1),  $250-400^\circ$  (2) u. Bldg. von Zwittermoll. durch Diffusion von  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Moll. auf die Oberfläche von  $\text{ZnO}$ -Krystallen,  $400-500^\circ$  (3),  $500-600^\circ$  (4) Zers. größerer  $\text{ZnO}$ -Krystalle durch Diffusion von  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Moll. in das innere  $\text{ZnO}$ -Gitter, wobei die Zahl der Punkte besserer Adsorption zwar vermindert wird, ihre Intensität aber erheblich ansteigt,  $600-700^\circ$  (5). Wenn die  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Konz. einen bestimmten Wert überschreitet, zerfällt das  $\text{ZnO}$ -Gitter. Diese Konz. ist etwas kleiner als der äquivalenten Menge  $\text{ZnO}$  entspricht,  $650^\circ$  amorphe Phase von  $\text{ZnO}$  u.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  in stöchiometr. Verhältnis. Die paramagnet. Suszeptibilität steigt rasch an,  $700^\circ$  Bldg. von  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$ -Krystallen, Übergang in Ferromagnetismus. Es besteht Parallelität zwischen Oberflächeneigg. u. katalyt. Eigg. derart, daß die Punkte besserer Adsorption die katalyt. Aktivierung bedingen.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ist in diesem Falle Träger dieser Eigg., u. zwar um so intensiver, je geringer sein Anteil im Gemisch ist. Das ist auch in ähnlicher Weise bei  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-BeO}$ -Gemischen der Fall, obwohl man hier keine Verb. der Komponenten beobachten kann. Für verschied.  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ -Gemische sind magnet. Suszeptibilität, Capillarmoll., die Punkte besserer Adsorption u. katalyt. Aktivität in räumlichen Schaubildern mit den Achsen Mol-%  $\text{ZnO}$ , Temp., Eigg. der  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  im  $\text{ZnO}$ -Gemisch gegenüber den  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Eigg. allein, dargestellt. (J. Chim. physique **36**. 84—98. März 1939. Prag, Dtsch. Techn. Hochsch., Inst. f. anorgan. u. allg. Chemie.)

ERDMANN.

**Gustav F. Hüttig, Georg Markus und Eberhard Franz**, *Über die Lösbarkeit von Tonerde in Abhängigkeit von ihrer Vorgeschichte. (Aktive Oxyde und Reaktionen fester Stoffe)*. 115. Mitt. (114. vgl. vorst. Ref.) Es wurde zunächst röntgenograph. die allmähliche therm. Zers. von  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  untersucht. In dem Nitrat kommen auf  $1\text{ Mol Al}_2\text{O}_3$   $648,5\text{ g}$  (= A) verflüchtbare Anteile ( $\text{N}_2\text{O}_5$  u.  $\text{H}_2\text{O}$ ). Ist  $A = 373,6$ , so ist eine Änderung des Ausgangsdiagrammes nicht zu beobachten. Ist  $A = 93,6\text{ g}$  (Zus. des Bodenkörpers  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 0,47\text{ N}_2\text{O}_5 \cdot 2,46\text{ H}_2\text{O}$ ), dann ist das Ausgangsdiagramm nur noch andeutungsweise zu erkennen, dagegen ist eine allg. Schwärzung des Films zu beobachten mit zwei Maxima, die an den Stellen erscheinen, in denen die Hauptinterferenzen des  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  liegen. Bei noch weitergehender therm. Zers. verschwindet das Diagramm des Ausgangsnitrats vollkommen. Von den verschied. Zers.-Prodd. wurde die Löslichkeit in  $\text{HNO}_3$  u. Essigsäure bestimmt. Im allg. nimmt die Lösbarkeit bei fortschreitender Zers. ab; bes. groß ist der Abfall in dem Zers.-Gebiet  $A = 100-80$ . Ist die Zers. bis unterhalb  $A = 20$  fortgeschritten, so zeigen die Lösbarkeiten Anstiege, so daß ein Präp. mit  $A = 3$  in  $\text{HNO}_3$  besser lösl. ist als ein solches mit  $A = 20$ ; die Lösbarkeit in  $\text{CH}_3\text{COOH}$  steigt auch an, fällt aber bei  $A = 4$ . In den Gebieten  $A = 80$  u.  $25$  erfährt die  $\text{HNO}_3$  im Vgl. zu der Essigsäure als Lsg.-Mittel eine selektive Bevorzugung. — Weiter wurde die Lösbarkeit des  $\text{Al}_2\text{O}_3$  im Verlauf seines Überganges von  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  in  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  untersucht. Gefunden wurde, daß die Lösbarkeit im allg. mit der Temp. der Vorbehandlung absinkt. Zwischendurch gibt es aber auch vorübergehende Anstiege. Diese Erscheinung wird mit dem HEDVALLSchen Prinzip in kausalen Zusammenhang gebracht, demzufolge der Übergang aus einer Modifikation in eine andere durch Zustände erhöhter Reaktivität hindurchgeht. (Przemysl chem. **22**. 375—80. 1938. Prag, Dtsch. techn. Hochsch., Inst. f. anorgan. u. analyt. Chemie.) GOTTFR.



**N. I. Kobosev und L. L. Klachko-Gurvich**, *Eine Theorie der Bildung katalytisch aktiver Gesamtheiten auf Oberflächen. II. Eine Anwendung der Theorie auf die Ammoniaksynthese und die katalytische und elektrokatalytische Hydrierung der Äthylenbindung.* (I. vgl. C. 1939. I. 4280.) Auf Grund der in Mitt. I dargelegten Prinzipien werden aus experimentellen Daten über die Ammoniaksynth. an Fe-Katalysatoren auf Kohleträgern, über die Elektrohydrierung von Zimtsäure, über die Hydrierung von Äthylen an Ni u. Pt (DANKOW, C. 1934. II. 9, DANKOW u. KOTSCHETKOW, C. 1935. II. 180) sowie über andere Hydrierungsrrk. von Äthylenbindungen an Pt, Pt-Ni u. Fe-Pt u. über die Oxydation von  $H_2$  an Pt diejenigen Größen, welche die katalyt. akt. „Gesamtheiten“ charakterisieren, für die verschied. Katalysatoren berechnet. Für die Anzahl  $n$  von Atomen in einer akt. Gesamtheit ergeben sich Werte von 2—4, d. h.  $n$  erreicht nicht die Anzahl von Atomen in einem Elementarbereich des Gitters. Oberflächenstrukturen u. wahrscheinlichste Rk.-Mechanismen sowie Temp. u. Promotor-einflüsse werden eingehend erörtert. Die gute Eignung von Magnetit zur Herst. akt. Ammoniak-katalysatoren wird aus der Tatsache erklärt, daß im  $Fe_3O_4$ -Mol. akt. dreiatomige Fe-Gesamtheiten schon vorgebildet sind. Die Promotorwrkg. des  $Al_2O_3$  besteht darin, daß es die akt. Gesamtheiten vor dem „Verdampfen“ oder „Schmelzen“ schützt. (Acta physicochim. URSS. 10. 1—24. 1939. Moskau, Staatsuniv., Labor. f. anorgan. Katalyse.) REITZ.

**William Railston**, *Ultraschalldispersion in Dämpfen.* Mit dem akust. Interferometer von PIERCE wurde von folgenden Dämpfen bei den in ( ) genannten Temp. der Schallabsorptionskoeff.  $a$  u. die Schallgeschwindigkeit  $v$  gemessen:  $CS_2$  (I, 45°),  $Bz.$  (II, 90°),  $CHCl_3$  (III, 70°),  $CH_2Cl_2$  (IV, 43°),  $A.$  (V, 80°),  $Aceton$  (VI, 58°),  $C_2H_5J$  (VII, 76°),  $CCl_4$  (VIII, 77°),  $A.$  (IX, 35°),  $CH_3J$  (X, 43°),  $CH_3OH$  (XI, 67°). Die Frequenzen bei  $a$  betragen 98, 465 u. 695 kHz, bei  $v$  98, 465, 695, 1000 u. (nur für I u. II) 1800 kHz. Für  $a$  wurde bei 695 kHz (Reihenfolge wie oben) gefunden: 2,3, 1,9, 1,1, 1,4, 1,0, 0,7, 0,8, 0,5, 0,3, 0,2, 0,05. Mit abnehmender Frequenz nimmt  $a$  etwas ab (bei II, IV, VIII, IX, X u. XI linear mit der Frequenz, bei  $a$  von I liegt bei 465 kHz ein Maximum), die Abnahme ist jedoch weit geringer, als nach der STOKES-KIRCHHOFFSchen Gleichung zu erwarten wäre; außerdem gilt für die Absolutwerte von  $a$ , daß  $a_{beob.} \gg a_{ber.}$  ist. Z. B. wurde für I bei 98 kHz gefunden:  $a_{beob.} = 600 a_{ber.}$  u. bei 695 kHz  $a_{beob.} = 23 a_{ber.}$  Nur bei XI ist bei 695 kHz  $a_{beob.} = 0,7 a_{ber.}$  Für  $v$  wurde für 695 kHz gefunden: 211 m/Sek., 202, 155, 178, 264, 211, 155, 152, 185, 154, 341. Bei I u. II steigt  $v$  mit der Frequenz (203 bzw. 198 m/Sek. bei 98 kHz, 216 bzw. 208 bei 1800 kHz), sonst wurde keine Dispersion beobachtet. (J. acoust. Soc. America 11. 107—12. Juli 1939. Newcastle-upon-Tyne, England, King's Coll.) FUCHS.

**W. H. Pielemeier und D. Telfair**, *Ultraschallwellen und der Einfluß von Wasserdampf auf die Molekülschwingungen in  $CO_2$ .* (Vgl. C. 1937. II. 2784.) Zwischen 284 u. 1595 kHz wurde bei 28° u. bei 1 at die Ultraschallgeschwindigkeit u. der Ultraschallabsorptionskoeff.  $\mu$  von  $CO_2$  in Abhängigkeit vom W.-Dampfgeh. (20 verschied. Konz.  $c$ ) bestimmt. Bei konstanter Frequenz  $f$  geht  $\mu$  bei wachsendem  $c$  bei den Konz.  $c_1$  u.  $c_2$  durch 2 Maxima verschied. Höhe; der Zusammenhang zwischen  $f$  u.  $c_1$  bzw.  $f$  u.  $c_2$  ist gegeben durch:  $f = 60 + 80\,000 c_1$  bzw.  $f = 54 + 20\,000 c_2$ . Vff. schließen daraus, daß im  $CO_2$ -Mol. 2 verschied. Schwingungsarten, auf die die W.-Moll. in verschied. Weise einwirken, vorliegen. Vgl. auch folgendes Referat. (Bull. Amer. phys. Soc. 14. Nr. 2. 23; Physic. Rev. [2] 55. 1127. 12/4. 1939. Pennsylvania, State College.) FUCHS.

**Harold L. Saxton**, *Theorie des zweiten Maximums bei der Schallabsorption in  $CO_2$ .* (Vgl. C. 1938. II. 3880.) Die im vorst. Ref. genannten Erscheinungen werden diskutiert. Das 2. Maximum in der  $(f, \mu)$ -Kurve wird durch die Annahme erklärt, daß das  $CO_2$ -Mol. in 2 verschied. Zuständen vorliegt. (Bull. Amer. phys. Soc. 14. Nr. 2. 23; Physic. Rev. [2] 55. 1127. 12/4. 1939. Pennsylvania, State College.) FUCHS.

**C. J. Overbeck und E. Wiler**, *Einfluß der Temperatur auf die Ultraschallgeschwindigkeit in  $CO_2$ .* Bei der Messung der Ultraschallgeschwindigkeit  $v$  von Gasen kann das Gas durch die Anwesenheit von porösen Stoffen (Gummi, Kork, Bakelit) stark verunreinigt werden. Vff. verwenden daher eine App., die nur aus Glas u. Metall besteht. Mit dieser App. wurde  $v$  von  $CO_2$  bei 90 kHz zwischen 20 u. 418° gemessen. (Bull. Amer. phys. Soc. 14. Nr. 2. 23; Physic. Rev. [2] 55. 1127. 1939. Northwestern Univ.) FUCHS.

**Ernest Baumgardt**, *Über die Messung von gewissen elastischen adiabatischen Konstanten von Krystallen mittels Ultraschallwellen.* (Vgl. C. 1938. II. 2388.) Nach der Lichtbeugungsmeth. wurde in 2 verschied. Krystallrichtungen die Ultraschallgeschwindigkeit von natürlichen NaCl-Krystallen gemessen. Die daraus bei 18° für die Elastizitätsmoduln  $c_{11}$  bzw. für  $(c_{12} + 2c_{44})/3$  (je in Einheiten von  $10^{-13}$ ) erhaltenen Werte sind:



4,99 bzw. 1,24. Bei künstlich gezogenen Krystallen sind die entsprechenden Werte 5,00 bzw. 1,25. (C. R. hebdomadaire Séances Acad. Sci. 208. 1280—82. 24/4. 1939.) FUCHS.

#### A<sub>1</sub>. Aufbau der Materie.

**Mario Manarini**, *Über die relativistische Theorie des Elektromagnetismus.* (Nuovo Cimento [N. S.] 16. 191—201. April 1939.) R. K. MÜLLER.

**G. Gentile**, *Über die Darstellung der Lorentz-Gruppe und die Diracsche Theorie des Elektrons.* Es wird gezeigt, daß beim Übergang vom dreidimensionalen Raum zum vierdimensionalen (euklid.) Raum u. stereograph. Projektion einer pseudosphärischen Fläche von letzterem in den dreidimensionalen Raum direkt die WEILSche Darstellung der vollständigen Gruppe von LORENTZ erhalten wird, die dadurch einen genaueren geometrischen Sinn erhält. Gleichzeitig wird damit auch der geometrische Sinn der Größen klargestellt, die in der Gleichung des Elektrons nach DIRAC auftreten. (Nuovo Cimento [N. S.] 16. 181—90. April 1939. Mailand, Univ., Physikal. Inst.) R. K. MÜLLER.

**J. Aharoni**, *Eine neue Methode zur Bestimmung von  $e/m$  für mittelhohe Geschwindigkeiten.* Für relativistische Geschwindigkeiten (0,5 MV u. mehr) hängt der Fokussierungswinkel für einen Strahl geladener Teilchen in dem elektrischen Feld zweier koaxialer Zylinder von der Teilchengeschwindigkeit ab. Die Tatsache benutzt Verf. zur  $e/m$ -Bestimmung von Elektronen u. Positronen; die Empfindlichkeit des Verf. ist am größten für Energien von etwa 1 MV; es eignet sich besonders zur Untersuchung von Teilchen des kontinuierlichen Spektrums radioaktiver Substanzen. (Nature [London] 144. 203—04. 29/7. 1939. London, W. C. 2, King's Coll., Wheatstone Labor.) HENNEBERG.

**E. C. G. Stueckelberg**, *Ein neues Modell des Punktladungselektrons und anderer Elementarteilchen.* Verf. entwickelt das mathematische Bild eines punktförmigen Elektrons, welches noch eine Reihe von Eigenschaften des LORENTZ-Elektrons besitzt u. ohne weiteres in die Quantentheorie übernommen werden kann. (Nature [London] 144. 118. 15/7. 1939. Genf, Univ., Physikal. Inst.) HENNEBERG.

**E. G. Ramberg** und **G. A. Morton**, *Elektronenoptik.* Zusammenfassender Bericht über die theoretischen Grundlagen der Elektronenoptik, über die Eigenschaften von Elektronenlinsen u. ihre Bildfehler. (J. appl. Physics 10. 465—78. Juli 1939. Camden, N. J., RCA-Mfg. Co.) REUSSE.

**L. Jacob**, *Feldverteilung und graphische Darstellung der Strahlenbahnen in elektronenoptischen Systemen.* (Philos. Mag. J. Sci. [7] 26. 570—601. Okt. 1938. Wembley, General Electric Co., Research Labor.) GOTTFRIED.

**L. Jakob**, *Gleichung der axialen Potentialverteilung in elektronenoptischen Systemen.* (Philos. Mag. J. Sci. [7] 26. 601—09. Okt. 1938. Wembley, General Electric Co., Research Labor.) GOTTFRIED.

**H. R. Crane** und **J. Halpern**, *Über die Erzeugung von Paaren oder Positronen durch schnelle Elektronen.* Die Erzeugung von Paaren bzw. Positronen durch Elektronen, wofür nach einigen Berichten unter Umständen anomal große Wirkungsquerschnitte auftreten sollen, wird an Luft, Glimmer, Pb u. Pt unter Verwendung schneller Elektronen ( $\beta$ -Strahlen von  $^8\text{Li}$  bzw.  $^{32}\text{P}$  mit Energien bis zu 12 MV) mit Hilfe der Nebelkammer untersucht. Die Versuche ergeben, daß für Elektronen bis zu 12 MV die Wirkungsquerschnitte für die Paarerzeugung weder bei Substanzen mit niedriger Atomzahl noch bei Substanzen mit hoher Atomzahl anomal groß sind. Aussagen über eventuelle Anomalien in der Nähe des Schwellenwertes (1 MV) können mit der gewählten Versuchs-Anordnung nicht gewonnen werden. (Physic. (Rev. [2] 55. 838—44. 1/5. 1939. Michigan, Univ.) KREBS.

**C. F. Powell** und **G. E. F. Fertel**, *Bestimmung der Energie schneller Neutronen nach einer photographischen Methode.* Die Energieverteilung der Protonen aus der B-D-Richtung wurde mit der Zählrohrmethode u. mit photographischen Platten, in deren Schicht die Protonen entwickelbare Spuren hinterlassen, aufgenommen. Ebenso wurde die Energieverteilung der Neutronen aus der B-D-Richtung u. der Be-D-Richtung mit der WILSON-Kammer u. mit photographischen Platten, in deren Schicht die Neutronen Rückstoßprotonen auslösen, aufgenommen. Die mit den verschiedenen Methoden gewonnenen Verteilungskurven stimmten jedesmal sehr gut überein, die photographische Methode gab im Bereich kleiner Energien eine bessere Auflösung als die Zählrohrmethode. Weitere Vorteile der photographischen Methode sind der einfache apparative Aufbau u. die geringe Meßdauer (Expositionszeit für eine Verteilungskurve einige Minuten bis Stunden). (Nature [London] 144. 115—16. 15/7. 1939. Bristol, Univ., H. H. Wills Physikal. Labor.) STUHLINGER.

**Z. Ollano**, *Überschuß an Neutronen aus einer mit Beryllium umgebenen (Ra  $\alpha$  + Be)-Quelle.* Bei der Erzeugung von Neutronen aus (Ra  $\alpha$  + Be) mit einer Umhüllung aus Be ergibt sich nach AMALDI u. FERMI (C. R. 1936. II. 1836. 1937. I. 4062) ein Überschuß von 38% über die vorhandenen Ra- u. Photoneutronen. Die Berechnung des Stoß-



querschnitts für die  $\gamma$ -Strahlen oder Neutronen der Rk.  ${}^9\text{Be}(\alpha, n)$  führt zu dem Wert  $3,6 \cdot 10^{-24}$  cm, woraus, in Übereinstimmung mit RUSINOV (C. 1937. I. 4733), geschlossen wird, daß die überschüssigen Neutronen aus der Rk.  ${}^9\text{Be} + n = {}^8\text{Be} + n + n$  stammen. (Nuovo Cimento [N. S.] 15. 604—08. Dez. 1938. Pavia, Physikal. Inst. „A. Volta“.) R. K. MÜLLER.

J. Halpern und H. R. Crane, *Versuche über die  $F + {}^1\text{H}$ - $\gamma$ -Strahlung und den Klein-Nishina-Absorptionskoeffizienten bei  $5,7 \cdot 10^8$  eV.* Ergänzend zu den C. 1939. II. 2501 mitgeteilten Ergebnissen wird über die KLEIN-NISHINA-Absorption der  $5,7 \cdot 10^8$ -eV-Strahlung in 10 cm Al berichtet. Die Ergebnisse sind in guter Übereinstimmung mit der Theorie. (Bull. Amer. phys. Soc. 13. Nr. 5. 9; Physic. Rev. [2] 55. 236. 1938. Univ. of Michigan.) G. SCHMIDT.

Seshi Kikuchi, Yuzuru Watase, Yunkichi Itoh, Eiichi Takeda und Seitaro Yamaguchi, *Über die den Zerfall des  ${}^{24}\text{Na}$  begleitende  $\gamma$ -Strahlung.* Das Spektr. der  $\gamma$ -Strahlen, die den Zerfall des  ${}^{24}\text{Na}$  begleiten, wurde über die in einer C-Schicht ausgelösten COMPTON-Elektronen mit einem magnet. Spektrometer untersucht. Die Energieverteilung zeigte 3 Stufen, von denen 2 sehr scharf herausstraten. Aus der Lage der Stufen ergaben sich die 3  $\gamma$ -Linien 2,97, 1,49 u. 0,8 MeV. RICHARDSON (C. 1939. I. 329) hatte die Werte 3,00, 2,04 u. 1,01 MeV gefunden. Die Unterschiede liegen außerhalb der Fehlergrenze. (Proc. physico-math. Soc. Japan [3] 21. 260—61. Mai 1939. Osaka, Imperial Univ., Physical Institute.) STUHLINGER.

S. M. Dancoff und P. Morrison, *Die Berechnung innerer Umwandlungskoeffizienten.* Vff. behandeln die innere Umwandlung von Kern- $\gamma$ -strahlen. Die Strahlungsübergänge in Kernen mittleren At.-Gew. werden diskutiert, bei denen man große Änderungen des Momentes u. kleine Anregungsenergie zu erwarten hat. Dann werden die Auswahlregeln für die verschied. Arten der Kernstrahlung aufgestellt. Weitere Rechnungen führen zur Aufstellung einer nichtrelativist. Formel für die Umwandlung von elektr. Multipolstrahlung, die anwendbar ist für Kernladungszahlen kleiner als 40, u. für den Fall, daß die  $\gamma$ -Strahlenenergie klein ist gegen  $mc^2$ . Es werden ferner sehr einfache relativist. Formeln sowohl für magnet. als auch für elektr. Multipole abgeleitet, die für große  $\gamma$ -Strahlenenergie gelten, aber auf schwache Bindung ( $Z < 30$ ) begrenzt sind. (Physic. Rev. [2] 55. 122—30. 15/1. 1939. Berkeley, Univ. of California, Dep. of Physics.) KOLL.

K. G. Zimmer, H. J. Born und P. M. Wolf, *Untersuchung über die Dosisleistung in der Umgebung kombinierter  $\gamma$ -Strahl- und Neutronenpräparate.* Durch Rechnung u. Ionisationsmessungen wird festgestellt, daß die von Radium-Berylliumgemischen in wasserstoffreicher Umgebung (Paraffin) erzeugte Ionisation trotz der teilweisen Ausnutzung der  $\alpha$ -Strahlen infolge Umwandlung in Neutronen nur so wenig höher ist als die durch Radium erzeugte, daß eine Verbesserung der therapeut. Wirksamkeit der Radiumpräpp. durch Berylliumzusatz nicht möglich ist. (Strahlentherap. 65. 444—48. 26/7. 1939. Berlin-Charlottenburg, Strahlenabt. d. Cecilienhauses Berlin, radiolog. Abt. d. Auergesellschaft.) BORN.

A. B. Werigo, *Die Messungen der Intensität von kosmischen Strahlen in arktischen Gebieten.* Bei einer Expedition ins Archipel des Franz-Josef-Landes im Jahre 1932 wurde die kosm. Strahlung mit Hilfe eines zweischleifigen Elektrometers nach KOLHÖRSTER gemessen. Die Ionisationsgröße im Elektrometer (die elektrost. Kapazität des Elektrometers betrug 0,4 cm) wurde zu  $2,42$ — $2,62$  Ionen  $\cdot$  cm $^{-3}$   $\cdot$  sec $^{-1}$  gefunden, bzw. zu  $1,88$ — $1,93$  Ionen  $\cdot$  cm $^{-3}$   $\cdot$  sec $^{-1}$  bei Verwendung eines 2 cm starken Bleifilters. In 40 m Tiefe unter dem Meeresspiegel wurde, ohne Filter, ein Wert von  $0,75$  Ionen  $\cdot$  cm $^{-3}$   $\cdot$  sec $^{-1}$  erhalten. (Труды Государственного Радиового Института [Trav. Inst. Etat Radium] 4. 183—93. 1938.) GERASSIMOFF.

Erwin Schopper, *Photographische Untersuchung von Atomkernprozessen der Ultrastrahlung.* Überblick (vgl. z. B. C. 1939. II. 8.) (Forsch. u. Fortschr. 15. 299—300. 1939. Dessau.) JÜRGEN.

A. Filippov, A. Jdanov und I. Gurevich, *Über die Zertrümmerung von Atomkernen durch Höhenstrahlung.* Mit einer bes.  $50 \mu$  dicken Emulsion wurde die Zertrümmerung von Atomkernen durch Höhenstrahlen bei mehr als 10000 Zertrümmerungen untersucht, wobei die Aussendung von bis zu 5 schweren Teilchen beobachtet wurde. Auch Protonenschauer, die nur wenig aus der ursprünglichen Richtung abgelenkt waren, konnten beobachtet werden. Emissionsprozesse von Protonen u. Mesotronen wurden beobachtet. (J. Physics [Moskau] 1. Nr. 1. 51—65. 1939.) KOLHÖRSTER.

Mario Ageno, *Über das Vorkommen sekundärer Neutronen in der Höhenstrahlung.* Mit einer ähnlichen Vers.-Anordnung, wie von FROMAN u. STEARNS (C. 1939. I. 2133) benutzt, wurde gefunden, daß eine Änderung in der Zahl der beobachteten Koinzidenzen nicht eintritt, wenn eine Paraffinschicht abwechselnd einmal zwischen



beiden Zählrohren, einmal über dem oberen Zählrohr unter der vorgeschalteten Bleischicht angebracht wird. Die Vers.-Ergebnisse der genannten Autoren, die auf die Auslösung von Neutronen in der Bleischicht durch eine nichtionisierende kosm. Strahlung u. die Erzeugung durchdringender Protonen durch diese Neutronen in der Paraffinschicht hatten schließen lassen, konnten somit nicht bestätigt werden. (Ric. sci. Progr. tecn. Econ. naz. 10. 273—74. April 1939. Rom.)

DESEKE.

**Thérèse Grivet-Meyer**, *Sekundäreffekte der Höhenstrahlen in Blei*. Mit einer 4-fach-Koinzidenzanordnung aus Zählrohren von 40·1,6 cm wurden Schauer bei maximalem Öffnungswinkel von 25° am Erdboden, in 8 u. 28 m Tiefe gemessen. Am Erdboden liegt das Maximum der ROSSI-Kurve bei 2,2 cm, die Energie der Elektronen beträgt 5—6·10<sup>8</sup> eV. Das zweite Maximum tritt nicht auf, ebenfalls nicht bei 8 u. 28 m Tiefe. Bei 8 m Tiefe wird das Maximum bei 1,2 cm Blei erreicht (Elektronenenergie 1,5·10<sup>8</sup> eV). Schließlich findet man bei 28 m Tiefe nur noch Sättigung nach etwa 0,5—0,6 cm Blei (Elektronenenergie < 7·10<sup>7</sup> eV). Eine energiereiche Komponente, vielleicht die Zerfallselektronen der Mesonen, wird also durch die Erdschichten absorbiert. Ein Vgl. der Intensitäten der Schauer bzw. Vertikalstrahlen, beide nach 10 cm Blei, zeigt, daß jeder durchdringende Strahl eine größere Anzahl von Sekundären im Boden erzeugt. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 208. 1216—20. 17/4. 1939.)

KOLH.

**Mario Ageno**, *Über Wechselwirkungskräfte der kosmischen Strahlung*. Unter Verwendung einer geeigneten Zählrohranstellung mit dazwischengeschalteten Bleiabsorbieren u. einer Koinzidenzschaltung kann Vf. aus seinen kosm. Höhenstrahlungsmessungen schließen, daß die Wechselwrg. der Höhenstrahlen untereinander, wenn sie überhaupt vorhanden ist, sicher nicht stärker als 3<sub>00</sub> ist. (Ric. sci. Progr. tecn. Econ. naz. 10. 675—79. Juli/Aug. 1939. Rom.)

NITKA.

**Radhesh Chandra Ghosh**, *Über die Winkelverteilung der kosmischen Strahlung*. (Vgl. C. 1939. I. 4564.) Es wurde die Winkelverteilung der kosm. Strahlung in Calcutta u. Darjeeling untersucht. Gefunden wurde, daß in beiden Stationen die Intensität der kosm. Strahlung aus Westen gegenüber der aus Osten vorherrschend ist; das Vorherrschende ist in Darjeeling ausgeprägter als in Calcutta. Dies zeigt, daß die positiv geladenen Teilchen mehr als negativ geladene in kosm. Strahlen gefunden werden; der Effekt wächst mit der Höhe. Die Intensität aus südlichen Richtungen ist größer als die aus nördlichen Richtungen. Auch dieser Effekt vergrößert sich mit der Höhe. (Trans. Bose Res. Inst. Calcutta 11. 159—75. 1935/36.)

GOTTFRIED.

**G. Bernardini** und **B. Ferretti**, *Über die ganz weiche Strahlung*. (Vgl. C. 1939. I. 4152.) Im Anschluß an die früheren Unterss. werden weitere Verss. mitgeteilt, bei denen die untersuchte Höhenstrahlung mittels 3 bzw. 2 Al-Zählrohren unter Zwischenschaltung von Pb- oder Messingschirmen in einem bestimmten Neigungswinkel (meist 45, auch 55°) geprüft wird. Es wird bestätigt, daß ein beträchtlicher Teil der durchdringenden Strahlung aus Elektronen u.  $\gamma$ -Strahlen von einer mittleren Energie unter 10·10<sup>6</sup> eV besteht. Das Verhältnis der Zahl von Photonen u. Elektronen kann aus den Vers.-Daten auf etwa 10:1 geschätzt werden. Mit der Theorie stehen die Ergebnisse qualitativ in Einklang. (Nuovo Cimento [N. S.] 16. 173—80. April 1939.)

R. K. MÜLLER.

**A. Hunter**, *Astronomische Spektroskopie*. Fortschrittsbericht. (Rep. Progr. Physics 4. 302—10. 5. 241—49. 18/8. 1939.)

H. ERBE.

—, *Neue Fortschritte in der Deutung von Molekülspektren und in der Untersuchung von Molekülspektren in Himmelsobjekten*. Vorträge auf einer Tagung im Yerkes-Observatorium: **Robert S. Mulliken**, *Intensität von Elektronenübergängen in Mol.-Spektren*. — **G. Herzberg**, *Verbotene Übergänge in zweiatomigen Molekülen. Dissoziation, Prädissoziation und Rekombination zweiatomiger Moleküle*. — **David M. Dennison**, *Das Infrarotspektrum des Wasserdampfes*. — **H. Beutler**, *Temperatur- und Druckeinflüsse auf die Absorption und Fluoreszenz von Spektrallinien*. — **George H. Shortley**, *Kontinuierliche Spektren*. — **Rupert Wildt**, *Elektronenaffinität in der Astrophysik*. — **N. T. Bobrovnikoff**, *Molekülbanden in Sternspektren*. — **W. W. Morgan**, *Ermittlung von Sterntemperaturen und -helligkeiten aus Molekülspektren*. — **Arthur Adel**, *Spektroskopische Untersuchung von Planetenatmosphären*. — **K. Wurm**, *Deutung von Kometenspektren und ihrer Form*. (Astrophysic. J. 89. 283—319. März 1939.)

H. ERBE.

**N. Wassmuth**, **V. Wertzner**, **S. Tibilov** und **S. Freivert**, *Die Beobachtung der veränderlichen Intensität der grünen Linie in der Emission des Nachthimmels*. Es wird von den Autoren unabhängig von einander beobachtet, daß die Intensität der grünen Linie bei 5577,3 Å während einer Nacht Intensitätsschwankungen unterworfen ist. Das Maximum der Intensität tritt zwischen 1—2 Uhr auf. Die Intensität schwankt von Nacht zu Nacht ebenfalls u. zwar im Verhältnis 1:3 der Extremwerte. (C. R.



[Doklady] Acad. Sci. URSS [N. S.] 19. 405—07. 15/5. 1938. Leningrad, Opt. Inst.)

**M. F. Crawford**, *Hyperfeinstruktur*. Fortschrittsbericht. (Rep. Progr. Physics 5. 227—33. 18/8. 1939.)

\* **J. Stark**, *Über die Feinstruktur der Wasserstofflinien*. Die Feinstruktur der Wasserstofflinien wird aus der Erfahrung der spektralen Analogie (STARK, Axialität der Lichtemission, Berlin 1927, S. 16) u. aus der Erfahrung des Effektes des elektr. Feldes auf die Wasserstofflinien abgeleitet. Die Analogie zu den Alkaliatomen führt zu der experimentell erwiesenen Dublettstruktur der H-Linien. Den 3 Serien der Alkalispektren, Hauptserie, I. u. II. Nebenserie entsprechen 3 Feinkomponenten, aus denen jede H-Dublett Komponente besteht. Diese 3 Linien werden durch ein elektr. Feld auseinander gelegt. Die von HEYDEN (vgl. C. 1937. II. 3573) gefundenen schwachen Komponenten auf der roten Seite der Dublett Komponente von  $D_\alpha$  sind nach der Auffassung des Vf. die Linien der I. Nebenserie, während die Komponenten der Hauptserie u. der II. Nebenserie zu einer verbreiterten Komponente verschm. sind. (Physik. Z. 40. 591—92. 15/9. 1939. Traunstein, Oberbayern.)

**Dan Radulescu**, *Gemeinschaftsresonatoren*. XXIV. *Die Vorherrschaft der musikalischen Intervalle in den einfachen Spektralserien und in den Spektren der Gemeinschaftsresonatoren*. (Vgl. C. 1939. II. 3050.) Unter gewissen Voraussetzungen ist es zulässig, zwischen dem mechan. Syst. akust. Schwingungen u. dem Syst. oszillierender Atome eine Parallele zu ziehen. So stellen die Frequenzen der Spektrallinien der Serien eintomiger Elemente eine Folge von mathemat. formulierbaren Harmonien dar, bei denen die musikal. Intervalle der natürlichen Tonleiter vorherrschen. Bei arom. Ringssystemen liegt ein dem mechan. Oscillator analoges, jedoch polyelektron. Resonanzsyst. vor, das zu Gemeinschaftsschwingungen fähig ist; bei einem solchen Syst. entsprechen die Frequenzen nahezu ausschließlich musikal. Intervallen. An den Beispielen *Naphthalin*,  $\alpha$ -*Methylnaphthalin*, *Anilin*, *Acetanilid*, *Brombenzol*, *p*-*Dibrombenzol* u. *Fluoren* wird gezeigt, daß die Banden wie musikal. Intervalle aufeinanderfolgen. Nach Ansicht des Vf. ist es somit möglich, die Schwingungen solcher Gemeinschaftsoszillatoren in derselben Art wie die Oscillatoren der Akustik zu behandeln. (Bul. Soc. Chim. România 19. 3—20. [Orig.: franz.])

**Dan Radulescu** und **Aurel Cioara**, *Gemeinschaftsresonatoren*. XXV. *Die zwischenatomaren Gemeinschaftsresonatoren. Über die Frequenzen der Banden der Absorption und der Lumineszenz der seltenen Erden. Das Absorptionsspektrum des  $\text{NO}_2$* . (XXIV. vgl. vorst. Ref.) Das von Vf. mittels eines ZEISS-Spektrographen in Form der Salze  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3$ ,  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{PO}_4$  u.  $[\text{CrCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$  untersuchte Bandenspekt. des Cr liefert sehr fein ausgeprägte Banden, die sich jedoch untereinander nicht wie musikal. Intervalle verhalten. Von *seltenen Erden* wurden die Absorptionsspektren von  $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3$  u.  $\text{Pr}(\text{NO}_3)_3$  in  $\text{H}_2\text{O}$ , A., Aceton u. Pyridin aufgenommen, wobei das Lösungsm. auf die Lage der Maxima keinerlei Einfl. ausübt; auch in diesen Spektren kann keinerlei Beziehung zu den musikal. Intervallen der Akustik gefunden werden. Daß dieses Ergebnis nicht durch Ungenauigkeiten der Meßmeth. beeinträchtigt ist, konnte von Vf. durch die Aufnahme des Absorptionsspekt. von gasförmigem  $\text{NO}_2$  gezeigt werden, wobei die Frequenzen der Banden musikal. Intervalle darstellen. Schließlich haben Vf. noch die Kathodolumineszenzspektren von Nd u. Pr untersucht u. für die Emissionsbanden ebenfalls keine musikal. Intervalle gefunden. (Bul. Soc. Chim. România 19. 21—34. Klausenburg [Cluj], Univ. [Orig.: franz.])

**L. I. Kramp** und **M. A. Jurjew**, *Bestimmung der Strahlungsfähigkeit von Borcarbid*. Es wird zunächst eine Meth. zur Best. der Strahlungsfähigkeit von schwer schmelzenden Substanzen mit Hilfe eines Pyrometers unter Anwendung von Hochfrequenzströmen zur Erhitzung der Probe beschrieben. Die Unters. der Strahlungsfähigkeit des Borcarbids, bezogen auf die Wellenlänge  $0,65 \mu$  im Temp.-Gebiet von  $1150$ — $2150^\circ \text{K}$  zeigte eine Verringerung der Strahlungsfähigkeit mit Temp.-Erhöhung. Die Kontrollvers. mit *Graphit* unter denselben Bedingungen ergaben Resultate, die den Literaturdaten nahe liegen. (Журнал Технической Физики [J. techn. Physics] 8. 1059—66. 1938. Leningrad, Opt. Inst.)

**Otto Maar**, *Spektralmessungen bei  $0,2$ — $0,5 \text{ mm}$  Wellenlänge an einigen Hochfrequenzisolistoffen und Oxyden*. Vf. untersucht mittels eines lichtstarken Spektrographen u. eines mit Al belegten Radiometers Durchlässigkeiten verschied. dielekt. Isolierstoffe im Gebiet von  $200$ — $500 \mu$ . Als Lichtquelle diente die Strahlung des UV-Normal (Hg-Hochdrucklampe) der STUDIENGES. F. ELEKTR. BELEUCHTUNG. Die Durchlässigkeiten wurden gemessen für  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , BeO, Tempa S, Calit, Trolitul u. Hart-

\*) Spekt. u. Ramanspekt. organ. Verb. s. S. 3554, 3555.



gummi. Die Durchlässigkeiten,  $n$  u.  $k$  sind in Kurvenform angegeben. (Z. Physik 113. 415—30. 11/8. 1939. Jena, Univ., Physikal. Inst.) LINKE.

**Werner Dubs**, Über den Einfluß laminarer und turbulenter Strömung auf das Röntgenstreubild von Wasser und Nitrobenzol. Ein röntgenographisches Turbulenzproblem. Durch röntgenograph. Unters. an W. u. Nitrobenzol sollte festgestellt werden, ob sich der hydrodynam. bedeutsame Effekt des Überganges von der laminaren Strömungsform zur Turbulenz bis in Bereiche mol. Größenordnung auswirkt u. eventuell zu einer Einw. auf eine cybotakt. Mol.-Gruppenanordnung oder quasikristalline Struktur der Fll. führt. Die Aufnahmen ergaben mit Sicherheit, daß im Röntgendiagramm ein großer, den Wechsel der Strömungsform deutlich anzeigender Effekt nicht besteht. Texturen, welche Schlüsse auf eine Bevorzugung bestimmter Richtungen durch einen gewissen Prozentsatz der Moll. zulassen würden, treten nicht auf. Dagegen scheint in bezug auf die Cybotaxis ein sehr kleiner Effekt zu bestehen, dessen reelle Existenz nicht mit absol. Sicherheit angegeben werden kann. (Helv. physica Acta 12. 169—228. 1939. Zürich, Techn. Hochsch., Inst. f. Experimentalphysik.) GOTTFRIED.

**H. Faraggi**, Untersuchung der Struktur der mesomorphen Phasen durch Röntgenstrahlen. Es werden die verschied. röntgenograph. Aufnahmemethoden beschrieben u. der Begriff des mesomorphen Zustandes an Hand einiger Beispiele erläutert. (Rev. sci. 77. 466—71. Aug. 1939.) GOTTFRIED.

\* **Tokushichi Mishima** und **Shigeo Oketani**, Untersuchung über die Struktur des Schwefels mit Hilfe von Kathodenstrahlen. Ein dünner Film von rhomb. S wird mit Hilfe von Kathodenstrahlen untersucht; dabei wird festgestellt, daß die Werte der drei Parameter  $a = 5,2 \text{ \AA}$ ,  $b = 6,4 \text{ \AA}$  u.  $c = 12,2 \text{ \AA}$  betragen, in Übereinstimmung mit den von BRAGG angegebenen Werten. Durch fortschreitende Sublimation des S-Häutchens im Vakuum wird der Übergang des dreidimensionalen Diagramms in das zweidimensionale Diagramm verfolgt. Dabei entstehen auch diejenigen Ebenen, die man am häufigsten an makroskop. S-Krystallen beobachtet; es sind dies die Ebenen (1 0 0), (0 1 0), (0 1 1) u. (1 1 1). Unter dem Einfl. einer durch Elektronenbombardement hervorgerufenen Erwärmung wird ebenso wie bei der Sublimation zuweilen eine scharfe Änderung in der Orientierung des untersuchten S beobachtet. (Tetsu to Hagane [J. Iron Steel Inst. Japan] 25. 206—11. 25/3. 1939 [nach franz. Ausz. ref.]) WERNER.

**A. J. Stosick**, Elektronenbeugungsaufnahmen von Phosphorsulfoxyd,  $P_4O_6S_4$ .  $P_4O_6S_4$  wurde nach der Meth. von THORPE u. TUTTON (J. chem. Soc. [London] 59. [1891]. 1023) dargestellt. Elektronenbeugungsaufnahmen ergaben Diagramme mit 13 vermeßbaren Interferenzen. Für fünf verschied. Modelle wurden die radialen Verteilungskurven berechnet u. mit der experimentell erhaltenen verglichen. Die beste Übereinstimmung ergab sich bei den folgenden Punktlagen:  $4P$  in  $aaa$ ;  $a\bar{a}\bar{a}$ ;  $\bar{a}\bar{a}a$ ;  $\bar{a}a\bar{a}$  mit  $a = 1,018$ ,  $6O$  in  $b00$ ;  $b00$ ;  $0b0$ ;  $0b0$ ;  $00b$ ;  $00b$  mit  $b = 1,792$  u.  $4S$  in  $ccc$ ;  $c\bar{e}\bar{e}$ ;  $\bar{e}\bar{e}c$ ;  $\bar{e}c\bar{e}$  mit  $c = 2,098$ . Hiermit ergeben sich die folgenden interatomaren Abstände  $P-O = 1,61 \pm 0,02 \text{ \AA}$ ,  $P-S = 1,85 \pm 0,02 \text{ \AA}$ ,  $P-P = 2,85 \pm 0,03 \text{ \AA}$ , Winkel  $O-P-O = 101,5 \pm 1^\circ$ , Winkel  $P-O-P = 123,5 \pm 1^\circ$  u. Winkel  $O-P-O = 116,5 \pm 1^\circ$ . Aus den kurzen  $P-O$ - u.  $P-S$ -Abständen wird geschlossen, daß im ersten Fall Resonanz zwischen Einfach- u. Doppelbindung, im zweiten Fall Resonanz zwischen Zweifach- u. Dreifachbindung besteht. (J. Amer. chem. Soc. 61. 1130—32. Mai 1939. Pasadena, Cal., Inst. of Technology, Gates and Crellin Labor. of Chem.) GOTTFRIED.

**M. L. Fuller**, Elektronenbeugungseffekte an polierten Zinkoberflächen. Inhaltlich ident. mit der C. 1939. I. 892 referierten Arbeit. — Diskussion. (Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engr. 133. 253—66. 1939. Palmerton, Pa., Metall Section, Research Division, New Jersey Zink Co.) KUBASCHEWSKI.

**H. Dunholter** und **H. Kersten**, Elektronenbeugungsuntersuchung von Kupferoxyden. Cu-Filme, welche durch Kondensierung aus der Dampfphase auf Glasplatten erhalten worden waren, wurden verschied. lange in einer  $O_2$ -Atmosphäre auf Temp. zwischen  $50$  u.  $>275^\circ$  erhitzt u. die erhaltenen Oxydfilme mittels Elektronenstrahlen untersucht. Die Verss. ergaben, daß bei Temp.  $<50^\circ$  der Metallfilm nicht angegriffen wird; zwischen  $50$  u.  $<275^\circ$  bildet sich  $Cu_2O$ , oberhalb ist jedoch das  $Cu_2O$  bei längerem Erhitzen nicht stabil u. geht in  $CuO$  über. Oberhalb  $275^\circ$  bildet sich nur  $CuO$ . In einigen Fällen wurden orientierte Filme erhalten. (J. appl. Physics 10. 523—24. Juli 1939. Cincinnati, O., Univ.) GOTTFRIED.

**P. Debye**, Untersuchung eines neuen Vorschlages zur Fourieranalyse von Elektronenaufnahmen. PAULING u. BROCKWAY (C. 1936. I. 2899) gaben eine Meth. der FOURIER-Analyse zur Ermittlung der Atomabstände in Moll. aus Elektronenbeugungsaufnahmen an, gegen die ROUAULT (C. 1939. II. 2405) geltend gemacht hatte, daß

\*) Strukturunterss. an organ. Verbb. s. S. 3547, 3556.



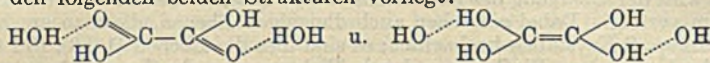
die dort vorkommende Integration nicht konvergiere. Dagegen stellt Vf. fest, daß sich bei jenen Vff. keine Konvergenzschwierigkeiten ergeben (vgl. auch C. 1939. I. 3499), daß aber das von ROVAULT vorgeschlagene neue Verf. prakt. daran scheitern dürfte, daß mittels der von ihm benutzten D.-Kurve die gesuchten Werte für die Atomabstände nicht genügend hervorgehoben werden. (Physik. Z. 40. 573—77. 15/9. 1939. Berlin, Max Planck-Inst.)

HENNEBERG.

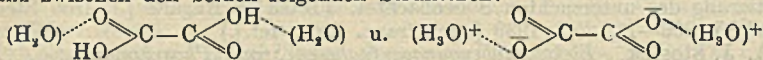
**R. Brill, C. Hermann und Cl. Peters**, *Studien über chemische Bindung mittels Fourieranalyse*. III. *Die Bindung im Quarz*. (II. vgl. GRIMM, C. 1938. II. 3371.) Um einen Einblick in die Bindungsart von Quarz zu gewinnen, wurden an einer nach  $(1 \bar{2} 1 0)$  geschliffenen Platte eine große Anzahl von Reflexen der Zone  $[h 0 \bar{h} l]$  vermessen u. mittels FOURIER-Analyse die Elektronendichte projiziert nach der zweizähligen Achse berechnet. Es sei bemerkt, daß die Ebene  $(1 \bar{2} 1 0)$  eine SiO-Bindung vollkommen oder nahezu vollkommen enthält. Aus der Höhe der Elektronendichte zwischen einem Si- u. O-Atom ergibt sich, daß im Quarz ein Übergangszustand zwischen homöo- u. heteropolarer Bindung vorliegt; welche Bindungsart vorliegt, läßt sich vorläufig noch nicht angeben. (Naturwiss. 27. 676—77. 6/10. 1939. Ludwigshafen a. Rh., I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Forsch.-Labor. Oppau.)

GOTTFRIED.

**R. Brill, C. Hermann und Cl. Peters**, *Studien über chemische Bindungen mittels Fourieranalyse*. IV. *Die Sauerstoffbindung im Oxalsäuredihydrat*. (III. vgl. vorst. Ref.) Unter Benutzung der Intensitäten einer großen Anzahl von Reflexen der Zone  $[h 0 l]$  des  $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  wurde mittels FOURIER-Analyse die Elektronendichte projiziert nach der Richtung der zweizähligen Achse berechnet. ROBERTSON u. WOODWARD (vgl. C. 1937. I. 1918) hatten auf Grund einer FOURIER-analyt. durchgeführten Strukturanalyse des  $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  geschlossen, daß in dem Dihydrat eine Resonanz zwischen den folgenden beiden Strukturen vorliegt:



Die von den Vff. erhaltenen intermol. Abstandsverhältnisse führen jedoch zu einer Resonanz zwischen den beiden folgenden Strukturen:



Aus den Vers.-Ergebnissen der Vff. ergaben sich für die Struktur die folgenden Parameter (wegen der Punktlagen vgl. ROBERTSON u. WOODWARD, l. c.)  $x_{\text{C}} = -0,0014$ ,  $x_{\text{O}} = 0,1014$ ,  $x_{\text{O}_1} = 0,1153$ ,  $x_{\text{O}_2} = 0,1803$ ,  $x_{\text{O}_{11}} = -0,0903$ ,  $x_{\text{O}_{12}} = 0,1634$ ,  $x_{\text{H}_2\text{O}} = -0,1384$ ,  $x_{\text{H}_2\text{O}_2} = 0,4945$ . In dem Gitter gelten die folgenden Abstände:  $\text{C}-\text{C} = 1,53 \text{ \AA}$ ,  $\text{C}-\text{O}_1 = 1,28 \text{ \AA}$ ,  $\text{C}-\text{O}_{11} = 1,17 \text{ \AA}$ ,  $\text{O}_1-\text{H}_2\text{O} = 2,51$  u.  $2,96 \text{ \AA}$ ,  $\text{O}_{11}-\text{H}_2\text{O} = 2,90 \text{ \AA}$ . (Naturwiss. 27. 677—78. 6/10. 1939. Ludwigshafen a. Rh., I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Forsch.-Labor. Oppau.)

GOTTFRIED.

**P. W. Bridgman**, *Über die Natur der Metalle in Zusammenhang mit der Untersuchung ihrer Eigenschaften bei hohen Drucken*. (Metals Technol. 5. Nr. 3. Techn. Publ. Nr. 922. 22 Seiten; Trans. Amer. Inst. Min. metallurg. Engr. 128. 15—36. — C. 1939. I. 4437.)

VOIGT.

**Paul Duwez**, *Mikroskopische Untersuchung der Gefügeumwandlungen bei plastischer Metallverformung*. Unters. des Einfl. mkr. Gefügestörungen eines Metalls auf dessen mechan. Eigenschaften. Das Unters.-Verf. besteht in der mkr. Beobachtung der geschliffenen Oberfläche einer Zugprobe, die wachsenden Zugspannungen unterworfen wird. Hierdurch lassen sich die ersten plast. Verformungen feststellen u. die Entw. der Gleitlinien verfolgen. Diese Vorgänge werden zunächst für eine über den ganzen Querschnitt gleichmäßig beanspruchte Probe untersucht, u. darauf wird der Einfl. einer lokalen Überspannung zu bestimmen versucht. Die Unters. zeigen, daß sich der Ausgangspunkt einer plast. Verformung meistens mit den Punkten deckt, wo die Spannungen am größten sind. Die Elastizität u., in komplizierten Fällen, die Photoelastizität, gestatten, auf anderen Wegen die genaue Lage der Höchstspannungen zu bestimmen. Durch Beobachtung des plast. Verformungsvorganges bei allmählicher Lastzunahme konnte gezeigt werden, daß zwei gleiche Kerbe, die gleiche elast. Überspannungen verursachen, zu einer unterschiedlichen Verteilung der plast. Verformung führen. Das Verf. läßt sich unmittelbar auf die Unters. von Überspannungen, die von Werkstoffehlern herrühren, anwenden, so daß der Einfl. von Gefügestörungen im Schweißwerkstoff auf das plast. Verformungsvermögen näher untersucht werden kann. (Arcos 16. 1969—78. Juni 1939.)

HOCHSTEIN.

**C. W. Mason und G. E. Pellissier**, *Die vermutete Polymorphie des Zinns bei hoher Temperatur*. Eine hin u. her gedrehte Probe von polykryst., massivem Sn wurde nach der Rückstrahlmeth. röntgenograph. untersucht. Die Probe wurde durch eine



Heizwicklung auf Temp. von 25, 80, 100, 150, 180 u. 200° erhitzt, wobei eine Oxydation durch Überfließenlassen von Palmöl verhindert wurde. Aus den Röntgenaufnahmen ist zu erschen, daß eine allotrope Umwandlung zwischen 25 u. 200° nicht auftritt. Ebenso zeigten mkr. Unters. bei höheren Temp. bis zum F. keine Strukturänderungen außer Kornwachstum. Das Kornwachstum tritt in gegossenem u. von äußerer Deformation sorgfältig geschütztem Sn schon bei Temp. unter 100° auf. (Metals Technol. 6. Nr. 3. Techn. Publ. Nr. 1043. 13 Seiten; Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engr. 133. 280—92. 1939. Ithaca, N. Y., Cornell Univ.; Pittsburgh, Pa., Carnegie Inst. of Technol.) SKALIKS.

**Paul Lacombe und Georges Chaudron**, *Über die Stufen beim Anlassen von festen Lösungen des Aluminium-Magnesium-Zinks und über ihre strukturelle Aushärtung.* (Métaux et Corros. 14 (15). 112—13. Aug. 1939. — C. 1939. II. 1639.) GOTTFRIED.

**James G. Mc Givern und Clinton A. Wilkinson**, *Die Ausscheidungshärtung einer Magnesiumlegierung mit 8% Aluminium.* Es wird die Ausscheidungshärtung einer 8% Al u. 0,2% Mn enthaltenden Mg-Legierung in Abhängigkeit von der Anlaßtemp. u. Vorverformung zeitlich verfolgt. (Monthly Bull. State Coll. Washington, Engng. Exp. Stat., Engng. Bull. Nr. 50. 5—22. 1937.) WERNER.

**L. W. Kempf und K. R. van Horn**, *Löslichkeit von Blei und Wismut in flüssigem Aluminium und Aluminium-Kupferlegierungen.* Auf Grund chem. u. therm. Analysen wird folgendes festgestellt: Die Löslichkeit von Pb in fl. Al beträgt beim F. 1,52% u. bei 1038° 14,75%. Die Löslichkeit von Bi in fl. Al beträgt beim F. 3,36% u. bei 877° etwa 15,19%. — Durch die Ggw. von Pb wird der F. von Al (660°) maximal auf 658,5° u. durch Bi maximal auf 657,1° erniedrigt. — Die Löslichkeiten von Pb u. Bi in festem Al betragen höchstens etwa 0,2% beim F. von Al u. werden mit abnehmender Temp. geringer. — Die Löslichkeiten von Pb u. Bi in fl. Al werden durch die Ggw. von etwa 5% Cu leicht herabgesetzt. (Angaben in Gewichts-%). (Metals Technol. 5. Nr. 8. Techn. Publ. Nr. 990. 12 Seiten. Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engr. 133. 81—92. 1939. Cleveland, O., Aluminium Co. of America, Aluminium Research Laborr.) KUBASCHEWSKI.

**Hideo Nishimura und Chiuyo Hisatsune**, *Die Konstitution der Legierungen von Kupfer, Aluminium und Eisen.* Das Gleichgewichtsdiagramm der Cu-reichen Cu-Al-Fe-Legierungen bis zu 20% Al u. 10% Fe wird therm. u. mkr. untersucht (5 Schnitte). Die Existenz einer tern. Phase („T“) wird nachgewiesen. Sie wird durch eine peritekt. Rk. gebildet (Schmelze +  $\gamma$ -Fe  $\rightleftharpoons$  T). Sie hat eine beträchtliche Lösbarkeit für Fe u. Al. Der Existenzbereich des homogenen Gebietes erstreckt sich von 20—27% Al u. von 25—45% Fe bei Raumtemperatur. Folgende invarianten Rkk. werden gefunden: 1. Schmelze + T  $\rightleftharpoons$   $\beta$  +  $\gamma$ -Fe (1048°), 2. Schmelze +  $\gamma$ -Fe  $\rightleftharpoons$   $\alpha$  +  $\beta$  (1046°), 3. Schmelze +  $\beta$   $\rightleftharpoons$   $\gamma_1$  + T (1015°), 4.  $\beta$  +  $\alpha$ -Fe  $\rightleftharpoons$   $\alpha$  + T (750°), 5.  $\alpha$  +  $\gamma$ -Fe  $\rightleftharpoons$   $\beta$  +  $\alpha$ -Fe (950°), 6.  $\beta$   $\rightleftharpoons$   $\alpha$  +  $\gamma_2$  + T (560°). Die  $\gamma_2$ -Phase des Syst. Cu-Al bildet ein Gebiet fester Lsg. mit einer maximalen Löslichkeit von 2% Fe bei Raumtemperatur. (Mem. Coll. Engng., Kyoto Imp. Univ. 10. 163—72. März 1939. [Orig.: engl.]) KUBASCHEWSKI.

**Rudolf Vogel und Götz-Werner Kasten**, *Das System Eisen-Chrom-Phosphor.* Von den Randsystemen des tern. Syst. Fe-Cr-P werden die Zustandsdiagramme von Fe-Cr u. Fe-P der Literatur entnommen. Das Syst. Cr-P wird bis 25 Gewichts-% P therm. u. mkr. untersucht. Entsprechend den Verb. Fe<sub>2</sub>P u. Fe<sub>3</sub>P im Syst. Fe-P treten die Verb. Cr<sub>2</sub>P u. Cr<sub>3</sub>P auf, von denen die erste kongruent u. die zweite inkongruent schmilzt. Ferner liegen die Schmelz- u. Gleichgewichtstemp. im Syst. Cr-P (des Eutektikums Cr<sub>2</sub>P/Cr, des Peritektikums u. der Verb. Cr<sub>3</sub>P) etwa 300° höher als die entsprechenden im Syst. Fe-P. — Das tern. Syst. Fe-Cr-P wurde bis zu 28% P an Hand von 8 Schnitten durch die P-Ecke des Zustandsdiagramms ausgearbeitet. Zwischen den Verb. Fe<sub>2</sub>P u. Cr<sub>2</sub>P sowie zwischen Fe<sub>2</sub>P u. Cr<sub>3</sub>P bestehen lückenlose Mischkristallreihen. Vierphasengleichgewichte treten nicht auf. Es sind 3 Primärausscheidungen zu unterscheiden: Fe-Cr-P-Mischkristalle, Fe<sub>2</sub>P-Cr<sub>3</sub>P- u. Fe<sub>2</sub>P-Cr<sub>2</sub>P-Mischkristalle. — Geeignete Ätzmittel für die mkr. Unters. werden angegeben. (Arch. Eisenhüttenwes. 12. 387—91. Febr. 1939. Göttingen.) KUBASCHEWSKI.

**C. O. Burgess und W. D. Forgeng**, *Konstitution von Eisen-Chrom-Manganlegierungen.* Der untersuchte Teil des Syst. Fe-Cr-Mn (bis 50% Cr u. 50% Mn) hat Ähnlichkeit mit dem entsprechenden Teildiagramm des Syst. Fe-Cr-Ni. Das Mn bewirkt jedoch nicht so leicht das Auftreten einer vollständig austenit. Struktur wie die gleiche Menge Ni. Die  $\sigma$ -Phase zeigt große Ähnlichkeit mit dem „B-Bestandteil“ in Fe-Cr-Ni-Legierungen u. mit der Verb. FeCr des Syst. Fe-Cr. Vff. vermuten, daß die  $\sigma$ -Phase durch eine allotrope Umwandlung aus hochgesätt. Ferrit entsteht u. keine intermetall. Verb. ist. (Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engr. 131. 277—302; Metals Technol. 5. Nr. 3. Techn. Publ. Nr. 911. 22 Seiten. 1938. Niagara Falls, N. Y., Union Carbide and Carbon Research Laborr.) KUBASCHEWSKI.



I. N. Zavarine, *Phasenumwandlungen eines Stahles mit 3,5% Nickel im Ac<sub>1</sub>-Temperaturbereich*. Pendelglühvers. riefen bei einem Stahl mit ca. 0,3 (%) C, 0,7 Mn, 3,29—3,44 Ni u. 0,05—0,21 Cr eine Härtesteigerung hervor, während bei einem unlegierten Stahl durch Pendelglühung die Bldg. von kugeligem Zementit erzeugt wird. Die Härtung des Ni-haltigen Stahls wird auf die Zers. einer unter A<sub>1</sub> sich bildenden festen Lsg. zurückgeführt. (Iron and Steel 12. 407—10; Metals Technol 6. Nr. 2. Techn. Publ. 1031. 10 Seiten. 1939.) HOCHSTEIN.

S. W. Smith und J. H. Watson, *Beitrag zur Kenntnis der Seigerung in Kupfer-Silberlegierungen*. Der Einfl. kleiner Ni-Mengen auf die Seigerung von Cu-Ag-Legierungen in der Nähe der eutekt. Zus., sowie am Ag-reichen Ende der Legierungsreihe wurde untersucht. Bei Einführung von 1—2% Ni an Stelle der äquivalenten Cu-Menge wurde folgendes beobachtet: 1. Der Bereich der Zus.-Änderung ist beträchtlich vergrößert. 2. Die Richtung, in welcher die Ag-Anreicherung erfolgt, kann völlig umgekehrt werden (Verarmung an Ag nach der Mitte hin). 3. Es kann eine period. Folge von Maxima u. Minima in Richtung von der Außenwand des Gußstückes nach dem Inneren zu auftreten. 4. Während der Verfestigung wird das Cu zwischen Ag u. Ni proportional verteilt, so daß trotz der erheblichen Änderungen der relativen Geh. an Ag u. Ni der Cu-Geh. stets derselbe bleibt. — Zur Ergänzung wurde eine Ag-Cu-Ni-Zn-Legierung (90 Ag, 7,5 Cu, 1,1 Ni, 1,4 Zn) untersucht, mit der ähnliche Ergebnisse erhalten wurden. — Die vorliegenden Beobachtungen bestätigen die Auffassung von WATSON (C. 1933. I. 1504), daß die in den Ag-Legierungen beobachtete „Liquation“ oder „umgekehrte Seigerung“ durch die freie Beweglichkeit der zuerst gebildeten prim. Kryställchen am Anfang der Verfestigung zu erklären ist. (J. Inst. Metals 65. Advance Copy. Paper Nr. 839. 12 Seiten. 1939. London, Royal Mint.) SKALIKS.

F. Glander, *Der Aufbau des Dreistoffsystems Silber-Kupfer-Palladium in festem Zustand*. Das tern. Syst. Ag-Cu-Pd wird therm., mkr. u. mittels elektr. Leitfähigkeitsmessungen untersucht. Die Mischungslücke des bin. Syst. Ag-Cu erstreckt sich in das tern. Syst. hinein. Die Ausdehnung der Mischungslücke nimmt mit fallender Temp. sehr stark zu, u. ihre Grenze berührt bei etwa 400° fast das bin. Syst. Cu-Pd, ohne daß ein Einfl. der Umwandlungen im festen Zustand im bin. Diagramm auf den Verlauf der Mischungslücke festgestellt werden konnte. Weiterhin deuten die Ergebnisse darauf hin, daß unterhalb 400° in dem bin. Syst. Ag-Pd mit dem Auftreten einer Mischungslücke zu rechnen ist. (Metallwirtsch., Metallwiss., Metalltechn. 18. 337—41. 357—61. 28/4. 1939. Berlin, Techn. Hochsch., Inst. für angewandte Metallkunde.) KUBASCHEWSKI.

H. E. Stauss, *Zugfestigkeiten dünner Drähte einiger Platinlegierungen bei erhöhten Temperaturen*. Die Zugfestigkeit dünner Drähte aus Pt-Rh- (80/20, 90/10, 95/5 u. 97/3), Pt-Ru- (97/3) u. Pt-Ir-Legierungen (90/10) sowie aus den tern. Legierungen Pt-Rh-Ir (87/10/3 bzw. 97,5/2/0,5) u. Pt-Rh-Ru (96/1/3, 97/1/2 bzw. 98/1/1) wird bis zu Temp. von 1200 bzw. 1800° in Abhängigkeit von der Zus. u. der Vorbehandlung untersucht. Legierungen, die feste Lsgg. mit prakt. gleichen FF. bilden, zeigen einen ähnlichen Verlauf der Temp.-Zugfestigkeitskurven. Während die ausgeglühten Proben einen nahezu linearen Abfall der Zugfestigkeit mit der Temp. zeigen, ergeben kalt gezogene Proben Unstetigkeiten. Der Zusammenhang zwischen Zugfestigkeit u. F. der Legierung wird dahingehend festgelegt, daß die höherschm. Legierung ihre Zugfestigkeit bis zu höheren Temp. beibehält als die niedrigerschm. Legierung. (Metals Technol. 6. Nr. 5. Techn. Publ. 1090. 6 Seiten. Aug. 1939.) WERNER.

#### A<sub>2</sub>. Elektrizität. Magnetismus. Elektrochemie.

Norris E. Bradbury, *Ionisation, Bildung negativer Ionen und Wiedervereinigung in der Ionosphäre*. (Vgl. C. 1938. I. 3588.) Die Ionisation in der Ionosphäre wird vom Standpunkt der Theorie der Wiedervereinigung u. Bldg. negativer Ionen betrachtet. Vf. nimmt an, daß die E- u. F<sub>1</sub>-Schichten durch Absorption bestimmter Banden des Sonnenlichtes entstehen, wobei Bldg. negativer Ionen der vorherrschende Elementarprozeß in diesen Höhen ist. Allerdings existiert auch eine genügende Zahl von Elektronen, um die Reflektion der elektromagnetischen Wellen hervorzurufen. In der F<sub>2</sub>-Schicht soll der Prozeß der Wiedervereinigung zwischen Elektronen u. positiven Ionen tagsüber die Bldg. negativer Ionen überwiegen. (Bull. Amer. phys. Soc. 12. Nr. 6. 4; Physic. Rev. [2] 53. 210. 1938. Stanford Univ.) KOLLATH.

D. R. Bates, R. A. Buckingham, H. S. W. Massey und J. J. Unwin, *Dissoziation, Rekombination und Assoziationsprozesse in der oberen Atmosphäre*. II. *Die Rekombinationsgeschwindigkeit*. (I. vgl. C. 1938. I. 4586.) Der effektive Rekombinationskoeff. für Elektronen in der E- u. F-Schicht der Atmosphäre ist, wie in Mitt. I gezeigt wurde, durch  $\alpha_e = \lambda \alpha_i$  gegeben, wobei  $\alpha_e$  den wahren Rekombinationskoeff. für Elektronen,  $\alpha_i$  den für Ionen u.  $\lambda$  das Verhältnis von negativen Elektronen zu Ionen



bedeutet, wclch letzteres abgesehen von kleineren täglichen Schwankungen konstant bleibt. In der vorliegenden Arbeit wird  $\alpha_e$  auf quantenmechan. Grundlage berechnet, wobei angenommen wird, daß der einzige Prozeß, welcher merklich zu  $\alpha_e$  beiträgt, in einem direkten Einfangen in einen diskreten Quantenzustand unter Emission von Strahlung besteht. Es wird berücksichtigt, daß sich das positive Ion in irgendeinem angeregten Zustand befinden kann. Ein Vgl. mit den tatsächlichen Beobachtungen ergibt aber, daß dieser Prozeß völlig ungeeignet ist, um die Rekombination in der *E*- u. der *F*-Schicht zu erklären. Es werden andere Möglichkeiten diskutiert; als wahrscheinlichster Mechanismus für die beobachtete Rekombination wird die Zweikörperk. zwischen einem positiven u. einem negativen Ion (Beispiel:  $O^+ + O^- \rightarrow O' + O''$ ) angenommen. Das Verhältnis  $\lambda$  muß gleichzeitig für das *E*-Gebiet zwischen 100 u. 1000 u. für das *F*-Gebiet zwischen 10 u. 50 liegen. Niedrigere Werte für die *F*-Schicht können sich aus einer therm. Ionisierung negativer Ionen oder aus inerten Konstituenten in der Höhe der *F*-Schicht ergeben. — Der Kontinuumsabsorptionskoeff. von atmosphär. Sauerstoff wird berechnet. (Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A 170. 322—40. 3/4. 1939. Belfast, Univ.) REITZ.

**F. L. Arnot und Clark Beckett**, *Bildung negativer Ionen an Oberflächen*. (Vgl. C. 1939. I. 896.) In Fortsetzung der C. 1937. I. 3604 referierten Unterss. wird über den massenspektrograph. Nachw. der Bldg. von  $O^-$ - u.  $O_2^-$ -Ionen unter den früher mitgeteilten Bedingungen (Einw. von positiven Hg-Ionen) berichtet. Zur Erklärung des Effektes wird angenommen, daß prim. entstandene positive O-Ionen dem Elektrodenmetall 2 Elektronen entziehen. (Nature [London] 141. 1011—12. 1938.) H. ERBE.

**G. Jobst**, *Einfluß und Beeinflussung der Form der in Elektronenröhren periodisch übergehenden Ladungen, insbesondere bei der Stoßerregung kurzweiliger Schwingungen*. Vf. behandelt die sog. „Phasenfokussierung“, welche darin besteht, daß ein kontinuierlicher Elektronenstrom mittels geeigneter veränderlicher elektr. Felder in scharf begrenzte Elektronenstöße hohen Oberwellenl. aufgeteilt wird. Der Entladungsvorgang, der im wesentlichen in einer Kompression der Elektronen besteht, wird mathemat. erfaßt. Der zur Kompression der Ladungen erforderliche zeitliche u. örtliche Verlauf des elektr. Feldes wird abgeleitet u. Anordnungen entworfen, die eine prakt. Verwertung der Ansätze in Aussicht stellen. Schließlich wird die Laufzeitsteuerung im Zusammenhang mit einer Gasentladung besprochen. (Telefunken-Hausmitt. 20. 84—96. Juli 1939.) REUSSE.

**C. W. Sherwin und A. J. Dempster**, *Der Doppler-Effekt und die Feldverteilung in der Kanalstrahlröhre von Hailer*. Vf. glauben, daß die Dopplereffektaufnahmen von HAILER (C. 1938. II. 2081) dem Vorhandensein eines starken Potentialgradienten in der Nähe der Kathode nicht widersprechen. (Physic. Rev. [2] 55. 582—83. 15/3. 1939. Chicago, Univ. Ryerson Phys. Labor.) KOLLATH.

**B. Klarfeld und L. Gusjeva**, *Durchschlagsspannung in Quecksilberdämpfen*. (Techn. Physics USSR 5. 425—30. 1938. — C. 1939. I. 4729.) KLEVER.

**A. B. White**, *Charakteristiken des Kupferbogens in Luft*. Unter verschied. Bedingungen von Bogen-Stromstärke u. -länge sowie des Elektrodenzustandes werden Charakteristiken des Cu-Bogens in Luft aufgenommen. Es konnten drei Bogenformen unterschieden werden. Der Übergang von einer in die andere hängt von den Temp.-Bedingungen u. von der Oxydbldg. auf den Elektroden ab. (Bull. Amer. physic. Soc. 13. Nr. 2. 29; Physic. Rev. [2] 53. 935—36. 1938. Massachusetts, Inst. of Technology.) KOLLATH.

**Josef Bott**, *Über die Wirkung positiver Ionen auf einen raumladungsbegrenzten Elektronenstrom*. Für das ebene Problem wird die Änderung des raumladungsbegrenzten Elektronenstroms durch positive Ionen berechnet. Es zeigt sich, daß das Potentialminimum vor der Kathode für das Zustandekommen des Raumladungseffektes wesentlich ist u. daß die Raumladungswirkg. der Ionen zu seiner Erklärung ausreicht. Unter sonst gleichen Bedingungen wächst der Raumladungseffekt mit der Elektronenemission. (Ann. Physik [5] 35. 329—32. 1939. München, Techn. Hochsch., Physikal. Inst.) KOLL.

**R. Hofstadter und R. C. Herman**, *Die Photoleitfähigkeit von kristallinem Willemit bei niedrigen Temperaturen*. (Vgl. C. 1939. II. 2509.) Die Photoleitfähigkeit von natürlichen Willemiteinkristallen wurde für einige Hg-Linien zwischen 2300 u. 4100 Å im Vakuum bei Temp. von etwa  $-150^\circ$  untersucht. Die Farbe der Kristalle ließ auf Mn-Beimengungen schließen. Als Kontakt dienten aufgedampfte Au-Schichten. Das monochromat. Licht fiel unter einem Winkel von  $40^\circ$  ein. Bei einer Temp. von  $-150^\circ$  liegt ein Maximum der lichtelektr. Leitfähigkeit bei 2965 Å. Mit Zuführungselektroden aus Aquadag wurden dieselben Ergebnisse erzielt. Das angelegte Feld hatte eine Stärke von etwa 900 V/cm. (Bull. Amer. physic. Soc. 14. Nr. 3. 13; Physic. Rev. [2] 56. 212. 1939. Princeton Univ.)



**J. Gilbert**, *Plastische Verschiebung und variable Magnetisierung; magnetische Nachwirkung*. Vf. teilt zwei Beobachtungen an Armco- u. Elektrolyteisen mit. 1. Die plast. Verschiebung dünner, bei 1000° geglühter Schichten wird in Anwesenheit magnet. Gleich- u. Wechselfelder beobachtet. Die Verss. wurden unter gleicher Last gemacht. Die plast. Verformung ist bei Anwesenheit eines Magnetfeldes viel größer als ohne Feld. Vf. nimmt an, daß die magnet. Behandlung eine Umwandlung der inneren Struktur zur Folge hat. Dieser Umwandlung soll eine relativ schnelle zeitliche Änderung, eine Alterung, folgen. 2. An den gleichen Fe-Proben werden magnet. Nachwrg.-Verss. ausgeführt. Diese Unterss. wurden bei Raumtemp. u. bei —192° ausgeführt. Der zeitliche Abfall der Induktion nach der Erregung ist bei beiden Temp. nicht genau exponentiell. Außerdem besitzt die Nachwrg.-Kurve bei —192° Unstetigkeitsstellen. (Helv. physica Acta 12. 290—91. 7/7. 1939. Lausanne.) FAHLENBRACH.

**Albert Perrier**, *Ein möglicher Mechanismus der magnetischen Nachwirkung*. Die theoret. Vorstellungen des Vf. (C. 1932. II. 3369), wonach jeder magnet. Vorgang durch ein plast. Gleiten der Elementarbereiche zustande kommt, werden zur Erklärung der magnet. Nachwrg. angewendet. Da die erwähnten inneren Gleitvorgänge infolge der mechan. Nachwrg. zeitabhängig sind, ergibt sich die magnet. Nachwrg. als eine ursächliche Folge der mechanischen. Auch die Temp.- u. Dimensionsabhängigkeit der magnet. Nachwrg. ergibt sich auf Grund der erwähnten Vorstellungen folgerichtig. Die Ergebnisse GILBERTS (vgl. vorst. Ref.) über die Abhängigkeit plast. Verformungen von der Anwesenheit äußerer Magnetfelder sind dagegen mit dem erwähnten Mechanismus allein zum mindesten nicht quantitativ zu beschreiben. (Helv. physica Acta 12. 291—94. 7/7. 1939. Lausanne.) FAHLENBRACH.

**H. Schlechtweg**, *Über die Beeinflussung der ferromagnetischen Eigenschaften durch Gitterstörungen*. Da in der Nähe einer Kristallgitterstörung das Gitter inhomogen, d. h. von Ort zu Ort in verschied. Weise verzerrt ist, ergibt sich eine räumlich veränderliche Austauschenergie u. demgemäß eine variable Oberflächenenergie einer BARKHAUSEN-Wand. Hierdurch ergibt sich dann in bekannter Weise, ohne die Existenz einer von Null verschied. Magnetostriktion annehmen zu müssen, ein grundsätzliches Verständnis für die Möglichkeit des Vorhandenseins einer von Null verschied. krit. Feldstärke des BARKHAUSEN-Effektes. (Techn. Mitt. Krupp 2. 163—66. Sept. 1939. Essen.) HOCHSTEIN.

**H. Schlechtweg**, *Eine grundsätzliche Bemerkung zum Problem der Beeinflussung der ferromagnetischen Eigenschaften durch mechanische Spannungen*. Bei der Betrachtung der magnet. Erscheinungen in ferromagnet. Werkstoffen mit verzerrtem Kristallgitter wurden bisher ausschließlich die magnet. Kräfte, die zur Magnetostriktion Veranlassung geben, betrachtet. Vf. zeigt theoret., daß solche Gitterverzerrungen darüber hinaus auch das Austauschintegral beeinflussen müssen. Unter der Annahme, daß das Austauschintegral linear von der durch eine Verzerrung bewirkten Abstandsänderung zweier benachbarter Atome abhängt, werden Formeln berechnet, aus denen eine Ortsveränderlichkeit für die Energie der zwischen 2 HEISENBERG-Bereichen liegenden BLOCHSchen Wand u. damit ein Anteil der krit. Feldstärke der BARKHAUSEN-Wellen, der von Magnetostriktion u. Krystallanisotropie unabhängig ist, resultiert. (Ann. Physik [5] 35. 657—64. Aug. 1939. Essen, Gußstahlfabrik Friedr. Krupp A.-G., Vers.-Anstalt.) FAHLENBRACH.

**W. J. de Haas und B. H. Schultz**, *Magnetische Eigenschaften einiger Salze der Eisengruppe bei tiefen Temperaturen*. Magnet. Unterss. an wasserfreien Salzen der Fe-Gruppe bei tiefen Temp. haben ein anomales, dem Ferromagnetismus gleichendes Verh. aufgezeigt. Von ungefähr 60° absol. an nach tieferen Temp. gilt das WEISZsche Suszeptibilität-Temp.-Gesetz  $\chi(T - \Theta) = C$  mit  $\Theta > 0$ . Bei der Temp.  $\Theta$  besitzt die spezif. Wärme ein Maximum. Unterhalb  $\Theta$  kann remanenter Magnetismus beobachtet werden. Dort tritt auch eine Feldstärkeabhängigkeit der Permeabilität auf. Trotz dieser Ähnlichkeit mit dem ferromagnet. Erscheinungen besteht der Unterschied in der Größe der Magnetisierung, die extrem klein ist u. dem Paramagnetismus ähnelt. Da bei krystallwasserhaltigen Salzen die magnet. Anomalie bei tiefen Temp. nicht vorhanden ist, liegt der Schluß nahe, diesen Effekt einer Wechselwrg. zwischen den paramagnet. Ionen zuzuschreiben. An experimentellen Unterss. des Effekts werden Ergebnisse für  $\text{CoCl}_2$ ,  $\text{CoBr}_2$ ,  $\text{CoF}_2$ ,  $\text{Ti}_2(\text{SO}_4)_3$  u.  $\text{Mn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  mitgeteilt. (Physica 6. 481—96. Juni 1939. Leiden, Kamerlingh Onnes Inst.) FAHLENBRACH.

**S. S. Bhatnagar, P. L. Kapur und Girdharilal Mittal**, *Magnetische Eigenschaften von Kupferamalgamen*. (Vgl. C. 1939. I. 2370.) Es wurden die magnet. Suszeptibilitäten verd. u. konz. Cu-Amalgame gemessen. Je nach der Herst.-Meth. zeigen die Amalgame ein verschied. Verhalten. Die durch die Elektrolyse hergestellten verd. Amalgame besitzen einen kleineren Diamagnetismus als nach dem Additionsgesetz



des Diamagnetismus zu erwarten ist. Dagegen befolgen die bei 0° durch Pulverung hergestellten Amalgame das Additions-gesetz. Der Unterschied wird dadurch erklärt, daß sich bei der Elektrolyse paramagnet. Oxyde bilden. Die nach der Pulvermeth. hergestellten konz. Amalgame befolgen im frischen Zustand das Additions-gesetz. Sie altern aber sehr stark u. werden weniger diamagnetisch. Der Grund soll in einer Verb.-ldg. liegen. Das Maximum dieser Erscheinung wurde bei einem Cu-Geh. von 34% beobachtet. (Proc. Indian Acad. Sci., Sect. A 10. 45—51. Juli 1939. Lahore, Univ. Chemical. Labor.)

FAHLENBRACH.

**B. Cabrera**, *Einfluß des Wassers auf die magnetischen Konstanten der seltenen Erden*. (Vgl. C. 1938. II. 2398.) Vf. macht auf die große Bedeutung aufmerksam, die eine H<sub>2</sub>O-Adsorption auf die magnet. Eigg. der seltenen Erdsalze besitzen kann. Die wegen H<sub>2</sub>O-Adsorptionen anzubringenden Korrekturen sind von der Größe, daß die Meßunterschiede am Sm<sup>+++</sup> zwischen dem Vf. u. WIERSMA (C. 1933. II. 837) erklärbar werden. Für Sm<sup>+++</sup> findet Vf. ein magnet. Ionenmoment von 35,04. Durch den Einfl. von H<sub>2</sub>O wird auch die Verkleinerung der magnet. Eigg. der Oxyde gegenüber den Sulfaten gleicher seltener Erdionen erklärt. Dieser Effekt wird am Gd<sup>+++</sup> u. am Dy<sup>+++</sup> quantitativ verfolgt. Einige Salze der seltenen Erden befolgen ein vom Vf. zuerst aufgestelltes Suszeptibilität-temp.-Gesetz der Form  $(\chi + K)(t + A) = C$ . Vf. zeigt jetzt, daß die gegenüber dem WEISZschen Gesetz zusätzlich auftretende Konstante K vom H<sub>2</sub>O-Geh. der Salze herrührt. Dieser Schluß ergibt sich durch die Unters. am Tu<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> u. mit großer Wahrscheinlichkeit auch am Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> u. Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. (J. Chim. physique 36. 117—29. April 1939. Madrid, Nationales Inst. für Physik u. Chemie.)

FAHLENBRACH.

**W. J. de Haas und F. K. du Pré**, *Paramagnetische Relaxation von Gadoliniumsulfat*. Zur Unters. der paramagnet. Relaxation bei verschied. Temp. in der Umgebung des absol. Temp.-Nullpunkts wird die Frequenz- u. Feldstärkeabhängigkeit der differentialen Permeabilität von Gd<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·8 H<sub>2</sub>O mit einer Brückenmeth. bestimmt. Der Frequenzbereich lag zwischen 26,7 u. 60 Hertz; die untersuchten Feldstärken reichten bis 2000 Örsted. Die am Gadoliniumsulfat beobachteten Ergebnisse stimmen mit theoret. Voraussagen von CASIMIR u. DU PRÉ (C. 1938. II. 1010) u. von DEBYE (C. 1938. II. 3518) bestens überein. Die experimentellen Ergebnisse gestatten darüber hinaus eine Best. der spezif. Wärme des Spinsyst. u. der Relaxationszeit zur Einstellung des Spinkrystallgittergleichgewichts. Bei 1350 Örsted betragen diese Relaxationszeitwerte für 4,236° K: 0,0038 Sek., für 3,515° K: 0,0060 Sek. u. für 2,998° K: 0,0080 Sekunden. Für die spezif. Wärme des Spinsyst. wurden ermittelt bei 2,039° K: 13,8 cal<sup>1/2</sup>/Mol., bei 1,798° K: 18,2 cal<sup>1/2</sup>/Mol. u. bei 1,33° K: 31,7 cal<sup>1/2</sup>/Molekül. (Physica 6. 705—16. Aug. 1939. Leiden, Kamerlingh Onnes Inst.) FAHL.

**S. Ja. Pscheshetzki**, *Die Polarisierbarkeit der Ionen in inhomogenen Feld und die Berechnung der Dissoziationsenergie der Ionenmoleküle*. Der Einfl. der Elektronenwolke positiver einwertiger Ionen auf die effektive Polarisierbarkeit der negativen Ionen in Abhängigkeit vom Abstand wird abgeschätzt; ferner wird ein Gesetz für die Abstoßungskräfte im Mol. MeHal (Alkalihalogenide) aufgestellt, welches dem Gesetz für die Abstoßungskräfte im Krystall analog ist; nur nimmt im Mol. das Abstoßungspotential weniger stark mit abnehmendem Abstand der Ionen zu als im Krystall. Es wird eine Formel zur Berechnung der Dissoziationsenergie u. des Gleichgewichtsabstandes in den Moll. MeHal angegeben. Eine Berechnung der Dipolmomente dieser Moll. aus der Polarisierbarkeit im homogenen Feld ergibt dabei richtige Resultate. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 11. 793—800. 1938. Moskau, Karpow-Inst.)

V. MÜFFLING.

**William L. German und R. A. Jamsett**, *Untersuchungen über Ionisierung in nichtwässrigen Lösungsmitteln*. Teil II. *Die Bildung gewisser Ammine*. (I. vgl. C. 1938. II. 2550.) Die Umsetzung von NH<sub>3</sub> mit verschied. Salzen (HgCl<sub>2</sub>, CoCl<sub>2</sub>, CdJ<sub>2</sub>, CuCl<sub>2</sub>, CaCl<sub>2</sub>, AgNO<sub>3</sub>, NiCl<sub>2</sub>) in methyl- u. äthylalkoh. Lsg. wird an Hand der durch Titration ermittelten spezif. Leitfähigkeit der Lsgg. verfolgt. Zum Unterschied von den Umsetzungen in wss. Lsg. werden in den alkoh. Lösungsmitteln Ammine direkt, d. h. ohne Ionisierung aus den Salzen u. NH<sub>3</sub> gebildet. (J. chem. Soc. [London] 1939. 1337—41. Aug. London SE 18, Woolwich Polytechn.)

REITZ.

**A. Slygin und B. Ershler**, *Die Platinelektrode*. VII. VIII. *Der Einfluß der Vergiftung auf die Kapazität der Platinelektrode*. (VI. vgl. C. 1939. I. 39, 3127.) Die ersten Anteile des Giftes (Hg, As) werden an den aktivsten Stellen der Oberfläche adsorbiert. Der weitere Einfl. neuer Giftmengen äußert sich bei verschied. Giften verschieden. Die Wirksamkeit der Gifte steigt in der Reihenfolge As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> < KCN < HgCl<sub>2</sub>; sie kann nicht in einer einfachen Blockierung der Oberfläche allein gesucht werden, sondern beruht auch sicherlich auf der Wechselwrkg. zwischen dem adsorbierten



Gift u. den H-Atomen. Die Vergiftungserscheinungen sind an glatten u. platinieren Elektroden gleich, was darauf schließen läßt, daß bei beiden die Oberflächenstruktur die gleiche ist. (Acta physicochim. URSS 11. 45—58. 1939.) VOIGT.

**Fritz Emde**, *Um wieviel unterscheiden sich die Spannungen selbstgefertigter Weston-elemente*. Eine Anzahl von WESTON-Elementen wurde ohne bes. Vorsichtsmaßregeln aus Chemikalien verschied. Herkunft angefertigt. Die Elemente wurden paarweise gegeneinander geschaltet u. die Spannungsreste gemessen. Die Abweichungen vom Mittel zeigen einen unregelmäßigen Gang u. erreichen  $150 \mu\text{V}$  bei einem Durchschnittswert  $\pm 60 \mu\text{V}$ . Die Temp.-Abhängigkeit verschied. Elemente ist verschied.; deshalb treten große Schwankungen der Spannungsreste ein. — Im zweiten Teil werden die Genauigkeiten von Messungen mit dem WESTON-Element u. mit dem Silbercoulombmeter verglichen. Die genaue Ermittlung der abgeschiedenen Silbermenge, sowie die Strommengeneinstellung sind wesentlich schwieriger als Messungen mit dem WESTON-Element. Man hat deshalb bereits 1904 das WESTON-Element an Stelle des Silbercoulombmeters als Messungsgrundlage vorgeschlagen. Die Schwankungen der WESTON-Elemente der PTR. von 20 bis allerhöchstens  $40 \mu\text{V}$  sind als Ausnahmen zu bezeichnen; im allgemeinen hat man mit einer Unsicherheit von  $2 \cdot 10^{-4} \text{V}$  zu rechnen. — Im dritten Teil setzt sich Vf. mit einer Arbeit von v. STEINWEHR (C. 1936. I. 3653) auseinander, in der die damaligen Schlüsse des Vf. über WESTON-Element u. Silbercoulombmeter einer Kritik unterzogen wurden. Die Streuung der Silberniederschlagsmessungen sind unbedingt viel höher als diejenigen der Spannungsmessungen an WESTON-Elementen. Ab 1940 bildet die Induktivitätskonstante des Vakuums die Messungsgrundlage, so daß die Frage, ob Silbercoulombmeter oder WESTON-Element, gegenstandslos wird. (Physik. Z. 40. 512—15. 1/8. 1939. Stuttgart, Techn. Hochsch., Elektrotechn. Inst.) ETZRODT.

**H. v. Steinwehr**, *Stellungnahme zu der Frage der elektrischen Grundeinheiten* Stellungnahme zu der vorst. referierten Arbeit. Bei der Festsetzung der elektr. Grundeinheiten 1893 wurden für Ohm u. Ampere Werte festgesetzt, weil nur hierfür Unters. vorlagen. Außerdem war die Spannungsreproduzierbarkeit der Normalelemente damals noch außerordentlich mangelhaft. Auch in Zukunft ist es nicht möglich, das Ampere durch das Volt als prim. Einheit zu ersetzen. — Die Unterschiede im Temp.-Koeff. der E.K., wie sie von EMDE beschrieben wurden, sind nach Vf. darauf zurückzuführen, daß die Gleichgewichtszustände u. damit die EKK. in verschied. Elementen nicht mit der gleichen Geschwindigkeit erreicht werden. (Physik. Z. 40. 515—16. 1/8. 1939. Berlin-Charlottenburg, Physikal.-Techn. Reichsanstalt.) ETZRODT.

**I. G. Schtscherbakow** und **L. W. Jumanowa**, *Über den Kathodenprozeß bei der Bildung einer diaphragmaartigen Schicht (Zur Theorie der Schmelzelektrolyse)*. Bei der Schmelzelektrolyse von bin. Salzgemischen (z. B.  $\text{Me}^{\text{I}}\text{X}^{\text{I}}$  u.  $\text{Me}^{\text{II}}\text{X}^{\text{II}}$ ) kann sich durch Abscheidung von unlösl. festen Teilchen auf der Kathode eine diaphragmaartig wirkende Schicht bilden, die zu Konz.-Polarisation u. Abweichungen vom FARADAYSchen Gesetz Anlaß geben kann. Die Ausbildg. einer solchen Schicht kann durch geeignete Maßnahmen, z. B. durch Anordnung der Kathode, auf der Oberfläche der Schmelze oder durch Formieren der Kathode erschwert werden. (Цветные Металлы [Nichteisenmetalle] 14. Nr. 1. 84—88. Jan. 1939.) R. K. MÜLLER.

**A. I. Gajew** und **N. A. Bacharew**, *Verdampfung des Elektrolyten von der Oberfläche von Elektrolysebadern*. Aus Elektrolysebadern, die im Liter im Mittel etwa  $190 \text{g H}_2\text{SO}_4$ ,  $38,3 \text{g Cu}$  u.  $10,6 \text{g Ni}$  enthalten, verdampfen bei  $45, 50, 55$  u.  $60^\circ$  nach Vers. im Thermostat stündlich, bezogen auf  $1 \text{qm}$ ,  $1,3, 1,4, 1,8$  u.  $2,4 \text{kg}$ . Die Zus. des Elektrolyten beeinflusst die Verdampfungsgeschwindigkeit verhältnismäßig wenig. (Цветные Металлы [Nichteisenmetalle] 14. Nr. 3. 104. März 1939.) R. K. MÜ.

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

**Bohumir Ptáček**, *Die obere Grenze der absoluten Temperatur*. (Vorl. Mitt.) Aus der mol. M.  $m_{\text{gas}}$ , der relativen Geschwindigkeit  $\mu_{\text{gas}}$  u. der Gaskonstanten  $R$  (nach HORSTMANN) wird für die oberste Grenze der absol. Temp.  $T_{\text{max}}$  die Formel abgeleitet:  $T_{\text{max}} = m_{\text{gas}} \cdot \mu_{\text{gas}}^2 / R$ , woraus der Zahlenwert  $1,08 \cdot 10^{13}$  absol. Grad berechnet wird. JEANS findet auf Grund von WIENS Verschiebungsgesetz  $2,2 \cdot 10^{12}$  absol. Grad. (Chem. Obzor. 14. 129. 30./7. 1939.) ROTTER.

**H. London**, *Ein ponderomotorischer Effekt, welcher mit dem Wärmefluß durch flüssiges Helium II verknüpft ist*. Vf. untersuchte mittels eines eintauchenden KNUDSEN-Manometers fl. He II. Anstatt Abstoßung, wie zu erwarten war, wurde Anziehung beobachtet. Dies scheint anzudeuten, daß der Wärmefluß mit einem Fließen der Fl. verbunden ist. (Nature [London] 142. 612—13. 1./10. 1938. Bristol, Univ., H. H. Wills Physical. Labor.) GOTTFRIED.



**Raymond Jamin**, *Ein Lehrsatz über das isentropische Ausströmen idealer Gase*. Vf. zeigt auf theoret. Wege, daß für nicht visköse Gase die Ausdrücke der Form  $d u^n$  einen Maximalwert annehmen, wenn  $u/a = \sqrt{n}$  ist ( $d$ : D.,  $u$ : Geschwindigkeit,  $a$ : örtliche Schallgeschwindigkeit), u. diskutiert diesen Satz für verschied. Werte von  $n$ . (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 208. 560—62. 20/2. 1939.) HENNEBERG.

**Ludwig Scharrer**, *Kondensation von übersättigten Dämpfen an Ionen*. Vf. untersucht die Tröpfchenkondensation an Keimen, natürlichen Ionen u. künstlich durch Röntgenstrahlen erzeugten Ionen mit einer bes. für diesen Zweck konstruierten Nebelkammer unter Einhaltung eines genau definierten Kriteriums für die Festlegung der Kondensationsgrenzen. Untersucht wurden W., A., CH<sub>3</sub>OH, Bzl., CCl<sub>4</sub>, Chlf., C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Cl u. Gemische von A. mit W. sowie Chlf. mit Äthylalkohol. Die erhaltenen genauen Werte der Übersättigungen weichen vielfach von den bekannten beträchtlich ab. Der Frage nach der Bevorzugung der Kondensation an positiven oder negativen Ionen wurde bes. Beachtung geschenkt. Zwar zeigte sich, daß nicht nur W., sondern auch C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Cl die negativen Ionen bevorzugt, jedoch konnte ein sicherer Zusammenhang zwischen dieser Erscheinung u. dem Dipolmoment noch nicht festgestellt werden. (Ann. Physik [5] 35. 619—37. Aug. 1939. München, Univ., Physikal. Inst.) HENNEBERG.

**E. J. Williams**, *Bemerkung über die Ansprechzeit einer Wilsonschen Expansionskammer*. Unter der Ansprechzeit einer WILSONSchen Nebelkammer ist die Zeitdauer verstanden, innerhalb deren die Übersättigung in der Kammer zur Kondensation durch ionisierende Teilchen ausreicht. Diese Dauer ist wesentlich von der Aufwärmung des Kammergases nach der Expansion abhängig. Für bestimmte einfache Gefäßformen liegen hierüber bisher theoret. Angaben von RAYLEIGH vor. Vf. führt derartige Berechnungen neu für den Fall streng adiab. Expansion unter gewissen vereinfachenden Annahmen durch. Die Ansprechzeit der WILSON-Kammer ergibt sich darnach als proportional zur Gasdichte (bzw. zum Gasdruck) u. zu dem Faktor  $(V/S)^2$  ( $V$  Kammervol.,  $S$  Kammeroberfläche). In die Gleichung für die Ansprechzeit gehen ferner noch die Wärmeleitung u. die spezif. Wärme des Kammergases ein. Je größer die Abweichung von einer streng adiab. Expansion ist, um so größer wird auch die Ansprechzeit. (Proc. Cambridge philos. Soc. 35. 512—15. 1939. Aberystwyth, Univ.) NITKA.

**J. H. Hildebrand**, *Flüssigkeitsaufbau und Verdampfungsenergie*. Die von HILDEBRAND u. WOOD (C. 1934. I. 1622) abgeleitete Formel für die potentielle Energie einer Fl. in Abhängigkeit ihrer aus der Röntgenstreuung ermittelten Struktur wird an den experimentellen Daten für K bei 70 u. 395° geprüft. Das Verhältnis der beiden Verdampfungsenergien berechnet sich zu 1,154, während es sich aus der Dampfdruckkurve zu 1,155 ergibt. Für K u. Bzl. ist die Abnahme der VAN DER WAALSschen Konstanten  $a$  in Temp.-Intervallen, die denselben Ausdehnungsverhältnissen entsprechen, gleich. (J. chem. Physics 7. 1—2. Jan. 1939. Berkeley, Cal., Univ., Dept. of Chem.) HENNEBERG.

**G. Molière**, *Zur Theorie des festen Zustandes und des Schmelzpunktes*. In der statist. Mechanik für ideale thermodynam. Zustände kann das betrachtete Syst. in unabhängige Teilsysteme (Moll. beim Gas, harmon. Oszillatoren beim festen Körper) zerlegt werden. Bei den sogenannten „kooperativen Erscheinungen“ der realen thermodynam. Zustände ist dies nicht möglich. Vf. entwickelt eine Meth. zur Behandlung dieser Zustände, welche auf die sonst übliche Separation der Variablen verzichtet u. auf der klass. Mechanik beruht. Die verschied. Makrozustände eines Syst. werden durch die DEBYEschen Verteilungsfunktionen für die gegenseitigen Mol.-Lagen (Atomabstände) charakterisiert. Die GRÜNEISENsche Zustandsgleichung des festen Körpers wird neu abgeleitet u. in einfacher Ausdruck für die GRÜNEISENsche Konstante  $\gamma$  angegeben. Die Abweichungen vom DULONG-PETITSchen Gesetz lassen sich von der Theorie halbempir. mit erfassen. Versuchsweise wird auch der F. u. der fl. Zustand theoret. beschrieben. (Ann. Physik [5] 35. 577—96. Aug. 1939. Berlin-Dahlem, Kaiser-Wilhelm-Inst. f. physikal. Chemie u. Elektrochemie.) HENNEBERG.

**Naoto Kameyama und Motoyuki Takei**, *Dichtemessung an graphitischem Kohlenstoff*. Amorpher C läßt sich auf verschied. Wegen in graphit. überführen. Amorpher C wird als aus sehr kleinen Teilchen graphit. Struktur bestehend aufgefaßt, in denen jedoch der Abstand in der 0 0 2-Ebene größer u. die in den 1 1 0- u. 1 0 0-Ebenen kleiner sind als im wirklichen Graphit. Beim Übergang in den rein graphit. Zustand wird der Abstand in der 0 0 2-Ebene kleiner. Die D. des reinsten Graphits wird mit 2,26 angegeben. Sie wird am besten pyknometr. bestimmt, wobei der C zunächst im Hochvakuum von adsorbierten Gasen befreit u. die Pyknometerfl. (CCl<sub>4</sub> oder C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>) im Vakuum zugelassen wird. Der Fortschritt der Graphitisierung läßt sich am besten durch Best. der D. beobachten. (J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 42. 244 B bis 245 B. Juli 1939 [nach engl. Ausz. ref.]) VOIGT.



A<sub>4</sub>. Grenzschnittforschung. Kolloidchemie.

**S. W. Pennycuik**, *Fortschritte auf dem Gebiet der Kolloidchemie*. Allg. Übersicht über die wichtigsten Ergebnisse der Koll.-Chemie in den Jahren 1936—1938. (Austral. chem. Inst. J. Proc. 6. 259—67. Juli 1939.) VOIGT.

**Félix Michaud**, *Gleichgewichte in Gelen*. Die Unters. erstreckt sich auf im Gleichgewichtszustand befindliche Gele, die als permeabel u. homogen anzusehen sind. Ein solches Gel verhält sich wie die Lsg. einer Fl. in einem festen Körper. Die Grenzflächen-spannung zwischen der Fl. u. dem festen Körper ist hierbei negativ. Wird eine solche Lsg. verd., so verhält sich das Syst. gemäß einem dem VAN'T HOFF'schen Gesetz ähnlichen. Ist die Lsg. übersättigt, so scheidet sich die Fl. aus u. bleibt mit dem Gel im Gleichgewicht. Eine Kurve, die bei konstanter Temp. die Abhängigkeit des osmot. Druckes vom Dampfdruck der Fl. wiedergibt, läßt deutlich das grundsätzliche Verh. eines Gels erkennen. (J. Chim. physique 36. 167—74. Mai 1939.) VOIGT.

**J. Deveux**, *Sensibilisierung eines Silberjodidsols durch hydrophile Kolloide*. Zahlreiche hydrophile Koll. sensibilisieren AgJ-Sol, wenn nur ihre Konz. genügend klein ist. Zunächst wird die Herst. der Sole u. die Best. ihrer Flokulationswerte mitgeteilt. Die elektrophoret. Geschwindigkeit wird auf ultramkr. Wege bestimmt. Für die Herst. der hydrophilen Koll.-Lsgg. werden verschied. Stärkepräpp. u. Gummi arabicum benutzt. (J. Chim. physique 36. 5—18. Januar 1939.) VOIGT.

**H. Emmanuel-Zavizziano**, *Wärmewirkung auf konzentrierte salzsaure Lösungen des Titans und Zircons*. Während Ti-Lsgg. durch Hydrolyse in der Hitze in relativ weiten Grenzen der Erhitzungsdauer, Konz. u. pH quantitativ TiO<sub>2</sub> abscheiden, sind Zr-Lsgg. unter Beibehaltung ihrer koll. Struktur nicht fällbar. Bei Gemischen beider Elemente zeigt sich der Einfl. des Zr in folgender Weise: 3 Teile TiO<sub>2</sub>/1 Teil ZrO<sub>2</sub> hydrolysieren bei einer Säurekonz. von 1,3-n. unter vollständeriger TiO<sub>2</sub>-Abscheidung mit geringen Anteilen an ZrO<sub>2</sub>; 2 Teile TiO<sub>2</sub>/2 Teile ZrO<sub>2</sub> hydrolysieren bei einer Säurekonz. von 0,6- bis 0,7-n. unter Bldg. einer koll. Lsg. u. eines Nd. von 1/5 der Gesamtoxydmenge mit gleichen Anteilen beider Oxyde, 1 Teil TiO<sub>2</sub>/3 Teile ZrO<sub>2</sub> bilden bei einer Säurekonzentration von 0,5—0,6-n. eine starke Trübung der Lsg. u. sind nur durch Verdünnung unter Zusatz von (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> fällbar. Die koll. Struktur wird bei viel Ti neben wenig Zr in Ketten —Ti—O—Zr—O—Ti— dargestellt, beim umgekehrten Mengenverhältnis in 8-fach positiv geladenen Komplexen mit 3 Zr(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>-Gruppen, 1 Ti(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>-Gruppe u. 8 vernetzenden OH-Gruppen. (J. Chim. physique 36. 111—16. März 1939. Paris, Inst. du Radium.) ERDMANN.

**N. Je. Jermolenko und G. N. Plenina**, *Laminare Koagulation des kolloidalen Eisenhydroxyds*. Vff. beschreiben Verss. mit schwach alkal. 0,015%ig. Lupineneiweiß-lsg. u. frisch hergestelltem 0,5%ig. Fe(OH)<sub>3</sub>-Sol; mit verschied. Luftmengen wird die laminare Koagulation des Soles untersucht. Mit den Eiweißteilchen geht adsorptiv daran gebundenes Fe(OH)<sub>3</sub> aus der Lsg. an die Grenzfläche von Fl. u. Gas, das Aggregat von Eiweiß u. Fe(OH)<sub>3</sub> bildet dort ein thixotropes zweidimensionales Gel. Wenn die durchgeleitete Luftmenge genügend erhöht wird, wird das Gel peptisiert u. geht aus der Schaumhülle in die Lsg. über. (Коллоидный Журнал [Colloid. J.] 5. 193—99. 1939.) R. K. MÜLLER.

**C. C. Addison**, „*Knicke*“ in Grenzflächen-spannungskurven. Wenn eine dritte Komponente von einer Phase einer W.-Ölgrenzfläche adsorbiert wird, dann fällt die Grenzflächen-spannung gewöhnlich regelmäßig mit steigender Adsorbatkonz. bis zu einem Grenzwert, welcher einer dichtest gepackten monomol. Oberflächenlage entspricht. Nimmt man als dritte Komponente Seifen oder ähnliche hydrolysierbare Moll., so treten Knicke in der Grenzflächen-spannungskurve auf, welche ihre Ursache wahrscheinlich in einer gegenseitigen Einw. zwischen den langkettigen Moll. u. ihren Hydrolyseprodd. haben. Ähnliche Erscheinungen fand nun Vf. bei einfachen Systemen, in denen eine Sekundärk. nicht möglich ist. Vf. maB die Grenzflächen-spannung zwischen mit Benzylalkohol gesätt. W. u. Bzl. mit steigenden Mengen Benzylalkohol. Auch in diesem Falle traten zwei scharfe Knicke in der Grenzflächen-spannungskurve auf. Vf. nimmt an, daß diese Diskontinuitäten dann auftreten, wenn ein amphipat. Adsorbat in beiden Phasen lösl. ist u. daß die beiden Knicke den Beginn u. das Ende der Durchdringung der beiden ident. adsorbierten Filme wiedergeben. Nimmt man statt Benzylalkohol Benzylchlorid, so zeigt die Grenzflächen-spannungskurve keine Knicke, was darauf zurückgeführt wird, daß Benzylchlorid in Bzl. lösl., in W. dagegen unlösl. ist. (Nature [London] 144. 249—50. 5/8. 1939. Preston, Harris Inst. Technical College.) GOTTFRIED.

**L. Convers**, *Untersuchungen über die Adsorption in metallischer Lösung*. Die Oberflächen-spannung des Hg u. sehr verd. Li-, Na-, K-, Rb-, Cs-, Be-, Mg-, Ca-, Sr-



u. *Ba-Amalgame* wird durch Best. des Tropfgewichts festgelegt. An der Luft beträgt der Höchstwert für Hg 494 dyn/cm; bei längerem Verweilen an der Luft sinkt der Wert, was auf die Adsorption des  $O_2$  zurückgeführt wird, die allmählich zu einer Verb.-Bldg. führt. Im Vakuum beträgt die Oberflächenspannung des Hg 417 dyn. Bei den Alkali- u. Erdalkaliamalgame nimmt die Oberflächenspannung mit zunehmender Alkali- oder Erdalkalikonz. ab. Die Abnahme wird jedoch durch einen kurzen Anstieg unterbrochen, so daß derselbe Wert für die Oberflächenspannung bei drei verschied. Konz. auftritt. Es wird versucht, diese Erscheinung zu deuten. (J. Chim. physique 36. 175—89. Mai 1939.)

VOIGT.

\* David T. Lewis und A. R. Morgan, *Die Abhängigkeit der Viscosität chemisch ähnlicher Flüssigkeiten vom Molekulargewicht und Molekularvolumen*. Teil II. (I. vgl. C. 1938. II. 2710.) Das Viscositätsverh. der Glieder homologer Reihen (Fluor-, Chlor-, Brom-, Jodbenzol; Propylfluorid, -chlorid, -bromid, -jodid) wird in Abhängigkeit von der Temp., dem Mol.-Gew. u. dem Molekularvol. betrachtet. Eine Beziehung zwischen diesen Größen basiert in erster Linie auf der Ähnlichkeit der Kohäsionskräfte in solchen Reihen. Unter diesen Gesichtspunkten betrachtet, erscheint  $C_6H_5F$  als n. Glied in der Reihe der Bzl.-Halogenide. Geschmolzene Salze (AgCl, AgBr, AgJ) gehorchen in ihrem Viscositätsverh. anscheinend ähnlichen Beziehungen. (J. chem. Soc. [London] 1939. 1341—45. Aug.)

VOIGT.

Hugo P. Kortschak, *Elektrolyte und die Viscosität von Pektinlösungen*. Bei zunehmendem Geh. der Pektinlsgg. an Elektrolyten sind drei verschied. Effekte zu beobachten: a) In alkal. Medium tritt bei geringer Elektrolytkonz. ein Viscositätsanstieg ein, was auf die Bldg. höherionisierter Salze der Pektinsäure zurückgeführt wird. b) Mit steigender Elektrolytkonz. erreicht die Viscosität ein Minimum, das auch bei weiterem Elektrolytzusatz unverändert bleibt. Die Viscositätsverminderung dürfte durch die Bldg. ungeladener undissozierter Pektinsalze, die gleichzeitig Dehydratation bewirken, bedingt sein. c) Bei hoher Elektrolytkonz. ist dann wieder ein Viscositätsanstieg zu bemerken, der auf der Wechselwrkg. zwischen dem Elektrolyten u. W. beruht. Ein Ansteigen der Viscosität, das auf Ladungsänderung infolge übermäßigen Elektrolytzusatzes beruht, konnte nicht festgestellt werden. Bzgl. des Einfl. von Citraten vgl. C. 1939. I. 4179. (J. Amer. chem. Soc. 61. 2313—17. 8/9. 1939.)

VOIGT.

Leo Friedman und Paul G. Carpenter, *Diffusionsgeschwindigkeit und Molekulargewicht*. I. *Der Gültigkeitsbereich der Stokes-Einsteinschen Gleichung*. Das Mol.-Gew. einfacher Nichtelektrolyte läßt sich aus dem Diffusionskoeff. bei unendlicher Verdünnung bestimmen. Die Berechnung wird für Mannitol, Lactose, Maltose, Sacrose u. Glucose durchgeführt. (J. Amer. chem. Soc. 61. 1745—47. Juli 1939.)

VOIGT.

Leo Friedman und Karl Klemm, *Diffusionsgeschwindigkeit und Molekulargewicht*. II. *Der Einfluß des  $pH$  auf die Teilchengröße in Gelatinelösungen*. (I. vgl. vorst. Ref.) Zwischen  $pH = 0,05$  u. 6,4 wird der Einfl. des  $pH$  auf die Diffusionsgeschwindigkeit von Gelatinelsgg. untersucht. Ebenso wird der Einfl. eines KCl-Zusatzes bei verschied.  $pH$  bestimmt. Zwischen  $pH = 2$  u. 6,4 ist nur eine geringe Veränderung der Teilchengröße in einer 3%ig. Gelatinelsg. bei 35° zu beobachten, während bei  $pH$  unter 2 eine schnelle Abnahme der Teilchengröße eintritt. (J. Amer. chem. Soc. 61. 1747—49. Juli 1939.)

VOIGT.

Suzanne Veil, *Diskontinuierliche Diffusion von Thoriumnitrat in Gelatine und deren autographische Aufzeichnung*. In Fortsetzung früherer Arbeiten (vgl. C. 1934. II. 2378) untersucht Vf. die Diffusion von Thoriumnitrat in Gelatine. Ein Tropfen konz. Lsg. wurde auf eine Gelatineschicht aufgebracht u. getrocknet. Dann wurde die Verteilung des Thoriumsalzes bei Kontakt mit einer photograph. Schicht durch dessen Eigenstrahlung aufgezeichnet. Die Diffusionsareole wurde mikrophotometr. ausgemessen. Die früher (l. c.) geäußerten Ansichten, daß die Diffusion von Elektrolyten in Gelatine nicht den klass. Gesetzen folgt, wurde bestätigt. (Rev. sci. 77. 500. Aug. 1939.)

K. MEYER.

S. Sossinski, *Die Viscosität von Flüssigkeiten unter der Einwirkung eines elektrischen Feldes*. Vf. weist C. ANDRADE u. C. DODD (C. 1939. I. 2373) darauf hin, daß er bereits 1935 Unters. durchgeführt hat, deren Ergebnisse mit denen von ANDRADE u. DODD im wesentlichen übereinstimmen. (Nature [London] 144. 117. 1939.)

VOIGT.

E. N. da C. Andrade und C. Dodd, *Die Viscosität von Flüssigkeiten unter der Einwirkung eines elektrischen Feldes*. (Vgl. vorst. Ref.) Vf. weisen auf den weiteren Rahmen ihrer Verss. gegenüber denen von SOSSINSKI hin u. klären die Differenzen zwischen ihren Verss. u. denen SOSSINSKIS auf. (Nature [London] 144. 117—18. 15/7. 1939.)

VOIGT.

\*) Koll.-chem. Eigg. organ. Verbh. s. auch S. 3547, 3548, 3556, 3583.



**I. I. Ginsburg und A. I. Ponomarew**, *Adsorption von Nickel und anderen Metallen durch Hydrosilicate des Eisens.* (Vorl. Mitt.) An Nickelnontronit (Eisenmontmorillonit) werden die Ionen zweiwertiger Metalle in folgender Reihenfolge abnehmend adsorbiert: Ni<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>. Im Gegensatz zu diesen Ionen werden Cr<sup>3+</sup> u. Mn<sup>7+</sup> fast nicht adsorbiert. Eine dem adsorbierten Ni äquivalente Menge CaO u. MgO wird vom Mineral abgegeben. Durch NaCl wird die Adsorption von Ni rückgängig gemacht, eine Verdrängung von Ni aus dem Mineral erfolgt jedoch weder durch NaCl noch durch andere Alkali- oder Erdalkalisalze. Außer Hydrosilicaten des Fe zeigen auch Chlorit, Serpentin u. Gabbroamphibolit Adsorptionsvermögen. In allen Fällen besteht eine Beziehung zwischen der adsorbierten Ni-Menge u. dem Wert des „Adsorptionskomplexes“. Bei der Adsorption ändert sich das pH der Lösung. (Известия Академии Наук СССР. Серия Геологическая [Bull. Acad. Sci. URSS, Sér. géol.] 1939. Nr. 1. 85—94.) R. K. MÜLLER.

## B. Anorganische Chemie.

**Horacio Damianovich**, *Kann man molekulares Helium aus seinen Metallverbindungen gewinnen?* (An. Soc. ci. argent., Sec. Santa Fé 10. 50—51. 1938. — C. 1939. II. 347.) R. K. MÜLLER.

**C. Smeets**, *Beiträge zur Kenntnis der Perchlorate. V. Ammoniakate der Erdalkaliperchlorate.* (IV. vgl. C. 1936. II. 39.) Die Erdalkaliperchlorate bilden folgende Ammine: Mg(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 2 NH<sub>3</sub>, Mg(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 6 NH<sub>3</sub>; Ca(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 2 NH<sub>3</sub>, Ca(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 3 NH<sub>3</sub>, Ca(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 6 NH<sub>3</sub>; Sr(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 2 NH<sub>3</sub>, Sr(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 6 NH<sub>3</sub>, Sr(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 7 NH<sub>3</sub>; Ba(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 2 NH<sub>3</sub>, Ba(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 5 NH<sub>3</sub>, Ba(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 6 NH<sub>3</sub>, Ba(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 9 NH<sub>3</sub>. Aus den Lsg.-Wärmen werden die Bldg.-Wärmen der Hexammine von Mg-, Ca-, Sr- u. Ba-Perchlorat zu 99100, 72600, 64900 u. 54300 cal ermittelt, diejenige von Sr(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 7 NH<sub>3</sub> zu 74200 cal. Allg. gilt, daß die Bldg.-Wärme u. die Beständigkeit der komplexen Ammine um so größer ist, je kleiner das Kation ist. (Naturwetensch. Tijdschr. 21. 149—58. 10/8. 1939. Gent, Univ., Labor. f. allg. Chemic.) R. K. MÜLLER.

**J. Krustinsons**, *Über das thermische Verhalten einiger für die analytische Praxis wichtiger Verbindungen. I. CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O.* Die Arbeit untersucht die Abgabe von Krystallwasser des CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O bei Temp. von 100—150°. Als Trocknungstemp. des CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O kann etwa 130° angesehen werden, kurzdauernde Temp.-Schwankungen bis 150° haben keinen Einfl. auf die Veränderung des Niederschlags. CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O hat bei 105 bis 110° schon eine meßbare Dampfspannung, doch geht die W.-Abgabe mit so geringer Geschwindigkeit vor sich, daß nach 2 Stdn. das Gewicht der Substanz innerhalb der Wägungsfehler konstant ist. — Die Zers. des CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub> beginnt erst bei 430°. (Z. analyt. Chem. 117. 330—32. 1939. Riga, Univ., Analyt. Labor.) BRUNS.

**Claude Legoux**, *Über ein Calciumphosphid-Ammoniakat, Ca(PH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> · 6 NH<sub>3</sub>.* Bei Einw. von gasförmigem PH<sub>3</sub> auf eine Lsg. von Ca in fl. NH<sub>3</sub> bei —70° bildet sich ein weißer, mikrokristalliner Nd. von der Zus. Ca(PH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> · 6 NH<sub>3</sub>. Dieses Ca-Phosphid ist in NH<sub>3</sub> sehr wenig lösl. u. entzündet an der Luft. Luftfreies W. — oder auch HCl — zers. das Salz zu PH<sub>3</sub> u. NH<sub>3</sub> unter Bldg. von Ca(OH)<sub>2</sub> bzw. CaCl<sub>2</sub>. Es besitzt bei 0° einen Dissoziationsdruck von 46 mm Hg. Durch Absaugen erhält man 4 Moll. NH<sub>3</sub>, es hinterbleibt ein augenblicklich entzündliches weißes Pulver. Zwischen beiden Körpern besteht ein Gleichgewicht Ca(PH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> · 6 NH<sub>3</sub> ⇌ Ca(PH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> · 2 NH<sub>3</sub> + 4 NH<sub>3</sub>. Der zweite Körper, der bei Zimmertemp. eine nicht meßbare Dissoziationsspannung besitzt, zers. sich bei 45° unter Bldg. von NH<sub>3</sub> u. PH<sub>3</sub>. (C. R. heb. Séances Acad. Sci. 209. 47—49. 3/7. 1939.) BRUNS.

**W. de Keyser**, *Beitrag zur Kenntnis des Kaolins und einiger belgischer Tone. II.* (I. vgl. C. 1939. I. 4168.) Vf. beschreibt die Aufnahme von Erhitzungskurven von Tonen mit einer Thermowaage, von deren einer Schale die Probe in einen elektr. Ofen hineinhängt, während das Thermoelement, durch ein Gegengewicht ausbalanciert, von unten in den Ofen hineinragt; die Auswertung der Kurven wird eingehend erläutert. Um auch die Entwässerung unter vermindertem Druck zu untersuchen, wird ein kleiner elektr. Ofen in eine mit P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> beschickte, mit der W.-Strahlpumpe evakuierte Flasche eingehängt. Es zeigt sich, daß Kaolin schon bei Temp. unter 300° entwässert werden kann. — Die DE. von Tonen wird nach der Mischmeth. untersucht, wobei die Eichung der Meßzelle mit verschied. Fl. vorgenommen wird. Bei Zettlitzer Kaolin zeigt die Kurve der Abhängigkeit der DE. vom W.-Geh. einen scharfen Knick bei ca. 400°. Zwischen 500 u. 925° zeigt die DE. einen Anstieg bis zu einem Maximum bei 775—800°. Ein weiterer Anstieg zwischen 875 u. 950° kann durch Sillimanitldg. erklärt werden. Auch die Mullitldg. bei 1500° ist durch Best. der DE. (6,9) nachweisbar. In einigen



Kurven u. Tabellen wird die Abhängigkeit der DE. verschied. belg. Tone u. eines  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Nd. von der Temp. dargestellt. (Ann. Mines Belgique 40. 357—429. 1939. Brüssel, Univ.) R. K. MÜLLER.

**Dunlap J. McAdam jr. und Gleen W. Geil, Bestimmung des Oxydationsverlaufs von Stählen durch Interferenzfarben der Oxydüberzüge.** Unters. der Veränderung der Dicke von Oxydüberzügen in Abhängigkeit von der Temp. u. Zeit durch Interferenzfarben. Die Unterss. zeigen, daß die Oxydationsgeschwindigkeit in starkem Maße von der absol. Temp. abhängt. Bei einer konstanten Oxydationszeit wächst die Dicke der Oxydschicht schnell mit der absol. Temperatur. Es wird nachgewiesen, daß der die Oxydation beschleunigende Einfl. der Temp. den die Oxydation retardierenden Einfl. des Anwachsens der Oxydschicht überwiegt. (J. Res. nat. Bur. Standards 23. 63—124. Juli 1939.) HOCHSTEIN.

**Joseph Cathala und Jean Cluzel, Fortsetzung der spektrophotometrischen Untersuchung über die Hydrolyse von Ferrisalzen.** In Fortsetzung der bisherigen Unterss. (vgl. C. 1939. I. 889. 3699) werden aus den experimentellen Ergebnissen folgende Schlüsse gezogen: Bei einem bestimmten  $\text{pH}$  wird der Gang der Alterung durch die Konz. der  $\text{Fe}^{+3}$ -Ionen der Lsg. bestimmt. Für alle Medien von einem  $\text{pH} < 4$  als der, der als Alterungsgrenze angegeben wird, bewahrt die Absorption ihren Anfangswert u. ist unabhängig von der Zeit. Der der Alterungsgrenze entsprechende  $\text{pH}$ -Wert schwankt mit der  $\text{Fe}^{+3}$ -Ionenkonzentration. Im Bereich der untersuchten Konz. (Lsgg. von 0,01—0,0005-n.) liegt er zwischen  $\text{pH} = 4,70$  u.  $\text{pH} = 5,03$ . — In Medien, in denen der  $\text{pH}$ -Wert die Alterungsgrenze übersteigt, ändert sich die Absorption der Lsg. mit der Zeit, um mehr oder weniger schnell, dem  $\text{pH}$  entsprechend, einen konstanten, vom  $\text{pH}$  unabhängigen Wert anzunehmen. Einen quantitativen Ausdruck der Absorption in der Zeitfunktion zu suchen, ist dagegen verfrüht. Es ist aber bemerkenswert, daß für  $\text{pH}$ -Werte, bei denen die Absorption nicht von der Zeit abhängt, die Kurven eine geradlinige Beziehung zwischen der Konz. des Absorptionsmittels u. der Konz. des Fe der Lsg. darstellen. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 209. 43—45. 3/7. 1939.) BRUNS.

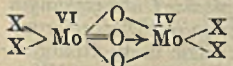
**G. Spacu und C. Gh. Macarovici, Über eine Klasse von komplexen Amminen, die zur Gruppe der Eisen- und Kobaltdinitrosothiosulfate gehören.** (Bul. Soc. Ştiinţe Cluj România [Bull. Soc. Sci. Cluj, Roum.] 9. 197—206. Juli 1939. — C. 1939. I. 904.) H. ERBE.

**G. Spacu und C. Gh. Macarovici, Einwirkung von Pyridin und Ammoniak auf einige Amminkomplexe mit Benzidin.** (Bul. Soc. Ştiinţe Cluj România [Bull. Soc. Sci. Cluj, Roum.] 9. 281—93. Juli 1939. — C. 1939. I. 4168.) H. ERBE.

**G. Spacu und A. Pop, Über eine neue Klasse von Amminen. Komplexe Thiostannate.** (Bul. Soc. Ştiinţe Cluj România [Bull. Soc. Sci. Cluj, Roum.] 9. 307—17. Juli 1939. — C. 1939. II. 349.) H. ERBE.

**Lamberto Malatesta, Über Xanthogenate der Metalle der VI. Gruppe.** Es wurden eine Reihe von Mo- u. Uranyl-xanthogenaten dargestellt. *Molybdänäthylxanthogenat* (I),  $\text{Mo}_2\text{O}_3(\text{CS}_2\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ , wurde erhalten aus wss. Lsgg. von 0,2 Mol  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  u. 0,4 Mol  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OCS}_2\text{K}$  unter Eiskühlung u. Durchleiten eines langsamen Stromes von  $\text{SO}_2$ . Nach Abfiltrieren u. Trocknen des ausgefallenen Nd. Auflösen in wenig Bzl. bei 40—50° u. Ausfällen durch Ligroin. Gut ausgebildete, grün reflektierende Kristalle, lösl. in Bzl.-Chlf.,  $\text{CS}_2$ , Aceton, Ä., Essigsäureanhydrid mit tiefvioletter Farbe. F. 118,5°; mol. magnet. Suszeptibilität =  $-250 \times 10^{-6}$ . Bildet mit 3 Mol. Pyridin eine gelbe, kristalline Additionsverbindung. Mit einer acet. KCN-Lsg. rosagelb, amorpher Nd., der entweder  $\text{Mo}_2\text{O}_3(\text{CN})_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  oder  $\text{H}[\text{MoO}_2(\text{CN})_2]\text{H}_2\text{O}$  ist. Mit KCN im Überschuß bilden sich blaue Kristalle, die ein Gemisch von  $\text{K}_4[\text{Mo}(\text{OH})_4(\text{CN})_4]$  u.  $\text{K}_3[\text{Mo}(\text{OH})_3(\text{CN})_3]$  sind, welches sich nicht trennen ließ. *Molybdänmethylxanthogenat*, dargestellt wie I, bildet grün reflektierende Kristalle, zers. sich zwischen 100—120° ohne zu schm.; magnet. Suszeptibilität =  $-202 \times 10^{-6}$ . Wie I wurden ferner dargestellt *Molybdän-n-propylxanthogenat*, F. 89—91°, *Molybdänisopropylxanthogenat*, F. 114°, magnet. Suszeptibilität =  $-280 \times 10^{-6}$ , *Molybdän-n-butylxanthogenat*, F. 75°, *Molybdänisobutylxanthogenat*, F. 106—107,5° unter leichter Zers., *Molybdänisoamylxanthogenat*, F. 105° unter Zers. u. *Molybdäncyclohexylxanthogenat*. Aus dem magnet. Verh.

wird geschlossen, daß die Konst. der Xanthogenate wie nebenst. ist. Durch Behandlung von konz. wss. Lsgg. von Alkylxanthogenat mit einer Lsg. von Uranyl nitrat wurden erhalten *Uranyl-methylxanthogenat* in orangefarbenen Kristallen (wurde nicht analysiert), *Uranyläthylxanthogenat*,  $\text{UO}_2(\text{CS}_2\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ , *Uranylisooamylxanthogenat* u. *Uranylisopropylxanthogenat*. Wolframxanthogenate darzustellen gelang nicht. (Gazz. chim. ital. 69. 408—16. Juni 1939. Mailand, Univ. Istituto di Chim. Ind.) GOTTFR.





## C. Mineralogische und geologische Chemie.

**Fr. Hegemann**, *Die geochemischen und krystallochemischen Beziehungen von Mangan zu Pyrit*. Vf. hat 150 Pyrite von allen möglichen Bldg.-Arten auf Mn u. außerdem auf Co, Ni, Zn u. Cu spektrograph. untersucht. Ferner standen ihm noch 100 Pyritanalysen aus der Arbeit von ROST (C. 1939. II. 2627) zur Verfügung. Die Analysen wurden nach der Göttinger Kohlebogenmeth. von MANNKOPFF u. PETERS (C. 1931. II. 2034) ausgeführt. — Von den untersuchten 250 Pyriten weisen die meisten, selbst wenn sie vorher nicht gereinigt, sondern nur mit der Lupe ausgesucht worden sind, einen Mn-Geh. unterhalb der Nachweisbarkeitsgrenze von 0,003% auf. Bei den stärker Mn-haltigen Pyriten nimmt der Mn-Geh. meistens erheblich ab, wenn sie durch Zentrifugieren oder Ausschlämmen gereinigt werden. Nur Pyrite von 3 Fundorten: Meggen, Rammelsberg u. Stordö enthalten auch nach dem mechan. Reinigen noch 0,1—0,5% Mn. Außerdem enthalten diese Pyrite aber noch merkliche Mengen von Si, Al u. Mg. Da alle diese Verunreinigungen um so geringer werden, je feiner man die Pyrite pulvert u. je sorgfältiger man ausschlämmt, kann man annehmen, daß Mn nicht im Pyritgitter isomorph eingebaut ist, sondern teils zusammen mit Mg u. Fe als Silicat oder Carbonat vorliegt. Aus diesen u. anderen Befunden wird geschlossen, daß zwischen Pyrit u. *Hauerit* trotz der gleichen Gitteranordnung u. der analogen chem. Formel keine Mischungsisomorphie vorliegt, was auf den verschied. Bindungscharakter der beiden Mineralien zurückgeführt wird. Als geochem. Leitelement besitzt Mn für die Bldg.-Weise des Pyrits nur eine sehr untergeordnete Bedeutung. — Nach den vom Vf. ausgeführten Analysen scheint eine Isomorphie zwischen Fe u. Mn auch bei *Magnetkies* zu fehlen. (Metallwirtsch., Metallwiss., Metalltechn. 18. 705—07. 18/8. 1939. München, Techn. Hochsch., Mineralog. Inst.)

SKALIKS.

**H. Strunz**, *Mineralien der Descloizitgruppe*. Es wurde zunächst röntgenograph. nachgewiesen, daß *Konichalcit* u. *Staszinit* mit *Higginsit* ident. ist, u. ferner, daß *Austinit*, *Volborthit*, *Duftit* u. *Pyrobelonit* die gleiche Struktur wie *Descloizit* besitzen. Ferner ist es wahrscheinlich, daß *Tangeit* u. *Calciovolborthit* mit *Volborthit* strukturell ident. sind. Ganz allg. wurden die folgenden Ergebnisse erzielt: *Tilasit*,  $[\text{AsO}_4 | \text{OH}] \text{MgCa}$  hat die Dimensionen  $a = 6,66$ ,  $b = 8,95$ ,  $c = 7,56 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 120^\circ 59'$ , *Durangit*,  $[\text{AsO}_4 | \text{F}] \cdot \text{AlNa}$ , hat  $a = 6,53$ ,  $b = 8,46$ ,  $c = 7,30 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 119^\circ 22'$ , *Cryphiolith*,  $[\text{PO}_4 | \text{F}] \text{MgCa}$ , ist ebenfalls monoklin mit  $a : b : c = 0,736 : 1 : 0,856$ ,  $\beta = 117^\circ 33'$ , *Adelit*,  $[\text{AsO}_4 | \text{OH}] \cdot \text{MgCa}$ , hat  $a = 5,88$ ,  $b = 8,85$ ,  $c = 7,43 \text{ \AA}$ , *Austinit*,  $[\text{AsO}_4 | \text{OH}] \text{ZnCa}$ , hat nach Pulveraufnahmen ähnliche Gitterkonstanten wie *Higginsit*,  $[\text{AsO}_4 | \text{OH}] \text{CuCa}$ , für welchen  $a = 5,84$ ,  $b = 9,21$ ,  $c = 7,42 \text{ \AA}$  ist; von *Duftit*,  $[\text{AsO}_4 | \text{OH}] \text{CuPb}$ , wurden nur Pulveraufnahmen erhalten, *Aräoxen*,  $[(\text{V}, \text{As})\text{O}_4 | \text{OH}] \text{ZnPb}$ , ist nach Pulveraufnahmen isomorph mit *Descloizit*; ebenfalls gehört zur *Descloizitgruppe* nach Pulveraufnahmen *Volborthit*,  $[\text{VO}_4 | \text{OH}] \text{CuCa}$ . *Descloizit*,  $[\text{VO}_4 | \text{OH}] (\text{Zn}, \text{Cu}) \text{Pb}$ , hat  $a = 6,05$ ,  $b = 9,39$ ,  $c = 7,56 \text{ \AA}$ , *Motturamit*,  $[\text{VO}_4 | \text{OH}] (\text{Cu}, \text{Zn}) \text{Pb}$ , hat die gleichen Gitterkonstanten wie *Descloizit* u. *Pyrobelonit*,  $[\text{VO}_4 | \text{OH}] \text{MnPb}$ , hat  $a = 6,22$ ,  $b = 9,57$ ,  $c = 7,74 \text{ \AA}$ . — Zwischen diesen Mineralien ist wegen den ziemlich häufig vorkommenden Mischkrystallen in der Hauptsache Isomorphie anzunehmen. (Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr., Abt. A 101. 496—506. Aug. 1939. Berlin, Univ., Mineralog.-petrograph. Inst.)

**Je. P. Lewando** und **N. A. Adamowa**, *Zur Mineralogie der Bauxite von Tichwin*. (Vgl. C. 1938. II. 1556.) In den untersuchten Bauxiten wird das Vorliegen von Böhmit mit einem Brechungsindex  $1,647 \pm 0,002$  festgestellt. (Записки Всероссийского Минералогического Общества [Mém. Soc. russe Minéral.] [2] 67. Nr. 1. 74—80. 1938. Leningrad.)

R. K. MÜLLER.

**N. A. Usspenski**, *Tonbänder der Umgebung von Leningrad*. (Vgl. C. 1938. II. 2246.) Die untersuchten braunen Tonschichten bestehen aus einem Glimmer mit feinflockiger Struktur; die Flocken von einer Größe von 0,002—0,012 mm sind fast parallel zueinander angeordnet. Der braune Glimmer stellt ein Zers.-Prod. von Al-Silicaten dar; vermutlich handelt es sich um Glimmer von Fengitcharakter. (Записки Всероссийского Минералогического Общества [Mém. Soc. russe Minéral.] [2] 67. Nr. 1. 87—101. 1938. Leningrad.)

R. K. MÜLLER.

**Hans J. Harkort**, *Zur Methodik der Korngrößen- und Mineralanalyse von Peliten*. (Auf Grund schlämmanalytischer, röntgenographischer und mikroskopischer Untersuchungen an verschiedenen Vorkommen.) Nach der Diskussion der Möglichkeiten der Dispergierung toniger Sedimente in ihre einzelnen Teilchen bespricht Vf. die opt. Eigg. u. die Röntgenogramme der Minerale folgender Gruppen: Kaolingruppe, Sericitgruppe, Montmorillonit-Beidellit-Nontronitgruppe, Eisenoxydminerale sowie die Möglichkeit der qualitativen u. quantitativen Best. dieser Minerale im heterogenen Gemisch, vorwiegend auf röntgenograph. Wege. Es werden dann Korngrößen- u. Mineralanalysen



(opt. u. röntgenograph.) von drei Bolustonen von Lohn (von diesen auch chem. Analysen) von einer Huppererde von Lausen u. einem Glimmersand von Lohn sowie röntgenograph. Mineralanalysen von Tonanteilen aus Molassebodenprofilen mitgeteilt. In den Tonfraktionen ( $< 1 \mu$ ) wurden folgende Minerale gefunden: Bolustone: kaolinartiges Mineral, daneben Goethit, Hämatit, Quarz. Huppererde: Kaolin. Glimmersand: Kaolin, Serizit, Quarz, Nontronit, Goethit. Molasseböden: Nontronit-Montmorillonit, Sericit, Calcit, Kaolin, Quarz. (Sprechsaal Keram., Glas, Email 72. 233. 43 Seiten bis 341. Driesen [Neumark].) V. ENGELHARDT.

**A. B. Werigo**, *Die Bestimmung des Gehaltes an Radiumemanation in der atmosphärischen Luft im Gebiete des Archipels des Franz-Josef-Landes.* (Vgl. C. 1939. II. 3530.) Im Laufe der in der vorhergehenden Arbeit beschriebenen Expedition wurde der Geh. an Radon in der Luft zu  $0,1744 \cdot 10^{-16}$  Curie  $\cdot$  cm $^{-3}$  gefunden. Der im Verhältnis zu dem Rn-Geh. über den Ozeanen hohe Wert wird auf die Emanationen der Gesteine des Archipels zurückgeführt. Die Messungen wurden bei verschied. barometr. Drucken ausgeführt, wobei eine eindeutige Beeinflussung der Vers.-Ergebnisse durch den Druck nicht beobachtet worden ist. — Es ist versucht worden, zwischen Messungen mit Hilfe eines ausgespannten, aktivierten Drahtes (ELSTER-GEITEL-Meth.) u. direkten Adsorptionsbestimmungen an Kohle eine Beziehung zu finden. Es wird eine Umrechnungsformel angegeben, die aus den Vers.-Ergebnissen nach der ELSTER-GEITEL-Meth. direkt den Emanationsgeh.  $K$  angibt:  $K = A (\Delta v / \Delta t)$  Curie  $\cdot$  cm $^{-3}$ ;  $A = (C_0 \cdot 7,3 \cdot 10^{-19} / L)$ ,  $C_0$  = elektrostat. Kapazität des Elektrometers in cm,  $L$  = Länge des aktivierten Drahtes in m,  $\Delta v / \Delta t$  = Änderung des Ionisationsstromes in V/Stunde. Diese Formel gilt für eine Aktivierung des Drahtes während 30 Min., für eine negative Spannung von 2000 V u. für die Messung des Ionisationsstromes 30 Min. nach Aktivierungsschluß. (Труды Государственного Радиового Института [Trav. Inst. Etat Radium] 4. 194—203. 1938.) GERASSIMOFF.

**A. B. Werigo**, *Die Bestimmung des Gehaltes von Radiumemanation in der atmosphärischen Luft auf Elbrus.* (Vgl. vorst. Ref.) Es werden Meßergebnisse aus den Jahren 1929/1930 mitgeteilt. Die Messungen wurden mit Hilfe eines ausgespannten, auf 2000 V aufgeladenen Drahtes ausgeführt u. durch Vgl. mit Adsorptionsmessungen an Kohle ausgewertet. (Труды Государственного Радиового Института [Trav. Inst. Etat Radium] 4. 203—06. 1938.) GERASSIMOFF.

## D. Organische Chemie.

### D<sub>1</sub>. Allgemeine und theoretische organische Chemie.

**Werner Kern**, *Der osmotische Druck wässriger Lösungen polyvalenter Säuren und ihrer Salze.* 215. Mitt. über makromolekulare Verbindungen. (214. vgl. C. 1939. II. 2036.) Die Polyacrylsäure (I) wird als Modell polyvalenter, makromol. Säuren untersucht (vgl. C. 1938. II. 2572). Ihre Salze mit einwertigen Basen zeigen in wss. Lsg. starke elektrostat. Inaktivierung der monovalenten Kationen durch die polyvalenten Anionen. Diese Inaktivierung wird durch osmot. Messungen wss. Lsgg. der sauren u. neutralen Salze von I verfolgt. Für den osmot. Koeff. der Kationen in wss. Lsg. der sauren bis neutralen Salze wird eine Beziehung abgeleitet, die der MICHAELISSchen Dissoziationsgleichung einbas. Säuren entspricht:  $g_0 = (g_0)_0 \cdot K \cdot c_{gm} / (K \cdot c_{gm} + c_k)$ . Hierbei ist  $g_0$  der osmot. Aktivitätskoeff.,  $\lim_{\alpha_k \rightarrow 0} g_0 = (g_0)_0$ ,  $\alpha_k$  = auf die Säurekonz. bezogene Kationenkonz.,  $c_{gm}$  = Äquivalentkonz. von I,  $c_k$  = gesamte äquivalente Kationenkonz., u.  $K$  ist eine Konstante. Makromol., polybas. Säuren haben auf das osmot. Verh. einwertiger Kationen einen ähnlichen Einfl. wie einwertige Säuren auf das Verh. der H $^+$ .  $K$  wird als „osmot. Dissoziationskonstante“ bezeichnet. Die „osmot. Dissoziationskurven“ der Salze polyvalenter Säuren entsprechen den Dissoziationskurven einbas. Säuren. Polyvalente Säuren wirken als Kationenpuffer, ebenso wie einfache Säuren auf H $^+$  puffernd wirken. Für die Pufferung monovalenter Kationen durch polyvalente, makromol. Säuren gilt:  $P u_k = -\ln 10 \cdot c_{gm} \cdot (g_0)_0 \cdot K \cdot \alpha_k / (K + \alpha_k)^2$ . — Bedeutung der Pufferung von Kationen durch polyvalente Säuren bes. auf biol. Gebiet. (Z. physik. Chem., Abt. A 184. 197—210. Juni 1939. Freiburg i. Br., Univ.) LANTZSCH.

**E. Sauter**, *Zur Gitterbestimmung des Kautschuks.* 216. Mitt. über makromolekulare Verbindungen. (215. vgl. KERN, vorst. Ref.) Die früheren Unters. des Vf. (C. 1938. I. 1753) werden durch eine Arbeit von MORSS (C. 1938. I. 4388) bestätigt. Durch die vom Vf. durchgeführte Goniometrierung ist sichergestellt, daß die Zelle II von MORSS die richtige ist. (Z. physik. Chem., Abt. B 43. 292—93. Juli 1939.) LANTZSCH.

**Erwin Sauter**, *Über Beziehungen zwischen den Gittern der nativen und der Hydratcellulose.* 217. Mitt. über makromolekulare Verbindungen. (216. vgl. vorst. Ref.) GROSS u. CLARK (C. 1938. II. 2572) u. KIESSIG (C. 1939. II. 3058) bestätigen die grund-



sätzlichen Feststellungen der früheren Arbeiten des Vf. über das Gitter der nativen Cellulose (C. 1938. I. 3603). Das MEYER u. MARKSsche Gitter kann aus dem von SPONSLER u. DORE abgeleitet werden. Die graph. Darst. im reziproken Gitter mit den Indizierungen nach SPONSLER-DORE-SAUTER u. nach MEYER-MARK zeigt, daß beide Gitter das Faserdiagramm der nativen Cellulose zu deuten gestatten. — Ebenso wurde der Gittervergleich für die Hydratcellulose durchgeführt. Auch hier treffen sämtliche Interferenzlinien auf Gitterpunkte, sowohl im SPONSLER-DORE-SAUTERschen als auch im ANDRESS-MEYER-MARKSchen Indizierungsflächengitter. — Das Hydratcellulosegitter von SPONSLER u. DORE ist als das richtige anzusehen, wie sich aus der Diskussion ergibt. Vf. leitet eine neue Erklärung für die Polymorphie zwischen nativer u. Hydratcellulose ab. (Z. physik. Chem., Abt. B 43. 294—308. Juli 1939.)

LANTZSCH.

**Werner Kern**, *Der osmotische Druck wässriger Lösungen polyvalenter Säuren und ihrer Salze mit ein- und zweiwertigen Basen*. 218. Mitt. über makromolekulare Verbindungen. (217. vgl. vorst. Ref.) Es wird die elektrostat. Inaktivierung niedervalenter Kationen durch makromol. polyvalente Anionen am Beispiel der Polyacrylsäure (I) mit Hilfe von osmot. Messungen an wss. Lsgg. untersucht (vgl. 215. Mitt.). Es werden die Alkalisalze ( $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ) von I u. solche mit ein- u. zweiwertigen Aminen untersucht. Die Inaktivierung der Kationen ist bei den Alkalisalzen unabhängig von der Größe des Kations, bei den Ammoniumsalzen nimmt sie mit steigender Zahl der Methyl- bzw. Äthylgruppen etwas zu. Sie ist stark abhängig von der Wertigkeit des Kations. Die „osmot. Dissoziationskurven“ zweiwertiger Kationen zeigen einen anderen Verlauf als die einwertiger Kationen. (Z. physik. Chem., Abt. A 184. 302—08. Juli 1939. Freiburg i. Br., Univ.)

LANTZSCH.

**A. A. Morosow und A. W. Pamfilow**, *Die Änderungen der Viscosität von Nitrocelluloselösungen*. VI. Mitt. (V. vgl. PAMFILOW u. SCHICHER, C. 1939. II. 2631.) Im Anschluß an eine Literaturübersicht über Arbeiten, die Änderungen der Viscosität von Nitrocelluloselsgg. mit der Zeit behandeln, versuchen Vff. die Rolle der Strukturviscosität während des Ablaufes der Änderungen zu klären. Nur zu Beginn sind Abweichungen vom POISEUILLESchen Gesetz festzustellen, im Laufe der Zeit beginnt das Nitrocelluloseöl sich wie eine NEWTONSche Fl. zu verhalten, was Vff. am Beispiel von 0,5%ig. Lsgg. von 3 verschied. Nitrocellulosen in Aceton zeigen. Bestimmungen der kleinsten u. der größten Viscosität bei Drucken verschied. Höhe (minimaler u. maximaler Druck) an 1 u. 2%ig. Lsgg. in Aceton u. Aceton-Toluol erlauben auszusagen, daß bes. bei höherer Konz. 70—90% der Gesamtviscosität auf Kosten der Strukturviscosität kommen können. Der Viscositätsanteil, der nicht der Strukturviscosität angehört, erleidet keine zeitlichen Veränderungen. (Журнал Общей Химии [J. Chim. gén.] 9. 759—65. 1939.)

ULMANN.

**S. Rogöwin und W. Iwanowa**, *Untersuchung des Auflösungsprozesses der Celluloseester*. IV. *Einfluß der Intensität der Wechselwirkung zwischen den einzelnen Teilchen des Lösungsmittels auf die integralen Lösungswärmen der Celluloseester*. (III. vgl. C. 1938. I. 3051.) Vff. untersuchen den Prozeß der Lsg. von Celluloseestern in Aceton durch Best. der integralen Lsg.-Wärme. Die Bestimmungen werden in einem Eiscalorimeter ausgeführt. Es zeigt sich, daß die integrale Wärme ein u. desselben Celluloseesters in ein u. demselben Lösungsm. von der Konz. des Esters abhängt. Zur Unters. gelangten 0,25-, 1-, 4- u. 12%ig. Lsgg. von Nitrocellulose in Aceton; in dieser Konz.-Reihe stieg z. B. die integrale Lsg.-Wärme, oder genauer die Quellungs- u. Lsg.-Wärme bei einem bestimmten Präp. von 10,73 cal auf 28,36 cal. Es wird von Vff. angenommen, daß in höheren Konz. die Cellulosemicellen weniger weit aufgeteilt werden, u. infolgedessen der für diesen Prozeß notwendige Arbeits- bzw. Wärmeverbrauch hier geringer ist. Wichtig ist, bei derartigen calorimetr. Verss. darauf zu achten, daß die gemessenen Wärmetönungen auch von der Lsg.-Dauer abhängig sind. Die integrale Lsg.-Wärme der Ester in gleichkonz. Lsgg. hängt unter sonst gleichen Bedingungen von der Größe der Teilchen der gelösten Präpp. ab, was an 3 verschied. Fraktionen von Nitrocellulose gezeigt wird. Noch deutlicher treten die bei Nitrocellulose aufgefundenen Verhältnisse beim Lösen von Acetylcellulose in Aceton hervor. So erhielten Vff. z. B. bei der Herst. einer 0,25%ig. Lsg. nach 30 Min. eine Wärmetönung von —12,46 cal, eine 4%ig. Lsg. ergab +16,3 cal, u. eine 20%ig. 19,17 cal. — Beim Eintragen hochkonz. Lsgg., d. h. gequollener Gele der Celluloseester, in Aceton ist keine merkbare Wärmetönung nachzuweisen. (Коллоидный Журнал [Colloid J.] 4. Nr. 1. 19—30. 1938. Moskau.)

ULMANN.

**P. M. Ginnings, Eleanor Herring und Doris Coltrane**, *Wasserlöslichkeiten einiger ungesättigter Alkohole*. (Vgl. C. 1939. II. 2422.) Die untersuchten ungesätt. Alkohole sind sämtlich in W. leichter lösl. als die entsprechenden gesätt. Verbindungen.



Die größte Löslichkeit tritt auf, wenn sowohl die Doppelbindung, als auch das OH nahe am Mittelpunkt eines kompakten Mol. stehen. Die Löslichkeit nimmt mit dem Mol.-Gew. u. der Temp. ab. — *Buten-(3)-ol-(2)*, aus  $\text{CH}_2 \cdot \text{MgJ}$  u. Acrolein. Kp.<sub>760</sub> 96—97°, D.<sub>25</sub> 0,8350, mit W. bei 20, 25 u. 30° unbegrenzt mischbar. *Penten-(3)-ol-(2)*, aus  $\text{CH}_2 \cdot \text{MgJ}$  u. Crotonaldehyd. Kp.<sub>760</sub> 121,7—124,2°, D.<sub>25</sub> 0,8328. A.-G. [Alkoholgeh. (Gew.-%) der wss. u. alkoh. Phase bei 20°] 9,46 u. 87,71. *Penten-(4)-ol-(3)*, aus  $\text{C}_2\text{H}_5 \cdot \text{MgBr}$  u. Acrolein, Kp.<sub>760</sub> 114—114,6°, D.<sub>25</sub> 0,8347. A.-G. 8,72, 87,12. *Penten-(4)-ol-(1)*, aus Tetrahydrofurfurylalkohol nach PAUL (C. 1933. I. 924). Kp.<sub>760</sub> 138,8—139,3°, D.<sub>25</sub> 0,8578. A.-G. 5,89, 86,83. *Hexen-(4)-ol-(3)*, aus  $\text{C}_2\text{H}_5 \cdot \text{MgBr}$  u. Crotonaldehyd. Kp.<sub>760</sub> 133,8—136,2°, D.<sub>25</sub> 0,8415. A.-G. 4,06, 96,07. *2-Methylpenten-(4)-ol-(3)*, aus  $(\text{CH}_3)_2\text{CH} \cdot \text{MgBr}$  u. Acrolein, Kp.<sub>760</sub> 125,1—126,1°, D.<sub>25</sub> 0,8364, A.-G. 3,29, 94,16. *Hexen-(1)-ol-(3)*, aus  $n\text{-C}_4\text{H}_9 \cdot \text{MgBr}$  u. Acrolein, Kp.<sub>760</sub> 133,5—134°, D.<sub>25</sub> 0,8318, A.-G. 2,72, 94,12. Löslichkeiten bei 25 u. 30° u. D. der wss. u. alkoh. Phasen s. Original. (J. Amer. chem. Soc. 61. 807—08. April 1939. Greensboro College, N. C.) OSTERTAG.

E. Roger Washburn, Albert E. Beguin und Orville C. Beckord, *Das ternäre System Äthylalkohol, Toluol und Wasser bei 25°*. Die Löslichkeitskurven bei 25° werden mittels refraktometr. Messungen festgelegt. (J. Amer. chem. Soc. 61. 1694—95. Juli 1939.) VOIGT.

H. Gerding und R. Freyemann, *Bemerkungen über Gemische von  $\text{CH}_3\text{OH}$  +  $\text{CS}_2$  (binäres System mit zwei flüssigen Phasen) und  $\text{CH}_3\text{OH}$  +  $\text{CCl}_4$  (System mit unbegrenzter Mischbarkeit). Infrarote Absorptionsspektren*. Für die Bldg. eines Zweiphasensyst. mit zwei fl. Phasen erscheint es wichtig, daß eine der beiden Fl. durch Mol.-Assoziation ausgezeichnet ist. Ist bei der Mischung dieser stark assoziierten Fl. mit einer anderen die auftretende Mischungsenergie nicht groß genug, um die Assoziationsenergie zu überwinden, so bleiben beide Fl. als selbständige Phasen nebeneinander bestehen. (J. Chim. physique 36. 19—22. Januar 1939.) VOIGT.

Nikola A. Puschin und Georg M. Dimitrijević, *Das binäre System Phenylhydrazin-p-Chlorphenol*. Es wurde das F.-Diagramm des bin. Syst. Phenylhydrazin-p-Chlorphenol aufgestellt u. die Temp. des vollständigen Schmelzens der verschied. Phasen beobachtet. Die Maxima der F.-Kurve liegen 1. bei 33,3 Mol-% p-Chlorphenol entsprechend der Verb.  $(\text{C}_6\text{H}_5\text{NH} \cdot \text{NH}_2)_2 \cdot p\text{-ClC}_6\text{H}_4\text{OH}$  (F. bei 33,2°); 2. bei 50 Mol-% p-Chlorphenol entsprechend der Verb.  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH} \cdot \text{NH}_2 \cdot p\text{-ClC}_6\text{H}_4\text{OH}$  (F. bei 26,7°); 3. bei 75 Mol-% p-Chlorphenol entsprechend der Verb.  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH} \cdot \text{NH}_2 \cdot 3 p\text{-ClC}_6\text{H}_4\text{OH}$  (F. bei 16°). Es besteht noch eine 4. Verb. (F. oberhalb 9,2°), deren Zus. nicht genau bestimmt werden konnte. Es wurde festgestellt, daß p-Chlorphenol in 2 Modifikationen ( $\alpha$  u.  $\beta$ ) vorkommt, es sind im Kristallsyst. also 7 Kristallphasen zu erwarten. Es zeigte sich, daß von den 7 Phasen 5 nicht nur im stabilen, sondern auch im metastabilen Zustand erhalten werden konnten. Durch Impfen der unterkühlten Mischung mit entsprechenden Kristallen gelang es, aus einem u. demselben Gemisch 3—4 verschied. Kristallphasen zu gewinnen. (Z. physik. Chem., Abt. A 184. 231—37. Juni 1939.) I. SCHÜTZA.

N. A. Pušin und M. Deželić, *Das Gleichgewicht in binären Systemen, welche Phenylendiamine enthalten*. (Гласник Хемиског Друштва Краљевине Југославије [Bull. Soc. chim. Royaume Yougosl.] 9. 139—49. 1938. — C. 1939. I. 911.) R. K. MÜLLER.

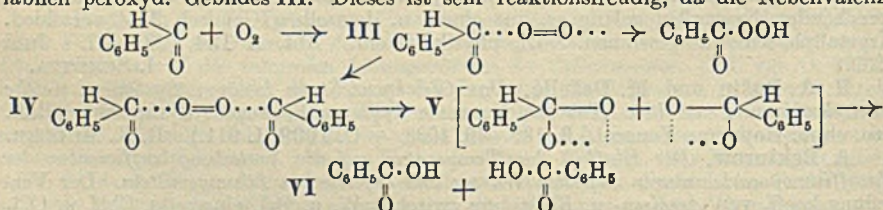
A. Bekturow, *Der Einfluß der Temperatur auf die Verteilungskoeffizienten der Paraffinmonocarbonsäuren zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln*. Der Verteilungskoeff. von Ameisen- u. Essigsäure zwischen W. u. Bzl. einerseits, Chlf. u.  $\text{CCl}_4$  andererseits wird bei verschied. Konz. u. bei Temp. von 0—60° gemessen. Er sinkt mit wachsenden Temp. u. Konz. bei Ameisensäure stärker als bei Essigsäure. (Журнал Общей Химии [J. Chim. gén.] 9. 419—28. 1939.) SCHOVER.

A. I. Titov, *Über die chemischen Eigenschaften der Acetate. Die Löslichkeit der Sulfanilsäure in Essigsäure in Gegenwart von Acetaten*. (Vgl. C. 1938. I. 1349.) Die Löslichkeit der Sulfanilsäure steigt mit der Konz. des Acetats  $c$  (in Mol-%) nach empir. Gleichungen:  $0,045 c + 4,5 c^2$  für Li-,  $0,046 c + 13,2 c^2$  für Na- u.  $0,093 c + 53 c^2$  für K-Acetat. Der schnelle Anstieg, bes. von  $c \sim 0,1$  n. an, wird durch Polarisationseffekte u. Dipolorientierung gedeutet. (Журнал Общей Химии [J. chim. gén.] 9. 932—35. 1939. Moskau, Techn. Hochschule.) ANDRUSSOW.

Georg Wittig und Wilfried Lange *Über die Autoxydation des Benzaldehyds in Gegenwart von Dibiphenylenäthylen*. Der Vorgang der Aldehydatoxydation wurde im Sinne einer Kettentheorie gedeutet u. nach HABER u. WILLSTÄTTER (vgl. C. 1932. I. 778) läuft dieser Prozeß über Radikale als Glieder der Kette ab; mit der Erkenntnis des Vorliegens einer Kettenrk. wird die Beobachtung von MOUREU u. DUFFRAISSE (vgl. C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 174 [1922]. 258) erklärlich, daß Fremdmoleküle wie Hydrochinon in kleiner Zahl die Oxydation vieler Aldehydmol. unterbinden können.



Ziel der vorliegenden Arbeit war die chem. Deutung dieser hemmenden Wrkg., wobei mit der Klärung des Effektes der „Antioxygene“ gleichzeitig eine Aufklärung über den Autoxydationsvorgang der Aldehyde zu erwarten war. Wie bereits früher (vgl. C. 1937. II. 1796) gezeigt wurde, wird die Autoxydation des *Benzaldehyds* (I) durch Zusatz ungesätt. KW-stoffe oder Vinylenhomologer gehemmt, u. die nähere Unters. ergab, daß die Teträphenylpolyene eine mit steigender Zahl der C=C-Bindungen sich verstärkende Inhibitorwrkg. auslösen, wobei sie selbst zunehmend oxydiert werden. Es folgt hieraus, daß die Verzögerung der Aldehydatoxydation u. die Oxydation der Inhibitoren chem. gekoppelte Vorgänge sind. Die Inhibitorwrkg. ist auf die Rk.-Bereitschaft der C=C-Bindung des konjugierten Syst. zurückzuführen, das hierbei zerstört wird. Als geeignet für die Unters. erwies sich *Dibiphenylenäthyl* (II), dessen orangefarbene Lsgg. in unpolaren Lösungsmitteln an der Luft u. im Licht haltbar sind; in polaren Lösungsmitteln dagegen wird es zu Fluorenon autoxydiert. Eine Lsg. von 0,2 g II in 30 cem Dioxan enthält nach 50-std. Schütteln unter O<sub>2</sub> nur noch Fluorenon; bei weitem rascher erfolgt die Oxydation des KW-stoffes in I + CCl<sub>4</sub> u. gleichzeitig wurde beobachtet, daß die Autoxydation des Aldehyds durch Zusatz von II gehemmt wird. Diese verzögernde Wrkg. nimmt in dem Maße ab, wie der Inhibitor verbraucht wird, u. wenn die Lsg. nur noch Fluorenon enthält, erreicht die Geschwindigkeit der O<sub>2</sub>-Aufnahme fast den Wert der des Aldehyds allein. Da unter den bei der Autoxydation angewandten Bedingungen Benzopersäure II weder allein noch in Ggw. von I angreift, folgt, daß an der Oxydation von II zu Fluorenon in dem sich autoxydierenden I die Benzopersäure keinen Anteil hat, u. es wurde nun untersucht, ob OH-Radikale, die nach HABER u. WILLSTÄTTER (l. c.) in dem sich oxydierenden Aldehyd entstehen u. vergehen, die Umwandlung von II in Fluorenon bedingen, wobei als Zwischenprod. das II zugehörige Glykol auftreten sollte. Dieses war jedoch nicht aufzufinden u. aus seinem Verh. bei der Autoxydation des I, die es nur wenig hemmt, ergibt sich, daß das Pinakon nicht Zwischenprod. bei der Fluorenonbildg. ist. Da auch die Bldg. von neuen Radikalen — durch Anlagerung von einem OH-Radikal an II u. Dehydrierung oder Zerfall des entstehenden Adduktes vor Anlagerung des 2. Hydroxyls — die nun ihrerseits mit OH reagieren, ausgeschlossen ist, da in diesem Falle bei der Umwandlung von II in Fluorenon Nebenprod. entstehen müßten, kommen Vff. zu dem Ergebnis, daß Hydroxyl- oder andere Radikale nicht die Träger der Kettenrk. sind, u. daß demgemäß die Hypothese von HABER u. WILLSTÄTTER abzulehnen ist. Eine zwanglose Erklärung für die beschriebenen Erscheinungen, die auch das Verhalten von II in Dioxan gegen O<sub>2</sub> (s. unten) einschließt, gibt die früher (vgl. C. 1937. II. 1796) von WITTIG u. KRÖHNE vertretene „Moladdukt-Theorie“. Hiernach addiert ein an der CO-Gruppe angeregtes oder katalyt. aktiviertes Aldehydmol. O<sub>2</sub> unter Bldg. eines labilen peroxyd. Gebildes III. Dieses ist sehr reaktionsfreudig, da die Nebenvalenz-



bindung im Sauerstoffmol. eine Elektrounsymmetrie induziert u. damit den O<sub>2</sub> in eine energiereichere, aktivierte Form überführt. III stabilisiert sich entweder zu Benzopersäure, ein für die weitere Aldehydatoxydation unwesentlicher Vorgang, da diese schwächer oxydierend wirkt als III, oder aber III reagiert mit einem 2. Mol Aldehyd unter Bldg. von 2 Mol Benzoesäure nach IV—VI. Die hierbei freiwerdende Energie aktiviert ein neues Aldehydmol., das nun wieder O<sub>2</sub> anlagert u. im Sinne einer Kettenrk. den Prozeß der Autoxydation weiterführt. Für die intermediäre Bldg. eines Gebildes V spricht die Feststellung (unveröffentlichte Verss. mit K. HENKEL), daß *9,10-Diphenylacenaphthyl*, das die Autoxydation die I ebenfalls inhibiert, bei der O-Aufnahme des Aldehyds u. a. das *cycl. Acetat des cis-Diphenylacenaphthylenglykols* bildet; Vff. nehmen hierbei an, daß das Diphenylacenaphthylen das vor Bldg. der Benzoesäure auftretende Prod. V wegfangt u. zum *cycl. Acetat* addiert. Trifft III statt auf I auf ein Mol. II, so vermag der aktivierte O<sub>2</sub> dieses zu Fluorenon zu oxydieren, wobei I zurückerhalten oder unter Spaltung des O<sub>2</sub>-Mol. gleichzeitig Benzoesäure gebildet wird. Da nun die hierbei freiwerdende Energie nicht hinreicht, um ein neues Aldehydmol. zu aktivieren u. damit zur O<sub>2</sub>-Anlagerung anzuregen, unterbindet die Oxydation eines Mol. II die einer ganzen Kette von Aldehydmolekülen. Die chem. Kopplung der in-



hibierten Aldehydoxydation u. der Zerstörung des Inhibitors ist also demnach auf eine Aufnahme u. Abgabe aktivierter O<sub>2</sub>-Moll. zurückzuführen. Stabile Addukte von mol. O<sub>2</sub> an Doppelbindungen sind in einigen Fällen in der Literatur beschrieben worden. Daß die labilen Moladdukte O<sub>2</sub> in aktivierter Form abgeben können, zeigt das Verh. von II in Dioxan gegen O<sub>2</sub>. Während reines Dioxan keinen O<sub>2</sub> aufnimmt, absorbiert eine Lsg. von II in diesem Solvens O<sub>2</sub>, wobei der KW-stoff quantitativ in Fluorenol übergeht, u. es zeigt sich, daß die Lsg. erheblich mehr O<sub>2</sub> verbraucht, als zur Oxydation von II erforderlich ist. Nach der Umwandlung in Fluorenol findet keine O<sub>2</sub>-Aufnahme mehr statt. Diese Oxydation u. die damit gekoppelte Weitergabe von aktiviertem O<sub>2</sub> an oxydable Verbb. wird offenbar dann erfolgen, wenn die C=C-Bindung unter dem Einfl. des Lösungsm. (Solvatisierung) polarisiert u. damit ähnlich der C=O-Bindung des Aldehyds wird. Hieraus ist das Verh. des sich autoxydierenden I bei höheren KW-stoff-Konz. erklärlich, wobei die O<sub>2</sub>-Aufnahme die des I bis zu einem bestimmten Konz.-Verhältnis übersteigt, von dem ab wieder die inhibierende Wrkg. des II ersichtlich wird; auch bei der höheren KW-stoff-Konz. wird selbstverständlich die Autoxydation des I verzögert. Der O<sub>2</sub>-Mehrverbrauch kann nur so erklärt werden, daß neben der Inhibitor-Rk. eine zweite davon abhängige u. erheblich langsamere verlaufende Rk. einhergeht. Offenbar vermag II unter der Solvatwrkg. des Aldehyds (ähnlich der des Dioxans) O<sub>2</sub> unter Bldg. von Fluorenol aufzunehmen u. vielleicht gekoppelt damit an I ähnlich wie an Dioxan abzugeben. II übernimmt also in 2 unabhängig nebenhergehenden Rk.-Weisen die Rolle des Acceptors u. zugleich die des Autoxydatoren. Bei kleinen KW-stoff-Konz. tritt die positive „Katalyse“ des II zurück, da hier die Inhibitorwrkg. voll wirksam ist. Überträgt man die beim II geklärten Verhältnisse auf das Verh. der früher (C. 1937. II. 1796) beschriebenen Tetraphenylpolyene, wo bis zum Tetraphenyl-octatetraen eine Zunahme der Inhibitorwrkg., beim Tetraphenyl-dekapentaen u. -dodekahexaen jedoch wieder eine stärkere O<sub>2</sub>-Absorption beobachtet wird, so wird diese nur scheinbare Umkehr in der Inhibitorwrkg. verständlich. Danach wird die inhibierende Wrkg. der KW-stoffe von einer ebenfalls mit zunehmender Zahl der C=C-Bindungen sich verstärkenden, beschleunigenden Wrkg. überlagert. Bei beiden voneinander unabhängigen Rk.-Weisen wird der KW-stoff oxydiert, u. zwar mit einer Geschwindigkeit, die mit zunehmender Länge des konjugierten Syst. ansteigt. — Bzgl. Einzelheiten der Verss. muß auf das Original verwiesen werden. (Liebig's Ann. Chem. 536. 266—84. 22/11. 1938. Braunschweig, Techn. Hochschule, u. Freiburg i. B., Univ.)

SCHICKE.

L. J. le Roux und S. Sugden, *Die Kinetik von Austauschreaktionen*. Teil I. *n-Butylbromid*. Die Geschwindigkeit der Austauschrk.  $RBr + Br^{*-} \rightleftharpoons RBr^{*} + Br^{-}$  ( $Br^{*} = \text{radioakt. Br}$ ) wird in wss. Aceton (90 Vol.-% Aceton) im Temp.-Bereich zwischen 0 u. 65° gemessen. Die Rk. verläuft bimol. mit einer Aktivierungsenergie von 13,8 kcal; ihre Geschwindigkeit kann durch die Gleichung

$$\log k/\sqrt{T} = (8,13 \pm 0,10) - (18870 \pm 140)/4,57 T$$

dargestellt werden u. ist damit von der für ein gasförmiges Syst. auf Grund der Stoßtheorie zu erwartenden Größenordnung. Der Austausch wird durch Säuren oder Basen nicht katalysiert. (J. chem. Soc. [London] 1939. 1279—83. Aug. London, WC 1, Univ. Coll., Sir William Ramsay u. Ralph Forster Labor.)

REITZ.

M. S. Nenzow, T. W. Nisowkina und Je. A. Ssosskina, *Untersuchung von pyrogenen Reaktionen der Kondensation von Kohlenwasserstoffen*. VI. *Thermische Polymerisation von Cyclohexen*. (V. vgl. C. 1936. II. 2878.) Die therm. Polymerisation von Cyclohexen (I) verläuft bei Temp. bis 430° als homogener Prozeß prakt. ohne Nebenreaktionen. Die Ggw. von O<sub>2</sub> in geringen Mengen beeinflusst die Kinetik nicht. Metall. Fe ist ebenfalls ohne Einfl. u. ruft bis 430° keine Dehydrierung zum Bzl. hervor; P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> wirkt dagegen stark beschleunigend. Der Verlauf der therm. Polymerisation von I verläuft bimolekular. Die Änderung der Rk.-Geschwindigkeit mit der Temp. entspricht der Gleichung:  $\lg K = 12,18 - (10\,250/T)$ ; die Aktivierungsenergie beträgt 47 000 ± 2000 cal. Als Hauptprod. der Polymerisation erscheint das Dimere (60% des Polymerisationsprod.), *Cyclohexyl-1-cyclohexan* neben 25% Trimerem u. ca. 6% höheren Polymeren. (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1303—13. Aug./Sept. 1938. Staatsinst. f. Hochdruck.) v. FÜNER.

M. S. Nenzow, T. W. Nisowkina und Je. A. Ssosskina, *Untersuchung von pyrogenen Reaktionen der Kondensation von Kohlenwasserstoffen*. VII. *Thermische Polymerisation von n-Octen*. (VI. vgl. vorst. Ref.) Die therm. Polymerisation von *n-Octen* (I) verläuft bimol. u. wird durch geringe O<sub>2</sub>-Mengen nicht beeinflusst. Die Temp.-Abhängigkeit der Rk.-Geschwindigkeit wird durch die Gleichung:  $\lg K_2 = 10,54 - 8900/T$  ausgedrückt; die Aktivierungsenergie beträgt 40 500 ± 2000 cal. Als



Hauptprod. entsteht mit 50% Ausbeute das Dimere neben wenig (5–10%) höheren Polymeren. In der Octenfraktion wird eine Anreicherung an KW-stoffen der Isostruktur beobachtet. Die Rk. erfolgt bis 420° ohne Bldg. von cycl. KW-stoffen. Aus dem Vgl. der Geschwindigkeitskonstanten u. der Aktivierungsenergie der therm. Polymerisation von den insgesamt untersuchten 9 Olefinen können zusammenfassend folgende Schlüsse gezogen werden: 1. die Geschwindigkeit der Polymerisation ist von der Struktur des Mol. stark abhängig; 2. die Isostruktur des Mol. bedingt noch keine erhöhte Geschwindigkeit der Rk.; 3. bei n. Olefinen fällt die Geschwindigkeit der Polymerisation mit steigendem Mol.-Gew., wobei die Abnahme der Geschwindigkeit mit dem steigenden Mol.-Gew. geringer wird u. die Geschwindigkeit einem Grenzwert asymptot. zustrebt; 4. die Geschwindigkeit der Polymerisation von Cyclohexen bei 370° ist geringer als bei allen anderen untersuchten n. Olefinen u. beträgt  $\frac{1}{3}$  der Geschwindigkeit der Polymerisation des n. Hexens; 5. der Wert der Aktivierungsenergie ist für n. Olefine verschied. Mol.-Gew. wenig verschied.; 6. die cycl. u. die Isostruktur bedingt bedeutend höhere Aktivierungsenergie als für n. Olefine; 7. in allen untersuchten Fällen liegen bimol. Rkk. vor; 8. als Hauptpolymerisationsprodd. werden stets Dimere gebildet; 9. Ringschluß findet in keinem Fall statt; 10. arom. KW-stoffe werden bei 420° sogar aus Cyclohexen prakt. nicht gebildet. (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1314–25. Aug./Sept. 1938.) v. FÜNER.

P. W. Putschkow und A. F. Nikolajewa, *Hydrierung von Cyclohexan unter Wasserstoffdruck*. Vers. der Hydrierung von Cyclohexan (I) bei 400 u. 500° unter hohem Druck (140 at Anfangsdruck) in Ggw. von MoS<sub>2</sub> als Katalysator zeigen, daß bei genügender Dauer (26 Stdn. bei 400°) I fast vollständig verändert wird u. hauptsächlich in *Methylcyclopentan*, *n-Hexan* u. *Isohexane* übergeht. Die Paraffin-KW-stoffe entstehen als Folge der Decyclisierung von I u. Methylcyclopentan. Bei 500° verläuft nebenher noch die Dehydrierung unter Bldg. von Ungesättigten u. von Aromaten. (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1153–58. Juni 1938.) v. FÜNER.

P. W. Putschkow und A. F. Nikolajewa, *Hydrierung von Methylcyclohexan unter Wasserstoffdruck*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Hydrierung von Methylcyclohexan (I) in Ggw. von MoS<sub>2</sub> bei 400° u. 350 at Druck führt nach 26 Stdn. zu fast vollständiger Umwandlung von I in KW-stoffe anderer Struktur. Es entstehen hauptsächlich Pentamethylene unter Bldg. von *1,2-* u. *1,3-Dimethylcyclopentan*; bedeutend weniger ist die Ausbeute an *Athylcyclopentan*; *1,1-Dimethylcyclopentan* wurde nicht festgestellt. Nebenher werden Paraffin-KW-stoffe (23–38%) hauptsächlich der Isostruktur gebildet. (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1159–66. Juni 1938.) v. FÜNER.

W. W. Ipatjew jr., M. I. Lewina und A. I. Karlblom, *Katalytische Hydrierung von Zwei- und Mehrstoffgemischen*. (Vgl. C. 1938. I. 49.) Zur Erörterung der Frage, ob bei katalyt. Rkk. in Mehrstoffsystemen die Rk.-Folge von thermodynam. Faktoren abhängig ist, die sich im voraus angeben lassen, wurde die Hydrierung von Gemischen verschied. organ. ungesätt. Verbb. untersucht. Als wichtiger thermodynam. Faktor wurde dabei die freie Energie des Hydrierungsprozesses angenommen, so daß die Frage aufgeworfen wurde, ob nicht bei zwei oder mehr Stoffen im Gemisch diese Größe allein, unabhängig vom Katalysator, die Reihenfolge der Hydrierung der einzelnen Komponenten bestimmt. — Zur Hydrierung wurden folgende Gemische verwandt: 1. *Allylalkohol* u. *Oleinsäure* am Pt-Katalysator, 2. *Zimtsäure*, *Zimtsäuremethylester* u. *Zimt-alkohol* am Pt- u. Pd-Schwarz u. am Ni-Katalysator (1. u. 2. bei 1 at Druck u. Zimmer-temp.); 3. verschied. Gemische von *Bzl.*, *Toluol*, *m-Xylol*, *Mesitylen*, *Athylbenzol* u. *Isopropylbenzol* bei Temp. von 25–400° u. bis 200 at Druck an Pt-, Ni- u. MoS<sub>2</sub>-Katalysatoren, u. zwar in fl. u. in der Dampfphase. Es wurde auch die Hydrierung der einzelnen Komponenten für sich vorgenommen. — Im Falle gleichartiger Komponenten wurde stets eine Verteilung des Wasserstoffs zwischen den Komponenten im Sinne der freien Energien der verlaufenden Rk. festgestellt. Es ließ sich immer die Hydrierungskonstante binärer Gemische aus den freien Hydrierungsenergien der einzelnen Bestandteile errechnen. Und weiterhin war es möglich, auf Grund der Hydrierungsergebnisse u. bei Kenntnis der Hydrierungskonstanten der einen Komponente diese Größe für die andere Komponente anzugeben. Aus den Vers.-Daten wurden ferner Differenzen der freien Hydrierungsenergien für verschied. ungesätt. Verbb. errechnet, für die die absol. Werte unbekannt waren, u. aus den Differenzen, wurden qualitativ Schlüsse auf die Beeinflussung der freien Hydrierungsenergie der Verbb. durch substituierende Gruppen gezogen (COOH, CH<sub>2</sub>OH u. COOCH<sub>3</sub> auf die Doppelbindung in den Derivv. der Zimtsäure). — In den meisten Fällen hat es

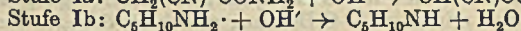
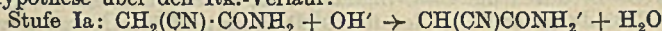


sich erwiesen, daß in bezug auf die Selektivität ein Unterschied im Verh. der Katalysatoren nicht besteht. Der Katalysator leitet den Prozeß so, wie es die Thermodynamik der betreffenden Verb. vorschreibt. Manchmal kann der Katalysator auf Kosten der Heterogenität u. Nichtumkehrbarkeit einiger Vorgänge auch spezif. Wrkg. aufweisen, dann verschafft diese Ausnahme von der Regel erst recht die Möglichkeit, sich ein wahres Bild von den Vorgängen an den Oberflächen zu machen. (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 8. 481—528. 1939.) GERASSIMOFF.

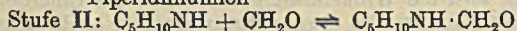
M. P. Massina, *Über einige Kondensationsreaktionen in Gegenwart von Katalysatoren.* Vf. untersucht die Frage der Kondensation von Rk.-Prodd., die beim Überleiten von Cyclohexanol über Co-Th- u. Ni-Th-Katalysatoren bei 380° als Folge der Dehydrierung u. Dehydratisierung entstehen. Die Katalysatoren werden durch Fällung der in verschied. Verhältnissen angewandten Metallnitrate mit Soda oder besser mit Pottasche gewonnen. Die Verss. wurden mit reinem Cyclohexen, Cyclohexanon u. einem Gemisch der beiden als den wahrscheinlichen prim. Rk.-Prodd. der Cyclohexanolumwandlung durchgeführt, u. es wird gezeigt, daß die Kondensation prakt. nur bei Cyclohexanon festzustellen ist, wobei als Kondensationsprod. 2(?)-Cyclohexyldicyclohexanon entsteht. (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1264—71. Juli 1938. Moskau, Inst. f. Gase u. künstl. fl. Brennstoffe.) v. FÜNER.

M. P. Massina, *Untersuchung der kondensierenden Wirkung von Ni-Th- und Co-Th-Katalysatoren auf die Alkohole der Fettreihe.* (Vgl. vorst. Ref.) Die Unters. der Kondensationsrk. über Co-Th- u. Ni-Th-Katalysatoren bei 380° ergab bei Cyclohexanol 48—49% Kondensationsprodukte. Bei Anwendung von Alkoholen der Fettreihe (A. u. Propylalkohol) findet ebenfalls Kondensation statt, wobei unter Abspaltung 1 Mol. W. aus 1 Mol. Aldehyd u. 2 Mol. Alkohol Acetale gebildet werden; die günstigste Temp. beträgt 220°. Für A. beträgt die Ausbeute an fl. Kondensationsprod. 50 bis 60%. (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1281—85. Aug./Sept. 1938. Moskau, Inst. f. Gase u. künstl. fl. Brennstoffe.) v. FÜNER.

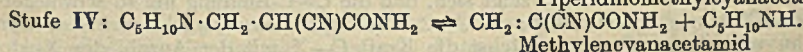
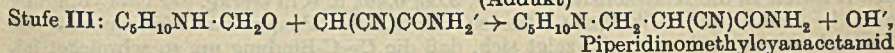
Terje Enkvist, *Über die Kondensation von Cyanacetamid und Formaldehyd.* III. Sekundäre Amine als Katalysatoren. Die in II. (C. 1938. I. 561) beschriebenen Verss. werden nach einer nur wenig veränderten Methodik fortgesetzt. Zusätze von Piperidin, Diäthylamin, Diisocamylamin u. Diäthylolamin bewirken in phosphatgepufferten Lsgg. von Cyanacetamid + Formaldehyd bei konstantem pH fast gleiche Vergrößerungen der Anfangsgeschwindigkeit der Rk., verglichen mit den Ergebnissen ohne Aminzusatz. Piperazin besitzt etwas schwächere, Hippursäure u. Guanidinoessigsäure zeigen keine nachweisbare Wirkung. Verss. mit Piperidinhydrochlorid bei wechselndem pH ergeben, daß die Vergrößerung der Anfangsgeschwindigkeit ungefähr proportional der Piperidinsalzkonz. u.  $[\text{OH}']^2$  anwächst; in schwächer saurem Gebiet wächst sie allerdings weniger steil mit  $[\text{OH}']$  an. Diesen Befund erklärt Vf. durch folgende Hypothese über den Rk.-Verlauf:



Piperidiniumion



(Addukt)



Methylencyanacetamid

Unter allen diesen Vorgängen verläuft III am langsamsten. Da im Anfangsstadium die Konz. von Aldehyd, Cyanacetamid u. W. prakt. konstant sind u. in stärker sauren Lsgg.  $[\text{C}_6\text{H}_{10}\text{NH}]:[\text{C}_6\text{H}_{10}\text{NH}_2]$  sehr klein ist, ergibt sich für die Größe des „Piperidineffektes“ im Gleichgewichtszustand der Katalyse  $v_p = k_1 [\text{C}_6\text{H}_{10}\text{NH}\cdot\text{CH}_2\text{O}][\text{CH}(\text{CN})\text{CONH}_2'] = k_2 [\text{OH}']^2$ . Es wurde ein kryst. Zwischenkörper, das *Bispiperidinomethylcyanacetamid*, erhalten, doch entsteht dieses in größeren Mengen wohl nur bei Überschuß von Piperidinomethanol; sonst bildet sich das einfachere Prod. (Stufe III). (J. prakt. Chem. [N. F.] 153. 116—26. 31/5. 1939. Helsingk. Univ.) SCHMEISS.

J. C. Earl und A. O. Robson, *Die Farbe und die färbenden Eigenschaften von Alkyl-, Alkoxy- und Aryloxyderivaten des Aminoazobenzols.* Eine systemat. Unters. von 12 Aminoazoverbb. zeigte, daß Substitution in der m-Stellung zur bas. Gruppe den größten Einfluß auf die Farbe ausübt. Und zwar nimmt die farbvertiefende Wrkg. der einzelnen Gruppen in der Reihenfolge  $\text{OCH}_3$ ,  $\text{CH}_3$ ,  $\text{OC}_6\text{H}_5$  ab. Im Gegensatz dazu wirkt



Substitution des H-Atoms in der m-Stellung durch NO<sub>2</sub> oder Cl farbaufhellend. Methylierung oder Benzylierung der Aminogruppe bleiben hinsichtlich der auf Wolle erzeugten Färbung prakt. ohne Einfl., verursachen jedoch im Absorptionsspektr. eine geringe Farbvertiefung. Die Vers.-Ergebnisse bestätigen die bekannten Vorstellungen (vgl. LAPWORTH, ROBINSON u. a.) über den Einfl. der einzelnen Substituenten auf den Elektronenzustand des Bzl.-Kernes.

Versuche. Die Unters. wurden durchgeführt mit *Aminoazobenzol* (F. 126 bis 127°), *Dimethylaminoazobenzol* (F. 117—118,5°), *2-Methyl-4-dimethylaminoazobenzol* (F. 63 bis 64°), *2',3-Dimethyl-4-aminoazobenzol* (F. 102—103°), *3',2-Dimethyl-4-aminoazobenzol* (F. 86—88°) u. *3',2-Dichlor-4-aminoazobenzol* (F. 100—101°), die bereits in der Literatur beschrieben waren. Folgende Verb. wurden außerdem nach Kenntnis der Vff. neu hergestellt: *2'-Methyl-4-dimethylaminoazobenzol*, C<sub>16</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>, aus diazotiertem o-Toluidin u. Dimethylanilin in Ggw. von Na-Acetat; aus Lg. Krystalle vom F. 67—68°. — *2,2'-Dimethyl-4-dimethylaminoazobenzol*, C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>, aus diazotiertem o-Toluidin u. Dimethylm-toluidin wie die vorige Verb.; aus A. Krystalle vom F. 79—80°. — *2',3-Dinitro-4-aminoazobenzol*, C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>O<sub>5</sub>N<sub>5</sub>, aus diazotiertem o-Nitranilin u. o-Nitranilin; aus Lg. Krystalle vom F. 199—200°. — *3',2-Dimethoxy-4-aminoazobenzol*, C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>, aus m-Anisidin; aus Lg. Krystalle vom F. 165—166°. — *2-Phenoxy-4-aminoazobenzol*, C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>ON<sub>3</sub>, aus diazotiertem Anilin u. m-Aminophenyläther; aus Bzl. Krystalle vom F. 129—130°. — *2-Methoxy-4-aminoazobenzol*, C<sub>13</sub>H<sub>13</sub>ON<sub>3</sub>, aus diazotiertem Anilin u. m-Anisidin; aus Bzl. Krystalle vom F. 160—161°. (Alle FF. korrigiert.) (Austral. chem. Inst. J. Proc. 6. 268—78. Juli 1939. Sydney, Univ.)

HEIMHOLD.

V. Brustier, P. Valdigüé und P. Blanc, *Über die Entfärbung von Fluorescein*. Es wird festgestellt, daß wss. u. alkoh. Lsgg. von Fluorescein durch Zugabe von NaOCl oder KMnO<sub>4</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in Ggw. von Säuren vollständig entfärbt werden können; im zweiten Falle muß dabei ein höheres p<sub>H</sub> der Lsg. in Kauf genommen werden, während bei Verwendung von NaOCl schon schwache Säuren (Citronensäure, Weinsäure usw.) genügen. Die optimalen Konz. werden angegeben. Das Absorptionsspektr. der entfärbten Lsg. wird untersucht u. festgestellt, daß nur noch eine Bande im UV vorhanden ist, die mit der von Äthern in der Lactonform vergleichbar ist; es wird daher vermutet, daß bei der Entfärbung das Fluorescein in die Lactonform übergeht. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 6. 548—550. März 1939.)

V. MÜFFLING.

A. Verleysen, *Die Potentialfunktion der Halogenderivate des Äthans und des Äthylens*. Für das Äthylbromid berechnet Vf. unter der Annahme eines Dreimassenmodelles die Werte  $F$  (Kraft zwischen CH<sub>3</sub>—CH<sub>2</sub>) = 3,73 · 10<sup>5</sup>,  $f$  (Kraft zwischen CH<sub>2</sub>—Br) 1,53 · 10<sup>5</sup> u.  $g$  (Kraft, die den Winkel CH<sub>3</sub>—CH<sub>2</sub>—Br = Tetraederwinkel deformiert) 0,376 · 10<sup>5</sup> Dyn/cm. Dieselben Kraftkonstanten gelten auch für die Deriv., in denen das H ganz oder teilweise durch D ersetzt ist. Unter der Voraussetzung des Viermassenmodelles werden die Kraftkonstanten des Dibromäthans berechnet: C—C  $F$  = 2,76, C—Br  $f$  = 2,38, Konstante der Deformation des Winkels 0,485, der Beeinflussung des Abstandes C—Br durch die C—C-Bindung 0,21, der Beeinflussung des Winkels durch die C—C-Bindung 0,802. (Alles in 10<sup>5</sup> Dyn/cm.) Beim Übergang von dem Mono- zum Disubstitutionsprod. wird die C—C-Bindung gelockert, dagegen die C—Br-Bindung gefestigt. Ebenfalls wird die Winkelkraft größer. Für die Chlorderiv. des Äthylens ergeben sich für das Mono- u. die Disubstitutionsprodd., auch unter Ersatz des H durch D, die Kraftkonstanten 8,75, 3,60, 0,402 u. 0,75 (Wrkg. der C=C-Bindung auf die Änderung des Winkels). Die so berechneten Frequenzen stimmen mit den beobachteten gut überein. Es zeigt sich, daß die C=C-Bindung um so schwächer ist, je mehr Cl-Atome das Mol. hat; die C=C-Bindung ist am schwächsten in der asymm. Dichlorverbindung. Dagegen wächst die Kraft C—X mit der Anzahl der X-Atome, die im Mol. vorhanden sind. Sie ist am größten, wenn die schweren Atome alle am gleichen A-Atom sitzen.  $g$  zeigt ein ähnliches Verh., nur scheint bei ihr die Lage der Halogene eine größere Rolle zu spielen als ihre Anzahl. Das C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub> wird als ebenes Sechsmassenmodell behandelt. Die Rechnung wird unter der Annahme durchgeführt, daß die Deformation der beiden CCl<sub>2</sub>-Gruppen voneinander unabhängig ist. Die Kraftkonstante der Doppelbindung ist  $F$  = 6,16 · 10<sup>5</sup> Dyn/cm. Die Normalschwingungen des Mol. sind angegeben. Diese können nicht mehr, wie im Falle des C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, in Valenz u. Deformationsschwingungen getrennt werden. (Ann. Soc. sci. Bruxelles, Sér. I 59. 267 bis 284. 12/7. 1939. Louvain Univ., Phys. Inst.)

LINKE.

Pierre Barchewitz und Jean Garach, *Absorptionsspektren des Thiophens und seiner Homologen*. Die Ultrarotabsorption des Thiophens (I) u. seiner Homologen wurde im Gebiet 0,6—1 μ mit Hilfe eines registrierenden Spektrographen mit Photozelle gemessen. I zeigt ein Aufspalten der Grundschiwingung der CH-Bande bei 3,2 μ, in der 3. Oberschwingung bei 0,8665 μ u. 0,8594 μ u. in der 4. Oberschwingung bei 0,7087 μ

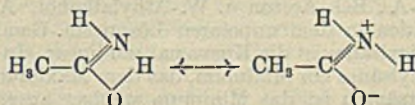


u. 0,6995  $\mu$ . Bei 0,97  $\mu$  erscheint keine Bande im Spektrum. Dies bedeutet, daß im I keine Äthylendoppelbindung vorliegt. Die untersuchten Homologen sind  $\alpha$ -Methyl-,  $\alpha, \alpha'$ -Dimethyl-,  $\beta$ -Methyl-,  $\alpha, \beta'$ -Dimethyl- u.  $\alpha, \beta$ -Dimethylthiophen. Die CH-Banden des I behalten in den Substitutionsprodd. nicht die Intensität u. die Lage. Findet die Substitution in  $\alpha$  statt, so verliert die Bande, die am weitesten nach kurzen Wellen liegt, an Intensität u. verschwindet vollständig bei  $\alpha, \alpha'$ . Bei Substitution in  $\beta$  verliert die bei den größten Wellenlängen liegende Bande an Intensität u. verschwindet bei  $\beta, \beta'$ . Außer diesen Intensitätsänderungen tritt eine Verschiebung der Banden auf, die um so größer ist, je mehr das I substituiert ist. Im Spektr. des *Thionaphthens* beobachtet man die Cl-Bande des Bzl. bei 0,8786  $\mu$  u. die Banden des I-Kerns bei 0,8623 u. 0,8700  $\mu$ . Die Lage der Hauptbanden des *Allylsulfids* sind 0,9704  $\mu$  (C=C), 0,9170  $\mu$  (CH<sub>2</sub>), 0,8773  $\mu$  (CH<sub>2</sub>=), 0,8546  $\mu$  (CH=). Die Verschiebung der Banden des I gegenüber denen des Bzl. wird durch die Spannungen im Inneren des Fünfringes u. durch den ungesätt. Charakter des I hervorgerufen. Die CH-Banden der Derivv. werden durch den S beeinflusst. Man muß zwischen  $\alpha$ - u.  $\beta$ -CH-Banden unterscheiden. Bei allen Methylderivv. bemerkt man außer den angegebenen Banden noch komplexe CH<sub>2</sub>-Banden. Die Verschiebung der CH-Banden ist im Einklang mit der Größe des elektr. Momentes der substituierten Gruppen. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 208. 2071—72. 26/6. 1939.) LINKE.

H. Gerding und G. W. A. Rijnders, *Raman-Spektren von Acetaldehyd und Paraldehyd*. Das RAMAN-Spektr. von fl. Paraldehyd wurde bei 15 u. bei 59° untersucht. Ein Einfl. der Temp. wurde nicht gefunden. Die Ergebnisse sind, wie auch die bei der Unters. des RAMAN-Spektr. von fl. Acetaldehyd in Übereinstimmung mit denen anderer Autoren. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 58. 603—08. 5/6. 1939. Amsterdam, Univ.) FEHÉR.

H. Gerding und J. G. A. Karsten, *Das Raman-Spektrum von  $\alpha$ - und  $\beta$ -Tri-thioacetaldehyd und von Monothioparaldehyd*. Vff. nehmen die RAMAN-Spektren von  $\alpha$ -Tri-thioacetaldehyd (I),  $\beta$ -Tri-thioacetaldehyd (II) u. Monothioparaldehyd (III) auf. Verwandt wurden die konz. Lsgg. in CCl<sub>4</sub> u. ungefilterte Hg-Strahlung. Es scheidet sich in allen Fällen langsam koll. S ab. Bei allen Aufnahmen waren die Linien des CCl<sub>4</sub> sehr stark ausgeprägt, so daß die Möglichkeit besteht, daß einige Linien der Substanzen von ihnen verdeckt sind. Da I mehr RAMAN-Linien besitzt als II, wird es der asymm. (trans-) Konfiguration zugeschrieben. Dieser Befund steht nicht im Widerspruch zu den chem. Erfahrungen. II ist die cis-Form. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 58. 609—13. 5/6. 1939. Amsterdam, Labor. f. anorg. u. physik. Chem.) LINKE.

Charles Sannié und Vladimir Poremski, *Raman-Spektren und Struktur der Amide*. Es wird das RAMAN-Spektr. von Acetamid (I) des Mono- u. Diäthylacetamid (II bzw. III) u. Äthyliminoäther als reine Stoffe, in wss. u. salzsaurer Lsg. u. in Dioxan untersucht. Die Banden unter 1500 cm<sup>-1</sup> werden beim Übergang von einem zum anderen Lösungsm. nicht beeinflusst, die zwischen 1500 u. 1750 cm<sup>-1</sup> dagegen stark. Die in Lsg. nichtpolarer Lösungsmittel u. sehr wahrscheinlich auch im reinen Zustand vorherrschende Form ist die Resonanzform



Unter gewissen experimentellen Bedingungen kann sie entweder in die Form des Iminoalkohols oder in die angeregte Form degenerieren oder auch in die echte Amidform übergehen. Die Assoziation, die das Problem noch weiter kompliziert, ist in W. u. polaren Lösungsmitteln verschieden. Entgegen dem Befunde für die C=O-Gruppe in Säuren verändert die Assoziation die C=N-Frequenz nicht. Die beobachteten RAMAN-Frequenzen werden wie folgt zugeordnet: Die Form des Iminoalkohols ist durch die Banden 1610 im I u. 1570 cm<sup>-1</sup> im II charakterisiert. Diese Form findet sich infolge der Intensitäten nur in geringen Mengen im I u. in vernachlässigbaren Mengen im II. In W. wächst der Anteil der Iminoalkoholform sehr beträchtlich. Die Resonanzform hat eine Bande bei 1637 (III) u. 1660 (I). Sie existiert im reinen Körper u. in nichtpolaren u. wss. Lösungen. Die angeregte Form ist durch eine Bande zwischen 1679 (III) u. 1710 cm<sup>-1</sup> (I) charakterisiert. Sie herrscht vor in Lsg. von I in HCl u. ist ausschließlich vorhanden in der HCl-Lsg. von II u. III. Die wirkliche Amidform gibt im Falle des I in Dioxan eine schwache Bande bei 1702 cm<sup>-1</sup>, die bei allen anderen Stoffen mit Ausnahme des Propionamids im reinen Zustand fehlt. Man kann in wss. Lsg. einen Assoziationskomplex von drei



Moll. annehmen, was die Bande bei  $1660\text{ cm}^{-1}$  schwächt u. nach kürzeren Wellen verschiebt. Aus den Unters. geht hervor, daß in fast allen Fällen die C=N-Doppelbindung vorliegt. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 208. 2073—75. 16/6. 1939.) LINKE.

D. P. Stevenson, James E. Lu Valle und Verner Schomaker, *Die Struktur von Formaldehyd aus Elektronenbeugungsaufnahmen*. Es wurden Elektronenbeugungsaufnahmen ( $\lambda = 0,0611\text{ \AA}$ ) an monomerem Formaldehyd hergestellt. Die beste Übereinstimmung zwischen beobachteten u. berechneten Intensitätskurven ergab sich für den Abstand C—O =  $1,213 \pm 0,008\text{ \AA}$ . Unter Benutzung dieses Wertes u. den genau bekannten Trägheitsmomenten erhält man für den Abstand C—H =  $1,09 \pm 0,01\text{ \AA}$  u. für den Winkel H—C—H =  $120 \pm 1^\circ$ . (J. Amer. chem. Soc. 61. 2508—10. 8/9. 1939. Pasadena, Inst. of Technology, Gates and Crellin Labor. of Chem.) GOTTFRIED.

C. Degard, *Bestimmung der Molekularstruktur des Acetons mittels Elektronenbeugung am Acetondampf*. Es wurden Elektronenbeugungsaufnahmen an Acetondampf ( $\lambda = 0,0539\text{ u. }0,0645\text{ \AA}$ ) hergestellt. Aus den beobachteten Intensitäten wurde die radiale Verteilungskurve hergeleitet. Die beste Übereinstimmung zwischen beobachteten u. berechneten Intensitäten ergab sich bei einem Modell, in welchem das O-Atom in derselben Ebene lag wie die 3 C-Atome. Der Valenzwinkel zwischen den 3 C-Atomen beträgt  $109\frac{1}{2}^\circ$ . Der Abstand C—O beträgt  $1,15 \pm 0,03\text{ \AA}$ , der Abstand benachbarter C-Atome ist  $1,55 \pm 0,02\text{ \AA}$ . Der Abstand der H-Atome von dem zentralen C-Atom beträgt  $2,03\text{ \AA}$ . Dieser Abstand, kombiniert mit dem von  $1,09\text{ \AA}$  zwischen den chem. gebundenen C—H-Abständen ergibt eine Abplattung der  $\text{CH}_3$ -Pyramide im Vgl. zu dem Wert der tetraedr. Anordnung im Methan. (Bull. Soc. Roy. Sci. Liège 8. 117—21. Febr. 1939.) GOTTFRIED.

H. J. Verweel und C. H. MacGillavry, *Die Kristallstruktur der Bernsteinsäure  $\text{COOH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{COOH}$* . Ausführliche Wiedergabe der C. 1938. II. 2252 referierten Arbeit. (Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr., Abt. A 102. 60—70. Sept. 1939. Amsterdam, Univ., Labor. voor Kristallografie.) GOTTFRIED.

William D. Harkens und G. C. Nutting, *Energiebeziehungen bei der Umwandlung vom drei- in den zweidimensionalen Zustand*. I. Die latente Wärme und Entropie bei der Bildung von Myristin- und Pentadecylsäurefilmen. Die latente Wärme bei der Bldg. von Myristin- u. Pentadecylsäurefilmen auf 0,01-n.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  wird bestimmt. Die Best. beruht auf der Messung des Filmdruckes im Gleichgewicht mit dem Kristall u. der mol. Raumbeanspruchung bei verschied. Temp. u. Drucken. Mit zunehmender mol. Raumbeanspruchung steigt bei der Myristinsäure die latente Wärme fast linear an u. zwar von 6020 cal pro Mol bei  $22,1\text{ \AA}^2$  auf 8060 cal pro Mol bei  $28,7\text{ \AA}^2$ . Die entsprechenden Werte für die Entropie betragen 14,5 bzw.  $18,9 \cdot 10^{-16}$  erg. Bei der Pentadecylsäure liegen die Werte für die latente Wärme ungefähr 1000 cal niedriger. (J. Amer. chem. Soc. 61. 1702—04. Juli 1939.) VOIGT.

N. Jermolenko und D. Ginsburg, *Über die Bedeutung der Konstitutionseigenschaften organischer Säuren bei ihrer Adsorption aus gemischten Medien*. (Vgl. C. 1938. II. 276.) Vff. untersuchen die Adsorption von Essigsäure, Mono-, Di- u. Trichloressigsäure, Salicyl- u. m-Aminobenzoessäure an akt. Kohle aus Holz aus gemischten Lösungsmitteln: Bzl.- $\text{CCl}_4$ , Bzl.-A., Bzl.-Aceton u. W.-Äthylalkohol. Adsorptionskurven ohne Maxima u. Minima werden in dem unpolaren Lösungsm.-Gemisch Bzl.- $\text{CCl}_4$  für alle Säuren erhalten; bei Salicylsäure ist die Kurve nahezu linear. In Bzl.-A. u. Bzl.-Aceton zeigt die Kurve für Salicylsäure ein Minimum, das dem Maximum der mol. Polarisation entspricht; bei den Fettsäuren ist das Minimum weniger ausgeprägt. Der Einfl. der Polarisation ist bes. für Essigsäure u. ihre Cl-Derivv. im Gemisch W.-A. bemerkbar. In W. allein nimmt die Adsorption mit zunehmender Zahl der Cl-Atome zu, in reinem Bzl. u. reinem A. dagegen ab. Allg. läßt sich ein starker Einfl. der Konst. des gelösten Stoffes auf die Adsorptionskurve in gemischten Lösungsmitteln feststellen. (Коллоидный Журнал [Colloid J.] 5. 263—70. 1939.) R. K. MÜLLER.

#### D., Präparative organische Chemie. Naturstoffe.

A. I. Sacharowa, *Über die Einwirkung von Chlorwasserstoff auf Dimethyl- und Methyläthylbromäthylcarbinole*. Im Anschluß an Arbeiten von FAWORSKI u. FAWORSKAJA (vgl. C. 1935. II. 1340) untersucht Vf. die Möglichkeit des dort festgestellten Rk.-Verlaufes bei Stoffen mit gleicher Struktur, die aber an der dreifachen Bindung ein Halogenatom aufweisen. Es wurde Dimethylbromäthylcarbinol (I) u. Methyläthylbromäthylcarbinol (II) mit HCl in Ggw. von  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2$  u.  $\text{NH}_4\text{Cl}$  in Rk. gebracht. Die Rk. bleibt auf der Stufe der Bldg. von Chlorobromiden des Acetylentypus stehen u. führt zu 1-Brom-3-chlor-3-methylbutin-1 (III) u. 1-Brom-3-chlor-3-methylpentin (IV). Der Ersatz des zum Allylchlor in  $\beta$ -Stellung befindlichen H-Atoms durch Br schließt vollständig die Möglichkeit der intramolekularen Acetylen-Allenwandlung aus. Bei



der Rk. mit I entsteht außerdem durch Anlagerung von HCl an die 3-fache Bindung von III als 2. Prod. das *1,3-Dichlor-1-brom-3-methylbuten-1* (V).

**Versuche.** Wird I mit HCl in Ggw. von  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2$  u.  $\text{NH}_4\text{Cl}$  unter Umrühren umgesetzt u. nach 8 Stdn. in W. gegossen, so ergibt die mehrmals gewaschene u. mit  $\text{CaCl}_2$  getrocknete obere Schicht beim Dest. 2 Fraktionen: 1. Kp.<sub>22</sub> 48° enthält III, das beim Ozonisieren u. Zers. des Ozonids  $\alpha$ -Oxyisobuttersäure, F. 79°, liefert; 2. Kp.<sub>22</sub> 72 bis 74° enthält V, das ein beständiges, zu Tränen reizendes Ozonid liefert, welches nach dem Zers. mit Kreide ein *p*-Nitrophenylhydrazon, F. 100—110° u. durch Oxydation mit feuchtem  $\text{Ag}_2\text{O}$   $\alpha$ -Oxyisobuttersäure liefert. — II liefert unter den gleichen Bedingungen eine Fraktion, Kp.<sub>18</sub> 65—66°, die IV enthält. (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1224—29. Juli 1938. Leningrad, Staatsuniv.)

v. FÜNER.

**Marie-Cécile Bailly**, *Über die Hydrolyse der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Glycerinmonophosphorsäure*. Nach O. BAILLY (vgl. Ann. Chimie 6 [1916]. 269) besteht in der Hydrolysegeschwindigkeit von  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Glycerinphosphorsäure trotz ihrer verschied. Konst. kein Unterschied. Aus den Unterss. des Vf. (vgl. C. 1939. I. 1162 u. früher) ergab sich jedoch, daß beide Formen unter der Wrkg. starker Säuren ineinander umgelagert werden u. hieraus folgt, daß O. BAILLY nicht die Hydrolysegeschwindigkeit des einen angewandten Isomeren, sondern stets die eines Gemisches der beiden Formen bestimmte. Mißt man nun die Hydrolysegeschwindigkeit bei  $\text{pH} = 3,62$ , wobei keine Umlagerung stattfindet, so ergibt sich, daß die Hydrolysegeschwindigkeit des  $\beta$ -Monoesters etwa doppelt so groß wie die des  $\alpha$ -Monoesters ist; unter den angewandten Bedingungen ist in der Min. als Zeiteinheit  $c_\alpha = 0,00108$ ,  $c_\beta = 0,00220$ . (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 208. 1820—22. 5/6. 1939.)

SCHICKE.

**Paul Fleury und Jean Courtois**, *Die chemische und biochemische Hydrolyse des Diosephosphats. Analytische Anwendungen*. (Vgl. C. 1933. II. 366.) Die durch Oxydation von  $\alpha$ -Glycerinphosphorsäure (I) mit  $\text{HJO}_4$  entstehende Glykolaldehydphosphorsäure (II) wurde als kryst. Bisulfitverb. isoliert u. durch Oxydation zu Phosphoglykolsäure identifiziert. Ihr Ba.-Salz enthält 4 Mol Krystallwasser. — II wird von der Phosphatase der süßen Mandeln hydrolysiert. Das Optimum der Rk.-Geschwindigkeit liegt wenig ausgeprägt bei  $\text{pH} =$  etwa 5,5. Die Rk.-Geschwindigkeit ist nicht wesentlich größer als bei andern Phosphorsäureestern. Dagegen wird II von 2-n.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  600-mal schneller verseift als I. — Die Hydrolyse mit n. NaOH kommt nach etwa 50%ig. Spaltung der  $\text{H}_3\text{PO}_4$  zum Stillstand, während I unter diesen Bedingungen leicht quantitativ hydrolysiert wird. — Während  $\beta$ -Glycerinphosphorsäure in schwach saurer Lsg. von  $\text{HJO}_4$  nicht merklich angegriffen wird, wird sie in Ggw. von 2-n.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  infolge ihrer Umlagerung in I in 2 Stdn. bei 100° völlig oxydiert. Mit Hilfe dieses Verf. läßt sich also die Phosphorsäurebest. in  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Glycerophosphaten leicht durchführen. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 209. 219—21. 24/7. 1939.)

ORLE.

**John W. Swanson und James Coss**, *Darstellung von Essigsäureestern einiger höherer Alkohole*. Die Ester wurden aus den Alkoholen u. Essigsäureanhydrid unter Zusatz eines Katalysators dargestellt. Der Alkohol wurde unter Rückfluß gekocht, während tropfenweise Essigsäureanhydrid zugegeben wurde, schließlich wurde noch 1 Stde. im Ölbad erhitzt. Nach dem Erkalten wurde das Rk.-Gemisch mit kalt gesätt. Salzlg. gewaschen, die Lsg. mit  $\text{NaHCO}_3$  neutralisiert, getrocknet u. der Ester dekantiert oder filtriert u. destilliert.

**Versuche.** Angesetzt wurden immer je  $\frac{1}{2}$  Mol. der Ausgangsprodukte. *Allylacetat*, Katalysator 2 cem konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , Ausbeute 90,9% der Theorie. Als Trockenmittel wurde wasserfreies  $\text{K}_2\text{CO}_3$  verwendet, da der Ester mit  $\text{CaCl}_2$  reagierte u. von wasserfreiem  $\text{CuSO}_4$  zu einer gelben Fl. zers. wurde. — *Benzylacetat*, Katalysator 2 cem  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (HCl bildete Benzylchlorid, konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  verharzte den Alkohol, waren als Katalysatoren deshalb nicht zu verwenden), Ausbeute 86% der Theorie.  $\text{CaO}$  als Trockenmittel gelierte den Ester, wasserfreies  $\text{CuSO}_4$  war dagegen bei nicht zu langer Einw. zum Trocknen geeignet. — *Butylacetat*, Katalysator 2 cem konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , Ausbeute 86,2% der Theorie, Trockenmittel wasserfreies  $\text{CuSO}_4$ . — *Isoamylacetat*, Katalysator 2 cem konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , Ausbeute 88,2% der Theorie, Trockenmittel  $\text{CaCl}_2$  (bei längerer Einw. reagierte der Ester mit dem  $\text{CaCl}_2$ ). (Proc. Iowa Acad. Sci. 45. 123—26. 1938. Iowa, Morningside College.)

RIEDEL.

**Friedrich Rennkamp**, *Ein Beitrag zur Trennung von Dicarbonsäuregemischen*. Es wird die Trennung eines Gemisches von *Azelain*- u. *Sebacinsäure* mittels fraktionierter Vakuumdest. der Methyl ester beschrieben, die sich fast verlustlos durchführen ließen. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 260. 276—78. 17/8. 1939. Leipzig, Univ.)

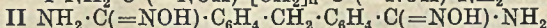
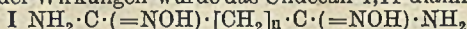
**R. E. Burnett und J. J. Russell**, *Dibenzylsebacat*. Sebacinsäuredibenzylester entsteht bei der Veresterung von Sebacinsäure mit Benzylalkohol. Reinigung des Rohprod.



durch Dest. im Hochvakuum u. wiederholte Krystallisation der Schmelze. Farblose, geruchlose Platten vom F. 28,3°; Kp.<sub>4</sub> 257° (unkorr.); D.<sub>4</sub><sup>30</sup> 1,0556; n<sub>D</sub><sup>30</sup> = 1,5171. (J. Amer. chem. Soc. 61. 2246. Aug. 1939. Schenectady, N. Y., General Electric Co., Forsch.-Labor.)

SCHULTE.

I. D. Lamb und A. C. White, *Einige Amidine und Amidoxime mit trypanocider Wirkung*. Im Anschluß an die Feststellungen von KING, LOURI u. YORKE (C. 1938. I. 933), wonach Alkylen-diisothioharnstoffe, -diguanidine u. -diamidine mit 10—14 CH<sub>2</sub>-Gruppen bei Mäusetrypanosomiasis eine heilende Wrkg. ausüben, haben Vff. eine Anzahl Alkylendiamidoxime (I), wo n = 5, 7, 9, 10, 11 oder 13 ist, ferner Diamidoxime von Diphenyl, Diphenylmethan, Dibenzyl (II), Stilben, sowie einige Diamidine hergestellt. Zum Vgl. der Wirkungen wurde das Undecan-1,11-diamidindichlorhydrat(III)



von KING, LOURI u. YORKE herangezogen. Dieses wirkt bei der mit Tryp. equiperdum infizierten Maus heilend bei einer Dosis von 0,05 u. 0,1 mg i. v. u. von 0,2 u. 0,1 mg per os pro 20 g Maus. Die Verbb. I mit n = 10, 11 u. 13 waren etwas weniger wirksam als III, bei n = 9 war nur schwache, bei n = 7 u. 5 keine Wrkg. vorhanden. Amidine mit kleiner CH<sub>2</sub>-Kette sind unwirksam, wie das bei dem von den Vff. hergestellten *Decan-1,4-dicarbonamidin* der Fall ist. Durch Einführung von Phenyl- u. Cyclohexylgruppen in Decan-1,10-dicarbonamidin entstehen *Decan-bis-(N,N'-diphenylcarbonamidin)* bzw. *-(N-cyclohexylcarbonamidin)*; sie sind unwirksam. Auch das cycl. Amidin *1,10-Bis-(4,5-dihydro-2-glyoxaliny)-decan* ist unwirksam, wogegen das von KING u. Mitarbeitern dargestellte *1,10-Bis-(4-methyl-2-glyoxaliny)-decan* gute Wrkg. zeigte. Die Diamidoxime wurden hergestellt durch Einw. von NH<sub>2</sub>OH auf die Dinitrile, wobei die Rk. bei n = 5, 10—13 gut verläuft, während bei n = 7—9 die Ausbeute sehr gering ist u. die Prodd. schwer zu reinigen sind. Die Verbb. sind weniger bas. als die Diamidine, bilden jedoch beständige salzsaure Salze, die in W. leicht lösl. sind. Die Amidine wurden nach EASSON u. PYMAN (C. 1932. I. 220) hergestellt. Verschied. bei den Rkk. entstandene Nebenprodd. sind im Tiervers. unwirksam. Über die Befunde an der Maus s. die Angaben bei den einzelnen Verbb. im Vers.-Teil (die Dosis gilt stets für 20 g Maus, 0 bedeutet wirkungslos, i. v. = intravenös).

Versuche. Allg. Darst. für die Amidoxime: Einer kalten Lsg. von 0,025 Mol. Dinitril u. 7 g NH<sub>2</sub>OH·HCl in 20 cem A. wurde allmählich eine Lsg. von 2,3 g Na in 60 cem A. zugefügt u. die Fl. 20—30 Stdn. in einer Druckflasche auf 60° erwärmt. Nach dem Erkalten wurde vom NaCl abfiltriert u. die Lsg. eingengt. In einigen Fällen erfolgte kristalline Abscheidung des Diamidoxims. Wenn ein Öl erhalten wurde, dann W. zufügen u. mit HCl neutralisieren, unverändertes Dinitril durch Ä. entfernen u. die Lsg. bis zur Abscheidung der Cyanamide eindampfen. Aus der Mutterlauge hiervon wurden die Cyanamidoxime u. Diamidoxime durch Soda abgeschieden u. mittels A. oder Äthylacetat getrennt. — *Pentan-1,5-dicarbonamidoxim*, C<sub>7</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, Platten aus Methanol, F. 142—144°. *Dichlorhydrat*, unregelmäßige Platten aus A.-Ä., F. 150—155°. — *Heptan-1,7-dicarbonamidoxim*, C<sub>9</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, Blättchen aus A., F. 156°. — *Nonan-1,9-dicarbonamidoxim*, C<sub>11</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, schmale Platten aus Methanol, F. 167°. — *Decan-1,10-dicarbonamidoxim*, Platten aus A., F. 184—186° (Zers.). *Dichlorhydrat*, aus Aceton-A., F. 149—158°. *Diacetylverb.*, C<sub>16</sub>H<sub>30</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>, aus A. F. 129°. — *Undecan-1,11-dicarbonamidoxim*, C<sub>13</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, schmale Platten aus Methanol, F. 166°. *Dichlorhydrat*, aus Aceton-Methanol, F. 178°. Nebenprodd.: *Undecan-1-carbonamid-11-carbonamidoxim*, C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>, aus Äthylacetat Rosetten von Nadeln, F. 157—158°. *Chlorhydrat*, aus W., F. 144° (0,4 mg i. v. 0). *Undecan-1-carbonitril-11-carbonamidoxim*, C<sub>13</sub>H<sub>25</sub>NO<sub>3</sub>, aus Methanol, F. 87—88°. *Chlorhydrat*, aus Aceton, F. 84° (0,2 mg i. v., u. 2 mg per os 0). — *Tridecan-1,13-dicarbonamidoxim*, C<sub>15</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, Platten aus A., F. 170°. *Dichlorhydrat*, aus Aceton-A., F. 158—160°. Nebenprod.: *Tridecan-1-carbonitril-13-carbonamidoxim*, C<sub>15</sub>H<sub>30</sub>ON<sub>3</sub>, aus A. schmale Nadeln, F. 98°. *Chlorhydrat* kurze Prismen aus Aceton, F. 96° (0,4 mg i. v. 0). — *Diphenyl-4,4'-dicarbonamidoxim*, C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, unlösl. in gebräuchlichen Lösungsm., F. 245° (Zers.). *Dichlorhydrat*, Nadeln, in W. lösl., F. 290° (Zers.) (0,1 mg i. v. 0; 0,2 g per os etwas wirksam). — *Diphenylmethan-4,4'-dicarbonamidoxim*, C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, aus A. farblose Platten, F. 215° (sintert). *Dichlorhydrat*, Nadeln aus verd. Aceton, bei 220° Zers. (0,1 mg i. v. schwach wirksam). — *Dibenzyl-4,4'-dicarbonamidoxim*, C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, unlösl. in gebräuchlichem Lösungsm., zers. sich bei etwa 243°. *Dichlorhydrat*, hellgelbe Prismen aus verd. HCl (nicht so wirksam wie III). — *4,4'-Dicyanstilben*, C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>, aus *4,4'-Diaminostilben*, aus Bzl. schwach orange Blättchen, F. ca. 278° (sintert). *Stilben-4,4'-dicarbonamidoxim*, C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, Platten aus A., F. > 320° (Zers.). *Dichlorhydrat*, Nadeln aus verd. HCl, wird durch W. zers., verkohlt bei ca. 300° (weniger wirksam als III). — *Decan-1,4-di-*



carbonamidindichlorhydrat,  $C_{12}H_{26}N_4 \cdot 2 HCl$ , aus  $\alpha$ -n-Hexyladiponitril; aus A.-Aceton, F. 227—228° (Zers.) (0,1 mg i. v. u. 0,2 mg per os 0). — *Decan-1-carbonitril-10-carbonamid*,  $C_{12}H_{22}ON_2$ , aus Ä.-Methanol, F. 87°; als Nebenprod. bei der Einw. von KCN auf Dibromdecan. — *Decan-bis-(N,N'-diphenylcarbonamidin)*,  $C_{36}H_{42}N_4$ , Nadeln aus A., F. 163—165° (0,4 mg i. v. u. 2 mg per os 0). — *Decanbis-(N-cyclohexylcarbonamidin)*,  $C_{24}H_{46}N_4$ , Nadeln aus A.-Aceton, F. 122°. *Dichlorhydrat*, Platten aus A.-Aceton, F. 273° (0,4 mg i. v. u. 2 mg per os 0). — *Undecan-1-carbonitril-11-carbonamid*,  $C_{13}H_{24}ON_2$ , als Nebenprod. bei der Einw. von KCN auf Dibromundecan, aus Methanol, F. 101°. — *Undecan-1,11-dicarbonamidindichlorhydrat*,  $C_{13}H_{28}N_4 \cdot 2 HCl$ , aus A.-Aceton, F. 150—151°. — *Tridecan-1-carbonitril-13-carbonamid*,  $C_{15}H_{28}ON_2$ , als Nebenprod. bei der Herst. des Dinitrils, aus A., F. 103—104°. — *Tridecan-1,13-dicarbonamidindichlorhydrat*,  $C_{15}H_{32}N_4 \cdot 2 HCl$ , aus A.-Aceton, F. 165—167°. *Pikrat*, aus Eisessig, F. 190 bis 191°. — *Tridecan-1-carbonamid-13-carbonamidinchlorhydrat*,  $C_{15}H_{31}ON_3 \cdot HCl$ , lösl. in heißem W., F. 164—165° (2,0 mg per os 0). — *Tridecan-1,13-dicarbonamid*,  $C_{15}H_{30}O_2N_2$ , als Nebenprod. bei der Darst. von Tridecandicarbonamidin, aus A., F. 176°. — *Tetradecanmonocarbonamidinchlorhydrat*,  $C_{15}H_{32}N_2 \cdot HCl$ , leicht lösl. in heißem W., F. 138° (sintert) (2 mg per os 0). *Pikrat*, aus Eisessig, F. 166°. — *1,10-Bis-(4,5-dihydro-2-glyoxalanyl)-decan*,  $C_{15}H_{30}N_4$ , durch Erhitzen von Decandicarboniminoäthylätherhydrochlorid mit einer alkoh. Lsg. von Äthylendiamin auf 70° während 8 Stdn.; aus A. Platten, F. 181°. *Pikrat*, Platten aus Eisessig, F. 223—224°. *Dichlorhydrat*, Platten aus Aceton-Methanol, F. 183° (0,4 mg i. v. u. 0,5 mg per os 0). (J. chem. Soc. [London] 1939. 1253—57. Aug. 39. Dartford, Wellcome Chem. Works u. Beckenham, Wellcome Physiological Research Lab.)

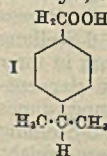
ROTHMANN.

**E. Clar**, *Die Zinkstaubschmelze. Eine neue Methode zur Reduktion organischer Verbindungen. (Aromatische Kohlenwasserstoffe. 23. Mitt.)* (Vgl. C. 1936. II. 1920.) Zur Darst. der Grund-KW-stoffe bes. aus hochmol. Chinonen ist die Zn-Staubschmelze, eine Red. mit Zn-Staub in einer Schmelze von  $NaCl-ZnCl_2$ , das geeignetste Verf., das oft Ausbeuten bis zu 90% ergibt. Aromat. gebundener Äthersauerstoff wird bei dieser Red. nicht entfernt. Bisweilen entstehen bimol. Prodd., die sich aber von den monomol. leicht trennen lassen.

**Versuche.** Im allg. wurde 1 Teil Chinon oder Keton mit 5 Teilen  $ZnCl_2$ , 1 Teil  $NaCl$  u. 1 Teil Zn-Staub umgesetzt. *Benzophenon* lieferte so bei 220—290° *Diphenylmethan* neben etwas *Tetraphenyläthylen* (F. 221°). — Aus *Anthrachinon* entstanden unter denselben Bedingungen 0,8 Teile *Anthracen* u. 0,1 Teile *Bianthryl* (F. 310°). — *Phenanthrenchinon* ergab 0,8 Teile *Phenanthren* u. 0,1 Teile *9,9'-Diphenanthrylen-(10,10')-oxyd* ( $C_{28}H_{16}O$ , hellgelbe Nadeln vom F. 299° aus Eisessig). — *3,4,8,9-Dibenzpyren-5,10-chinon* wurde mit 80% Ausbeute zu *3,4,8,9-Dibenzpyren* ( $C_{24}H_{14}$ , aus Xylol goldgelbe Plättchen vom F. 308°) red., das stark carcinogen wirksam war. — In derselben Weise liess sich *3,4,9,10-Dibenzpyren-5,8-chinon* zu 85% in *3,4,9,10-Dibenzpyren* ( $C_{24}H_{14}$ , grüngelbe Nadeln oder Blättchen vom F. 280°) überführen. — *Anthanthren* ( $C_{22}H_{12}$ ), analog den vorigen aus *Anthanthron* dargestellt, kryst. aus Xylol in goldgelben Plättchen vom F. 261°. — *Violanthren* (leuchtend rote Plättchen vom F. über 360°) bildete sich in einer Ausbeute von 85% bei der Schmelze von *Violanthron* mit 1 Teil  $NaCl$ , 6 Teilen  $ZnCl_2$  u. 1 Teil Zn-Staub (Temp. 210—290°). — *Isoviolanthren* ( $C_{34}H_{18}$ ), aus dem *Isoviolanthron* wie das *Violanthren* in einer Ausbeute von ca. 85% erhalten, sublimierte in tiefdunkelroten großen Plättchen. — Wie die carbocycl. Verbb. lieferte *Indanthren Anthrazin*, das nach der Sublimation in lebhaft gelben Nadeln anfiel. (Ber. dtsh. chem. Ges. 72. 1645—49. 6/9. 1939. Herrnskretsch.)

HEIMHOLD.

**Johann Heinrich Helberger, Adalbert v. Rebay und Helmut Fettback**, *Über ein Peroxyd des Cymols*. Durch Einw. von  $O_2$  bei 60° entstand aus Cymol ein öliges Peroxyd, das ein kryst. Na-Salz lieferte u. durch sd. W. unter Bldg. von Cuminaldehyd zers. wurde. Daraus ergibt sich die Konst. I für das Peroxyd. Mit Mg-Phthalocyanin in sd. Chlorbenzol trat nach Zugabe von I sofort die typ. rote Luminescenz auf, die schon früher (vgl. C. 1939. I. 2395) beobachtet wurde.

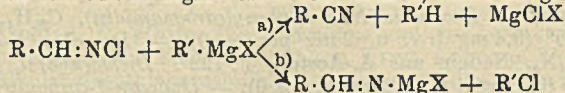


**Versuche.** *Cymolperoxyd* (I),  $C_{10}H_{14}O_2$ , aus Cymol (1 kg) durch 10-tägiges Einleiten von  $O_2$  bei 60° im hellen Tageslicht u. Behandlung des Rk.-Gemisches mit 50 ccm 35%ig.  $NaOH$  30—40 g in Schuppen krystallisierendes *Na-Salz*, aus dem durch verd.  $HCl$  das Peroxyd selbst als Öl von charakterist., scharfem Geruch in Freiheit gesetzt wurde. Mit sd. W. lieferte I *Cuminaldehyd* (*Semicarbazon*, F. 210°), der durch CANNIZAROSCHE Rk. *Cuminalkohol* u. *Cuminsäure* (F. 113°) ergab. (Ber. dtsh. chem. Ges. 72. 1643—45. 6/9. 1939. Berlin, Techn. Hochsch.)

HEIMHOLD.



J. W. LeMaistre, E. A. Rainsford und Charles R. Hauser, *Die Reaktionen von Aldchloriminen mit Grignardreagentien*. (Vgl. C. 1936. I. 1397, II. 2881.) Aldchlorimine R·CH:NCl setzen sich mit R·MgX-Verbb. teils nach a) unter Bldg. von Nitrilen u.



KW-stoffen, teils nach b) unter Bldg. von Chlor-KW-stoffen u. N-Mg-Verbb. um. Die Nitrile wurden durch Misch-FF., die Verbb. R·CH:N·MgX durch Hydrolyse zu den Aldehyden identifiziert. Rk. b) überwiegt in allen untersuchten Fällen. 4-Chlorbenzalchlorimin (I) liefert mit C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>·MgBr mehr Nitril als mit C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·MgBr. Ebenso wie die R·MgX-Verbb. reagiert auch C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Li mit I u. liefert p-Chlorbenzonnitril u. eine NLi-Verb., die bei der Hydrolyse den Aldehyd liefert. — Der Verlauf der Rkk. a) u. b) wird vom elektronentheoret. Standpunkt aus besprochen. — Bei der Rk. von I mit p-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>Cl·MgBr wurden außer p-Chlorbenzonnitril u. p-Chlorbenzaldehyd auch C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Cl (aus Rk. a) u. p-Dichlorbenzol (aus Rk. b) isoliert. (J. org. Chemistry 4. 106—10. Mai 1939. Duke Univ.)

OSTERTAG.

Laurence S. Foster, Irving J. Grunfest und Linton A. Fluck, *Amminverbindungen des Triphenylbleichlorids*. Zur Darst. der Verbb. wurde (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>PbCl mit NH<sub>3</sub> bei —33,4° gesätt. u. das Rk.-Prod. einem ca. 3 Monate dauernden Abbau unterworfen. Die zur Unters. der Zus. des Bodenkörpers erforderlichen NH<sub>3</sub>-Bestimmungen wurden nach zwei verschied. Methoden, volumetr. u. gravimetr., vorgenommen. Das Gleichgewichtsdigramm zeigt mindestens 4 Verbb., die auf 1 Mol. (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>PbCl 9,65, 2,7, 1,8, 1,3 Moll. NH<sub>3</sub> enthalten u. deren Dampfdrucke bei —33,4° 400, 160, 100, 50 mm Hg betragen. Außerdem existiert anscheinend noch eine instabile Verb. mit einem Dampfdruck von 415 mm. Wegen der Ungenauigkeit dieser Ergebnisse wurde die NH<sub>3</sub>-reichste Verb. nochmals eingehend untersucht, wobei sich der NH<sub>3</sub>-Geh. mit einer Ungenauigkeit von weniger als 1% zu 9,72 Moll./Mol. (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>PbCl ergab. Zur Aufstellung eines ganzzahligen Mol.-Verhältnisses wären Unters. der Struktur des Bodenkörpers erforderlich. (J. Amer. chem. Soc. 61. 1687—90. Juli 1939. Providence, R. I. Brown Univ., Metcalf Chem. Labor.)

BERNSTORFF.

Yvonne Garreau, *Neue Additionsprodukte der Diphenole*. In Fortsetzung früherer Unters. (vgl. C. 1938. I. 2860) werden Additionsverbb. beschrieben, die aus Hydrochinon, Resorcin u. Brenzcatechin in Ggw. von Äthylendiamin u. der Halogenide des Cu, Zn, Cd, Ni, Co u. Ca entstehen. Zu ihrer Darst. wurde eine Lsg., enthaltend 3,2 mol/g Diamin u. 1,2 mol/g Metallhalogenid unter Durchleiten von N<sub>2</sub> mit 0,9 mol/g Diphenol versetzt; die nach mehrstdg. Stehen unter N<sub>2</sub> gebildeten Krystalle wurden abfiltriert, gewaschen u. unter Luftausschluß getrocknet. Hydrochinon lieferte mit CuCl<sub>2</sub>, ZnCl<sub>2</sub>, CdCl<sub>2</sub>, u. ZnBr<sub>2</sub> Additionsverbb. der allg. Formel 3(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>·2 Diamin·M(OH)<sub>2</sub> (M=Metall). NiCl<sub>2</sub>, NiBr<sub>2</sub>, CaCl<sub>2</sub>, CoCl<sub>2</sub> u. CoBr<sub>2</sub> ergaben Verbb. des gleichen Typus, wobei sich die Verbb. mit Ca u. Co nur durch die Zahl der Mol. W. unterscheiden. Die Farbe der letzteren variiert mit dem Metall, sie ist farblos beim Ca, violett beim Ni u. rosa beim Co. Die mit ZnJ<sub>2</sub> in Form farbloser Blättchen erhaltene Verb. entspricht der Zus. 3(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>·5 Diamin·Zn(OH)<sub>2</sub>·ZnJ<sub>2</sub>·3 H<sub>2</sub>O; sie ist demnach eine Vereinigung von 2 Moll. der obigen Art. Mit Resorcin konnte unter den angewandten Bedingungen nur die Verb. C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>·3 Diamin·ZnJ<sub>2</sub> isoliert werden. Die mit Brenzcatechin erhaltenen Verbb. entsprachen in ihrer Zus. der von SPACU u. KURAS (vgl. C. 1935. I. 1848) für die Verbb. mit ZnCl<sub>2</sub> u. CdCl<sub>2</sub> gegebenen Formulierung; im Gegensatz zu diesen Autoren gelang es jedoch mit CoCl<sub>2</sub> oder CoBr<sub>2</sub> Prismen zu erhalten, die in ihrem Co-Geh. gut der Formel 2(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>·Co·2 Diamin entsprachen. Mit CuCl<sub>2</sub> wurde eine neue hellgrüne Verb. der Zus. C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>Cu·2 Diamin·2 H<sub>2</sub>O erhalten. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 208. 1158—60. 12/4. 1939.)

SCHICKE.

Otto Nitz und L. Chas. Raiford, *Der Einfluß von Substituenten auf die Reaktionen gewisser Vanillinderivate*. Bei der Einführung von Nitrogruppen in die 2- u. 6-Stellung des Vanillins wurde festgestellt, daß die akt. Gruppen des Mol. dadurch kaum in ihrer Rk.-Fähigkeit beeinträchtigt wurden, nur die Hydrolyse des 1-Nitrils zu der entsprechenden Säure konnte nicht durchgeführt werden. Eine Herabsetzung dieses hindernden Einfl. der Nitrogruppen durch Substitution von Halogen in 5-Stellung trat nicht ein. Eine Umlagerung der anti- in die syn-Derivv. konnte erst dann erreicht werden, als eine weitere negative Gruppe (—OCH<sub>3</sub>) durch Methylierung des OH in 4-Stellung eingeführt wurde.

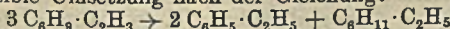
Versuche. Das Vanillin wurde mit Acetanhydrid in Ä. acetyliert u. dann mit einem großen Überschuß rauchender HNO<sub>3</sub> bei einer Temp. unterhalb 60° nitrirt, dabei entstanden die Acetate des 2- u. 6-Nitrovanillins, sie wurden hydrolysiert u. die



Isomeren auf Grund ihrer verschied. Löslichkeit in kaltem A. getrennt. Das 6-Isomere entstand in einer Ausbeute über 4%. Die *Oxime* wurden durch Erhitzen der Nitroderiv. mit Hydroxylaminhydrochlorid in Carbonatlg. unter Rückfluß erhalten. Das 2-Isomere gab eine Ausbeute von 95%. Beim Behandeln des 2-Nitrovanillin-oxims mit Acetanhydrid wurden ein *Mono-* (Ausbeute 86,4%) u. ein *Diacet* (Ausbeute 94,5%) erhalten. Das Monoacetat gab mit Leichtigkeit das Diacetat u. beide bei der Hydrolyse das Ausgangsoxim. Durch stärkere Behandlung des 2-Nitrovanillin-oxims mit Acetanhydrid wurde das 2-Nitro-3-methoxy-4-acetoxybenzonitril (Ausbeute 100%) erhalten. Durch Hydrolyse in Essigsäurelsg. wurde die Acetylgruppe entfernt, Ausbeute an 2-Nitro-3-methoxy-4-hydroxybenzonitril 94,5%. Das entsprechende *Amid* entstand durch Hydrolyse mit NaOH in 50%ig. Ausbeute. Beim Vers., das *Amid* zur Säure zu hydrolysieren, wurde NH<sub>3</sub> entbunden, u. es trat Zers. zu einem Öl ein. Alle 2-Nitroderiv. färbten sich in einigen Tagen im Tageslicht dunkel, wobei häufig eine F.-Depression beobachtet wurde. Durch Bromierung des 2-Nitrovanillins wurde das 5-Bromderiv. erhalten, auch hier wurden das *Oxim* (Ausbeute 82,5%), *Mono-* (Ausbeute 49,5%) u. *Diacet* (Ausbeute 90,5%) u. *Nitril* (*Acetat des Nitrils*, Ausbeute 100%) leicht erhalten. Vom 6-Nitrovanillin wurde das *p*-Bromphenylhydrazon ohne Schwierigkeiten dargestellt. Das 5-Bromderiv. wurde durch Bromierung mit Eisen u. Jod als Katalysator erhalten. *Oximi* u. *Semicarbazone* des 6-Nitro-5-bromvanillins entstanden in fast quantitativer Ausbeute. Hydrolyse des Oxims wurde nicht untersucht. Wurde HCl in die Lsg. der 4-Methoxyderiv. in getrocknetem A. eingeleitet, so trat eine Umlagerung der *anti-* in die *syn-*Deriv. ein. Der gebildete Nd. wurde mit Sodalg. zers., um aus dem Hydrochlorid das Oxim zu erhalten. 5-Bromvanillin-oxim, gab ein *Hydrochlorid*. — 5-Brommethylvanillin-oxim, F. 83°, *Hydrochlorid*, F. 120—125°, *syn-Verb.*, F. 108°. — 5-Chlorvanillin-oxim, F. 170—172°, *Hydrochlorid*, F. 172—174°. — 5-Chlormethylvanillin-oxim, F. 90°, *Hydrochlorid*, F. 117°, *syn-Verb.*, F. 114°. — 5-Jodvanillin-oxim, F. 177—178°, *Hydrochlorid*, F. 172—174°. — 5-Jodmethylvanillin-oxim, F. 107 bis 109°, *Hydrochlorid*, F. 139—142°, *syn-Verb.* F. 117—119°. — 2-Nitrovanillin-oxim, F. 131—133°, *Hydrochlorid*, F. 117—120°. — 2-Nitromethylvanillin-oxim, F. 145—147°, kein *Hydrochlorid*. (Proc. Iowa Acad. Sci. 45. 127—32. 1938. Iowa, Univ.) RIEDEL.

L. Chas. Raiford und Glen V. Gundy,  $\alpha, \beta$ -Ungesättigte Ketone aus Acetophenon und ihre Reaktion mit Phenylhydrazin. Während nach den Ergebnissen einer früheren Arbeit (C. 1932. I. 2317) bei der Kondensation von brom- oder chlosubstituiertem Vanillin mit Acetophenon durch NaOH nebeneinander das Mono- u. Diacetophenon-deriv. entstand, wurden bei der Verwendung von substituierten Acetophenonen nur die Monoacetophenon-deriv. erhalten. Diese Monoderiv. bildeten mit Phenylhydrazin u. *p*-Nitrophenylhydrazin — am zweckmäßigsten in Eisessig — die entsprechenden *Hydrazone*. Die Rk. erfolgte manchmal bei Raumtemp., häufiger jedoch mußte erwärmt werden. Da im allg. beim Kochen von Hydrazonen in Eisessig Umlagerung zu den *Pyrazolinen* erfolgt, nehmen Vff. ihre Bldg. auch hier in einigen Fällen an. Konnte die Rk. sowohl bei Zimmertemp. als auch in der Hitze bei einem Substanzgemisch durchgeführt werden, so entstand das gleiche Endprodukt. Die *Hydrazone* gaben bei der Red. mit Na in sd. A. Anilin u. wurden dadurch als solche nachgewiesen. Z. B. gab das *Hydrazon*, das aus Phenylhydrazin u. 5-Bromvanillalacetophenon sowohl durch 48-std. Stehen bei Raumtemp. in Eisessig als auch bei 1/2-std. Kochen im gleichen Lösungsm. u. außerdem beim Stehenlassen in 70%ig. A. erhalten wurde, bei der Red. 54% Anilin. Bei der Red. des Benzalacetophenonphenylhydrazons entstanden 38% Anilin, etwas Ausgangsmaterial wurde zurückerhalten. Bei entsprechender Behandlung der *Pyrazoline* wurden diese unverändert wiedergewonnen, Brom als Substituent wurde abgespalten. Z. B. gab das *Pyrazolin* aus Phenylhydrazin u. Benzal-4-bromacetophenon 12% 1,3,5-Triphenylpyrazolin u. 72% Ausgangsprodukt. Aus dem *Pyrazolin* des 5-Bromvanillal-4-bromacetophenonphenylhydrazons wurden 10% 1,3-Diphenyl-5-(3-methoxy-4-hydroxyphenyl)-pyrazolin u. 63% Ausgangssubstanz erhalten. (Proc. Iowa Acad. Sci. 45. 111—13. 1938. Iowa, Univ.) RIEDEL.

S. R. Ssergijenko, Die Beziehung des Dimeren des Divinyls (Äthyl-1-cyclohexen-3) zu Dehydrierungs-, Hydrierungs- und irreversibler Katalyse. Das Dimere des Divinyls wird in Ggw. von Pd, Pt u. a. bei 160—200° zu Äthylcyclohexan hydriert. Unter Einw. von Pt u. Pd auf Asbest, Pd-Kohle u. Ni auf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tritt bei 135—150° im N<sub>2</sub>-Strom irreversible Umsetzung nach der Gleichung:



ein. Bei höherer Temp. erfolgt nebenher Dehydrierung zu Äthylbenzol. Diese Rk. verläuft ziemlich glatt u. bei nur 3—5% Verlust bei 300—310°. Damit ist erneut bewiesen, daß das Dimere keine offene Kette besitzt. Als Dehydrierungskatalysatoren sind Pt- bzw. Ni-Asbest nicht zu empfehlen, da hier die Hauptrk. schon bei 250°



kompliziert wird. (Известия Академии Наук СССР. Серия Химическая [Bull. Acad. Sci. URSS, Sér. chim.] 1938. 753—59. USSR, Akad. d. Wiss., Inst. f. organ. Chemie.) SCHMEISS.

R. G. Cooke und A. Killen Macbeth, *Epimere Alkohole der Cyclohexanreihe*. II. 4-Methyl- und 4-Isopropylcyclohexyl-1-carbinole. (I. vgl. C. 1939. II. 76.) cis- u. trans-Hexahydro-p-toluyl- u. -Hexahydrocuminsäuren wurden dargestellt u. durch die p-Chlor- u. p-Bromphenacylester charakterisiert. cis-Hexahydrocuminsäure (I) kann neben geringen Mengen der trans-Verb. durch katalyt. Hydrierung der Cuminsäure II in Eisessig in Ggw. von Platinoxyd dargestellt werden. Die trans-Säuren sind leicht erhältlich durch Druckhydrierung der alkal. Lsgg. der Salze der entsprechenden arom. Säuren in Ggw. von RANEY-Nickel. Die epimeren 4-Methyl- u. 4-Isopropylcyclohexyl-carbinole wurden durch Hydrierung u. Hydrogenolyse der Ester der cis- u. trans-Hexahydro-säuren dargestellt. Die trans-Alkohole sind leicht rein zu erhalten; aber die cis-Verbb. sind durch geringe Mengen der Epimeren verunreinigt u. eine vollständige Reinigung der Derivv. ist ziemlich schwierig. Ihre physikal. Konstanten befinden sich in Übereinstimmung mit der Regel von AUWERS-SKITA, die Refraktionswerte u. DD. der cis-Carbinole sind höher als die der trans-Verbindungen.

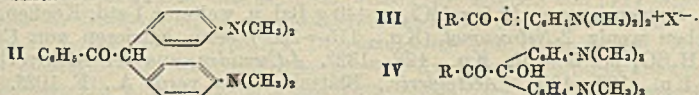
Versuche. II, durch Oxydation der NaOH-Lsg. des Cuminal mit  $H_2O_2$ , wurde zweimal aus Eisessig umkrystallisiert. — I,  $C_{10}H_{18}O_2$ , durch Hydrierung von II in Eisessig mit  $H_2$  u. Pt-Oxyd in der Wärme, Kp.<sub>2,5</sub> 133°,  $n_D^{20} = 1,4668$ . p-Chlorphenacylester,  $C_{15}H_{23}O_3Cl$ , feine Nadeln aus verd. A., F. 61°. p-Bromphenacylester,  $C_{15}H_{23}O_3Br$ , Nadeln aus verd. A., F. 85°. — p-Chlorphenacylester der cis-Hexahydro-p-toluylsäure,  $C_{16}H_{24}O_3Cl$ , Nadeln, F. 90°. — p-Bromphenacylester,  $C_{16}H_{24}O_3Br$ , schuppige Blättchen, F. 100°. Beide aus verd. Äthylalkohol. — trans-Hexahydrocuminsäure, durch Hydrierung von II in wss. NaOH-Lsg. in Ggw. von RANEY-Nickel bei 200° u. 150—200 at Druck, F. 94° aus HCOOH. p-Chlorphenacylester, lange Tafeln aus verd. A., F. 97,5°. p-Bromphenacylester, glitzernde Blättchen aus verd. A., F. 108°. — p-Chlorphenacylester der trans-Hexahydro-p-toluylsäure, Tafeln aus verd. A., F. 105°. — p-Bromphenacylester, Tafeln, F. 135°. — Äthyl-cis-hexahydrocuminat,  $C_{12}H_{22}O_2$ , Kp.<sub>2,5</sub> 94°,  $n_D^{20} = 1,4491$ . Die anderen Ester wurden ähnlich oder nach FISCHER-SPEIER dargestellt. — Äthyl-trans-hexahydrocuminat, Kp.<sub>2</sub> 100°. — Äthyl-cis-hexahydro-p-toluat, Kp.<sub>3</sub> 64°. — Äthyl-trans-hexahydro-p-toluat, Kp.<sub>2</sub> 71°. — Hydrierung-Hydrogenolyse der Ester: Die Umwandlung der Ester in die entsprechenden Carbinole wurde durch Einw. von  $H_2$  bei 250° u. über 200 at Druck mit Cu-Ba-Cr-Oxyd als Katalysator erreicht. Die Carbinole wurden in die sauren Phthalate durch Erhitzen mit Phthalsäureanhydrid bei 110° überführt u. diese aus PAe. (Kp. 60—90°) umkrystallisiert. Aus den so gereinigten Estern wurden die Alkohole als angenehm riechende Fl. durch Dampfdest. ihrer NaOH-Lsg. dargestellt: cis-4-Methylcyclohexyl-1-carbinol, Kp.<sub>2,5</sub> 75°,  $n_D^{20} = 1,4617$ , D.<sub>30</sub> 0,9074. Hydrophthalat,  $C_{16}H_{20}O_4$ , F. 127°. α-Naphthylurethan,  $C_{19}H_{23}O_2N$ , glitzernde Tafeln aus verd. A., F. 72—73°. — trans-4-Methylcyclohexyl-1-carbinol, Kp.<sub>3</sub> 74°,  $n_D^{20} = 1,4578$ , D.<sub>30</sub> 0,8962. Hydrophthalat, F. 147—148°. p-Nitrobenzoat,  $C_{15}H_{19}O_4N$ , farblose Stäbchen aus Methanol, F. 57°. 3,5-Dinitrobenzoat,  $C_{15}H_{17}O_6N_2$ , schwach gelbe Nadeln aus A., F. 112°. Phenylurethan,  $C_{15}H_{21}O_2N$ , glitzernde Tafelchen aus PAe., F. 82,5°. α-Naphthylurethan,  $C_{19}H_{23}O_2N$ , Nadeln aus PAe., F. 110,5°. — cis-4-Isopropylcyclohexyl-1-carbinol,  $C_{10}H_{20}O$ , Kp.<sub>2</sub> 101°,  $n_D^{20} = 1,4682$ , D.<sub>30</sub> 0,9051. Hydrophthalat,  $C_{18}H_{24}O_4$ , F. 107—108°. p-Nitrobenzoat,  $C_{17}H_{23}O_4N$ , schwach gelbe glitzernde Blättchen aus Methanol, F. 54—55°. 3,5-Dinitrobenzoat,  $C_{17}H_{21}O_6N_2$ , schwach gelbe Nadeln aus Methanol, F. 72°. α-Naphthylurethan,  $C_{21}H_{27}O_2N$ , Nadeln aus PAe., F. 72—73°. — trans-4-Isopropylcyclohexyl-1-carbinol, Kp.<sub>2</sub> 98°,  $n_D^{20} = 1,4661$ , D.<sub>30</sub> 0,9007. Hydrophthalat, F. 107—108°. p-Nitrobenzoat, nahezu farblose, lange Tafeln aus verd. Methanol, F. 47,5°. 3,5-Dinitrobenzoat, charakterist. gekrümmte Stäbchen aus verd. Methanol, F. 25°. Phenylurethan,  $C_{17}H_{25}O_2N$ , Blättchen aus PAe., F. 74°. α-Naphthylurethan, Nadeln aus PAe., F. 93°. (J. chem. Soc. [London] 1939. 1245—47. Aug. 1939. Adelaide, Univ.) RIEDEL.

Max Mousseron und Robert Granger, *Über die Alkoholabspaltung aus Monoäthern von 1,2-Cyclandiolen mit 5 und 6 C-Atomen durch Schwefelsäure*. Vff. berichten über die Eliminierung von ROH aus den früher (vgl. C. 1938. I. 4037) beschriebenen Monoäthern von trans-1,2-Cyclandiolen beim Erhitzen mit  $H_2SO_4$ . 2-Methoxy- u. 2-Äthoxycyclopentanol liefern hierbei Cyclopentadien. Aus 2-Methoxycyclohexanol entstand in 90%<sub>ig</sub>. Ausbeute Cyclopentylaldehyd u. in geringer Menge wahrscheinlich Methoxycyclohexen; unter den gleichen Bedingungen ergab 2-Äthoxycyclohexanol den Aldehyd in 50%<sub>ig</sub>. Ausbeute. Cyclopentylaldehyd entstand ferner aus 2-n-Propoxycyclohexanol in 15%<sub>ig</sub>. (Hauptprod. Cyclohexadien), aus 2-Cyclohexyloxy-cyclohexanol in 10%<sub>ig</sub>. Ausbeute. Die Elimination von ROH aus dem Substituenten u. der alkoh.



OH-Gruppe führt also umso leichter zu Ringverengung, je weniger kondensiert die C-Kette R ist. *Methoxycyclohexan* u. *1-Methyl-3-methoxycyclohexan* ergaben mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in 20 bzw. 10<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. Ausbeute *Cyclohexen*. *1-Methyl-2-methoxycyclohexanol* lieferte fast ausschließlich *2-Methylcyclohexanon*, neben wenig *Methylcyclopentylketon*; *1-Äthyl-2-methoxycyclohexanol* ergab in der Hauptsache *2-Äthoxycyclohexanon* neben 15% *Äthylcyclopentylketon*. Bzgl. des Mechanismus der Rk. erfordert die Bldg. von Alkylcyclopentylketonen bei der Entalkylierung von substituierten Alkoxy-cyclohexanolen die Elimination der Gruppe OR mit H. In gleicher Weise reagierte das aus CH<sub>3</sub>ONa mit dem Chlorhydrin des Methylencyclohexans dargestellte *1-Methoxycyclohexylcarbinol*-(I), Kp.<sub>760</sub> 102°,  $d_{25}^{25} = 0,982$ ,  $n_D^{25} = 1,4558$ ; neben dem KW-stoff entstand hierbei *Cyclohexylaldehyd* u. kein Cycloheptanon, wie bei der Desaminierung von Aminomethyl-(1)-cyclohexanol-(1) (vgl. TIFFENEAU, WEILL u. TSCHOUBAR, C. 1937. II. 3453). Es konnte schließlich gezeigt werden, daß bei dieser Eliminierung H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> als veresterndes Mittel teilnimmt, u. daß der durch Ringverengung entstehende Aldehyd allein aus dem Schwefelsäureester hervorgeht; so lieferte 2-Methoxycyclohexanol bei —10<sup>0</sup> mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> den Ester C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>OCH<sub>2</sub>(OSO<sub>2</sub>OH), der direkt beim Erhitzen Cyclopentylformaldehyd ergab. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 206. 922—24. 21/3. 1938.) SCHICKE.

**Fritz Kröhnke**, *Über gewisse Acyldiphenylmethane und die Farbstoffe daraus*. Zugleich V. Mitt. „über Nitrone“. (IV. vgl. C. 1939. I. 3547.) Bei der Umsetzung von Phenacylpyridiniumbromid mit Nitrosobenzol in Ggw. von Dimethylanilin, das die aus der Pyridiniumverb. freiwerdende Säure binden sollte, entstand nicht das erwartete Benzoyl-N-phenylnitron, sondern das *Benzoylbis-(p-dimethylaminophenyl)-methan* (II). II konnte auch aus dem Ketonitron sowie aus Phenylglyoxal durch Kondensation mit Dimethylanilin erhalten werden. II ließ sich glatt zum Farbstoff (entsprechend III) oxydieren, dessen Salze mit Alkali die Carbinolbase (IV) lieferten. II konnte in ein Oxim übergeführt werden, dagegen mißlang der Vers. zur Darst. eines Phenylhydrazons. Die aus anderen Acalkylpyridiniumsalzen erhaltenen Leukobasen vom Typ II ergaben wie II alle blaue Farbstoffe, die zwar Seide u. tannierte Baumwolle schön in blauen bis grünen Tönen anfärben, jedoch nicht echter als die analogen Triphenylmethanfarbstoffe sind.



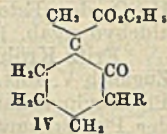
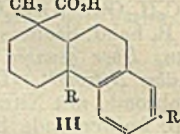
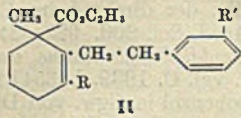
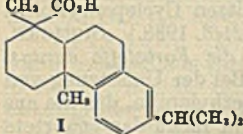
**Versuche.** *Benzoyltetramethyl-diaminodiphenylmethan* (II), C<sub>24</sub>H<sub>28</sub>ON<sub>2</sub>, aus Phenylglyoxalhydrat u. Dimethylanilin in Eisessig (Ausbeute 88<sup>0</sup>/<sub>10</sub>); aus Phenacylpyridiniumbromid, Nitrosobenzol u. Dimethylanilin in A. (Ausbeute ca. 60<sup>0</sup>/<sub>10</sub>); aus Benzoyl-N-phenylnitron, Pyridinhydrobromid u. Dimethylanilin (Ausbeute 51<sup>0</sup>/<sub>10</sub>); aus A. schwach gelbe, feine Nadeln vom F. 168°. *Hydrobromid*, aus A. Nadeln vom F. 227 bis 228<sup>0</sup> (Zers.). *Oxim*, aus A. schmale, gelbliche Spindeln vom F. 160°. *Dijodmethylat*, aus Methanol rechtwinklige Tafeln. *Dimethoperchlorat*, kleine Prismen vom F. 281<sup>0</sup> (Zers.). *Perchlorat des zu II gehörigen Farbstoffs*, C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>O<sub>5</sub>N<sub>2</sub>Cl, aus II in salzsaurer Lsg. mit PbO<sub>2</sub>; das mit NaClO<sub>4</sub>-Lsg. gefällte Salz bildete ein tief dunkelblaues Pulver mit kupferfarbenem Oberflächenglanz. *Carbinolbase*, C<sub>24</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, aus dem Perchlorat des Farbstoffs mit NH<sub>3</sub> u. Bzl.; aus A. kleine, rhomb. Täfelchen vom F. 153—154°. — *Benzoyltetraäthyl-diaminodiphenylmethan*, C<sub>28</sub>H<sub>34</sub>ON<sub>2</sub>, aus Phenylglyoxalhydrat u. Diäthylanilin (Ausbeute 60<sup>0</sup>/<sub>10</sub>); auch aus Phenacylpyridiniumbromid, Diäthylanilin u. Nitrosobenzol in A.; aus A. derbe domat. Prismen vom F. 111—112°. — *p-Methylbenzoyltetramethyl-diaminodiphenylmethan*, C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>ON<sub>2</sub>, aus p-Tolylglyoxalhydrat u. Pyridinhydrobromid mit Dimethylanilin in A. (Ausbeute 77<sup>0</sup>/<sub>10</sub>); auch aus p-Methylpyridiniumbromid, Nitrosobenzol u. Dimethylanilin in A.; aus A. Täfelchen vom F. 125°. *Hydrobromid*, F. 228—229°. — *β-Naphthoylbis-(p-dimethylaminophenyl)-methan*, C<sub>28</sub>H<sub>28</sub>ON<sub>2</sub>, aus β-Naphthacylpyridiniumbromid, Nitrosobenzol u. Dimethylanilin in A.; Ausbeute 30<sup>0</sup>/<sub>10</sub>. Aus A. kleine, prismat. Nadeln vom F. 132°. — *p-Chlorbenzoylbisdimethylaminophenylmethan*, C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>ON<sub>2</sub>Cl, aus p-Chlorphenacylpyridiniumbromid, Nitrosobenzol u. Dimethylanilin in A.; Ausbeute 61<sup>0</sup>/<sub>10</sub>. Aus A. gelbliche, prismat. Nadeln vom F. 148°. — *Bis-(p-dimethylaminophenyl)-acetylthiophen*, C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ON<sub>2</sub>S, aus ω-Acethylionylpyridiniumbromid, Dimethylanilin u. Nitrosobenzol in A.; Ausbeute 46<sup>0</sup>/<sub>10</sub>. Aus A. gelbliche Prismen u. Blättchen vom F. 168—169°. — *Trimethylacetyl-bis-(p-dimethylaminophenyl)-methan*, C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>ON<sub>2</sub>, aus Pinakolinylpyridiniumbromid mit Nitrosobenzol u. Dimethylanilin in A.; aus A. Nadeln vom F. 158—159°. (Ber. dtsh. chem. Ges. 72. 1731—35. 6/9. 1939. Berlin, Univ.)

HEIMHOLD.

**Robert D. Haworth** und **Reuben L. Barker**, *Eine Synthese von 1:12-Dimethyl-7-isopropyl-oktahydrophenanthren-1-carbonsäure*. Nach entsprechenden Vorvers. an



einfacheren Verb. stellen Vff. eine opt.-inakt. Säure der Formel I dar. Diese Konst. kommt auch der *Dehydroabietinsäure* zu; die synthet. Säure kann in 4 diastereoisomeren Formen existieren u. konnte noch nicht opt. gespalten werden. Es kann deshalb noch nicht festgestellt werden, ob d,l-Dehydroabietinsäure oder ein Diastereoisomeres vorliegt. — *1-β-Phenäthyl-2-methyl-Δ<sup>6</sup>-cyclohexen-2-carbonsäureäthylester*, C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub> (II, R u. R' = H), durch Umsetzung von 2-Methylcyclohexanon-2-carbonsäureäthylester mit C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·CH<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>·MgBr u. Erhitzen des Rk.-Prod. mit KHSO<sub>4</sub>. Kp.<sub>3</sub> 160—163°. Gibt beim Kochen mit methylalkoh. KOH *1-β-Phenäthyl-2-methyl-Δ<sup>6</sup>-cyclohexen-2-carbonsäure*, C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>, Prismen aus PAe., F. 97—98°, entfärbt Br in Chloroform. — *1-Methyloktahydrophenanthren-1-carbonsäure*, C<sub>16</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub> (III, R u. R' = H), beim Kochen von II (R u. R' = H) mit Eisessig u. konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Prismen aus Bzl., F. 187—188°, entfärbt Br in Chlf. nicht. *Methylester*, C<sub>17</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, aus der Säure u. CH<sub>2</sub>N<sub>2</sub> in Ä., Tafeln aus PAe., F. 75—76°. Die Säure u. der Methylester liefern beim Erhitzen mit Se auf 280—320° *1-Methylphenanthren*, F. 118°; *Pikrat*, F. 135—136°. — *2,6-Dimethylcyclohexanon-2-carbonsäureäthylester*, C<sub>11</sub>H<sub>18</sub>O<sub>3</sub> (IV, R = CH<sub>3</sub>), aus 6-Methylcyclohexanon-CH<sub>3</sub>, CO<sub>2</sub>H



*2-carbonsäureäthylester* u. CH<sub>3</sub>J in NaOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>-Lösung. Kp.<sub>15</sub> 111—112°, gibt keine FeCl<sub>3</sub>-Reaktion. *1-β-Phenäthyl-2,6-dimethyl-Δ<sup>6</sup>-cyclohexen-2-carbonsäureäthylester*, C<sub>24</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub> (II, R = CH<sub>3</sub>, R' = H), durch Umsetzung des vorigen mit C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·CH<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>·MgBr u. Erhitzen des Rk.-Prod. mit KHSO<sub>4</sub>. Kp.<sub>3</sub> 175—180°. Gibt beim Kochen mit methylalkoh. KOH die entsprechende Säure, C<sub>17</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, Prismen aus PAe., F. 121 bis 122°. *1,12-Dimethyl-oktahydrophenanthren-1-carbonsäure*, C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub> (III, R = CH<sub>3</sub>, R' = H), aus II (R = CH<sub>3</sub>, R' = H) mit Eisessig-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Prismen aus Bzl., F. 232 bis 233°. *Methylester*, C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, Nadeln aus PAe., F. 128—129°, liefert mit Se 1-Methylphenanthren. — *Cumol*, durch Eintragen von 100 g Isopropylbromid + 190 g Bzl. in eine sd. Suspension von 12,5 g AlCl<sub>3</sub> in 440 g Bzl. u. weiteres 1-std. Kochen. *4-Nitrocumol*, neben wenig *2-Nitrocumol* (Kp.<sub>15</sub> 115—120°) beim Nitrieren von Cumol mit Fe u. HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 5—10°. Kp.<sub>15</sub> 128—132°. *4-Cumidin*, aus der Nitroverb. mit Fe u. HCl. Kp.<sub>20</sub> 103—105°. *Acetylderiv.*, Blätchen aus verd. A., F. 102°. *3-Brom-4-acetaminocumol*, C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>ONBr, aus der Acetylverb. u. Br in Eisessig bei 45—60°. Prismen aus Methanol, F. 129—130°. Daraus durch Kochen mit A. u. konz. HCl *3-Brom-4-aminocumol*, C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>NBr, Kp.<sub>20</sub> 139—141°. *3-Bromcumol*, C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>Br, aus 3-Brom-4-aminocumol durch Diazotieren u. Erhitzen mit Cu-Pulver. Kp.<sub>20</sub> 94—96°. Gibt mit alkal. KMnO<sub>4</sub> m-Brombenzoesäure. *3-Isopropyl-β-phenäthylalkohol*, C<sub>11</sub>H<sub>18</sub>O, aus der Mg-Verb. des 3-Bromcumols u. Äthylenoxyd in Ä.; nach 3 Stdn. bei 15° wird der Ä. entfernt u. der Rückstand auf 100° erhitzt. Kp.<sub>20</sub> 134—138°. *3-Isopropyl-β-phenäthylbromid*, C<sub>11</sub>H<sub>15</sub>Br, aus dem Alkohol u. sd. HBr (D. 1,45). Kp.<sub>20</sub> 130—132°. *1-[3-Isopropyl-β-phenäthyl]-2,6-dimethyl-Δ<sup>6</sup>-cyclohexen-2-carbonsäureäthylester*, C<sub>19</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub> (II, R = CH<sub>3</sub>, R' = iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>), durch Umsetzung von IV (R = iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>) mit der Mg-Verb. des vorigen u. Erhitzen des Prod. mit KHSO<sub>4</sub>. Kp.<sub>20</sub> 173—180°. *1,12-Dimethyl-7-isopropyl-oktahydrophenanthren-1-carbonsäure*, C<sub>26</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub> (I), durch Kochen der vorangehenden Verb. mit Eisessig u. konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Prismen aus wss. Methanol, F. 202—203°. Liefert bei der Dehydrierung mit Se *Reten*, F. 98—99°; *Pikrat*, F. 124—125°. *Methylester*, C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>, aus I u. CH<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, Prismen aus Methanol, F. 91—92°. (J. chem. Soc. [London] 1939. 1299—1303. Aug. Newcastle upon Tyne, Univ. of Durham.) OG.

Ernst Tietze und Otto Bayer, *Die Sulfosäuren des Pyrens und ihre Abkömmlinge*. Vff. haben die Sulfierung des Pyrens (vgl. auch VOLLMANN u. Mitarbeiter, C. 1937. II. 3158) eingehend untersucht. Sie wurden dabei von der Absicht geleitet, über die Pyren-sulfosäuren ähnlich wie beim Naphthalin Pyrenoxyaminosulfosäuren herzustellen, die als Ausgangsmaterialien für Azofarbstoffe dienen sollten. Dieses Ziel wurde nicht ganz erreicht, weil das Pyren wesentlich einfacher u. schwieriger regelbar als das Naphthalin substituiert wird, u. weil die meisten Oxypyren-sulfosäuren nicht mit Diazoverbb. kuppeln. — Pyren wird sehr leicht sulfoniert u. kann bis zu 4, aber auch nicht mehr als 4 Sulfogruppen aufnehmen. Die Substitution des Pyrens durch Sulfogruppen erfolgt ausschließlich in den 4 gleichwertigen Stellen 3, 5, 8 u. 10 (IV). Mit einem Überschuß Sulfierungsmittel bildete sich stets die *3,5,8,10-Tetrasulfosäure IX*, die durch Einw. von NaClO<sub>3</sub> u. HCl in das bekannte 3,5,8,10-Tetrachlorpyren übergeführt wurde, womit der Beweis für die Stellung der Sulfogruppen in IX erbracht ist. *Pyren-3-sulfosäure* (I) ließ sich in über 90%ig. Ausbeute durch Einw. von Chlorsulfosäure auf Pyren in



Acetylentetrachlorid darstellen. I ergab bei der Nitrierung eine Nitrosulfosäure, die durch Fe u. Essigsäure zur entsprechenden Aminopyren-sulfosäure red. wurde, die blauviolette, nur wenig lichtechte Azofarbstoffe bildete. Aus pyren-3-sulfosaurem Na entstand bei der Sulfonierung als Hauptprod. *Pyren-3,8-* (V), daneben *Pyren-3,5-disulfosäure* (VII). Die Konst. von V wurde durch Ätzalkalischmelze zum 3,8-Dioxyppyren bewiesen. Aus dem Na-Salz von I konnte auch neben höher u. niedriger sulfonierten Verbb. *Pyren-3,5,8-trisulfosäure* (VIII) hergestellt werden. VIII ließ sich zu IX weiter sulfonieren. IX bildete sich in guter Ausbeute bei der Sulfonierung des Pyrens in Ggw. von  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Alle Vers., in IX mehr Sulfogruppen einzuführen, es zu nitrieren oder zu bromieren, schlugen fehl. Schon durch n.-NaOH wurde IX in *3-Oxyppyren-5,8,10-trisulfosäure* umgewandelt, die auf Wolle mit alkal. Mitteln prachtvoll gelbe, intensiv fluoreszierende Färbungen von allerdings geringer Licht- u. Säureechtheit lieferte. Die aus IX durch Erhitzen mit  $\text{NH}_3$ -Lsg. darstellbare *3-Aminopyren-5,8,10-trisulfosäure* gab auf Wolle ohne Behandlung mit Alkali dieselben, aber säurerechten Töne wie die entsprechende Oxyverbindung. Durch Sulfonierung von 3-Chlorpyren ließ sich die *3-Chlorpyren-5,8,10-trisulfosäure* herstellen, deren Chloratom nicht gegen  $\text{NH}_3$  ausgetauscht werden konnte. Die Sulfonierung von 3-Nitropyren gelang nicht. Durch NaOH-Schmelze wurde IX in *3,5-Dioxyppyren-8,10-disulfosäure* (XII) übergeführt, die auf Wolle durch Einw. von Bichromat satte Brauntöne von guter Walk-, Wasch- u. Lichtechtheit ergab. *3-Oxyppyren-5,8,10-trisulfosäure* u. XII spalteten beim Erhitzen mit verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  die Sulfogruppen ab. Die Diacetylverb. des aus XII erhaltenen unsulfonierten Dioxyppyrens war vom 3,8- u. 3,10-Diacetoxypyren verschied. u. ist daher das Diacetylderiv. des *3,5-Dioxyppyrens* (XIII), womit gleichzeitig ein Beweis für die Konst. von XII erbracht ist. XIII ließ sich auf Seide, Wolle u. Pelz mit oxydierenden Mitteln zu Brauntönen entwickeln, bildete aber keine Azofarbstoffe. Ebensovienig wie bei den Oxyppyren-sulfosäuren gelang es, aus IX durch Erhitzen mit verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  partiell Sulfogruppen abzuspalten. Dagegen konnte aus IX durch Einw. von Zn-Staub in alkal. Lsg. *Pyren-3,5-disulfosäure* (VII) hergestellt werden, die mit der bei der Sulfonierung von I als Nebenprod. erhaltenen Disulfosäure ident. war. VII wurde durch KOH-Schmelze in *3-Oxyppyren-5-sulfosäure* u. das oben beschriebene *3,5-Dioxyppyren* übergeführt, womit die Konst. von VII bewiesen ist. Durch Mono- u. Dinitrierung u. anschließende Red. lieferte VII *3-Amino-* u. *3,5-Diaminopyren-8,10-disulfosäure*. Bei der Druckschmelze von IX mit verd. NaOH oder Kalkmilch entstand das *3,5,8,10-Tetraoxyppyren*, das durch Chromierung auf Wolle, Seide u. Kunstseide volle braunschwarze Töne ergab. Die Oxydation des Tetraoxyppyrens mit  $\text{CrO}_3$  in Eisessig lieferte einen Küpenfarbstoff, bei dem es sich wahrscheinlich um ein *1,8-Naphthindionderiv.* handelt.

Versuche. Durch Einw. der berechneten Menge Chlorsulfosäure auf Pyren in Acetylentetrachlorid bildete sich *Pyren-3-sulfosäure*. Der durch 15–20-std. Rühren erhaltene Brei wurde in Eiswasser eingetragen, das Acetylentetrachlorid abdest. u. das Na-Salz der Pyren-3-sulfosäure heiß mit der berechneten Menge  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  gefällt; Ausbeute 90–92%. — *Nitropyren-3-sulfosäure* entstand aus dem pyrenmonosulfosaurem Na mit 80%ig.  $\text{HNO}_3$  in Eisessig als gelber Krystallbrei, der bei der Red. mit Fe in Ggw. von etwas Essigsäure die *Aminopyren-3-sulfosäure* als gelbes Pulver lieferte. — *Pyren-3,8-disulfosäure*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_6\text{S}_2$ , aus Pyren mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  von 66° Bé bei 15° (Ausbeute ca. 35%); besser aus dem pyren-3-sulfosaurem Na in einer Ausbeute von 42%. *Di-Na-salz*, gelblich gefärbtes Krystallpulver. — *Pyren-3,5-disulfosäure*, aus den Mutterlaugen der Darst. der vorigen Verb. aus dem monosulfosaurem Na-Salz; die Säure wurde als *Ca-Salz* isoliert. — *3,8-Dioxyppyren*, aus pyren-3,8-disulfosaurem Na mit wss. KOH bei 260° u. 40 at im Autoklaven. *Diacetylderiv.*, aus Eisessig derbe Krystalle vom F. 222–224°. — *Pyren-3,5,8-trisulfosäure*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_9\text{S}_3$ , aus pyren-3-sulfosaurem Na mit Monohydrat bei 5–10°. *Mononatriumdikaliumsalz*, derbe gelbe Prismen. — *Pyren-3,5,8,10-tetrasulfosäure*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_{12}\text{S}_4$ , aus pyren-3-sulfosaurem Na in Monohydrat mit 65-er Oleum bei 20° (Ausbeute 80%), oder aus Pyren in Monohydrat mit 65-er Oleum in Ggw. von  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  bei etwa 60° (Ausbeute 70%). Die Säure wurde als *Tetranatriumsalz* isoliert. — *3-Oxyppyren-5,8,10-trisulfosäure*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_{10}\text{S}_3$ , aus dem tetrasulfosaurem Na durch Kochen mit verd. NaOH; das *Tri-Na-salz* krystallisierte in feinen gelben Nadeln. — *3-Aminopyren-5,8,10-trisulfosäure*, aus pyrentetrasulfosaurem Na mit 22%ig. wss.  $\text{NH}_3$ -Lsg. bei 200 bis 210° u. 45 at im Autoklaven. *Trinatriumsalz*, grügelbe Prismen. — *3-Chlorpyren-5,8,10-trisulfosäure*,  $\text{C}_{16}\text{H}_9\text{O}_9\text{ClS}_3$ , aus 3-Chlorpyren (F. 118–119°) in Monohydrat mit 65-er Oleum in Ggw. von  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . — *3,5-Dioxyppyren-8,10-disulfosäure*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_8\text{S}_2$ , aus pyrentetrasulfosaurem Na in der NaOH-Schmelze bei 130–170°; Ausbeute 90%. *Na-Salz*, derbe gelbe Krystalle. — *3,5-Dioxyppyren*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_2$ , aus der vorigen Verb. mit

IV

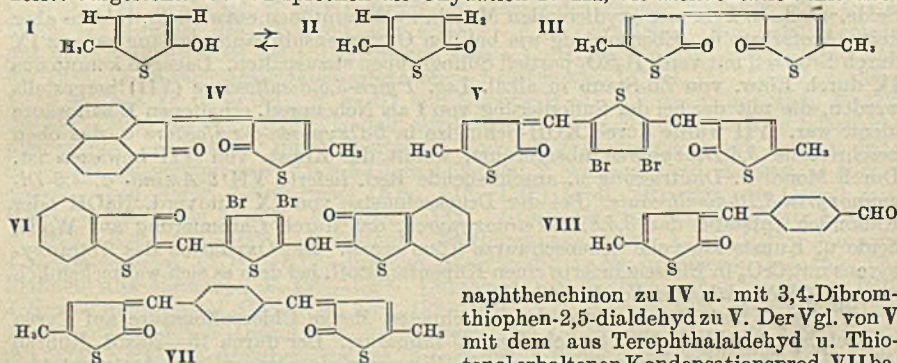




100<sup>o</sup>/ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 140—150° im Autoklaven; Ausbeute 90%. Aus Eisessig mit W. glänzende Blättchen vom F. ca. 220° (Zers.). *Diacetylderiv.*, aus Eisessig Krystalle vom F. 154—155°. *3,5-Dimethoxyppyren.* aus Bzl. Krystalle vom F. 177—178°. Nitrierung u. Red. des Dimethoxyppyrens lieferte ein *Aminodimethoxyppyren*, das keine kuppelnde Diazoverb. ergab. — *Pyren-3,5-disulfosäure*, C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>O<sub>6</sub>S<sub>2</sub>, aus dem tetrasulfosaurem Na in sd. 33%<sub>o</sub>ig. NaOH mit Zn-Staub. *Na-Salz*, feine, seidige Fällung. — *3-Oxyppyren-5-sulfosäure*, aus der vorigen Verb. mit KOH u. W. im Autoklaven bei 210—220°. — *3,5-Dioxyppyren*, aus pyren-3,5-disulfosaurem Na mit KOH u. W. bei 250—260°; die Verb. erwies sich als ident. mit der oben beschriebenen Substanz. — *3,5-Diaminopyyren-8,10-disulfosäure*, aus pyren-3,5-disulfosaurem Na durch Nitrierung u. Red.; in ähnlicher Weise mit einer kleineren Menge Nitriersäure entstand *3-Aminopyyren-8,10-disulfosäure*. — *3,5,8,10-Tetraoxyppyren*, C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>, aus dem tetrasulfosauren Na mit NaOH u. W. im Autoklaven bei 240—250° u. 40—45 at; Ausbeute 32%. Aus Chlorbenzol Krystalle vom F. 236—238°. Durch CrO<sub>3</sub> in Eisessig wurde die Tetraoxyverb. zu einem schwarzbraunen *Küpenfarbstoff* oxydiert. — *3,5,8,10-Tetramethoxyppyren*, aus der Tetraoxyverb. mit Alkali u. Dimethylsulfat; aus Bzl. derbe, schwach braune Krystalle vom F. 172—173°. (Liebigs Ann. Chem. 540. 189—210. 30/8. 1939. Leverkus, I. G., Hauptlabor.)

HEIMHOLD.

**Wilhelm Steinkopf und Fritz Thormann, Studien in der Thiophenreihe. XLV. Über das 5-Oxy-2-methylthiophen (Thiolenol).** (XLIV. vgl. C. 1939. I. 111.) Eine Unters. des Thiolenols zeigte, daß dieses sowohl in der Oxyform I, als auch in der tautomeren Oxoform II existieren kann. Zum Beweis der Existenzmöglichkeit von I wurde das Benzoylderiv. dargestellt. Für II sprechen die Oxydation zu III, die Kondensation mit Ace-



naphthenchinon zu IV u. mit 3,4-Dibromthiophen-2,5-dialdehyd zu V. Der Vgl. von V mit dem aus Terephthaldehyd u. Thiolenol erhaltenen Kondensationsprod. VII bestätigte die stark bathochrome Wrkg. der Thiophendoppelbindungen gegenüber denen des Bzl.-Kerns. Bei der Darst. von VII entstand gleichzeitig VIII.

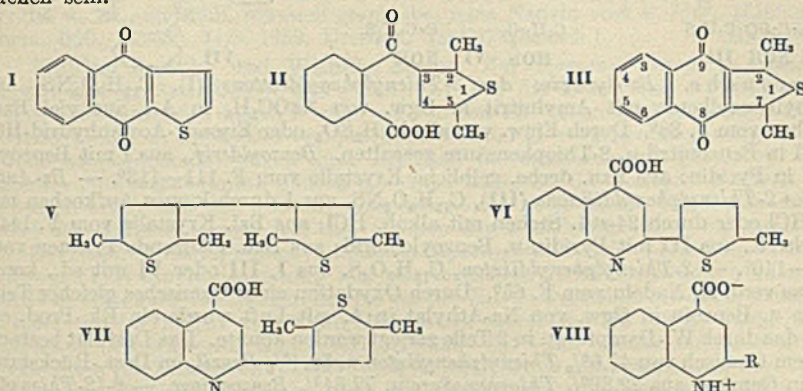
**Versuche.** *5-Oxy-2-methylthiophen (Thiolenol)* (I  $\rightleftharpoons$  II), aus Lävulinsäure mit P<sub>2</sub>S<sub>5</sub>; Kp.<sub>15</sub> 94—96°; F. —23,5 bis —22,5°. — *5-Oxy-2-methylthiophenbenzoesäureester*, C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>S, aus der vorigen Verb. mit Benzoylchlorid u. NaOH; aus A. Blättchen vom F. 47—47,5°. — [2-Methyl-5-oxo-4-benzal]-thiophendihydrid-(4,5), C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>OS, aus Thiolenol mit Benzaldehyd in A. durch HCl; Ausbeute 57%. Aus A. citronengelbe Nadeln vom F. 85—86°. — *Bis-[2-methylthiophen]-4-indigo* (III), C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, aus Thiolenol mit FeCl<sub>3</sub> in heißem A.; aus Bzl. braunschwarze Nadeln mit grünmetall. Glanz vom F. 188 bis 190°. — [Acenaphthen-(1)-2-methylthiophen-(4)]-indigo (IV), C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>S, aus Thiolenol mit Acenaphthenchinon in Eisessig in Ggw. von HCl; aus Bzl. ponceaurote Krystalle vom F. 164°. — *3,4-Dibrom-2,5-thioalbis-3-[5-oxo-2-methylthiophendihydrid-(4,5)]* (V), C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>Br<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, aus 3,4-Dibromthiophen-2,5-dialdehyd u. Thiolenol in Eisessig mit HCl; aus Pyridin glänzende, braunviolette, pleochroit. Krystalle vom F. 232—234°. — *3,4-Dibrom-2,5-thioalbis-2-[3-oxothionaphthendihydrid-(2,3)]* (VI), C<sub>22</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>Br<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, aus 3,4-Dibromthiophen-2,5-dialdehyd u. 3-Oxythionaphthen in Eisessig mit HCl; aus Benzoesäureäthylester Gewirr kupferroter, mkr., haarartiger Krystalle ohne Schmelzpunkt. — *5-Oxo-2-methyl-4-[4-formylbenzal]-thiophendihydrid-(4,5)* (VIII), C<sub>13</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>S, aus Terephthaldehyd mit Thiolenol in sd. Eisessig; aus Eisessig gelbgoldene Blättchen vom F. 167—168°. — *p-Xylalbis-3-[(5-oxo-2-methyl)-thiophendihydrid-(4,5)]* (VII), C<sub>18</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, Nebenprod. der Darst. von VIII aus Eisessig rotgoldene Blättchen vom F. 277—279°. (Liebigs Ann. Chem. 540. 1—7. 11/8. 1939. Dresden, Techn. Hochschule.)

HEIMHOLD.

**Wilhelm Steinkopf, Thorleif Barlag und Hans-Jürgen v. Petersdorff, Studien in der Thiophenreihe. XLVI. Abkömmlinge des 2,5-Thiozens.** (XLV. vgl. vorst. Ref.)



Analog der Überführung von Thiophen in Thiophenanthrenchinon (I) konnte auch 2,5-Thioxen mit Phthalsäureanhydrid über die Thenoylbenzoesäure II in III umgewandelt werden. II gab einen Äthylester, der aber mit NH<sub>3</sub> kein Amid lieferte. Durch Bromierung von II entstand eine Monobromverb., deren Brom in 4-Stellung sitzen muß. Aus 3-Jod-2,5-thioxen wurde das Tetramethyldithienyl V hergestellt. Die alkal. Kondensation von Isatin mit 5-Methyl-2-acetothienon bzw. 3-Acetyl-2,5-thioxen ergab die Chinolin-4-carbonsäuren VI u. VII, die eine dem Atophan analoge pharmakol. Wrkg. zeigten u. zu den entsprechenden Chinolinen decarboxyliert werden konnten. Für die gelbe Farbe von VI u. VII, deren Salze farblos sind, dürften der Thiophenkern als Auxochrom u. die innere Salzform (entsprechend VIII) als Chromophor verantwortlich zu machen sein.



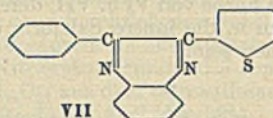
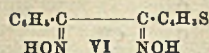
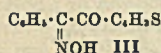
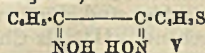
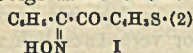
Versuche. [2,5-Dimethyl-3-thenoyl]-o-benzoesäure (II), C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>S, aus 2,5-Thioxen u. Phthalsäureanhydrid in Nitrobenzol mit AlCl<sub>3</sub>; Ausbeute 62%. Aus W. Nadeln vom F. 127—128°. Äthylester, aus der Säure mit A.-HCl; Kp. 152—153° im Hochvakuum. — [4-Brom-2,5-dimethyl-3-thenoyl]-o-benzoesäure, C<sub>14</sub>H<sub>11</sub>O<sub>3</sub>BrS, aus II mit Br<sub>2</sub> in CS<sub>2</sub>; aus Eisessig Krystalle vom F. 186°. — [2,5-Dimethyl-3-thienyl]-3-phthalid, C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>S, aus II mit Zn in sd. Essigsäure; Ausbeute 64%. Aus Eisessig Blättchen vom F. 154°. — 2,7-Dimethyl-β-thiophanthrenchinon (III), aus II in einer NaCl-AlCl<sub>3</sub>-Schmelze bei 140°; Ausbeute 18%. Aus Eisessig gelbe Nadeln vom F. 175—176°. — 2,5,2',5'-Tetramethyl-3,3'-dithienyl (V), C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>S<sub>2</sub>, aus 3-Jod-2,5-thioxen mit Cu-Bronze bei 245—250° im Rohr; Kp.<sub>9</sub> 142—144°. — 2,5,2',5'-Tetramethyl-4,4'-di-(acetoxymercuri)-3,3'-dithienyl, C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>Hg<sub>2</sub>, aus V in Eisessig mit Mercuriacetat; aus 65%ig. Essigsäure Krystalle vom F. 233—234°. — 2-[5-Methylthienyl-2]-chinolin-4-carbonsäure (VI), C<sub>17</sub>H<sub>11</sub>O<sub>2</sub>NS, aus 5-Methyl-2-acetothienon mit Isatin u. wss.-alkoh. KOH; Ausbeute 65%. Aus A. gelbe, kompakte Krystalle vom F. 227—228°. Methyl ester, aus VI mit äther. Diazomethanlg.; aus Bzn. hellgelbe Krystalle vom F. 91—92°. — 2-[2,5-Dimethylthienyl-3]-chinolin-4-carbonsäure (VII), C<sub>16</sub>H<sub>13</sub>O<sub>2</sub>NS, aus 3-Acetyl-2,5-thioxen mit Isatin wie VI; aus A. feine, verzilzte, hellgelbe Nadeln vom F. 214—215°. Methyl ester, aus VII mit Dimethylsulfat u. NaOH; Ausbeute quantitativ. Aus A.-W. Nadeln vom F. 79—80°. — 2-[Thienyl-2]-chinolin, C<sub>13</sub>H<sub>9</sub>NS, aus 2-[Thienyl-2]-chinolin-4-carbonsäure mit Natronkalk bei 360°; Ausbeute 40%. Durch Hochvakuumsublimation bei 80° Krystalle vom F. 132—133°. Pikrat, F. 194—195°. — 2-[5-Methylthienyl-2]-chinolin, C<sub>14</sub>H<sub>11</sub>NS, aus VI wie die vorige Verb.; aus PAc. Krystalle vom F. 122—123°. Pikrat, F. 192—194°. — 2-[2,5-Dimethylthienyl-3]-chinolin, C<sub>15</sub>H<sub>9</sub>NS, aus VII mit Natronkalk bei ca. 390°; Kp.<sub>15</sub> 220—225°. (Liebig's Ann. Chem. 540. 7—14. 11/8. 1939. Dresden. Techn. Hochsch.)

HEIMHOLD.

Wilhelm Steinkopf, Studien in der Thiophenreihe. XLVII. Über das 2-Thienylphenyldiketon und seine Oxime. (XLVI. vgl. vorst. Ref.) 2-Thienylbenzylketon gab mit Amylnitrit ein Oxim vom F. 88°, das sich analog dem α-Benzilmonoxim verhielt, also die Formel I eines Bz-Synoxims besitzt. Durch kurzes Aufkochen mit konz. HCl oder durch 24-std. Stehen in alkoh. HCl lagerte sich I in das Antioxim III um. I reagierte mit Hydroxylamin unter Bldg. eines Dioxims vom F. 193—195°, während aus III ein Dioxim vom F. 171—174,5° entstand. Da das erstere sich mit HCl in das letztere umlagern ließ, muß dem höher schm. Dioxim die Formel VI, dem tiefer schm. die Formel V zugeschrieben werden. I, III u. VI wurden durch sd. konz. HCl zum 2-Thienylphenyldiketon, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·CO·CO·C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>S, verseift. Mit o-Phenylendiamin kondensierte sich das Diketon zu dem Chinoxalinderiv. VII. Ein Gemisch des Diketons mit Benzoin in A. gab



mit Alkali eine smaragdgrüne Farbe, die beim Schütteln an der Luft verschwand u. dann wiederkehrte. Für diese Rk. muß prim. die Bldg. von Stilbendiolkalium angenommen werden, das sich mit dem Diketon unter Bldg. von 1 Mol. Benzil-K u. 1 Mol. Phenylthienylketon-K disproportioniert. Bei der Luftoxydation entstehen dann neben Benzil u. dem Diketon Benzoesäure u. 2-Thiophensäure, die bei der Aufarbeitung eines entsprechenden Ansatzes tatsächlich gefunden wurden. Derselbe Mechanismus gilt wahrscheinlich für die analoge Rk. von Benzoin mit Benzil (vgl. SCHEUING u. HENSLE, Liebigs Ann. Chem. 440 [1924]. 72).



**Versuche.** *Bz-Synoxim des 2-Thienylphenyldiketons* (I),  $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{O}_2\text{NS}$ , aus 2-Thienylbenzylketon mit Amylnitrit in Ggw. von  $\text{NaOC}_2\text{H}_5$  in A.; aus viel Bzn. Nadelchen vom F. 88°. Durch Einw. von alkoh.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  oder Eisessig-Acetanhydrid-HCl wurde I in Benzonitril u. 2-Thiophensäure gespalten. *Benzoylderiv.*, aus I mit Benzoylchlorid in Pyridin; aus Bzn. derbe, gelbliche Krystalle vom F. 111—113°. — *Bz-Antioxim des 2-Thienylphenyldiketons* (III),  $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{O}_2\text{NS}$ , aus I durch kurzes Aufkochen mit konz. HCl oder durch 24-std. Stehen mit alkoh. HCl; aus Bzl. Krystalle vom F. 144°. *Benzylverb.*, aus III mit Pyridin u. Benzoylchlorid; aus Bzn. glänzende Prismen vom F. 139—140°. — *2-Thienylphenyldiketon*,  $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{O}_2\text{S}$ , aus I, III oder VI mit ad., konz. HCl; aus verd. A. Nadeln vom F. 65°. Durch Oxydation eines Gemisches gleicher Teile Diketon u. Benzoin in Ggw. von Na-Äthylat in A. mit Luft wurde ein Rk.-Prod. erhalten, das durch W.-Dampfdest. in 2 Teile zerlegt werden konnte. Das Destillat bestand aus einem Gemisch von 47,6% Thienylphenylketon u. 52,4% Benzil, im Dest.-Rückstand blieb ein Gemisch aus 22,36% Thiophensäure u. 77,64% Benzoesäure. — 2-[2-Thienyl]-3-phenylchinoxalin (VII),  $\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}$ , aus dem Thienylphenyldiketon mit o-Phenyldiamin; aus A. oder Bzn. Nadeln vom F. 128°. — *Anti-2-thienylphenyldiketondioxim* (VI),  $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_2\text{N}_2\text{S}$ , aus I mit Hydroxylamin in alk. Lsg.; Nadeln vom F. 193—195° aus Toluol. *Diacetat*, aus VI mit Acetanhydrid; aus A. krystallines Pulver vom F. 173,5 bis 175,5°. — *Syn-2-thienylphenyldiketondioxim* (V),  $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_2\text{N}_2\text{S}$ , aus III wie VI; aus Bzl. derbe Krystalle vom F. 171—174,5°. *Diacetat*, aus V mit Acetanhydrid; glänzende Blättchen vom F. 165—166° aus Essigsäureanhydrid. — *2-Thienylcyanid*,  $\text{C}_8\text{H}_5\text{ONS}$ , aus Isonitrosoacetothienon mit Acetylchlorid; Ausbeute 70%. Kp.<sub>13</sub> 95—107°; F. 51,5°. — *2-Thienylglyoxylsäure*, aus der vorigen Verb. mit konz. HCl; Ausbeute 80%. Aus A. strahlige Krystalle vom F. 91,5° nach Trocknen über  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . — *2-Thienylalkohol*, aus einer mit 2-Jodthiophen u. Mg in Ä. dargestellten GRIGNARD-Lsg. durch Einleiten von Formaldehyd; Ausbeute 66%. Kp.<sub>12</sub> 94,5—96°. (Liebigs Ann. Chem. 540. 14—24. 11/8. 1939. Dresden, Techn. Hochsch.) HEIMHOLD.

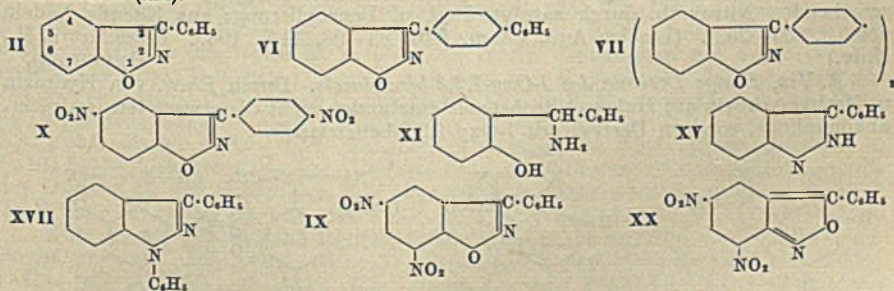
**Wilhelm Steinkopf und Walter Popp, Studien in der Thiophenreihe. XLVIII. Über die Thiophenisologen des 2,4,6-Triphenylpyridins.** (XLVII. vgl. vorst. Ref.) Triphenylpyridin wird aus Benzaldehyd u. Acetophenon über das Benzaldiacetophenon bzw. dessen Oxim hergestellt, wobei nebenher das Dibenzaltriacetophenon (1,3,5-Tribenzoyl-2,4-diphenylpentan) entsteht. In analoger Weise durchgeführte Kondensationen von 2-Thiophenaldehyd mit Aceton u. 2-Acetothonion, sowie von 2-Acetothonion mit Benzaldehyd ergaben in allen Fällen die erwarteten Rk.-Produkte. Die Pyridinderiv. wurden bromiert u. nahmen dabei pro Thierylgruppe 2 Br-Atome auf. Aus Furfuryl u. 2-Acetothonion bildeten sich zwar Furaldiacetothienon u. Trithienoyldifurylpentan, jedoch konnte ersteres nicht zum Furyldithienylpyridin umgesetzt werden.

**Versuche.** *2-Thenaldiacetophenon*,  $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_2\text{S}$ , aus Thiophenaldehyd u. Acetophenon mit wss.-alkoh. NaOH; aus A.-Eisessig Krystalle vom F. 104°. — *1,3,5-Tribenzoyl-2,4-di-(2-thienyl)-pentan*,  $\text{C}_{34}\text{H}_{28}\text{O}_3\text{S}_2$ , Nebenprod. der Darst. des vorigen; aus Tetralin feine Nadeln vom F. 251°. — *Benzaldi-(2-acetothonion)*,  $\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{O}_2\text{S}_2$ , aus Benzaldehyd u. 2-Acetothonion mit wss.-alkoh. NaOH; aus A.-Eisessig Krystalle vom F. 103°. — *1,3,5-Tri-(2-thienyl)-2,4-diphenylpentan*,  $\text{C}_{32}\text{H}_{26}\text{O}_3\text{S}_3$ , Nebenprod. bei der Darst. der vorigen Verb.; aus Tetralin Nadeln vom F. 266°. — *2-Thenaldi-(2-acetothonion)*,  $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{S}_3$ , aus Thiophenaldehyd u. Acetothonion mit wss.-alkoh. NaOH; F. 107°. — *1,3,5-Tri-(2-thienyl)-2,4-di-(2-thienyl)-pentan*,  $\text{C}_{28}\text{H}_{22}\text{O}_3\text{S}_5$ , Nebenprod. bei der Darst. der vorigen Verb.; Nadeln vom F. 268° aus Tetralin. — *2-Furaldi-(2-acetothonion)*,  $\text{C}_{19}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}_2$ , aus Furfuryl u. Acetothonion mit wss.-alkoh. NaOH; F. 107°. — *1,3,5-Tri-(2-thienyl)-2,4-di-(2-furyl)-pentan*,  $\text{C}_{28}\text{H}_{22}\text{O}_5\text{S}_3$ , aus Furfuryl u. Acetothonion neben der vorigen Verb.; aus Bzl. Nadeln vom F. 239°. — *2,6-Diphenyl-4-(2-thienyl)-pyridin*,



C<sub>21</sub>H<sub>15</sub>NS, aus Thenaldiacetophenon, Hydroxylaminchlorhydrat u. P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in sd. A.; Ausbeute 77%. Aus A. Nadeln vom F. 157°. *Pikrat*, aus A. leuchtend gelbe Nadeln vom F. 212°. — 2,6-Diphenyl-4-[2-(3,5-dibromthienyl)]-pyridin, C<sub>21</sub>H<sub>13</sub>NSBr<sub>2</sub>, aus dem Diphenylthienylpyridin mit Br<sub>2</sub>; Ausbeute 75%. Aus Chlf. seidenweiche Nadeln vom F. 163°. — 4-Phenyl-2,6-di-(2-thienyl)-pyridin, C<sub>19</sub>H<sub>13</sub>NS<sub>2</sub>, aus Benzaldiacetothienon, Hydroxylaminchlorhydrat u. P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in A.; Ausbeute 43%. Aus A. Nadeln vom F. 126°. *Pikrat*, F. 166°. — 4-Phenyl-2,6-di-[2-(3,5-dibromthienyl)]-pyridin, C<sub>19</sub>H<sub>9</sub>NS<sub>2</sub>Br<sub>2</sub>, aus Phenylthienylpyridin u. Br<sub>2</sub>; Ausbeute 75%. F. 252°. — 2,4,6-Tri-(2-thienyl)-pyridin, C<sub>7</sub>H<sub>11</sub>NS<sub>3</sub>, aus Thenaldiacetothienon, Hydroxylaminchlorhydrat u. P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in A.; Ausbeute 28%. Aus A. schwach braun gefärbte Nadeln vom F. 132°. *Pikrat*, gelbe Nadeln vom F. 148°. — 2,4,6-Tri-[2-(3,5-dibromthienyl)]-pyridin, C<sub>17</sub>H<sub>5</sub>NS<sub>3</sub>Br<sub>2</sub>, aus Trithienylpyridin u. Br<sub>2</sub>; aus Chlf. schwach graugelbe, feine Nadeln vom F. 316°. (Liebigs Ann. Chem. 540. 24—30. 11/8. 1939. Dresden, Techn. Hochsch.) HEIMHOLD.

Walther Borsche und Wilhelm Scriba, *Zur Kenntnis der Benzisoxazole*. II. (I. vgl. Liebigs Ann. Chem. 390 [1912]. 1.) Für die Darst. von 3-Phenylindoxazen (3-Phenylbenzisoxazol), dessen Bezifferung von den Vff. wegen der Beziehungen zwischen Benzisoxazolen u. Indazolen entsprechend Formel II vorgenommen wird, ist neben 2-Jodbenzophenonoxim wegen ihrer Billigkeit die entsprechende Bromverb. das geeignetste Ausgangsmaterial, obwohl sie etwas träger als die Jodverb. reagiert. Wider Erwarten ergab nun das o-Fluorbenzophenonoxim noch höhere Ausbeuten an II als selbst die Jodverbindung. Aus den Oximen des 4-(2-Brombenzoyl)-biphenyls u. des 4,4'-Di-(2-brombenzoyl)-biphenyls konnten *Biphenylindoxazen* (VI) u. *Dibenzisoxazolylbiphenyl* (VII) durch Ringschluß mit wss.-methanol. KOH hergestellt werden. — II wurde in 5-Stellung bromiert u. lieferte bei der Nitrierung neben etwas Mononitroderiv. u. einer von CATHCART u. MEYER (Ber. dtsh. chem. Ges. 25 [1892]. 1498. 3291) als einheitlich beschriebenen Dinitroverb. (F. 239—241°) der wahrscheinlichen Formel X ein Gemisch von Dinitroderiv., das durch Krystallisation nicht zu trennen war. X wurde in Ggw. von Pd-C unter Aufnahme von 6 H<sub>2</sub> katalyt. red., die Base konnte jedoch weder selbst noch in Form ihrer Derivv. kryst. erhalten werden. Die Base aus 3-Phenyl-5-nitroindoxazen kryst. ebenfalls schlecht, ließ sich jedoch in die bei 211—212° schm. Benzolverb. (C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>) überführen. — COHN (Mh. Chem. 15 [1894]. 653. 17 [1896]. 102) hatte durch Red. von II mit Na u. A. u. Nachbehandlung mit SnCl<sub>2</sub> 2-Oxybenzhydrylamin (XI) erhalten. Wie Vff. fanden, ist die Nachbehandlung mit SnCl<sub>2</sub> nicht nötig. XI wurde einer Reihe von Umsetzungen unterworfen (vgl. Vers.-Teil). — Aus dem durch Einw. von Hydrazinhydrat auf II bei 200° erhaltenen Rk.-Gemisch konnten Phenol, 2-Oxydiphenylmethan u. 2-Oxybenzophenonazin isoliert werden. Augenscheinlich tritt dabei 2-Oxybenzophenonhydrazon als Zwischenprod. auf. — Verss., o-Halogenbenzophenonhydrazone analog den Oximen zu cyclisieren, hatten keinen Erfolg. Dagegen entstand aus 2-Brombenzophenon u. Hydrazin bei 200° neben 2-Bromdiphenylmethan 3-Phenylindazol (XV), das allerdings besser aus der 5-Nitroverb. hergestellt wird. Ebenso wurde 1,3-Diphenylisoindazol (XVII) aus der entsprechenden 5-Nitroverb. gewonnen. Zur Darst. der 5,7-Dinitroderiv. von XV u. XVII erwies es sich als zweckmäßig, in 2-Brom-3,5-dinitrobenzophenon das Br gegen OCH<sub>3</sub> auszutauschen u. dann die Methoxyverb. mit Hydrazin bzw. Phenylhydrazin umzusetzen. Verss., aus 2-Methoxy-3,5-dinitrobenzophenon mit Hydroxylamin das 3-Phenyl-5,7-dinitroanthranil (XX) darzustellen, ergaben statt dessen das 3-Phenyl-5,7-dinitrobenzisoxazol (IX).



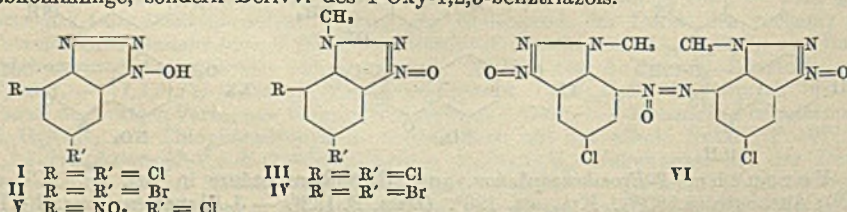
Versuche. 2-Brombenzophenon, aus 2-Brombenzoesäure in Bzl. mit PCl<sub>5</sub> u. AlCl<sub>3</sub>; Ausbeute ca. 80%. Kp.<sub>14</sub> ca. 190°. Oxim, F. 132°. — 3-Phenylbenzisoxazol (II), aus dem rohen Oxim des 2-Brombenzophenons mit methanol. KOH; Ausbeute 68%. Aus Methanol Krystalle vom F. 83°. — 4-(2-Brombenzoyl)-biphenyl, C<sub>15</sub>H<sub>13</sub>OBr, aus



Biphenyl mit 2-Brombenzoylchlorid in Ggw. von  $\text{AlCl}_3$ ; Kp.<sub>1</sub> 230—235°; gelbliche Blättchen vom F. 90° aus Methanol. Oxim,  $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{ONBr}$ , aus dem Keton mit Hydroxylaminchlorhydrat in Pyridin im Rohr bei 150°; aus Lg. Nadeln vom F. 187—188°. — 3-(Biphenyl-4)-benzoxazol (VI),  $\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{ON}$ , aus dem Oxim mit methanol. KOH; derbe Nadeln vom F. 119—120° aus Methanol. Bei einem Ansatz entstand ein Isomeres von VI, das Vff. als 3-(Biphenyl-2)-benzoxazol ( $\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{ON}$ ) ansehen; gelbliche Nadelchen vom F. 100—101°. — 4,4'-Di-(2-brombenzoyl)-biphenyl,  $\text{C}_{26}\text{H}_{16}\text{O}_2\text{Br}_2$ , aus 2-Brombenzoylchlorid (0,2 Mol) u.  $\text{AlCl}_3$  (0,2 Mol) mit Biphenyl (0,08 Mol); Kp.<sub>1</sub> 300—320°; aus Eisessig glitzernde Blättchen vom F. 155—156°. Dioxim,  $\text{C}_{26}\text{H}_{16}\text{O}_2\text{N}_2\text{Br}_2$ , aus dem Diketon mit Hydroxylaminchlorhydrat in Pyridin bei 150°; zu Sternchen vereinigte Nadeln vom F. 229—230° (Zers.). — 4,4'-Di-(benzoxazolyl)-biphenyl (VII),  $\text{C}_{26}\text{H}_{16}\text{O}_2\text{N}_2$ , aus dem Dioxim mit methanol. KOH; aus Eisessig gelbliche Nadeln vom F. 235—236°. — Brom-3-phenylindoxazen,  $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{ONBr}$ , aus II in Eisessig mit  $\text{Br}_2$ ; feine Nadeln vom F. 88—89° aus Methanol. — Durch Nitrierung von II in konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  mit einer Lsg. von  $\text{KNO}_3$  in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  entstand neben einer bereits von CATHCART u. MEYER (l. c.) beschriebenen Verb. vom F. 238—240° ein Gemisch isomerer Phenylindoxazene ( $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{O}_5\text{N}_3$ ), das aus Eisessig in grünlichgelben Nadelchen vom F. 164—165—190° kristallisierte. — 2-Oxybenzhydrylamin (XI),  $\text{C}_{13}\text{H}_{13}\text{ON}$ , aus II mit Na u. A.; Krystalle vom F. 104—105° aus Methanol. Diacetylderiv., aus Bzl. oder Lg. zu Sternchen vereinigte Nadeln vom F. 141—141,5°. Dibenzoylderiv., aus Methanol Krystalle vom F. 175°. N-Monobenzoylderiv. aus der Dibenzoylverb. mit methanol. KOH; Krystalle vom F. 213—214° aus Essigsäure. — Isopropylidenmethoxybenzhydrylamin,  $\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{ON}$ , aus XI in Aceton mit überschüssiger äther. Diazomethanlg.; aus PAe. Prismen vom F. 93—94°. — Durch Erhitzen von II mit Hydrazinhydrat auf 200° im Rohr wurde ein Gemisch von Substanzen erhalten, aus dem neben Phenol 2-Oxybenzophenonazin ( $\text{C}_{26}\text{H}_{20}\text{O}_2\text{N}_2$ , aus Eisessig gelbe Blättchen vom F. 273°), 2-Oxydiphenylmethan ( $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{O}$ , Kp.<sub>12</sub> 159—162°) u. eine Verb. vom F. 199—200° (Nadelchen aus Methanol) isoliert werden konnten. — 3-Phenylindazol (XV), aus 2-Brombenzophenon mit Hydrazinhydrat bei 200°; Kp.<sub>14</sub> 220—225°; aus Lg. Prismen vom F. 115—116°. — 2-Bromdiphenylmethan,  $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{Br}$ , Nebenprod. bei der Darst. der vorigen Verb.; Kp.<sub>14</sub> 159—160°; F. 30—31°. Dinitroderiv.,  $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{O}_4\text{N}_2\text{Br}$ , in Eisessig mit  $\text{HNO}_3$ ; gelbliche Blättchen vom F. 127—128° aus Methanol. — 3-Phenyl-5-nitroindazol,  $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{O}_2\text{N}_3$ , aus 5-Nitro-2-brombenzophenon in Methanol mit Hydrazinhydrat bei 140°; Ausbeute ca. 65%. Aus Chlf.-Lg. feine, grünlichgelbe Nadelchen vom F. 187—188°. Die Nitroverb. wurde in Methanol katalyt. zur Aminoverb. (Benzoylderiv.,  $\text{C}_{20}\text{H}_{15}\text{ON}_3$ , aus Aceton-Lg. Nadelchen vom F. 252—253°) red., die bei der Entaminierung XV lieferte. — 3-Phenyl-5,7-dinitroindazol,  $\text{C}_{13}\text{H}_7\text{O}_4\text{N}_4$ , aus 2-Methoxy-3,5-dinitrobenzophenon in sd. Methanol mit Hydrazinhydrat; Ausbeute fast quantitativ. Gelbe Nadeln vom F. 278—279° aus Eisessig oder Pyridin. — 1,3-Diphenyl-5-nitroisindazol, aus 5-Nitro-2-brombenzophenon in Methanol mit Phenylhydrazinchlorhydrat bei 140—150°; aus Eisessig lange gelbe Nadeln vom F. 179°. — 1,3-Diphenylisindazol (XVII),  $\text{C}_{19}\text{H}_{14}\text{N}_2$ , aus der vorigen Verb. durch katalyt. Red. u. Entaminierung; aus A. Nadeln vom F. 100—101°. — 1,3-Diphenyl-5,7-dinitroisindazol,  $\text{C}_{19}\text{H}_{12}\text{O}_4\text{N}_4$ , aus 3,5-Dinitro-2-methoxybenzophenon in Methanol mit Phenylhydrazin; aus Eisessig gelbe Blättchen vom F. 221—222°. — 3-Phenyl-5,7-dinitroindoxazen (IX), aus 3,5-Dinitro-2-methoxybenzophenon in Methanol mit Hydroxylamin; Ausbeute 85%. Aus Methanol orangefarbene Kryställchen vom F. 243° (Zers.). — 1,3-Diphenyl-5-benzoylaminoisindazol,  $\text{C}_{28}\text{H}_{19}\text{ON}_3$ , aus der entsprechenden Nitroverb. durch katalyt. Red. u. Benzoylierung; aus Eisessig Nadeln vom F. 200—202°. (Liebigs Ann. Chem. 540. 83—98. 11/8. 1939. Frankfurt a. M., Univ.)

HEIMHOLD.

B. Vis, Einige Derivate des 1-Oxy-1,2,3-benzotriazols. Durch Einw. von Hydrazin u. Methylhydrazin auf Halogennitrobenzole entstanden nicht die erwarteten Hydrazinabkömmlinge, sondern Derivv. des 1-Oxy-1,2,3-benzotriazols.



Versuche. 4,6-Dichlor-1-oxy-1,2,3-benzotriazol (I),  $\text{C}_6\text{H}_3\text{ON}_3\text{Cl}_2$ , aus 1,3-Dichlor-4,5-dinitrobenzol mit Hydrazinhydrat in A.; F. 193°. Hydrazinsalz, Krystalle aus verd.



A., F. ca. 186—193°. I u. sein Hydrazinsalz explodierten beim Erhitzen. — *4,6-Dibrom-1-oxo-1,2,3-benzotriazol* (II),  $C_6H_3ON_3Br_2$ , aus 1,3-Dibrom-4,5-dinitrobenzol mit Hydrazinhydrat in A.; Krystalle vom F. 222°. *Hydrazinsalz*, F. ca. 222°. II u. sein Salz erwiesen sich als explosiv. — *4,6-Dichlor-1-oxo-3-methyl-1,2,3-benzotriazol* (III),  $C_7H_5ON_3Cl_2$ , aus 1,3-Dichlor-4,5-dinitrobenzol mit Methylhydrazin in A.; aus A. Krystalle vom F. 141°. Die Konst. von III wurde durch Vgl. mit dem aus I über das Ag-Salz hergestellten *Methyläther* (F. 110—140°), mit dem III nicht ident. war, bewiesen. — *4,6-Dibrom-1-oxo-3-methyl-1,2,3-benzotriazol* (IV),  $C_7H_5ON_3Br_2$ , aus 1,3-Dibrom-4,5-dinitrobenzol mit Methylhydrazin; aus A. Blättchen vom F. 189°. Das zum Vgl. synthetisierte *4,6-Dibrom-1-methoxy-1,2,3-benzotriazol* schmolz bei 120° u. war von IV verschieden. — *4-Nitro-6-chlor-1-oxo-1,2,3-benzotriazol* (V),  $C_6H_3O_2N_4Cl$ , aus 4-Chlor-2,6-dinitrobenzol in A. mit Hydrazinhydrat; aus A. große, orangefarbene Nadeln vom F. 190°. *Hydrazinsalz*, orangefarbene, amorphe Substanz vom F. ca. 190°; sehr explosiv. — *1,1'-Dioxo-3,3'-dimethyl-6,6'-dichlor-1,2,3-1',2',3'-azoxydibenzotriazol* (VI),  $C_{14}H_{10}O_3N_6Cl_2$ , aus 4-Chlor-2,6-dinitroanisol (1 Mol.) mit Methylhydrazin (2 Moll.) in A.; aus A. glitzernde Blättchen vom F. 194°. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 58. 847—55. Juli/Aug. 1939. Leiden.)

HEIMHOLD.

J. P. Wibaut und J. R. Nicolai, *Die Chlorierung des Pyridins. Untersuchungen über Pyridin- und Chinolin-derivate*. 41. (Vgl. C. 1938. II. 1599.) Die Chlorierung von Pyridin in der Gasphase in Ggw. von  $N_2$  bei 270° über gekörntem Bimsstein (Beschreibung der App. vgl. Original) lieferte in guter Ausbeute (31%) bezogen auf das eingesetzte Pyridin *2-Chlorpyridin* ( $C_5H_4NCl$ ;  $Kp_{17}$ , 67°;  $n_D^{20} = 1,5330$ ) neben wenig *2,6-Dichlorpyridin*. Außerdem konnte die Anwesenheit von etwas *2-Pyridylpyridiniumchlorid* nachgewiesen werden. Denn die alkal. Hydrolyse des Rk.-Prod. lieferte eine kleine Menge *2-Aminopyridin*, das als *Pikrat* (F. 216—217°) isoliert wurde. Die Erhöhung der Rk.-Temp. (bis 400°) verschob das Verhältnis der Rk.-Prod. zugunsten des *2,6-Dichlorpyridins* (F. 85°), das dann zum Hauptprod. wurde. Bei niedrigeren Rk.-Temp. (220—240°) ging die Chlorierung des Pyridins nur sehr langsam vor sich u. ergab im wesentlichen *3,5-Dichlorpyridin* (F. 67°) neben *3,4,5-Trichlorpyridin* ( $C_5H_2NCl_3$ ; F. 70°). Der Temp.-Effekt bei der Chlorierung des Pyridins auf die Art der Substitution entspricht also dem bei der Bromierung (vgl. DEN HERTOG u. WIBAUT, C. 1932. I. 2472), nur sind die Temp.-Bereiche der beiden Substitutionstypen bei der Chlorierung näher aneinander gerückt. — Die Chlorierung von geschmolzenem Pyridinhydrochlorid bei 165—175° lieferte in der Hauptsache *3,5-Dichlorpyridin* neben etwas *3-Chlor-, 3,4,5-Trichlor- u. Pentachlorpyridin*. Zugabe von  $HgCl_2$  als Katalysator blieb ohne Wirkung. — Durch Erhitzen von *2,6-Dichlorpyridin* mit 20%ig. wss.  $NH_3$ -Lsg. auf 180—190° entstand *6-Chlor-2-aminopyridin* ( $C_5H_4N_2Cl$ ; F. 75°). *2-Chlorpyridin* ergab bei derselben Rk. in Ggw. von  $CuSO_4$  *2-Aminopyridin*. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 58. 709—21. Juli/Aug. 1939. Amsterdam, Univ.)

HEIMHOLD.

J. P. Wibaut und F. W. Broekman, *Untersuchungen über Pyridin- und Chinolin-derivate*. 42. *Die Bildung von (4-Pyridyl)-pyridiniumverbindungen aus 4-Chlorpyridin und 4-Brompyridin*. (41. vgl. vorst. Ref.) *4-Chlor- u. 4-Brompyridin* sind nicht sehr beständig, sondern wandeln sich, die erste Verb. langsam, die zweite wesentlich schneller, in *N-(4'-Pyridyl)-4-chlorpyridiniumchlorid* bzw. *N-(4'-Pyridyl)-4-brompyridiniumbromid* um, die beide zu *N-(4'-Pyridyl)-4-pyridon* hydrolysiert wurden. Die letztere Verb. konnte als Oxalat u. *Pikrat* identifiziert werden. Im Zusammenhang mit diesen Unters. wurde die Herst. von *4-Chlor- u. 4-Brompyridin* verbessert.

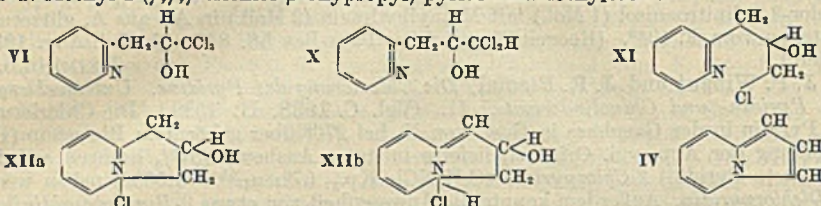
Versuche. *4-Chlorpyridin*, aus *4-Oxypyridin* mit  $PCl_5$ - $POCl_3$ ; Ausbeute 75%. F. —42,5°;  $n_{D,563}^{20} = 1,5267$ ,  $n_{D,587}^{20} = 1,5316$ ,  $n_{D,581}^{20} = 1,5438$ . Beim Erwärmen ging *4-Chlorpyridin* in eine feste M. A über, die durch Eindampfen mit verd.  $HCl$  ein kristallines Prod. B lieferte. Aus der wss. Lsg. von B wurde durch Pikrinsäure das *Dipikrat* (F. 195,5—196°), durch Oxalsäure das *Oxalat* (F. 223—223,5°) des *N-(4'-Pyridyl)-4-pyridons* gefällt. — *4-Brompyridin*, aus *4-Oxypyridin* mit  $PBr_5$ ; Ausbeute 47%.  $Kp_{0,3}$  25,5—26,5°; F. 8,5—9,5°. Daneben entstand etwas *3,4,5-Tribrompyridin* vom F. 104,5—106°. Aus der wss. Lsg. des Zers.-Prod. des *4-Brompyridins* konnten ebenfalls das *Dipikrat* u. das *Oxalat* des *N-(4'-Pyridyl)-4-pyridons* erhalten werden. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 58. 885—93. Juli/Aug. 1939. Amsterdam, Univ.)

HEIMHOLD.

Kurt Brand und Konrad Reuter, *Über die Reduktion von 2-( $\gamma,\gamma,\gamma$ -Trichlor- $\beta$ -oxypropyl)-pyridin*. XIV. Mitt. über die Reduktion organischer Halogenverbindungen. (XIII. vgl. C. 1939. II. 1475.) Das Chlorhydrat des *2-( $\gamma,\gamma,\gamma$ -Trichlor- $\beta$ -oxypropyl)-pyridins* (VI) ergab bei der Red. mit Zn u. verd.  $H_2SO_4$  je nach der Aufarbeitung *2-( $\gamma,\gamma$ -Dichlor- $\beta$ -oxypropyl)-pyridin* (X) oder *Indolizin* (IV). Die Bldg. von IV dürfte so aufzufassen sein, daß VI über X zur Monochlorverb. XI red. wird u. XI in ein inneres Pyridinsalz XIIa oder b übergeht. Unter dem Einfl. des Alkalis werden dann aus

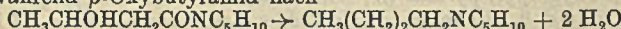


XIIa oder b HCl u. H<sub>2</sub>O abgespalten, wodurch IV entsteht. Da die Red. von VI vorwiegend X u. nur wenig XI liefert, ist die Ausbeute an IV nur gering. Um diese zu erhöhen, wurde das salzsaure Salz von VI kathod. red., jedoch ohne Erfolg. Bei der Red. an Pb bildete sich vorwiegend X. Bei sehr hoher Stromdichte konnte auch IV aus den Red.-Prodd. isoliert werden. Bis zur Dichlorverb. X war die Stromausbeute 100%/o, sank jedoch von da an ständig ohne charakterist. Haltepunkte. Auch an amalgamiertem Zn wurde als Hauptprod. X erhalten. An Cu in Ggw. von ZnCl<sub>2</sub> entstand X in sehr guter Ausbeute, daneben konnte zwar nicht IV, wohl aber 2-Propenylpyridin als Pikrat (F. 166—167°) isoliert werden. Dasselbe gilt für die elektrolyt. Red. von VI an Cd, wobei sich außerdem noch etwas IV bildete. VI tauscht also bei der Red. ein Cl glatt aus, dagegen werden die anderen beiden Cl-Atome nur schwierig u. unvollkommen abgespalten. Vers., VI zum 2-(γ,γ,γ-Trichlor-β-oxopropyl)-pyridin zu oxydieren, schlugen fehl. Mit KMnO<sub>4</sub> wurde Chlf. u. α-Picolinsäure erhalten. Dasselbe gilt für das N-Methyl-2-(γ,γ,γ-trichlor-β-oxopropyl)-pyridiniummethylsulfat.



Versuche. (Zur ausführlichen Beschreibung der elektrochem. Red.-Vers. vgl. Original.) — 2-(γ,γ-Dichlor-β-oxopropyl)-pyridin (X), C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>ONCl<sub>2</sub>, aus dem Chlorhydrat des 2-(γ,γ,γ-Trichlor-β-oxopropyl)-pyridins (VI) in sd. 10<sup>0</sup>/<sub>ig</sub>. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mit Zn; aus dem Chlorhydrat von VI in verd. HCl an einer Pb-Kathode (Stromdichte 2,3 Amp./qdm) (Ausbeute ca. 50<sup>0</sup>/<sub>o</sub>), an Zn-Hg (Stromdichte 1,1 Amp./qdm), an Cu in Ggw. von ZnCl<sub>2</sub> (Stromdichte 2,4 Amp./qdm) oder an Cd (2,3 Amp./qdm). Aus verd. A. Blättchen vom F. 96°. Chlorhydrat, F. 107°. Goldchloridchlorwasserstoffsäures Salz, goldgelbe Nadelchen vom F. 138—139°. Platinchloridchlorwasserstoffsäures Salz, zu Drusen vereinigte Nadeln vom F. 202°. Pikrat, Nadeln vom F. 102—103°. — Indolizin (IV), C<sub>8</sub>H<sub>7</sub>N, aus VI bei der Red. mit Zn u. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, wenn die Red.-Fl. nicht mit Sodalg. wie bei der Darst. von X, sondern mit 30<sup>0</sup>/<sub>ig</sub>. NaOH übersättigt wurde; aus verd. A. Blättchen vom F. 75°. Phenylindolizylmethan, aus IV mit Benzaldehyd in A.; F. 210 bis 212°. IV entstand auch bei der elektrochem. Red. von VI an Pb u. Cd. — N-Methyl-2-(γ,γ,γ-trichlor-β-oxopropyl)-pyridiniummethylsulfat, C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>NSCl<sub>3</sub>, aus VI in Bzl. mit Dimethylsulfat; F. 146°. Jodmethylat, aus dem Methylsulfat mit KJ; F. 186—187°. (Ber. dtsch. chem. Ges. 72. 1668—78. 6/9. 1939. Marburg, Univ.) HEIMHOLD.

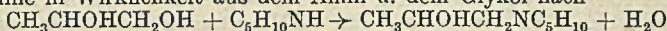
James D. D'Ianni und Homer Adkins, Hydrierung von Oxyamiden. 5 Oxyamide, die in α-, β-, γ-, δ- oder ε-Stellung zur N-Pentamethylen-carbonamidogruppe (—CONC<sub>5</sub>H<sub>10</sub>) eine OH-Gruppe enthielten, wurden der Hydrierung in Ggw. von CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> bei 250—260° bzw. von RANEY-Ni in Dioxan bei 225° unterworfen. Es wurden erhalten: aus N-Pentamethylenmilchsäureamid 51 bzw. 27 (°/o) 1-Piperidinopropanol-(2), 10 bzw. 0 1,2-Dipiperidinopropan, 10 bzw. 18 Propandiol-1,2, 10 bzw. 38 Piperidin, 4 bzw. 0 N-n-Propylpiperidin, 0 bzw. 23 unverändertes Amid; aus N-Pentamethylen-β-oxobutyramid 78 bzw. 0 N-n-Butylpiperidin, 0 bzw. 86 N-Pentamethylenbutyramid, 12 bzw. 12 Piperidin; aus N-Pentamethylen-γ-oxovaleramid 79 bzw. 15 5-Piperidinopentanol-(2), 6 bzw. 0 1,4-Dipiperidino-pentan, 0 bzw. 58 γ-Valerolacton, 7 bzw. 44 Piperidin, 0 bzw. 18 unverändertes Amid; aus N-Pentamethylen-δ-oxycapronsäureamid 76 bzw. 34 6-Piperidinohexanol-(2), 14 bzw. 0 1,4-Dipiperidinohexan, 4 bzw. 29 Piperidin, 0 bzw. 15 δ-Caprolacton, 0 bzw. 14 unverändertes Amid; aus N-Pentamethylen-ε-oxoheptylsäureamid (CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 60 7-Piperidinoheptanol-(2), 26 Heptandiol-(1,6), 14 1,6-Dipiperidinoheptan, 9 Piperidin. N-Pentamethylen-capronsäureamid ergab in Ggw. von RANEY-Ni 83 unverändertes Amid, 7 Piperidin, 5 Hexanol-(1), 6 N-n-Hexylpiperidin; in Ggw. von CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> lieferten: Di-N-n-amylläpfelsäureamid 32 N-n-Amylpyrrolidin, 30 Di-n-amyllamin, 14 N-n-Amylbernsteinsäureamid, 12 Di-N-n-amylläpelsäureamid, 9 N-n-Amylpyrrolidin u. 7 N-Amyllamin, Di-N-n-amylläpelsäureamid 20 Di-n-amyllamin, 11 N-n-Amylpyrrolidin u. 8 N-Amyllamin, 2,2-Dimethyl-5-phenyl-4-oxazolidon (bei 210—215°) 35 Mandelsäureamid, 29 Phenyläthylenglykol, 3 Phenyläthylalkohol u. 47 Diisopropylamin. Im Falle der Oxyamide entstanden mit Ausnahme der β-Verb. die entsprechenden Oxyamine, während β-Oxybutyramid nach



als Hauptprod. N-n-Butylpiperidin lieferte. Eine andere Art der Hydrierung führt nach



$\text{CH}_3\text{CHOHCONC}_6\text{H}_{10} \rightarrow \text{CH}_3\text{CHOHCH}_2\text{OH} + \text{C}_6\text{H}_{10}\text{NH}$  zu Glykolen u. Piperidin; letzteres wurde in allen Fällen, ersteres aus den Rk.-Prodd. von 2 Amidien isoliert, u. es ist möglich, daß diese Art der Hydrogenolyse bei allen Amidien die prim. Rk. ist, u. daß die Oxyamine in Wirklichkeit aus dem Amin u. dem Glykol nach



entstehen. In ähnlicher Weise werden wahrscheinlich auch die aus 3 Amidien isolierten Diamine nach  $\text{CH}_3\text{CHOHCH}_2\text{NC}_6\text{H}_{10} + \text{C}_6\text{H}_{10}\text{NH} \rightarrow \text{CH}_3\text{CH}(\text{NC}_6\text{H}_{10})\text{CH}_2\text{NC}_6\text{H}_{10} + \text{H}_2\text{O}$  gebildet. Im Vgl. zu  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  ist die Ausbeute an Aminoalkoholen bei Anwendung von RANEY-Ni geringer. Die größere Leichtigkeit der Hydrierung von Oxyamiden im Vgl. zu den unsubstituierten Amidien über Ni folgt aus dem Verh. des Capronsäure- u.  $\delta$ -Oxy-capronsäureamids, wobei bei ersterem 83%, bei letzterem nur 14% unverändert blieben; über  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  wird ein analoger Unterschied in der Rk.-Geschwindigkeit nicht beobachtet. Der tatsächliche Wert von RANEY-Ni bei der Hydrierung von Amidien ergibt sich aus seiner Anwendung beim  $\beta$ -Oxyamid: die OH-Gruppe wird red. u. die Amidgruppe nicht verändert, während mit  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  auch letztere unter Bldg. von Butylpiperidin hydriert wird. Ein weiterer Unterschied zwischen den bei der Hydrierung über Ni im Vgl. zu  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  entstehenden Prodd. besteht in der Ggw. von Lactonen bei  $\gamma$ - u.  $\delta$ -Oxyamiden; dies beruht wahrscheinlich auf der längeren Erhitzungsdauer mit Ni oder auf der Aktivität des  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  zur Hydrierung von Lactonen zu Glykolen. Der Rk.-Verlauf bei der Hydrierung von Oxydiamiden ergibt sich am besten aus den aus dem Äpfelsäureamid erhaltenen Produkten. Als erste Stufe erfolgt offenbar Verlust der OH-Gruppe unter Bldg. eines Succinamids, das dann in ein Succinimid, ein Pyrrolidon u. ein Pyrrolidin (vgl. PADEN u. ADKINS, C. 1937. I. 2604) übergeht, mit gelegentlicher Bldg. von Amyl- u. Diamylamin. Die Hydrierung von 2,2-Dimethyl-5-phenyl-4-oxazolidon über  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  ist insofern von Interesse, als der Oxazolidonring an 3 verschied. Bindungen gespalten wird. Die Hydrierung von *Di-N-pentamethylenschleimsäureamid* mit  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  bei 250–260° in Dioxan ergab *Piperidin*, *N-Alhylpiperidin*, *N-n-Butylpiperidin*, *2-Piperidinoäthanol*-(1), *N-Acetylpiperidin*, *1,2-Dipiperidinoäthanol*, *6-Piperidinohexanol*-(1), *1,4-Dipiperidinobutan*, *1,6-Dipiperidinohexanol*, *1,6-Dipiperidinohexanol*-(2), *Di-N-pentamethylenadipinsäureamid* u. *1,6-Dipiperidinohexandiol*-(2,5). Für die Bldg. dieser verschied. Prodd. wird ein Rk.-Schema angegeben; die Spaltung der Kette aus 6 C-Atomen erfolgt ausschließlich zwischen den C-Atomen 2 u. 3 u. niemals zwischen den C-Atomen 3 u. 4, wie bei der Hydrogenolyse von Zuckern mit 6 C-Atomen u. den entsprechenden Alkoholen. Die Ausbeute an Prodd., die 2 C-Atome enthalten, ist annähernd ebenso groß wie die an Prodd. mit 4 C-Atomen; die Ausbeute an Prodd., die die ungespaltene Kette von 6 C-Atomen enthielten, war etwas größer als die Ausbeute an Spaltprodd. von jeder der beiden anderen Typen.

Versuche. Die Hydrierungen u. die Darst. der Katalysatoren wurden, wie früher (vgl. C. 1939. I. 70) beschrieben, durchgeführt; die erhaltenen Prodd. wurden durch fraktionierte Dest. getrennt, die Amine im allg. durch ihre Eigg. u. die Darst. fester Derivv. identifiziert. Folgende, bisher unbekannt. Verb. werden beschrieben: *N-Pentamethylenmilchsäureamid*,  $\text{C}_9\text{H}_{15}\text{O}_2\text{N}$ , Kp.<sub>2</sub> 105–108°, Kp.<sub>1</sub> 128–129°,  $n_D^{25} = 1,4850$ ; *N-Pentamethylen- $\beta$ -oxybutyramid*,  $\text{C}_9\text{H}_{17}\text{O}_2\text{N}$ , Kp.<sub>7</sub> 118–123°,  $n_D^{25} = 1,5065$ ; *N-Pentamethylen- $\delta$ -oxycapronsäureamid*,  $\text{C}_{11}\text{H}_{21}\text{O}_2\text{N}$ , Kp.<sub>1</sub> 135–140°,  $n_D^{25} = 1,4910$ ; *N-Pentamethylen- $\epsilon$ -oxyheptylsäureamid*,  $\text{C}_{12}\text{H}_{23}\text{O}_2\text{N}$ , Kp.<sub>0.5</sub> 145–148°,  $n_D^{25} = 1,4857$ ; *Di-n-amylläpelsäureamid*,  $\text{C}_{14}\text{H}_{25}\text{O}_3\text{N}_2$ , F. 146°; *Di-n-amylläpelsäureamid*,  $\text{C}_{14}\text{H}_{25}\text{O}_3\text{N}_2$ , F. 194–195°; *Di-n-amylläpelsäureamid*,  $\text{C}_{14}\text{H}_{25}\text{O}_3\text{N}_2$ , F. 180–181°; *N-Pentamethylenbutyramid*,  $\text{C}_9\text{H}_{17}\text{ON}$ , Kp.<sub>7</sub> 105–109°,  $n_D^{25} = 1,4750$ ; *Di-n-pentamethylen-schleimsäureamid*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{29}\text{O}_6\text{N}_2$ , F. 231° (Zers.); *1,2-Dipiperidinopropandipikrat*,  $\text{C}_{22}\text{H}_{32}\text{O}_{11}\text{N}_8$ , F. 171–172°; *5-Piperidinopentanol*-(2),  $\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{ON}$ , Kp.<sub>6</sub> 107°,  $n_D^{25} = 1,4698$  (Pikrat,  $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_8\text{N}_4$ , F. 97–98°); *1,4-Dipiperidinopentanol*,  $\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}_2\text{N}_2$ , Kp.<sub>1</sub> 118 bis 119°,  $n_D^{25} = 1,4806$  (Dipikrat,  $\text{C}_{27}\text{H}_{36}\text{O}_{14}\text{N}_8$ , F. 168–169°); *6-Piperidinohexanol*-(2),  $\text{C}_{11}\text{H}_{22}\text{ON}$ , Kp.<sub>7</sub> 123–125°,  $n_D^{25} = 1,4720$  (Pikrat,  $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{O}_8\text{N}_4$ , F. 86–89°); *1,5-Dipiperidinohexanol*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{N}_2$ , Kp.<sub>0.5</sub> 122–123°,  $n_D^{25} = 1,4810$  (Dipikrat,  $\text{C}_{28}\text{H}_{38}\text{O}_{14}\text{N}_8$ , F. 166–167°); *7-Piperidinoheptanol*-(2),  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{ON}$ , Kp.<sub>1</sub> 105–106°,  $n_D^{25} = 1,4729$  (Pikrat,  $\text{C}_{18}\text{H}_{28}\text{O}_8\text{N}_4$ , F. 62–64°); *1,6-Dipiperidinoheptanol*,  $\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{N}_2$ , Kp.<sub>1</sub> 127–130°,  $n_D^{25} = 1,4808$  (Dipikrat,  $\text{C}_{28}\text{H}_{40}\text{O}_{14}\text{N}_8$ , F. 203–205° [Zers.]); *1,4-Dipiperidinobutan-dipikrat*,  $\text{C}_{26}\text{H}_{34}\text{O}_{12}\text{N}_8$ , F. 185–186°; *1,6-Dipiperidinohexanol*-(2),  $\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{ON}_2$ , Kp.<sub>1</sub> 125 bis 130°,  $n_D^{25} = 1,4949$  (Dipikrat,  $\text{C}_{28}\text{H}_{38}\text{O}_{14}\text{N}_8$ , F. 138–139°); *Dihydrochlorid*, F. 189 bis 191°); *1,6-Dipiperidinohexandiol*-(2,5),  $\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2\text{N}_2$ , Kp.<sub>1</sub> 150–160°,  $n_D^{25} = 1,4943$ ; *N-Pentamethylen- $\beta$ -[ $\beta$ -oxybutyryl]-oxybutyramid*,  $\text{C}_{13}\text{H}_{23}\text{O}_4\text{N}$ , Kp.<sub>1</sub> 105–110°,  $n_D^{25} = 1,4896$ ; *N-Pentamethylen- $\alpha$ -[ $\alpha$ -oxyisobutyryl]-oxyisobutyramid*,  $\text{C}_{13}\text{H}_{23}\text{O}_4\text{N}$ , Kp.<sub>1</sub> 108 bis 108,5°,  $n_D^{25} = 1,4651$ ; *1,6-Dipiperidinohexandiol-dipikrat*,  $\text{C}_{28}\text{H}_{38}\text{O}_{16}\text{N}_8$ , F. 170–173°.

Weiter wurden dargestellt: *N-n-Butylpiperidin*, aus *N-Pentamethylenbutyramid* mit



CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> in Dioxan bei 260° (300 at), Kp.<sub>740</sub> 165—175°; 7-Piperidinoheptanol-(2) u. 1,6-Dipiperidinoheptan, aus N-Pentamethylen-ε-oxyheptylsäureamid wie voriges; 1,4-Dipiperidinopentanol, aus 5-Piperidinopentanol-(2) mit Piperidin in Ggw. von CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> in Dioxan bei 250° (150 at), Pikrat, aus A. F. 168—169°. Ausführlich wird sodann die Identifizierung der oben erwähnten, aus Di-N-pentamethylenschleimsäureamid erhaltenen Prodd. beschrieben. — Durch Umsetzung der entsprechenden Säuren mit A. (+ HCl) wurden dargestellt: Schleimsäurediäthylester, F. 167—168° aus A., Weinsäurediäthylester, Kp.<sub>13</sub> 150—155°, u. Äpfelsäurediäthylester, Kp.<sub>13</sub> 120—130°. Weiter wurden gewonnen: Milchsäureäthylester, Kp.<sub>50</sub> 83—84°, aus der Säure mit A. in CCl<sub>4</sub>, β-Oxybuttersäureäthylester, Kp.<sub>7</sub> 64—65°, γ-Oxyvaleriansäureäthylester, Kp.<sub>0,5</sub> 55—60°, ε-Oxyheptylsäureäthylester, Kp.<sub>0,5</sub> 89—91,5°, n<sub>D</sub><sup>25</sup> = 1,4309, u. δ-Caprolacton, Kp.<sub>8</sub> 95—97°, n<sub>D</sub><sup>25</sup> = 1,4470 durch Hydrierung der entsprechenden Ketoester in A. mit RANEY-Ni bei 125—130° bzw. im Falle des Acetessigesters mit CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> bei 150°. ε-Ketoheptylsäureäthylester, Kp.<sub>7</sub> 110—113°, n<sub>D</sub><sup>25</sup> = 1,4385, durch Hydrolyse von α-Acetyl-δ-cyanvaleriansäureester (Kp.<sub>1</sub> 85—91°, dargestellt nach DERICK u. HESS, J. Amer. chem. Soc. 40 [1918]. 547) mit 20%/ig. HCl u. folgende Veresterung in CCl<sub>4</sub>. δ-Ketocapronsäureäthylester, Kp.<sub>9</sub> 98—99°, aus α-Acetylglutarsäurediäthylester mit 4-n. HCl u. Veresterung der erhaltenen Säure (Kp.<sub>1</sub> 103—107°) mit A. in CCl<sub>4</sub>. — Die Amide wurden aus den Estern mit Piperidin (bzw. Amylamin) gewonnen; N-Pentamethylen-δ-oxycapronsäureamid in gleicher Weise aus Caprolacton. — N-Pentamethylen-capronsäureamid, Kp.<sub>1</sub> 95 bis 99°, aus der Säure mit Piperidin in Dioxan bei 250°. — Verss. zur Dest. von N-Pentamethylen-γ-oxyvaleramid ergaben Caprolacton, so daß das Rohprod. der Hydrierung unterworfen wurde. — 2,2-Dimethyl-5-phenyl-4-oxazolidon, aus Mandelsäureamid mit Aceton nach FISCHER u. Mitarbeitern (vgl. C. 1932. II. 868), F. 127°. — Beim Kochen von β-Oxybuttersäure- u. α-Oxyisobuttersäureäthylester mit Piperidin entstanden N-Pentamethylen-β-β'-oxybutyryl]-oxybutyramid bzw. N-Pentamethylen-α-[α'-oxyisobutyryl]-oxyisobutyramid, deren Eig. oben angegeben wurden; das Amid entstand in ersterem Falle nur in geringerem Maße, in letzterem überhaupt nicht. (J. Amer. chem. Soc. 61. 1675—81. Juli 1939. Madison, Wis., Univ.) SCHICKE.

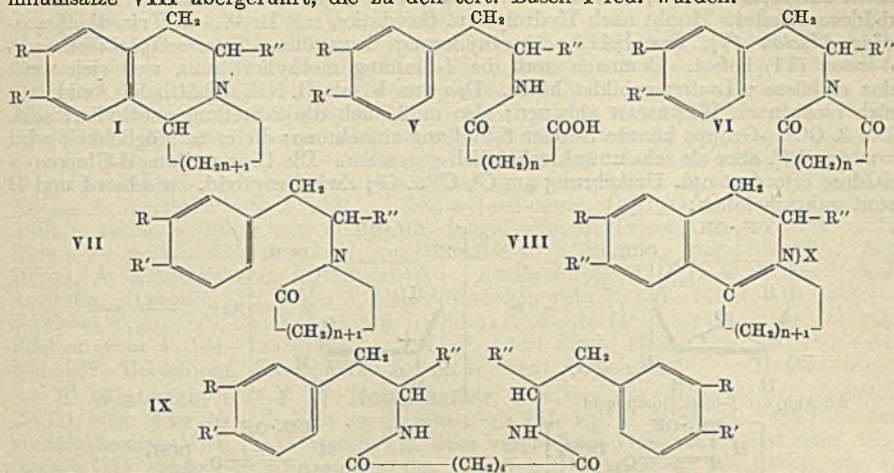
S. I. Lurje, Lokalanästhetica aus der Reihe der Chinolin-4-carbonsäure. I. Zum Studium des Einfl. der Seitenketten wurden die nachfolgend erwähnten Verbb. dargestellt. Sie sind starke Anästhetica, reizen aber zum Teil das Augengewebe von Kaninchen.

Versuche. Darst. der 2-Alkoxychinolin-4-carbonsäuren nach CAMPS. (Vgl. hierzu WOJAHN, C. 1931. II. 2877.) β,β-Dimethyl-γ-diäthylaminopropylchlorid, aus dem Propanol mit SOCl<sub>2</sub> in Bzl., Kp.<sub>10</sub> 72°. — α,β-Dimethyl-γ-diäthylaminopropylchlorid; unter Zugrundelegung von MANNICH u. BRAUN, Ber. dtsh. chem. Ges. 53 [1920]. 1874. — 2-Phenylchinolin-4-carbonsäurediäthylaminoäthylesterchlorhydrat. Die Säure durch Eindampfen der alkoh. Lsg. bei 20—30 mm mit Na-Äthylat in das Na-Salz überführen u. dieses in Xylolsuspension mit Diäthylaminoäthylchloridchlorhydrat umsetzen. Aus A. F. 185—186°. — Entsprechend 2-Äthoxychinolin-4-carbonsäurediäthylaminoäthylesterchlorhydrat, F. 170—170,5°. 2-n-Propoxychinolin-4-carbonsäurediäthylaminoäthylesterchlorhydrat, F. 169,5—170,5°. — 2-Butoxychinolin-4-carbonsäurediäthylaminoäthylesterchlorhydrat, F. 149°. — 2-Isobutoxychinolin-4-carbonsäurediäthylaminoäthylesterchlorhydrat, F. 152—153°. — 2-Isoamyloxychinolin-4-carbonsäurediäthylaminoäthylesterchlorhydrat, F. 160—161°. — 2-Phenylchinolin-4-carbonsäurediäthylaminopropylesterchlorhydrat; aus Diäthylaminopropylchlorid wie die Vorigen; F. 178—179°. 2-Äthoxychinolin-4-carbonsäurediäthylaminopropylesterchlorhydrat; über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> fest, F. 99 bis 100°. — 2-n-Propoxychinolin-4-carbonsäurediäthylaminopropylesterchlorhydrat, F. 136°. — 2-n-Butoxychinolin-4-carbonsäurediäthylaminopropylesterchlorhydrat; ölig, Kp.<sub>2,5</sub> 207—211°; Citrat, F. 115—116°. — Aus dem Chlorhydrat des Amins wurden wie vorher erhalten: 2-Phenylchinolin-4-carbonsäure-β,β-dimethyl-γ-diäthylaminopropylesterchlorhydrat, F. 176—177°, freie Base, F. 44—46°. — 2-Äthoxychinolin-4-carbonsäure-β,β-dimethyl-γ-diäthylaminopropylesterchlorhydrat, F. 115—116°; Base, Kp.<sub>3</sub> 207°. — 2-n-Propoxychinolin-4-carbonsäure-β,β-dimethyl-γ-diäthylaminopropylesterchlorhydrat, F. 123—124°. — 2-n-Butoxychinolin-4-carbonsäure-β,β-dimethyl-γ-diäthylaminopropylesterchlorhydrat, F. 137—138°; Base ölig, hellgelb, Kp.<sub>3</sub> 207—210°. — 2-Butoxychinolin-4-carbonsäure-α,β-dimethyl-γ-diäthylaminopropylester, Kp.<sub>3</sub> 214—217°, Citrat, F. 78 bis 79°. — Die Verbb. sind farblos, krystallin. u. in W., meist auch in A., gut löslich. (Журнал Общей Химии [J. Chim. gen.] 9. 287—98. 1939.) SCHMEISS.

Shigehiko Sugawara, Kiiti Sakurai und Norio Sugimoto, Synthese einiger 1,2-Polymethylentetrahydroisochinoline. XVII. Untersuchungen zur Synthese von Stickstoff-Ringverbindungen. (XVI. vgl. C. 1939. II. 411.) Vff. berichten über Synthesen von 1,2-Polymethylentetrahydroisochinolinolen der allg. Formel I. Zu diesem Zwecke wurden



die Säureimide VI, aus  $\beta$ -Phenyläthylaminen mit Bernsteinsäure- u. Glutarsäureanhydrid über die Amidosäuren V hergestellt, elektrolyt. zu den Lactamen VII reduziert. Adipinsäureanhydrid reagierte mit  $\beta$ -Phenyläthylaminen vorwiegend unter Bldg. der Diamide IX. Auch die direkte Kondensation von  $\epsilon$ -Amino-n-capronsäurelactam mit  $\beta$ -Phenyläthylbromiden ergab die erwarteten Lactame VII ( $n = 4$ ) nur in schlechter Ausbeute. Die einzelnen Lactame VII wurden durch Einw. von  $\text{POCl}_3$  in die Isochinoliniumsalze VIII übergeführt, die zu den tert. Basen I red. wurden.

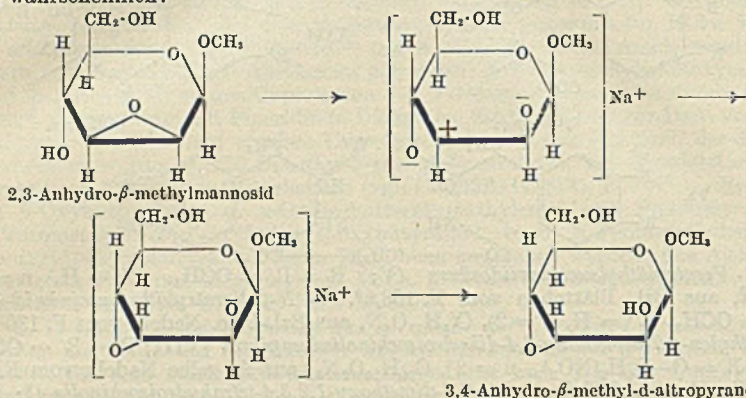


*N*- $\beta$ -Veratryläthylsuccinamidossäure (V; R = R' =  $\text{OCH}_3$ , R'' = H, n = 2),  $\text{C}_{14}\text{H}_{19}\text{O}_5\text{N}$ , aus Bzl. Blättchen vom F. 103,5°. — *N*- $\beta$ -Veratryläthylsuccinimid (VI; R = R' =  $\text{OCH}_3$ , R'' = H, n = 2),  $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{O}_4\text{N}$ , aus Bzl.-Pae. Nadeln vom F. 130°. — 1,2-Trimethylen-6,7-dimethoxy-3,4-dihydroisochinolinumpikrat [VIII; R = R' =  $\text{OCH}_3$ , R'' = H, X =  $\text{O}-\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3$ , n = 2],  $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{O}_6\text{N}_4$ , aus A. gelbe Nadeln vom F. 193 bis 194° (Zers.). — 1,2-Trimethylen-6,7-dimethoxy-1,2,3,4-tetrahydroisochinolin (I; R = R' =  $\text{OCH}_3$ , R'' = H, n = 2), aus Pae. rhomb. Stäbe vom F. 87–88°. Pikrat, aus A. winzige gelbe Nadeln vom F. 186°. — *N*- $\alpha$ -Methyl- $\beta$ -piperonyläthylsuccinamidossäure (V; R—R' =  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}$ , R'' =  $\text{CH}_3$ , n = 2), aus A. Nadeln vom F. 134,5°. — *N*- $\alpha$ -Methyl- $\beta$ -piperonyläthylsuccinimid (VI; R—R' =  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}$ , R'' =  $\text{CH}_3$ , n = 2),  $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{O}_4\text{N}$ , aus Pae. Platten vom F. 80°. — 1,2-Trimethylen-3-methyl-6,7-methylendioxy-3,4-dihydroisochinoliniumjodid (VIII; R—R' =  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}$ , R'' =  $\text{CH}_3$ , X = J, n = 2),  $\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{O}_4\text{NJ}$ , aus W. gelbe, rhomb. Stäbe vom F. 245° (Zers.). — 1,2-Trimethylen-3-methyl-6,7-methylendioxy-1,2,3,4-tetrahydroisochinolin (I; R—R' =  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}$ , R'' =  $\text{CH}_3$ , X = 2),  $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{O}_2\text{N}$ , winzige Nadeln vom F. 75,5° aus verd. Methanol. Hydrochlorid, Nadeln vom F. 234° (Zers.). — *N*- $\beta$ -Veratryläthylglutarimid (VI; R = R' =  $\text{OCH}_3$ , R'' = H, n = 3),  $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{O}_4\text{N}$ , aus Bzl. Nadeln vom F. 113–114°. — 1,2-Tetramethylen-6,7-dimethoxy-3,4-dihydroisochinolinumpikrat [R = R' =  $\text{OCH}_3$ , R'' = H, n = 3, X =  $\text{O}-\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3$ ,  $\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{O}_6\text{N}_4$ , aus A. gelbe Platten vom F. 179–180° (Zers.). — 1,2-Tetramethylen-6,7-dimethoxy-1,2,3,4-tetrahydroisochinolin (I; R = R' =  $\text{OCH}_3$ , R'' = H, n = 3),  $\text{C}_{15}\text{H}_{21}\text{O}_2\text{N}$ ; Perchlorat, aus W. Körner vom F. 185°. — *N*- $\alpha$ -Methyl- $\beta$ -piperonyläthylglutarimid (V; R—R' =  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}$ , R'' =  $\text{CH}_3$ , n = 3),  $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{O}_5\text{N}$ , aus Bzl. Nadeln vom F. 95,5°. — 1,2-Tetramethylen-3-methyl-6,7-methylendioxy-1,2,3,4-tetrahydroisochinolin (I; R—R' =  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}$ , R'' =  $\text{CH}_3$ , X = 3),  $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{O}_2\text{N}$ ; Perchlorat, aus W. Nadeln vom F. 183–183,5°. — 1,2-Pentamethylen-6,7-methylendioxy-1,2,3,4-tetrahydroisochinolin (I; R—R' =  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}$ , R'' = H, n = 4); Pikrat, aus verd. A. gelbe Nadeln vom F. 154° (Zers.). — 1,2-Pentamethylen-3-methyl-6,7-methylendioxy-3,4-dihydroisochinoliniumjodid (VIII; R—R' =  $\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}$ , R'' =  $\text{CH}_3$ , X = J, n = 4),  $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_2\text{NJ}$ , aus A.-Ä. Nadeln vom F. 233–239° (Zers.). (Proc. Imp. Acad. [Tokyo] 15. 82–85. März 1939. Tokio. [Orig.: engl.] HEIMHOLD.

W. H. G. Lake und S. Peat, Die Umwandlung von *d*-Glucose in *d*-Idose. Bei alkal. Hydrolyse von 2-*p*-Toluolsulfonyl- $\beta$ -methylglucosid (I) u. Methylierung des Rk.-Prod. entsteht neben Dimethyl-2,3-anhydro- $\beta$ -methylmannosid (LAKE u. PEAT, C. 1938. II. 3933) ein nicht kristallin. Dimethylanhydro-methylhexosid. Dieses liefert bei Behandlung mit Natriummethylatlg. zu 65% kristallin. 2,4,6-Trimethyl- $\beta$ -methyl-d-idopyranosid (II). Die Konst.-Aufklärung von II erfolgte durch folgende Rkk.: Permethylierung, Hydrolyse u. Oxydation mit Br-W. führten zu einem kryst. Tetra-



*methylhexonsäurelacton* (III), das durch HNO<sub>3</sub> zu *i*-Xylotrimethoxyglutarsäure (IV) u. wenig *l*-Dimethoxybernsteinsäure oxydiert wurde. Die Bldg. von IV beweist die Pyranosestruktur von II. IV kann außerdem nur aus methylierten Zuckern entstehen, die *d*-Glucose-, *l*-Glucose-, *d*-Idose- oder *l*-Idose-Konfiguration besitzen. Nach den Eigg. der Tetramethylhexose u. von II kommt Glucose-Konfiguration nicht in Frage. Es muß angenommen werden, daß bei der Umwandlung I → II der Pyranosidring nicht aufgespalten wird, so daß C<sup>5</sup> *d*-Konfiguration besitzt u. demzufolge II sich von *d*-Idose ableitet. II gibt nach Hydrolyse u. Oxydation mit Br-W. ein *Trimethylhexonsäure-δ-lacton* (V), das bei Nachmethylierung kristallin. *Tetramethyl-d-idonsäure-δ-lacton* (VI) liefert. Demnach muß die 4-Stellung methyliert sein, weil sich sonst das stabilere  $\gamma$ -Lacton gebildet hätte. Das aus V mit fl. NH<sub>3</sub> erhältliche Amid läßt sich nicht nach WEERMAN abbauen; also muß auch die 2-Stellung methyliert sein. Die 3. OCH<sub>3</sub>-Gruppe könnte 3- oder 6-Stellung einnehmen; die erste Möglichkeit wird von den Vf. aber als sehr unwahrscheinlich angesehen. Die Umwandlung *d*-Glucose → *d*-Idose erfordert opt. Umkehrung am C<sup>2</sup>, C<sup>3</sup> u. C<sup>4</sup>; Zwischenprodd. zwischen I und II sind wahrscheinlich:



Demnach ist das als Ausgangsmaterial benutzte Dimethylanhydromethylhexosid *2,6-Dimethyl-3,4-anhydro-β-methyl-d-altropyranosid*. II u. das entsprechende Tetramethylmethylidosid haben Pyranosestruktur, ihre Eigg. (Hydrolysierbarkeit durch Säuren) zeigen aber große Ähnlichkeit mit denen der Furanose. — Tetramethylidose liefert bei Dest. im Vakuum ein nicht red. Disaccharid vom Trehalose Typ: *Octamethylidi-d-idopyranose*. Auch V u. VI zeigen ein absonderliches Verh., indem sie bei der Überführung in Na-Salz keine Drehungsänderung erkennen lassen.

Versuche. *Dimethylanhydromethylhexosid*, C<sub>9</sub>H<sub>16</sub>O<sub>5</sub>, n<sub>D</sub><sup>21,5</sup> = 1,4552, [α]<sub>D</sub><sup>19</sup> = -21° (W., c = 2,1). — *2,4,6-Trimethyl-β-methyl-d-idopyranosid*, C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>6</sub> (II). Nadeln aus Ä.-PAe., F. 75°, [α]<sub>D</sub><sup>14</sup> = -61,0° (Chlf., c = 1,4). — *2,4,6-Trimethyl-d-idose*, C<sub>9</sub>H<sub>16</sub>O<sub>6</sub>. Aus vorst. Verb. durch Erhitzen mit 5%<sub>ig</sub>. Schwefelsäure auf 90°. Sirup, n<sub>D</sub><sup>22</sup> = 1,4725, [α]<sub>D</sub><sup>18</sup> = +26,6° (W., c = 4), +8,0° (Chlf., c = 3,6). — *Trimethyl-d-idonsäure-δ-lacton*, C<sub>9</sub>H<sub>16</sub>O<sub>6</sub> (V). Aus vorst. Verb. durch Oxydation mit Br-W. Öl, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4743, [α]<sub>D</sub><sup>17</sup> = -49,5° (Chlf., c = 3,46), -15,4° (W., c = 4,4). — *2,4,6-Trimethyl-d-idonsäureamid*, C<sub>9</sub>H<sub>16</sub>O<sub>6</sub>N. Aus dem Lacton u. fl. NH<sub>3</sub>. [α]<sub>D</sub><sup>17</sup> = -20,0° (Chlf., c = 1,8). — *Tetramethyl-β-methyl-d-idopyranosid*, C<sub>11</sub>H<sub>22</sub>O<sub>6</sub>. Aus II durch 3-malige Behandlung mit CH<sub>3</sub>J u. Ag<sub>2</sub>O. Kp.<sub>0,02</sub> 125°, n<sub>D</sub><sup>21</sup> = 1,4490, [α]<sub>D</sub><sup>14</sup> = -68,5° (Chlf., c = 3,08), -49,0° (W., c = 3,23), -77,3° (Methanol, c = 2,24). — *Tetramethyl-d-idopyranose*, n<sub>D</sub><sup>15</sup> = 1,4620, [α]<sub>D</sub><sup>14</sup> = +21,8° (Methanol, c = 2,12), enthält geringe Mengen der folgenden Verbindung. — *Octamethylidi-d-idopyranose*, C<sub>20</sub>H<sub>38</sub>O<sub>11</sub>. Entsteht bei Dest. der vorst. Verb. unter 0,008 mm Druck. Nadeln, F. 102°, [α]<sub>D</sub><sup>19</sup> = +90,2° (Chlf.), +95,0° (Methanol), +103° (W.). Wird von verd. Säuren mit gleicher Geschwindigkeit hydrolysiert wie Pyranoside. — *Tetramethyl-d-idonsäure-δ-lacton*, C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O<sub>6</sub> (III). Prismen aus Ä.-PAe., F. 91°, [α]<sub>D</sub><sup>16</sup> = -52,6° (Chlf., c = 1,7), [α]<sub>D</sub><sup>13</sup> = -32,0° (W., c = 3,18). Mutarotiert nicht in wss. Lsg.; gibt bei Oxydation mit HNO<sub>3</sub>-*i*-Trimethoxyxyloglutarsäure (isoliert als Methylamid, F. 166°). (J. chem. Soc. [London] 1939. 1069—74. Juli. Edgbaston, Birmingham, Univ.) ELSNER.

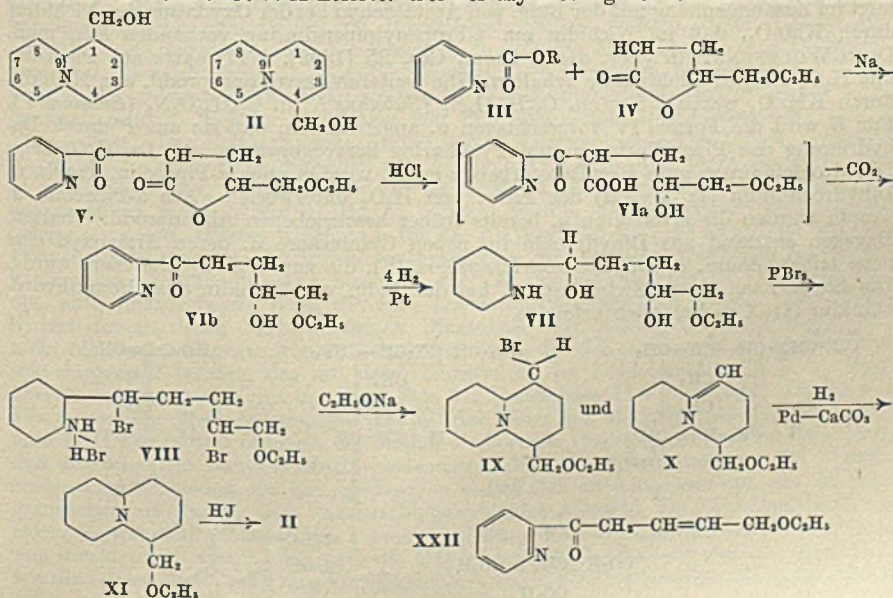
Friedrich Weygand, Darstellung von *N*-Glykosiden des Anilins und substituierter Aniline. Auf der Suche nach der Ursache für die Ausnahmestellung der *d*-Glucose hinsichtlich der Amadori-Umlagerung (Umlagerung in Phenylisoglucominderivv.) wurde ein neues Verf. zur Darst. von *N*-Glykosiden des Anilins u. seiner Derivv. ge-



finden, das in rein wss. Lsg. mit hohen Ausbeuten verläuft. A m a d o r i umlagerung wurde unter diesen Bedingungen nicht beobachtet.

Versuche. Im allg. wurde 1 Mol. Zucker mit 1,1—1,4 Moll. Amin u. 2—4 Moll. W. auf dem W.-Bad erhitzt, bis das Rk.-Gemisch homogen geworden war. Nach dem Abkühlen kryst. das Glykosid aus oder wurde durch ein geeignetes Lösungsm. abgetrennt. — *Anilin-d-glucosid*, aus d-Glucose u. Anilin; Ausbeute 92%. Aus A. Krystalle vom F. 140°. *Tetraacetylverb.*, F. 149°. — *o-Toluidin-d-glucosid*, aus d-Glucose u. o-Toluidin; Ausbeute 47%. Lange Nadeln vom F. 97—98°. — *p-Toluidin-d-glucosid*, wie das vorige aus p-Toluidin; Ausbeute 69%. Lange Nadeln vom F. 112—113°. *Tetraacetylverb.*, F. 143—144°. — *p-Phenetidin-d-glucosid*, aus Glucose u. p-Phenetidin; Ausbeute 63%. F. 115—116°. *Tetraacetylverb.*, F. 132°. — *Anilin-d-galaktosid*, aus Anilin u. d-Galaktose; Ausbeute 84%. Aus A. Krystalle vom F. 144°. — *p-Toluidin-d-galaktosid*, C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>O<sub>5</sub>N, aus d-Galaktose u. p-Toluidin; Ausbeute 92%. Aus 80%ig. A. schmale Stäbchen vom F. 154—155°;  $[\alpha]_D^{23} = -49,5^\circ$  (10 Min.)  $\rightarrow +10,5^\circ$  (50 Stdn.). — *p-Phenetidin-d-galaktosid*, aus d-Galaktose u. p-Phenetidin; Ausbeute 88%. Aus 90%ig. A. Krystalle vom F. 140°. — *Anilin-d-mannosid*, C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>O<sub>5</sub>N, aus Mannose u. Anilin; Ausbeute 90%. Aus 80%ig. A. lange, schmale Prismen vom F. 180—181° (Zers.). — *p-Toluidin-d-mannosid*, aus Mannose u. p-Toluidin; Ausbeute 99%. Aus 70%ig. A. Krystalle vom F. 183—184°. — *Anilin-d-xylosid*, C<sub>11</sub>H<sub>15</sub>O<sub>4</sub>N, aus Xylose u. Anilin; Ausbeute 72%. Aus A. flache Stäbchen vom F. 140—141°. — *p-Toluidin-d-xylosid*, C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>N, aus Xylose u. p-Toluidin; Ausbeute 44%. Aus A. lange, schmale Prismen vom F. 124—125°;  $[\alpha]_D^{20} = -41,5^\circ$ . (Ber. dtsh. chem. Ges. 72. 1663—67. 6/9. 1939. Heidelberg, Kaiser-Wilh.-Inst. für med. Forschung.) HEIMHOLD.

K. Winterfeld und F. W. Holschneider, *Synthese des Allolupinins*. Zugleich XVIII. Mitt. über die Alkaloide der Lupinen. (XVII. vgl. C. 1939. II. 2431.) In der vorhergehenden Mitt. (I. c.) hatten Vff. über vergebliche Verss. zur Darst. von *Allolupinin* (II), einem Strukturisomeren des *Lupinins* (I), berichtet. Die Synth. von II gelang jetzt auf einem anderen Wege. Als Ausgangsmaterial diente  $\delta$ -*Athoxy- $\gamma$ -valerolacton* (IV), das durch geringfügige Abänderungen der Vorschriften (vgl. LEUCHS, Ber. dtsh. chem. Ges. 45 [1912]. 1960) in wesentlich besserer Ausbeute u. mit höherem Reinheitsgrade erhalten werden konnte. IV wurde mit *Picolinsäureäthylester* (III) zu der Verb. V kondensiert, die durch Verseifung u. Decarboxylierung in das Oxyketon VI b überging, wobei die  $\beta$ -Ketosäure VI a als Zwischenprod. angenommen werden muß. Die katalyt. Hydrierung von VI b verlief nicht einheitlich, da das rohe Oxyketon bei der Dest. zum Teil Zers. unter Bldg. der ungesätt. Verb. XXII erlitt. Das Red.-Prod. von VI b (VII) verhielt sich wie ein sek. Amin u. wurde mit PBr<sub>2</sub> zum Bromierungsprod. VIII umgesetzt, das durch Einw. von Na-Äthylat in A. ein Gemisch der Verb. IX u. X lieferte. Bei der Hydrierung der letzteren nach BUSCH



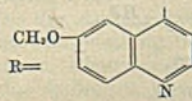
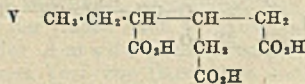
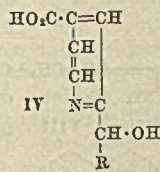
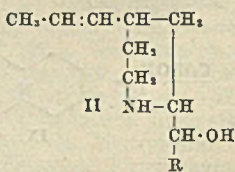
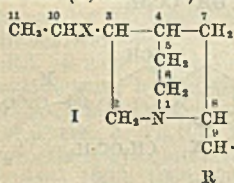


u. STÖVE (Ber. dtsh. chem. Ges. **49** [1916]. 1063) entstand der Ringäther XI, der durch Spaltung mit HJ den gewünschten Alkohol II ergab. II scheint mit einer von COUCH (C. 1935. I. 1391) aus *Lupinus palmeri* S. Wats neben I isolierten Base, von COUCH *Tetralupin* genannt, ident. zu sein.

Versuche.  $\delta$ -Chlor- $\gamma$ -valerolacton, aus Epichlorhydrin u. Na-Malonester über den Valerolactoncarbonester, der mit konz. HCl verseift u. dann decarboxyliert wurde; Ausbeute 67%. —  $\delta$ -Äthoxy- $\gamma$ -valerolacton (IV), C<sub>7</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>, aus der vorigen Verb. mit Na-Äthylat in A.; Ausbeute 90%. Kp.<sub>14</sub> 127—129°. —  $\alpha$ -Pyridyl- $\alpha'$ -( $\delta$ -äthoxy- $\gamma$ -valerolactonyl)-keton (V), C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>O<sub>4</sub>N, aus IV u. Picolinsäureäthylester in Bzl. mit Na; Ausbeute 80%. Kp.<sub>0,4</sub> 173—175°. *Reineckesalz*, ziegelrotes Pulver vom F. 128—130°. *Quecksilbersalz*, warzenförmig angeordnete Krystalle vom F. 98—99° (trübe Schmelze). *p*-Sulfosäurephenylhydraxon, tiefrote, nadlige Krystalle vom F. 234—236° (Zers.). —  $\alpha$ -Pyridyl- $\alpha'$ -( $\delta$ -äthoxy- $\gamma$ -oxy-*n*-butyl)-keton (VI b), C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>O<sub>3</sub>N, aus V mit sd., konz. HCl; Ausbeute 94%. Kp.<sub>0,3</sub> 110—120°. *Quecksilbersalz*, Krystalle, die bei 75° trübe schmolzen u. bei 103° eine klare Fl. bildeten. *p*-Sulfosäurephenylhydraxon, gelbe Krystalle vom F. 235° aus Methanol. *Reineckesalz*, rotes Pulver vom F. 117°. *2,4-Dinitrophenylhydraxon*, hellgelbes Krystallpulver vom F. 164—165° aus Methanol. —  $\alpha$ -( $\alpha'$ -Piperidyl)- $\alpha,\delta$ -dioxy- $\epsilon$ -äthoxy-*n*-propan (VII), C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>O<sub>3</sub>N, aus dem Chlorhydrat von VI b (undest. Base) in Eisessig mit Pt-H<sub>2</sub>; hellgelbes, zähes Öl. *Quecksilbersalz*, sternförmig angeordnete, seidenglänzende Nadeln vom F. 129°. *Reineckesalz*, Krystallpulver vom F. 129—130°. *Benzoylderiv.*, Öl. *Phenylcyanat*, Öl. — 4-Äthoxymethyl-octahydro-pyridocolin (XI), VII wurde in Chlf. mit PBr<sub>3</sub> bromiert u. das Bromierungsprod. in A. mit Na-Äthylat cyclisiert. Aus dem Gemisch der Rk.-Prodd. konnte durch Red. in alkoh. KOH mit Pd-CaCO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub> u. Behandlung mit Benzoylchlorid zur Entfernung sek. N-Verbb. ein gelbes Öl vom Kp.<sub>11</sub> 142—144° isoliert werden. *Goldsalz*, F. 85—87°. *Quecksilbersalz*, lange Säulen vom F. 125—126°. *Reineckesalz*, F. 143—145°. — *Allolupinin* (II), aus XI mit HJ (D. 1,7) bei 130—140°; nadelförmige Krystalle vom F. 123—125°. *Quecksilbersalz*, kleine, zu Rosetten oder federbartförmig angeordnete Prismen vom F. 201° (Zers.). *Reineckesalz*, C<sub>14</sub>H<sub>23</sub>ON<sub>7</sub>S<sub>4</sub>Cr, feines, rosa gefärbtes Krystallpulver vom F. 152—153°. *Goldsalz* u. *Pikrat* konnten nicht zur Krystallisation gebracht werden. (Arch. Pharmaz. Ber. dtsh. pharmaz. Ges. **277**. 221—37. Juni 1939. Freiburg i. Br., Univ.)

HEIMHOLD.

E. M. Gibbs und T. A. Henry, *Modifizierte Cinchonaalkaloide*. VII. *Die Konstitution des Nichidins*. (VI. vgl. C. 1939. I. 4045.) In der vorhergehenden Mitt. (I. c.) hatten Vf. für das Isomerenmisch aus Nichidin u. Isonichidin, kurz *Nichidin* genannt, die Formel II angenommen. Für II wurden durch die Ergebnisse der Oxydation des Nichidins u. Dihydrnichidins neue Beweise beigebracht. Durch H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> wurde Dihydrnichidin zu Chininsäure, deren Aminoxyd, NH<sub>2</sub> u.  $\beta$ -Propylglutarsäure oxydiert. Daraus folgt im Zusammenhang mit der Bldg. von Acetaldehyd bei der Oxydation des Nichidins durch KMnO<sub>4</sub>, daß im Nichidin ein 4-Propenylpiperidinring vorhanden sein muß. Denn WOLFFENSTEIN (Ber. dtsh. chem. Ges. **25** [1892]. 2777) hatte aus Piperidin mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub> u. Glutarsäure erhalten. Die weiteren Oxydationsprodd. aus Nichidin durch KMnO<sub>4</sub> waren 2 Säuren, C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub> (*Substanz E*) u. C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub> (*Substanz F*). Für *E* wird die Formel IV vorgeschlagen u. angenommen, daß sie aus *F* durch Dehydrierung des Piperidinringes zum Pyridinring hervorgegangen ist. Da H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> beim Dihydrnichidin so gute Resultate ergeben hatte, wurden auch  $\alpha$ -Pipicolin, Tropin u. Dihydrochinidin (I; X = H) der Einw. von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> unterworfen. Aus  $\alpha$ -Pipicolin u. Tropin wurden die erwarteten u. bereits früher beschriebenen Abbauprodd. erhalten. Dagegen entstand aus Dihydrochinidin neben Chininsäure u. deren Aminoxyd eine neue tribas. Säure,  $\omega$ -Äthylmethantriessigsäure (V), die zum Vgl. synthetisiert wurde. Die Suche nach einem Zwischenprod. bei der Bldg. von Nichidin aus Bromdihydrochinidin (I; X = Br) blieb erfolglos.





**Versuche.** *Substanz E* (IV), C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, aus Nichidin mit KMnO<sub>4</sub> neben Acetaldehyd, Chininsäure u. Substanz F; aus 5<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. HCl Nadeln vom F. > 300°. *Methyl-ester*, F. 168°. aus Methanol. — *Substanz F*, C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, lange, prismat. Nadeln vom F. 247° (Zers.). — *Chininsäureaminoxid*, C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>O<sub>4</sub>N, aus Dihydrornichidin durch Erhitzen mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (100 Vol.-%) neben Chininsäure u. β-Propylglutarsäure; aus A. Nadeln vom F. 268° (Zers.). *Äthylester*, seidige, gelbe Nadeln vom F. 141°. — β-Propylglutarsäure, C<sub>8</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>, aus 10<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. HCl hexagonale Prismen vom F. 50°. *Diamid*, C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 195°. *Dianilid*, F. 219°. — ω-Äthylmethantriessigsäure (V), C<sub>9</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>, aus Dihydrochinidin mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> neben Chininsäure u. deren Aminoxyd; aus 20<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. HCl Prismen vom F. 120°; [α]<sub>D</sub> = -1,3°. *Triamilid*, C<sub>2</sub>H<sub>25</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>, winzige Prismen vom F. 280° (Zers.) aus Methanol-Essigsäure. *Dianilid*, C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, aus A. Nadeln vom F. 222°. — V wurde durch Kondensation von α-Cyanobuttersäureester mit Glutaconsäureäthylester in Ggw. von Na-Äthylat u. Hydrolyse des Kondensationsprod. mit sd., konz. HCl synthet. erhalten. (J. chem. Soc. [London] 1939. 1294—99. Aug. London, Wellcome Chem. Res. Laborr.)

HEIMHOLD.

**Otto Thomä**, *Über Isolobinin, ein neues Alkaloid aus Lobelia inflata* Bei der Aufarbeitung der Nebenbasen des Lobelins wurde auch das *Isolobinin* (I) (vgl. folgendes Ref.) isoliert, in dem wahrscheinlich die Substanz vorliegt, die der Tinctura Lobeliae die Eig. eines Brech- u. Asthmamittels verleiht. I hat die Formel C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N, ist opt. akt., bildet ein Oxim u. nimmt bei der Hydrierung 2 H<sub>2</sub> auf. Durch therm. Zers. von I wurde ein Öl, vermutlich 2-Butanon, erhalten, das ein p-Nitrophenylhydrazon ergab. Die Oxydation von I mit CrO<sub>3</sub> lieferte Benzoesäure u. Essigsäure, aber keine Scopolinsäure, die dagegen bei der Oxydation des hydrierten Körpers neben Benzoesäure u. Fettsäuren entstand.

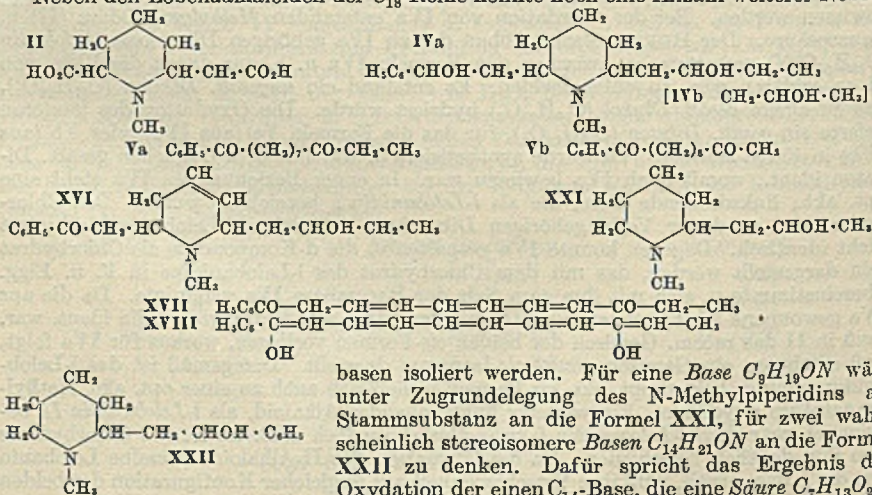
**Versuche.** *Isolobinin* (I) (C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N) wurde als *dibenzoylweinsäures Salz* vom F. 156° isoliert. Die *Base* kristallisierte aus Ä.-PAe. mit dem F. 78°. *Chlorhydrat*, F. wasserfrei 154°, + 1 H<sub>2</sub>O 132°; [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> = -76,0° (in W.). *Phosphat*, F. 80°. *Oximchlorhydrat*, F. 186°. — Mit Pt-H<sub>2</sub> in Methanol wurde das Chlorhydrat von I zu einem *Chlorhydrat* vom F. 83° red.; die *Hydrobase* selbst dest. bei 175°/4 mm. — Durch therm. Zers. von I bei 170—180° entstand ein rotes Öl, dessen p-Nitrobenzozat bei 180° schmolz. — Bei der Oxydation der Base I in 66<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mit CrO<sub>3</sub> wurden Benzoesäure u. Essigsäure (als *Phenylphenacylacetat* vom F. 111° nachgewiesen) erhalten. Die Oxydation des Hydrokörpers lieferte neben Benzoesäure u. Fettsäuren *Scopolinsäure* vom F. 114° (Liebigs Ann. Chem. 540. 99—103. 30/8. 1939. Nieder-Ingelheim, C. H. Boehringer Sohn.)

HEIMHOLD.

**Heinrich Wieland, Walter Koschara, Elisabeth Dane, Jany Renz, Werner Schwarze und Werner Linde**, *Über die Nebenalkaloide von Lobelia inflata*. VII. Mitt. *über Lobeliaalkaloide*. (VI. vgl. C. 1932. I. 236.) Neben der Hauptgruppe des Lobelins, die Derivv. des α,α'-Diphenäthylpiperidins enthält, konnte aus den Rückständen der Lobelingewinnung eine Reihe von Begleitbasen isoliert werden, deren Glieder der Lobelingruppe angehören. Am leichtesten u. in größerer Menge wurde eine Dialkoholbase, das *d,l-Lelobanidin* (C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N) erhalten, dem nach den Unters. der Vff. die Formel IVa zukommt. Die OH-Gruppen in IVa konnten durch Benzoilylierung nachgewiesen werden. Bei der Oxydation von IVa entstanden *Methylgranatsäure* (II) u. Benzoesäure. Der HOFMANNsche Abbau der zu IVa gehörigen Diketobase *Lelobanin* (C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N) gestattete es, zwischen den Formeln IVa u. b, aus denen die Bldg. von II zu erklären war, zu unterscheiden. Es entstand ein *ungesätt. Diketon* (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>), das zu einem *gesätt. Glykol* (C<sub>17</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub>) hydriert wurde. Die Oxydation des letzteren lieferte ein *gesätt. Diketon* (C<sub>17</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>), für das die Formeln Va (aus IVa) oder Vb (aus IVb) in Frage standen. Va wurde synthetisiert u. war mit dem fraglichen gesätt. Diketon ident., womit auch IVa bewiesen war. In enger Beziehung zu IVa steht eine opt. akt., linksdrehende Base, die als *l-Lelobanidin I* bezeichnet wurde. Das Chlorhydrat der zu dieser Verb. gehörigen Diketobase war mit *d,l-Lelobaninchlorhydrat* nicht identisch. Dagegen konnte IVa gespalten u. die d-Komponente als Chlorhydrat rein dargestellt werden, das mit dem Chlorhydrat des *l-Lelobanidins* in F. u. Eig. übereinstimmte u. sich mit ihm zum Salz der Racembase IVa vereinigte. Da die aus IVa gewonnene *Methylgranatsäure* (II) mit der Säure aus Methylgranatolin ident. war, muß in II das racem. Gemisch der beiden *cis*-Formen vorliegen, woraus für IVa folgt, daß es ebenso ein Gemisch von 2 *cis*-Isomeren darstellt. Demgemäß ist das *l-Lelobanidin* eine der beiden opt. akt. *cis*-Formen u. ließ sich auch zu einer opt. akt. Methylgranatsäure oxydieren. Ein weiteres linksdrehendes Alkaloid, als *l-Lelobanidin II* bezeichnet, war dem *l-Lelobanidin I* zwar ähnlich, jedoch z. B. im F. des Chlorhydrats von ihm deutlich verschieden. Da die Oxydation des II-Alkaloids dasselbe Lelobanin wie die I-Base ergab, muß ihre Verschiedenheit auf ungleicher Konfiguration der beiden



asymm. C-Atome der Seitenketten beruhen. — Zu den Alkaloiden der Lelobanidinreihe gehört auch eine opt.-akt., rechtsdrehende Base ( $C_{17}H_{27}O_2N$ ), für die Vff. lange Zeit eine falsche Konst. annahmen. (In Verfolgung dieser Annahme wurden 2 Diketone, *1-Benzoyl-7-acetylheptan* u. *1-Benzoyl-6-propionylhexan*, synthetisiert.) Die Konst. dieser rechtsdrehenden Base, die sich später als sek. erwies, wurde dadurch eindeutig ermittelt, daß sie zu *d-Lelobanidin* methyliert werden konnte. Es handelte sich also bei der sek. Base um *d-Norlelobanidin*. — Für *Lobinin* ( $C_{18}H_{25}O_2N$ ) hatten WIELAND u. ISHIMASA (C. 1932. I. 236) eine Siebenringformel vorgeschlagen, die aber durch neue Vers.-Ergebnisse widerlegt wurde. Einmal gab die Oxydation des Lobinins eine ungesätt., zweibas. Aminosäure, „*Lobininsäure*“ ( $C_9H_{13}O_4N$ ). Zum anderen konnte Lobinin zu einer opt.-akt. Dialkoholbase ( $C_{18}H_{29}O_2N$ ), einem Isomeren des Lelobanidins, hydriert werden. Diese Base drehte links, war aber von *l-Lelobanidin* I u. -II verschieden, u. wurde als  $\beta$ -*Lelobanidin* bezeichnet. Für Lobinin wird jetzt als wahrscheinlichste Formel XVI vorgeschlagen. Das Jodmethylat des aus Lobinin erhaltenen Diketons, des *Lobinanins* (früher Lobinin), spaltete mit Alkali sofort Dimethylamin ab u. lieferte ein *gelbes Diketon* ( $C_{17}H_{18}O_2$ ), das violette Alkalisalze bildete. Für das gelbe Diketon ist die Formel XVII wahrscheinlich. Die violetten Salze leiten sich vermutlich von der Dienolform XVIII ab. Das aus XVII hergestellte *gesätt. Diketon* ( $C_{17}H_{24}O_2$ ) war ident. mit Va, womit eine eindeutige Beziehung zwischen der Lobinin- u. der Lelobinreihe aufgefunden wurde. In diesen Zusammenhang gehört auch das *Isolobinin* (vgl. vorst. Ref.), das bei der Oxydation ein vom Lobinanin verschied. Diketon ergab. Beim HOFMANNschen Abbau des letzteren entstand dagegen ebenfalls das gelbe Diketon mit den violetten Salzen. Die beiden Lobinane dürften daher wohl ster. isomer sein, wenn man nicht eine verschied. Lage der Doppelbindung annehmen will. Das von THOMÄ (l. c.) dargestellte Hydrierungsprod. des Isolobinins war mit *l-Lelobanidin* I identisch. Da letzteres *cis*-Konfiguration besitzt, gilt dasselbe für Isolobanin u. Isolobinin, woraus sich gleichzeitig ergibt, daß Lobinin der *trans*-Reihe angehört. Das durch Hydrierung von Lobinin erhaltene  $\beta$ -Lelobanidin ist daher ein  $\beta$ -(*trans*)-*Lelobanidin*. Die Unters. zweier weiterer Alkaloide ermöglichte eine Vertiefung der Kenntnis der ster. Zusammenhänge. *Lobinanidin* (linksdrehend) ergab bei der Oxydation Lobinanin u. Lobininsäure, war dagegen verschied. vom Red.-Prod. des Lobinins, das früher als „Lobinol“ beschrieben wurde, jetzt als  $\beta$ -*Lobinanidin* bezeichnet wird. Da im natürlichen Lobinanidin wahrscheinlich der Dialkohol des Lobinins vorliegt, ist die Verschiedenheit des  $\beta$ -Lobinanidins vom Lobinanidin vermutlich durch Teilracemie an der neu entstandenen Alkoholgruppe bedingt. Die durch Hydrierung des Lobinanidins erhaltene linksdrehende Lelobanidinbase war naturgemäß vom natürlichen *l-Lelobanidin*, aber auch vom  $\beta$ -(*trans*)-Lelobanidin (aus Lobinin) verschieden u. wurde als  $\alpha$ -*Lelobanidin* bezeichnet. *Isolobinanidin*, ein weiteres Nebenalkaloid, konnte zu einem Diketon oxydiert werden, das beim HOFMANNschen Abbau zu dem gelben Diketon mit den violetten Alkalisalzen aufgespalten wurde. *Isolobinanidin* gehört der *cis*-Reihe an, da es zum *l-Lelobanidin* I hydriert werden konnte. (Eine tabellar. Zusammenfassung der ster. Beziehungen bringt das Original.) — Neben den Lobeliaalkaloiden der  $C_{18}$ -Reihe konnte noch eine Anzahl weiterer Neben-



basen isoliert werden. Für eine Base  $C_9H_{19}ON$  wäre unter Zugrundelegung des N-Methylpiperidins als Stammsubstanz an die Formel XXI, für zwei wahrscheinlich stereoisomere Basen  $C_{14}H_{21}ON$  an die Formel XXII zu denken. Dafür spricht das Ergebnis der Oxydation der einen  $C_{14}$ -Base, die eine Säure  $C_7H_{13}O_2N$



lieferte, in der vielleicht ein Stereoisomeres der bekannten N-Methylpiperidin-2-carbonsäure vorliegt. Außerdem wurden noch 2 Alkaloide erhalten, von denen das eine, C<sub>8</sub>H<sub>13</sub>N, vielleicht ein Tetrahydropyridinderiv. ist, während das andere, C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, auf Grund seiner Zus. nicht zu den eigentlichen Lobeliaalkaloiden gehören kann. Schließlich konnte die bisher im Pflanzenmaterial noch nicht aufgefundene β,β-Phenylxylopropionsäure sowohl in der d,l-, wie auch in der l-Form isoliert werden.

Versuche. Das nach Abscheidung des l-Lobelins anfallende Basengemisch wurde durch Chlf.-Extraktion der wss. Lsg. der Chlorhydrate zerlegt, wobei die Chlorhydrate des d,l-Lelobanidins, l-Lelobanidins I u. -II, Norlelobanidins u. Isolobanidins in das Chlf. gingen, während die Chlorhydrate des d,l-Lelobanidins, l-Lelobanidins, Lobanidins u. Lobinins in der wss. Lsg. verblieben. Die weitere Aufarbeitung der beiden Gruppen erfolgte durch fraktionierte Fällung der Basen aus den wss. Chlorhydratlgg. durch Reagenzien mit steigendem pH. (Zur eingehenden Beschreibung des Arbeitsganges vgl. Original.) — *d,l-Lelobanidin* (IVa), C<sub>15</sub>H<sub>25</sub>O<sub>3</sub>N, aus PAe. strahligh angeordnete Blättchen vom F. 68°. *Chlorhydrat*, aus W. kreidige Drusen vom F. 78 bis 79°. *Jodhydrat*, aus Aceton verfilzte Nadeln vom F. 159°. *Chloroplatinat*, gelbe, sechsseitige Prismen. *Jodmethylat*, aus Methanol Sterne vom F. 162—164°. *Dibenzoylderiv.*, aus 50%ig. A. Rechtecke vom F. 178°. — *d,l-Lelobanin*, C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>O<sub>3</sub>N, aus IVa in Eisessig mit CrO<sub>3</sub> bei Zimmertemp.; die Verb. wurde als Perchlorat gereinigt. *Perchlorat*, kleine, warzenförmig angeordnete Balken vom F. 136°. *Chlorhydrat*, aus A.-Ä. zu Sternchen vereinigte Nadeln vom F. 142°. — Beim oxydativen Abbau von IVa mit CrO<sub>3</sub> in verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> entstand neben Benzoesäure, Essigsäure, etwas Propionsäure u. Scopolinsäure *Methylgranatsäure* (II), C<sub>9</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>N, die aus W. in Warzen vom F. 243 bis 245° (Zers.), nach Sintern bei 235°, krystallisierte. *Goldsalz*, zerbrochene Tafeln vom F. 185—190°. — Der Hofmannsche Abbau des Jodmethylats vom d,l-Lelobanin mit feuchtem Ag<sub>2</sub>O in Methanol-W. ergab ein ungesätt. Öl, das durch Hydrierung in ein gesätt. *Glykol* C<sub>17</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub>, Kp.<sub>0,03</sub> 117—118°, Nadeln vom F. ca. 8°, übergieng. Mit CrO<sub>3</sub> u. verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wurde das Glykol zum *l-Benzoyl-7-propionylheptan* (Va) oxydiert; C<sub>17</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>, aus PAe. 6-seitige Krystallblättchen vom F. 51°. — *Azelainsäure-diäthylester* (Kp.<sub>21</sub> 193—194°) ließ sich durch Na-Äthylat in A. zur *Estersäure* (Kp.<sub>17</sub> 197 bis 198°, Nadeln vom F. 23°) verseifen, die durch Einw. von SOCl<sub>2</sub> in das *Esterchlorid der Azelainsäure*, C<sub>11</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>Cl, Kp.<sub>20</sub> 168—169° übergeführt wurde. Kondensation des Esterchlorids mit Zn-Äthyljodid lieferte den *Undecanonsäureester* (Kp.<sub>21</sub> 186°), der durch Na-Äthylat in Ä. zur *ω-Propionylcaprylsäure* (Nadeln vom F. 56°) verseift wurde. Das Chlorid der letzteren ergab durch Kondensation mit Bzl. in Ggw. von AlCl<sub>3</sub> Va. *Semicarbazon*, feines, krystallines Pulver vom F. 186° (Zers.). — *l-Lelobanidin I*, C<sub>18</sub>H<sub>29</sub>O<sub>3</sub>N, die freie Base krystallisiert nicht. *Chlorhydrat* + 2 H<sub>2</sub>O, Prismen vom F. 86°; [α]<sub>D</sub> = -41,5° (in A.). *Chlorhydrat der Diacetylverb.*, aus A.-Ä. feine, zu Büscheln vereinigte Nadeln vom F. 195—196°. *Chlorhydrat des Benzolsulfonylderiv.*, aus A.-W. Nadeln vom F. unscharf 110—115°. — *l-Lelobanin*, C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>O<sub>3</sub>N, aus l-Lelobanidin I in Eisessig mit CrO<sub>3</sub>. *Chlorhydrat*, aus Aceton Krystalle vom F. 186° (Zers.); [α]<sub>D</sub> = +19,5 (in A.). — Der oxydative Abbau des l-Lelobanidins I ergab neben Benzoesäure, Essigsäure u. Propionsäure *l-Methylgranatsäure*, C<sub>9</sub>H<sub>15</sub>O<sub>4</sub>N, Tafeln; [α]<sub>D</sub> = -3,5°. *Goldsalz*, F. 175—180°. — Bei der opt. Spaltung von IVa durch Umsetzung mit d-Camphersulfosäure wurde *d-Lelobanidin* (*Chlorhydrat*, F. 86°; [α]<sub>D</sub> = +40,7 ± 1° in A.) isoliert, dessen *Perchlorat*, mit dem Perchlorat des l-Lelobanidins I gemischt, den F. 152° des Perchlorats von IVa zeigte u. mit ihm keine F.-Depression gab. — *l-Lelobanidin II*; *Jodhydrat*, lange Prismen vom F. 165°, [α]<sub>D</sub> = -33° (in A.); *Chlorhydrat*, F. 102—105°, [α]<sub>D</sub> = -41,7° (in A.). Bei der Oxydation des l-Lelobanidins II mit CrO<sub>3</sub> in Eisessig entstand l-Lelobanin. — *d-Norlelobanidin*, C<sub>7</sub>H<sub>27</sub>O<sub>2</sub>N, aus Ä.-PAe. Rosetten vom F. 90°; [α]<sub>D</sub> = +62,8° (in A.). *Chlorhydrat*, lange, verfilzte Nadeln vom F. 193° aus Aceton. *Bromhydrat*, F. 202°. *Jodhydrat*, haarfeine Nadeln oder kleine Tetraeder vom F. 190° aus Aceton. *Di-m-nitrobenzoylderiv.*, aus A. Blättchen vom F. 212°. Das d-Norlelobanidin wurde in ein nur schlecht krystallisierendes *Nitrosamin* übergeführt, das durch methanol. KOH wieder unter Rückbildg. der Base aufgespalten werden konnte. Bei der Methylierung des d-Norlelobanidins bildete sich *d-Lelobanidin*, das als *Chlorhydrat* (F. 86°; [α]<sub>D</sub> = +26,7 ± 0,5° in W.) isoliert wurde. — *d-Norlelobanin*, C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>O<sub>3</sub>N, aus d-Norlelobanidin in Eisessig mit CrO<sub>3</sub> bei 70°; die Base konnte nicht zur Krystallisation gebracht werden. *Chlorhydrat*, aus A.-Ä. Nadeln vom F. 174°; [α]<sub>D</sub> = -11,5° (in A.). — *Lobinin* (XVI) ergab bei der Oxydation mit Chromsäure in 30%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> neben Benzoesäure eine ungesätt. Aminosäure, *Lobininsäure*, C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>O<sub>4</sub>N, die in großen Prismen vom F. 207—208° (Zers.) krystallisierte u. ein *Goldsalz* bildete, das aus Methanol in gelben Nadeln vom F. 208° herauskam. — *β-Lelobanidin*, C<sub>18</sub>H<sub>29</sub>O<sub>3</sub>N, aus dem Jodhydrat von XVI in Methanol



mit Pt-H<sub>2</sub>; Ausbeute 25—30%. *Jodhydrat*, aus Methanol mit Ä. Krystalle vom F. 181°;  $[\alpha]_D = -39,2 \pm 0,5^\circ$  (in A.). *Perchlorat*, F. 152°. — Aus Isolobinin (vgl. vorst. Ref.) entstand bei der Hydrierung mit Pt-H<sub>2</sub> *l-Lelobanidin I* (*Chlorhydrat*, F. 86°;  $[\alpha]_D = -26,7 \pm 0,3^\circ$ , in W.). —  $\beta$ -*Isolobinaniidin*, aus Isolobinin in etwas mehr als oder berechneten Menge verd. Essigsäure mit 2°/ig. Na-Hg; *Chlorhydrat*, F. 161°. — *Isolobinanin*, C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>N, aus Isolobinin in Eisessig mit CrO<sub>3</sub>. *Chlorhydrat*, aus A.-Ä. Krystalle vom F. 151°;  $[\alpha]_D = -11,0 \pm 0,3^\circ$  (in A.). *Jodmethylat*, Krystalle; beim HOFMANNschen Abbau des Jodmethylats bildete sich ein ungesätt. *Diketon*, F. 82—83°, das mit dem ungesätt. *Diketon* aus Lobinin keine Depression gab. — *Lobinaniidin*, C<sub>18</sub>H<sub>27</sub>O<sub>2</sub>N, aus Ä.-PAe. kleine, aus flachen Tafeln zusammengesetzte Warzen vom F. 95°. *Chlorhydrat*, aus A.-Ä. Büschel vom F. 169°;  $[\alpha]_D = -120^\circ$  (in A.). *Jodhydrat*, F. 200°. *Benzolsulfoderiv.*; *Chlorhydrat*, F. 125°. Durch CrO<sub>3</sub> in Eisessig wurde Lobinaniidin zu *Lobinanin* (*Perchlorat*, F. 130°) oxydiert, dessen Jodmethylat das ungesätt. gelbe *Diketon* vom F. 81—82° lieferte (s. o.). — Durch Einw. von Chromschwefelsäure entstand aus Lobinaniidin neben Benzoesäure (Ausbeute 90% der Theorie) Lobininsäure. —  $\alpha$ -*Lelobanidin*, C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N, aus Lobinaniidinjodhydrat in Methanol mit Pt-H<sub>2</sub>; die Hydrierung wurde nach Aufnahme von 1 H<sub>2</sub> abgebrochen. Ausbeute 60%<sub>0</sub>. *Jodhydrat*, aus Methanol-Ä. Krystalle vom F. 174°;  $[\alpha]_D = -37^\circ$  (in A.). — *Isolobinaniidin*, C<sub>18</sub>H<sub>27</sub>O<sub>2</sub>N, *Chlorhydrat*, F. 111°;  $[\alpha]_D^{20} = -28,3^\circ$  (in W.). *Jodhydrat*, F. 164°. *Perchlorat*, F. 169°. Durch Pt-H<sub>2</sub> in Methanol konnte das Jodhydrat des Isolobinaniidins zum *l-Lelobanidin I-jodhydrat* (F. 170°) hydriert werden. — *6-Acetyl-n-hexylbromid-6'-carbonsäureester*, aus Na-Acetessigester in A. mit Dibrompentan; Kp.<sub>17</sub> 180 bis 220°. *6-Acetylhexylbromid*, aus der vorigen Verb. mit 40°/ig. HBr; Kp.<sub>30</sub> 202 bis 203°. *7-Acetyl-1-benzoyl-n-heptan-1-carbonsäureester*, aus Na-Benzoylessigester in A. mit dem vorigen Bromketon; Kp.<sub>0,3</sub> 205—215°; daneben entstand eine *Verb.*, die aus A. in Nadeln vom F. 169° krystallisierte, aber nicht näher untersucht wurde. *1-Benzoyl-7-acetyl-n-heptan*, C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, aus dem Diketosäureester durch Kochen mit methanol. KOH; aus PAe. wachsartige Blättchen, aus Ä. lange Nadeln vom F. 64,5°. *Semicarbazon*, aus A. Krystalle vom F. 194°. — Aus *Korksäuremonoäthylester* (Kp.<sub>9-10</sub> 181 bis 183°) wurde über das *Esterchlorid* (Kp.<sub>12</sub> 146°) durch Kondensation desselben mit Zn-Äthyljodid der *ω-Propionylheptancarbonsäureäthylester* (Kp.<sub>10</sub> 140°) hergestellt, der sich durch Na-Äthylat in A. zur *ω-Propionylheptansäure* (F. 64°) verseifen ließ. Das rohe Chlorid dieser Säure ergab bei der Kondensation mit Bzl. in Ggw. von AlCl<sub>3</sub> *1-Propionyl-6-benzoylhexan*, C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, das aus PAe. in Nadeln vom F. 44—45° krystallisierte. — *Alkaloid C<sub>19</sub>H<sub>26</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>*, diese *Base* befand sich als Chlorhydrat in dem Anteil der Chlf. nicht aufgenommen wurde (s. o.); aus Ä. lange Nadeln vom F. 232° (Zers.). *Chlorhydrat*, aus W. Prismen vom F. 299—300° (Zers.). *Jodhydrat*, Nadeln vom F. 279°. *Perchlorat*, F. 254—255°. *Jodmethylat*, F. 244° (Zers.). *Benzoylderiv.*, F. 220°; *Chlorhydrat*, Blättchen vom F. 280° (Zers.). Bei der Bromierung der Base in Methanol mit Br<sub>2</sub>-Methanol entstand eine *Verb.*, die in großen gelblich schimmernden Blättchen vom F. 288° (Zers.) krystallisierte. — *Alkaloid C<sub>9</sub>H<sub>19</sub>ON*, Kp.<sub>1-2</sub> 118—120°; aus Ä.-PAe. feine Stäbchen vom F. 85—87°. — *Alkaloid C<sub>14</sub>H<sub>21</sub>ON* (F. 103°), Kp.<sub>1-2</sub> 135 bis 137°; aus Ä. große dreiseitige Prismen vom F. 103°. *Oxalat*, aus A.-Ä. zu dichten Büscheln vereinigte Nadeln vom F. 176° (Zers.). — *Alkaloid C<sub>14</sub>H<sub>21</sub>ON* (F. 81°), aus PAe. schöne Stäbchen vom F. 81°. *Goldsatz*, aus A. Krystalle vom F. 182°. *Benzoylderiv.*, aus A.-Ä. Nadeln vom F. 118°. *Keton C<sub>14</sub>H<sub>19</sub>ON*, aus der Base mit CrO<sub>3</sub> in Eisessig; aus A.-Ä. Nadeln vom F. 109°. Beim oxydativen Abbau der Base mit Chromschwefelsäure bildete sich neben Benzoesäure eine *Verb. C<sub>7</sub>H<sub>13</sub>O<sub>2</sub>N*, die aus A. in Nadeln vom F. 235° krystallisierte. —  $\beta$ -*Phenyl-β-oxypropionsäure*, C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>O<sub>3</sub>; *d,l-Säure*, F. 93°; *l-Säure*, F. 116°,  $[\alpha]_D = -13,4 \pm 0,5^\circ$  in Alkohol. (Liebig's Ann. Chem. 540. 103 bis 156. 30/8. 1939. München, Bayer. Akad. d. Wiss., Chem. Labor.) HEIMHOLD.

P. C. Guha und P. L. Narasimha Rao, *Totalsynthese von Verbenon, α- und β-Pinen*. Vff. führen *Verbanon* (I) durch Einw. von SeO<sub>2</sub> in *Verbenon* (II) über. Die Rk. wird in einer Stufe vollzogen, in der die Oxydation der akt. Methylengruppe u. die Dehydratation der entstandenen CHOH-Gruppe erfolgt. Dieser Befund spricht für den von MONTI (Gazz. chim. ital. 68 [1928]. 608) für die Überführung von α-Pinen (III) in β-Pinen (IV) mit SeO<sub>2</sub> angenommenen Rk.-Mechanismus. Da die Synth. von I sowie die Darst. von III u. IV aus II bekannt ist, ist nunmehr auch die Totalsynth. von II, III u. IV möglich. (Sci. and Cult. 5. 64. Juli 1939. Bangalore, Ind. Inst. of Sci., Dep. of Org. Chem.)

G. R. Ramage und J. L. Simonsen, *Die Konstitution des β-Caryophyllens*. (Vgl. C. 1938. II. 3092. 3093.) Das aus Aminodihydro-β-caryophyllen dargestellte Dimethylaminodihydro-β-caryophyllen, C<sub>17</sub>H<sub>31</sub>N, Kp.<sub>12</sub> 154°, gibt bei der Oxydation mit KMnO<sub>4</sub> ein *Keton*, C<sub>16</sub>H<sub>29</sub>ON (III), Kp.<sub>12</sub> 171—175°, u. eine *Säure* (IV), deren *Methylester*,







Wrkg. nimmt bei Zugabe von Alkali ab, beim Ansäuern zu; letzterer Befund ist anscheinend auf Ausscheidung von Kongoblau, also der freien Diaminodisulfonsäure, zurückzuführen, was bes. durch das zuerst pilz-, dann wurmförmige Aussehen der bei Ggw. von Kongoblau erhaltenen Ndd. bestätigt wird. (Коллоидный Журнал [Colloid J.] 4. 561—67. 1938.)

R. K. MÜLLER.

**S. A. Reitlinger** und **A. W. Igolkina**, *Einfluß von UV-Strahlen auf die kolloid-chemischen Eigenschaften von Gelatinesolen*. Die Einw. der UV-Strahlen führt zu einer Erniedrigung der gewöhnlichen u. strukturellen Viscosität von Gelatinesolen. Das Äquivalenzgewicht der Gelatine (Titration nach SÖRENSEN) wird durch die Bestrahlung der Sole nicht geändert. Luftsauerstoff beeinflußt bei der Bestrahlung nicht die Geschwindigkeit der Viscositätsabnahme der Gelatinesole. Die Viscosität von Gelatinesolen, die einer vorangehenden langdauernden Thermolyse ausgesetzt wurden, erfährt bei der Bestrahlung keine Abnahme. Es wird versucht, die experimentellen Ergebnisse damit zu erklären, daß unter dem Einfl. der UV-Strahlen eine Veränderung in der Struktur der Hauptvalenzkette der Gelatine eintritt (Ketoenolisomerie), die zum Zerfallen der komplizierten cycl. Aggregate der Gelatine u. Befreiung des osmot. gebundenen Lösungsm. führt. (Биохимия [Biochimia.] 4. 23—29. 1939.)

KLEVER.

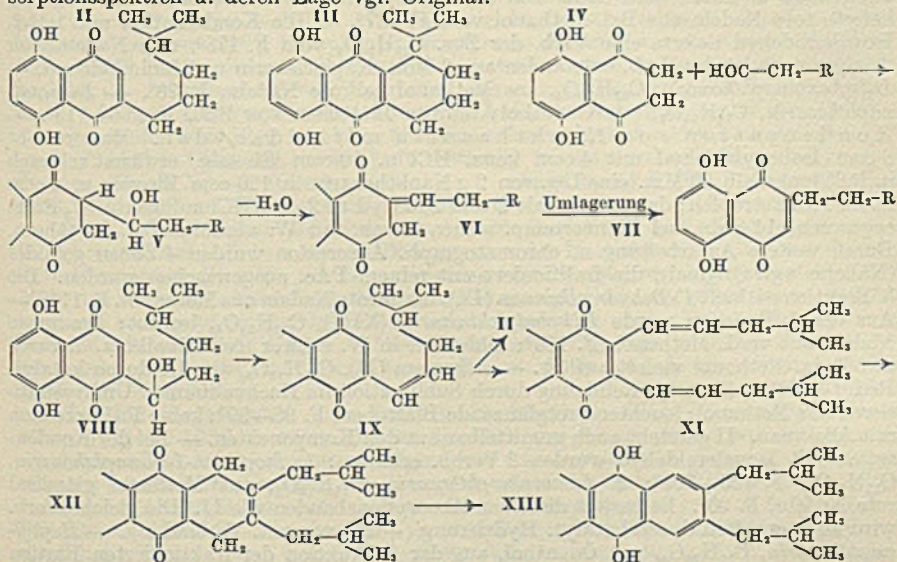
**H. R. Kruyt**, *Gelatine und ihre Darstellung*. Bei der Herst. von Gelatine im alkal. Milieu wird ein Prod. mit dem isoelekt. Punkt bei  $pH = 4,7$  erhalten, während in saurem Milieu Gelatine mit einem isoelekt. Punkt bei  $pH = 8$  gebildet wird. Vf. weist darauf hin, daß bei der Umwandlung des Kollagens neben tiefer gehenden Zerstörungen eine Spaltung des „Gelatine“-Eiweißes von den Mucinen stattfindet. Scharfe Röntgenspektren lassen noch nicht auf eine Einheitlichkeit des Prod. schließen, da die schwachen u. unscharfen Spektren der Begleitstoffe sich der Beobachtung entziehen. (Chem. Weekbl. 36. 375—77. 3/6. 1939.)

HAVEMANN.

**Hans Brockmann** und **Karl Müller**, *Über die Synthese des Alkannans und anderer Alkyl-naphthazarine*. Zur Ergänzung der Konstitutionsermittlung von Alkannan (II), das sich durch katalyt. Hydrierung von Alkannin (I) gewinnen läßt u. als Isohexylnaphthazarin erkannt wurde (C. 1936. I. 1935), wurde die Synth. desselben durchgeführt u. dabei gleichzeitig versucht, die höheren Homologen der Alkyl-naphthazarinreihe, die wegen ihrer Fettlöslichkeit von Interesse sein können, darzustellen. Für den Aufbau wurden einmal Alkylhydrochinone mit Maleinsäureanhydrid nach ZAHN, JOHN u. OCHWAT (C. 1928. II. 353) kondensiert, wonach Methyl- u. Dimethylnaphthazarin erhalten wurden. Höhere Homologe, wie Äthyl-, Propyl-, Isobutyl- u. Isoamyl-naphthazarine ließen sich nur mit sehr geringer Ausbeute darstellen. Zur Verwendung kamen die Alkylhydrochinonmethyläther, die durch Umsetzen von Hydrochinondimethyläther mit Fettsäurechloriden nach FRIEDEL-CRAFTS u. Red. der entstandenen Ketone nach CLEMMENSEN erhalten wurden. Bei dieser Kondensation mit  $AlCl_3$  tritt gleichzeitig eine Verseifung der Methoxygruppen ein. Die Kondensation mit Isohexylhydrochinon, die zu II führen sollte, verlief anders, indem durch  $AlCl_3$  die Seitenkette mit dem Naphthazarinkern unter Ringschluß reagiert. Es bildet sich hierbei 1,1'-Dimethyl-1,2,3,4-tetrahydrochinizarin (III); Änderung der Rk.-Bedingungen führten zum gleichen Ergebnis (vgl. jedoch C. 1939. I. 2792). — Es wurde nun versucht, durch Einführung einer Alkylseitenkette in das Naphthazarin zum Ziel zu kommen. Hierzu wurde 2,3-Dihydronephthazarin (IV) mit aliph. Aldehyden in Ggw. von HCl kondensiert. Mit Isovaleraldehyd entstand ein Prod., das sich durch chromatograph. Adsorption in 2 Fraktionen zerlegen ließ. Die Hauptfraktion war ein roter Farbstoff, der nicht kristallin zu erhalten war. Die andere Fraktion bildete ein kryst. Farbstoff, der sich durch Sublimation im Hochvakuum reinigen ließ. Seine Absorptionsbanden sind etwas langwelliger als die von II. Die Substanz ist ein Diisoamyl-naphthazarin; es sind also 2 Alkylreste in das Mol. eingetreten. Mit Isohexylaldehyd, sowie mit Heptylaldehyd wurden Diisohexyl- bzw. Diheptylnaphthazarin erhalten. Der Rk.-Mechanismus ist aus der Rk.-Folge IV—VII zu ersehen. Wahrscheinlich erfolgt die Kondensation mit einem 2. Mol. Aldehyd am Hydrochinonring von VII. — Bei der Kondensation mit 1 Mol. oder weniger Aldehyd konnte eine kristalline Verb. erhalten werden, die der Analyse nach offenbar aus 1 Mol. Aldehyd mit 2 Moll. Naphthazarin entstanden ist. Die Verss. haben weiter ergeben, daß auch eine Kernalkylierung des Naphthazarins stattfindet. Kondensiert man Naphthazarin mit Isohexylaldehyd bei Ggw. von HCl, so entsteht ein Prod., aus dem durch chromatograph. Adsorption an „saure  $SiO_2$ “ 4 verschied. Verbb. isoliert werden konnten. Die Hauptmenge bestand aus einem amorphen roten Prod., das nicht kristallisierte. Daneben wurde eine braunrote Verb. der Zus.  $C_{16}H_{18}O_4$  erhalten, der die Konst. eines 1'-Dehydroalkannans (IX) zukommt. Durch katalyt. Red. von IX entstand eine Verb., die in ihren Eigg. völlig mit II übereinstimmt. Auch das 3. Prod. stellt II dar. Das 4. Rk.-Prod. kryst. in gelbroten Nadeln



u. ist ein 2,3-Diisobutylchinizarin (XIII). Es wird angenommen, daß ein Teil von IX mit Isohexylaldehyd 2,3-Diisohexylnaphthazarin (XI) bildet, hierauf Ringschluß zum Dihydrochinizarin XII tritt u. dieses durch Luft zum Diisobutylchinizarin XIII dehydriert wird. Bei der Rk. entsteht offenbar aus dem Naphthazarin u. dem Aldehyd zuerst ein 1'-Oxyalkylnaphthazarin VIII, das nicht zu isolieren war u. durch Austritt von H<sub>2</sub>O in ein 1'-Alkylnaphthazarin IX übergeht. Auch bei der Bldg. von Alkylnaphthazarin wird zuerst VIII entstehen; die OH-Gruppe der Seitenkette wird durch Red. entfernt, wobei das als Zwischenprod. angenommene XII als Red.-Mittel wirkt. — Die Abtrennung der Substanzen gelang allein durch chromatograph. Adsorption, wobei sich die „saure SiO<sub>2</sub>“ (SiO<sub>2</sub> mit HCl vorbehandelt) sehr bewährte. Über die Absorptionsspektren u. deren Lage vgl. Original.

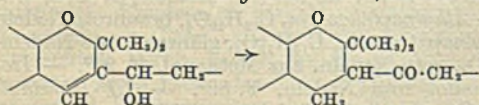


Versuche. Alkylhydrochinonmethyläther. Allg. wurde zu einer Lsg. von 0,25 Mol. Hydrochinondimethyläther u. 0,25 Mol. Säurechlorid in 200 ccm CS<sub>2</sub> 40 g AlCl<sub>3</sub> zugesetzt u. 2 Stdn. zum gelinden Sieden erwärmt. Das Aufarbeitungsgut wurde im Vakuum dest., wobei die Mono- u. Dimethyläther der entstandenen 2,5-Dioxyphenylalkylketone als zählf. Öle übergingen. Ausbeute 40—50%. Die Red. nach CLEMENSEN geschah durch 20-std. Kochen mit amalgamierten Zn-Spänen in einer Mischung gleicher Teile konz. HCl u. Eisessig. — 2,5-Dioxyphenylisopropylketondimethyläther, gelbes Öl, Kp.<sub>17</sub> 160—165°. — Isobutylhydrochinondimethyläther, C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>, Öl, Kp.<sub>20</sub> 131—134°. — 2,5-Dioxyphenylisobutylketonmonomethyläther, C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>O<sub>3</sub>, Kp.<sub>18</sub> 177—178°. — Isoamylhydrochinonmonomethyläther, C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>, durch Red. des vorst. Ketons, farbloses zähes Öl, Kp.<sub>18</sub> 154—156°. — 2,5-Dioxyphenylisopropylketondimethyläther, Kp.<sub>7</sub> 172—173°. — Daraus durch Red. Isohexylhydrochinondimethyläther, C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, Kp.<sub>8</sub> 168—170°. — Isohexylhydrochinon, C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>, aus vorst. Verb. durch Erhitzen mit AlCl<sub>3</sub> in Toluol; aus Bzl. farblose Nadeln, F. 94°. — Alkyl-naphthazarine aus Alkylhydrochinonmethyläthern u. Maleinsäureanhydrid. 3 g Alkylhydrochinonäther werden, vermischt mit der 4—5-fachen der berechneten Menge Maleinsäureanhydrid, bei 170° in eine Schmelze von 30 g AlCl<sub>3</sub> u. 8 g NaCl eingetragen; Temp. binnen 1—2 Min. auf 200° steigern; abkühlen, Schmelze mit HCl behandeln, Nd. absaugen, trocknen u. mit Bzl. extrahieren; Bzl. mit 2-n. NaOH schütteln, diese abtrennen u. mit Essigsäure ansäuern, Farbstoff in Bzn. (70—80°) aufnehmen. Rückstand hiervon aus Methanol umkristallisieren. Die Verb. sind in organ. Lösungsm. leicht löslich, die höheren Homologen lösen sich leichter in Bzl. u. Fett als in Alkohol. — Äthyl-naphthazarin, C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>, braunrote Nadeln aus 80%ig. Methanol, F. 127°. — Propyl-naphthazarin, C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>O<sub>4</sub>, glänzend rote Nadeln, F. 98°. — Isobutyl-naphthazarin, C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>, rote Nadeln, aus Methanol, F. 94°. — Isoamyl-naphthazarin, C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>, aus Methanol rote Nadeln, F. 89°. — 1,1'-Dimethyl-1,2,3,4-tetrahydrochinizarin (III), C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>, ziegelrote Nadeln, aus 95%ig. Methanol, F. 83°. — 2,3-Dimethyl-naphthazarin, C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>, aus 2,3-Dimethylhydrochinon u. Maleinsäureanhydrid, aus Methanol braunrote Blättchen, F. 174°. — Vorst. Verb. + Diazo-



methan gibt eine Substanz  $C_{14}H_{12}O_4N_2$  vom F. 243—246°, orangefarbene Nadeln aus Methanol. Das Absorptionsspektr. ist dem des Chinizarins sehr ähnlich. — 2 (6 oder 7)-*Dimethylnaphthazarin*,  $C_{12}H_{10}O_4$ , aus Toluhydrochinon u. Citraconsäureanhydrid; aus Methanol braunrote Nadeln, F. 127° (unscharf). — 2,3,6-*Trimethylnaphthazarin*,  $C_{13}H_{12}O_4$ , aus 2,3-Dimethylhydrochinon u. Citraconsäureanhydrid; scharlachrote Nadeln aus Methanol, F. 165°. — Kondensation von 2,3-Dihydronaphthazarin mit Aldehyden. *Diisoamyl-naphthazarin*,  $C_{20}H_{20}O_4$ ; durch eine Lsg. von 1,2 g Dihydronaphthazarin u. 6 g Isovaleraldehyd in 15 ccm Eisessig 40 Min. bei gelinder Wärme trocknes HCl-Gas durchleiten; in W. gießen, rotes Öl in verd. NaOH aufnehmen, bis Farbe rein blau; ansäuern, ausgeschiedenen Farbstoff in Benzin aufnehmen u. durch eine Säule von Kieselgur filtrieren. Die weitere Aufarbeitung lieferte rote Nadeln aus Bzl.-Methanol vom F. 127°. — Die Kondensation mit 1 Mol. Isovaleraldehyd lieferte eine Verb. der Zus.  $C_{25}H_{26}O_8$  vom F. 178°, rote Nadeln; der Analyse nach ist die Verb. entstanden aus 2 Moll. Naphthazarin u. 1 Mol. Aldehyd. — *Diisohexylnaphthazarin*,  $C_{22}H_{20}O_4$ , aus Methanol hellrote Nadeln, F. 78°. — *Dihexylnaphthazarin*,  $C_{24}H_{24}O_4$ , mit Önanthol; tiefrote Blättchen aus Bzl., F. 114—115°. — Kondensation von Naphthazarin mit Aldehyden. Man mischt 8 ccm Isohexylaldehyd mit 4 ccm konz. HCl u. 50 ccm Eisessig, erwärmt schwach u. läßt innerhalb 20 Min. eine Lsg. von 2 g Naphthazarin in 120 ccm Eisessig u. 4 ccm konz. HCl zutropfen; dann nochmals 2 ccm Aldehyd u. 2 ccm HCl zufügen u.  $\frac{1}{2}$  Stde. erwärmen; 14 Stdn. bei Zimmertemp. stehen lassen, mit W. verdünnen u. ausäthern. Durch weitere Aufarbeitung u. chromatograph. Adsorption wurden 4 Zonen gebildet (Näheres vgl. Original), die fraktioniert mit reinem PÄe. ausgewaschen wurden. Die 3. Fraktion enthielt *1'-Dehydroalkannan* (IX), braunrote Nadeln aus Methanol, F. 111°. — Aus der 1. Fraktion wurde *Diisobutylchinizarin* (XIII),  $C_{22}H_{24}O_4$ , isoliert; braunrote Nadeln aus verd. Methanol, F. 114°; bildet ein in W. schwer lösl. Alkalisalz, das sich in 80%<sub>v/v</sub> Methanol violett auflöst. — *Alkannan* (II),  $C_{16}H_{18}O_4$ , aus IX durch katalyt. Red. (+ Pt) in Eisessig; Reinigung durch Sublimation im Hochvakuum u. Umkrystallisieren aus Methanol; leuchtend rotglänzende Blättchen, F. 98—99°; keine F.-Depression mit Alkannan. II entsteht auch unmittelbar aus den Komponenten. — Bei der Kondensation mit Isovaleraldehyd wurden 2 Verbb. erhalten: 1. *Isopenten-1-yl-naphthazarin*,  $C_{15}H_{14}O_4$ , F. 120—121°; 2. *Isoamyl-naphthazarin*,  $C_{15}H_{16}O_4$ , aus Methanol glänzend rote Nadeln, F. 90°. Es besitzt dieselben Absorptionsbanden wie II. Die gleiche Verb. wird auch erhalten durch katalyt. Hydrierung (+ Pt) voranst. Verbindung. — *Heptylnaphthazarin*,  $C_{17}H_{20}O_4$ , mit Önanthol, aus der 2. Fraktion der fraktionierten Elution isoliert; rote Nadeln, F. 92—93°. Absorptionsbanden wie beim Alkannan. (Liebig's Ann. Chem. 540. 51—72. 11/8. 1939. Göttingen, Univ.) ROTHMANN.

**Harbans Singh Bakshi, Ravi S. Jalota, K. S. Narang, J. N. Ray, Rottlerin.** V. (IV. vgl. C. 1939. I. 687.) Die früher (vgl. NARANG, RAY u. ROY, C. 1938. I. 2193) aus den Bzl.-Filtraten der Darst. von Rottlerin aus Kamala isolierte Verb.  $C_{31}H_{30}O_8$ , hellgelbe Nadeln, F. 181°, wurde näher untersucht. Es wurde festgestellt, daß die Verb. vom Rottlerin leicht zu trennen ist, wenn das Rohprod. aus Toluol umkryst., u. die nach Einengen erhaltene M. in Ä. auf  $Al_2O_3$  chromatographiert wird; es entstehen 6 Zonen, von denen die erste das Rottlerin, die zweite die Verb. vom F. 181° enthält. Letztere entsteht auch beim Erhitzen von Rottlerin mit alkoh. HCl u. ist ident. mit der von BROCKMANN u. MAIER (C. 1938. II. 3697) beschriebenen Verb. vom F. 180°, die von diesen als ein durch Isomerisierung einer Oxychalkongruppe im Rottlerinmol. gebildetes Flavanon aufgefaßt, u. als *Isorottlerin* bezeichnet wurde. Auf die Ggw. einer  $COCH_2$ -Gruppe in dieser Verb. schien auch die Bldg. eines *Piperonylidenderiv.* (rechteckige Platten, F. 145—147°) aus *Isorottlerinmethyläther* ( $C_{35}H_{38}O_8$  oder  $C_{36}H_{40}O_8$ , F. 135—137°, nicht wie früher irrtümlich angegeben 105°) hinzuweisen, während Rottlerinmethyläther kein Kondensationsprod. liefert. *Isorottlerinmethyläther* lieferte jedoch — wie Rottlerinmethyläther — mit  $H_2O_2$  ein *Oxyd* ( $C_{35}H_{38}O_9$  oder  $C_{36}H_{40}O_9$ ) vom F. 120—122°, aus dem beim Erhitzen Benzaldehyd in Freiheit gesetzt wurde, was gegen die Auffassung von BROCKMANN u. MAIER bzgl. der Konst. des *Isorottlerins* spricht. Unter Anlagerung von NO u.  $NO_2$  an eine der Doppelbindungen entsteht *Isorottlerinmethyläthernitrosit*, F. 194—197° (Zers.), dessen Verb. bei der katalyt.



Hydrierung noch untersucht wird. Wenn eine Flavanonstruktur des *Isorottlerins* ausgeschlossen, u. in diesem die  $CH=CH-C_6H_5$ -Gruppe noch erhalten ist, dann besteht als einzige Möglichkeit eine Isomerisierung, wie sie durch nebenstehende Formeln wiedergegeben ist. Ein direkt nach der Elution ( $Al_2O_3$ ) hydriertes *Isorottlerin* lieferte Verb.



$C_{31}H_{32}O_8$ , F. 209°, u. eine Verb. der Zus.  $[C_{11}H_{12}O_3]_x$ , F. 225—228°. Bei Hydrierung eines durch wiederholte Krystallisation gereinigten Isorotlerins wurde nur die Verb. vom F. 209° isoliert; etwas Isorotlerin blieb unverändert. Über die Zahl der Doppelbindungen im Mol. können daher noch keine Angaben gemacht werden. (Current Sci. 8. 165—66. April 1939. Lahore, Univ.) SCHÜCKE.

**G. A. Garkuscha**, *l-Abietinsäure, ihre Gewinnung, Eigenschaften und Umwandlungen*. I. Es wird die Gewinnung von *l-Abietinsäure* (I) aus Kolophonium nach verschied. Verff. untersucht u. gefunden, daß nach verschied. Verff. erhaltene I sehr schwankende Werte der spezif. Drehung zeigt, was auf sehr schwierige Trennung des racem. Gemisches hinweist. Zur Gewinnung von I mit maximaler spezif. Drehung u. entsprechend höchstem Wert der Winkelkoeff. der Drehdispersion ( $[\alpha]_{600}^{20} = -111^{\circ}$  (aus A.),  $[\alpha]_{600}^{500} \text{tg } \alpha = 0,490$ ) wird folgende Meth. vorgeschlagen: zu der heißen, filtrierten Lsg. von 100 g Kolophonium in 400 cm Rektifikat werden unter Umrühren 50 cem HCl (1,19), die mit 100 cem Rektifikat verd. sind, zugegeben. Nach 3 Stdn. beginnt die Ausscheidung von Krystallen, die mit 60%/ig. A. gewaschen werden u. nach 5-fachem Umkrystallisieren mit 48% Ausbeute Krystalle von F. 165—166° u. oben genannten opt. Eig. ergeben. Mit Maleinsäureanhydrid bildet I ein Anlagerungsprod. F. 214° in CO<sub>2</sub>, das an der Luft beständig ist. (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1042—52. Juni 1938. Ukrain. Inst. für experiment. Medizin.) v. FÜNER.

**G. A. Garkuscha**, *d-Abietinsäure, ihre Gewinnung und Eigenschaften*. II. (I. vgl. vorst. Ref.) Es werden die Bedingungen der Isomerisierung von *l-Abietinsäure* in *d-Abietinsäure* (I) sowie die Isomerisierung von Harzsäuren zu I untersucht. Mit Hilfe des Winkelkoeff. der Drehdispersion wird gezeigt, daß entsprechend der *l-Abietinsäure* ein schwer zu trennendes racem. Gemisch erhalten wird. Die reinste *d-Abietinsäure* F. 171—173°,  $[\alpha]_{600}^{20} = +56,8^{\circ}$  in A. u.  $[\alpha]_{600}^{550} \text{tg } \alpha = 0,27$ . (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1053—61. Juni 1938.) v. FÜNER.

**Torsten Hasselstrom und John D. McPherson**, *Über Dihydrodibromabietinsäure*. (Vgl. C. 1939. I. 435.) Die bei der Red. von Abietinsäuren zur Dihydrostufe erhaltenen Dihydroabietinsäuren zeigen sehr unterschiedliche FF. u. Drehungen; offenbar erhält man Gemische von Isomeren. Auch die bei der Hitzebehandlung von Harz oder Abietinsäuren entstehenden Dihydroabietinsäuren (vgl. z. B. FLECK u. PALKIN, C. 1939. II. 652; RUZICKA u. Mitarbeiter, C. 1938. II. 3691) haben unterschiedliche Eig. u. sind kaum einheitlich. Vff. erhielten durch Red. von Dihydrodibromabietinsäure mit Na u. A. eine neue Dihydroabietinsäure von hohem Reinheitsgrad. Verss., bei der Darst. der Dihydrodibromsäure auch das Monohydromonobromderiv. nach der von ASCHAN (C. 1931 I. 269) für die Synth. von Hydrobromopinabietinsäure benutzten Meth. zu isolieren, lieferten ein Gemisch von Abietinsäure u. Bromabietinsäure. Ob die dabei erhaltene „Abietinsäure“ einheitlich war, ließ sich nicht feststellen. — Darst. von *Abietinsäure* durch Erhitzen von Harz mit Eisessig nach STEELE (J. Amer. chem. Soc. 44 [1922]. 1333). F. 171—174° (korr.),  $[\alpha]_D = -99^{\circ}$  in A.,  $-31^{\circ}$  in Benzol. Na-Tetraabietat, Krystalle aus Methanol,  $[\alpha]_D = -99^{\circ}$  in Alkohol. — *Dihydrodibromabietinsäure*, C<sub>20</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>Br<sub>2</sub>, aus Abietinsäure u. HBr in Eisessig. Mkr. Krystalle aus Ä., F. 171—172° (korr.; Zers.);  $[\alpha]_D$  läßt sich wegen der Schwerlöslichkeit u. leichten Zers. nicht genau bestimmen. *Dihydroabietinsäure*, C<sub>20</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>, durch Red. des vorigen mit Na u. Alkohol. Tafeln aus Hexan, F. 217,5—218,5°,  $[\alpha]_D = -23^{\circ}$  in absol. Äther. *Di-n-amylaminsalz*, C<sub>10</sub>H<sub>23</sub>N + C<sub>20</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>, Krystalle aus Aceton, F. 121,5—122° (korr.),  $[\alpha]_D = -24^{\circ}$  in absol. Äther. *Methylster*, C<sub>21</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>, aus der Säure u. Diazomethan, Krystalle aus Methanol, F. 131,5—132,5° (korr.),  $[\alpha]_D = -21,5^{\circ}$  in absol. Äther. — *Dihydroabietinsäure*, C<sub>20</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>, von RUZICKA (C. 1938. II. 3691). F. 193—194°,  $[\alpha]_D = +9^{\circ}$ , ähnelt der gereinigten *Pseudopimarsäure* von BRENNAN u. Mitarbeitern (A. P. 2 272 628 [1937]). F. 195,5—198°,  $[\alpha]_D = +0,33^{\circ}$ , die ebenfalls die Zus. C<sub>20</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub> aufweist; da F. u.  $[\alpha]_D$  dieses Prod. nicht konstant erhalten werden, liegt kein chem. Individuum vor. (J. Amer. chem. Soc. 61. 1228—30. Mai 1939. Savannah, Geo., G. & A. Labor. Inc.) OSTERTAG.

## E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

E<sub>1</sub>. Allgemeine Biologie und Biochemie.

**S. E. Hill und W. J. V. Osterhout**, *Berechnungen über bioelektrische Potentiale*. II. *Das Konzentrationspotential von KCl in Nitella*. (I. vgl. C. 1931. I. 2766.) Früher war festgestellt worden, daß das elektr. Verh. von Nitella den Gleichungen von NERNST u. von HENDERSON entspricht. Bei neuerlichen Verss. zeigten Zellen bei Behandlung



mit Lsgg. steigenden KCl-Geh. einen unerwarteten Potentialsprung bei der Erhöhung der KCl-Konz. von 0,01 auf 0,0316 Mol/Liter. Diese Erscheinung ist auf die Entstehung von örtlichen Aktionsströmen zurückzuführen. — Method. Verbesserungen zur getrennten Best. der Potentialdifferenzen, wie sie sich aus den Veränderungen der Verteilungskoeff. u. den Aktionsströmen ergeben, werden beschrieben. (J. gen. Physiol. 21. 541—56. 1938. Rockefeller Inst. for Medical Research.) WADEHN.

**A. Shmuck**, *Ein Schema der chemischen Struktur der Chromosomen*. Die spezif. Stabilität der vererbungsmäßig festgelegten Chromosomenstruktur wird auf den eigenartigen Aufbau der darin enthaltenen linearen Proteine (*Genoneme* von KOLTZOV) zurückgeführt. Nur an den Stellen dieser Moll., welche mit bas.  $\text{NH}_2$ -Gruppen der Polyaminosäuren besetzt sind, soll eine salzartige Bindung mit der gleichfalls linearen *Nucleinsäure* (I) erfolgen. Dadurch wäre auch die Vererbung der spezif. Anordnung der Aminosäuren gewährleistet, da bei der Verdoppelung die Anlagerung nur eines gleichartigen Proteinmol. an die mehrbas. I möglich wäre. In den Gebieten des Proteinmol. zwischen zwei  $\text{NH}_2$ -Gruppen (mutable Chromosomenregionen der Genetiker) wird möglicherweise ein leichter Austausch gleich langer, aber chem. verschied. Aminosäuren (Substitution von Alanin durch Serin usw.) vonstatten gehen können. Der Begriff „Gen“ erscheint überflüssig. (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS 22 (N. S. 7). 340—43. 25/2. 1939. Moskau, Akad. d. Wiss. UdSSR.) BERSIN.

**N. N. Medvedev**, *Die zusätzliche Wirkung von Wärme auf die Mutationserzeugung durch Strahlung*. Vf. berichtet über Verss., bei denen die hohe Temp. ( $36\text{--}39^\circ$ ) nur während der Dauer der Bestrahlung (Röntgen 105 kV, 4000 r) einwirkte. Untersucht wurde die Letalmutation bei *Dros. melanog.* nach der CIB-Methode. Es ergibt sich eine Abnahme der Rate gegenüber der cet. par. kalt bestrahlten Kontrolle. (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N. S.] 19. 301—02. 5/5. 1938. Moskau.) SCHAEF.

**S. A. Rifenburg** und **Catherine Galloway Paradise**, *UV-Schwachbestrahlung von Drosophila melanogaster während einer ganzen Generation*. I. *Wirkung auf Crossing-over im zweiten Chromosom*. Vff. untersuchen den mutationsauslösenden Einfl. von UV-Schwachbestrahlung auf *Dros. melanog.* für den Fall, daß eine Generation ununterbrochen von der Schlüpfung bis zur Eiablage der Strahlung ausgesetzt ist. Die bestrahlten Stämme zeigen eine Rate, die 17 mal (1. Region) bzw. 8 mal (2. Region) größer als der wahrscheinliche Fehler ist. (Proc. Indiana Acad. Sci. 48. 216—21. 1939. Indianapolis.) SCHAEFER.

**S. A. Rifenburg** und **J. E. Shaw**, *UV-Schwachbestrahlung von Drosophila melanogaster während einer ganzen Generation*. II. *Wirkung auf Crossing-over im ersten Chromosom*. (I. vgl. vorst. Ref.) Vff. dehnen die vorst. Verss. aus auf drei Regionen des ersten Chromosoms („gelb“ bis „weiß“, „weiß“ bis „klein“, „klein“ bis „nierenförmig“). Die beiden ersten Regionen zeigen keine merkbare Vergrößerung der Crossing-over-Rate, die dritte eine deutliche Zunahme. (Proc. Indiana Acad. Sci. 48. 222—26. 1939. Indianapolis.) SCHAEFER.

**T. Caspersson**, *Untersuchungen über den Nucleinsäurestoffwechsel im Lebenszyklus der Zelle*. (Arch. exp. Zelforsch. 22. 655—57. 1939.) E. BECKER.

**T. Caspersson**, *Über die Rolle der Desoxyribosenucleinsäure bei der Zellteilung*. (Vgl. C. 1938. II. 1963.) Die Desoxyribosenucleinsäuren scheinen für die Zellteilung notwendig zu sein. Es ist schon früher (vgl. C. 1936. II. 2929) gezeigt worden, daß in nucleinsäurearmen Kernen während der Prophase eine Nucleinsäureanreicherung in den Chromosomenelementen stattfindet. Um näher zu untersuchen, mit welchen Ereignissen in der Zelle die lokalisierte Synth. dieses hochpolymeren Stoffes verknüpft sein könnte, wurde mittels UV-Absorptionsmessung in der einzelnen lebenden Zelle die Gesamtmenge der Nucleinsäure während der verschied. Stadien der meiot. Prophase bei *Gomphocerus* untersucht. Es stellte sich heraus, daß wenigstens vom mittleren Leptotän an die Nucleinsäuremenge konstant ist, was gegen eine direkte Korrelation zwischen Nucleinsäuresynth. u. Chromatidenkontraktion spricht. Da die Desoxyribosenucleinsäuren so elektiv in den entragenden Elementen der Zelle lokalisiert sind u. vor der Zellteilung in großen Mengen auftreten, zu der Zeit, in welcher vermutlich die Genreduktion sich vollzieht, ist eine Korrelation zwischen diesen beiden Phänomenen als wahrscheinlich anzunehmen. (Chromosoma 1. 147—56. 12/5. 1939. Stockholm, Chem. Inst. des Karolin. Inst.) KLEVER.

**L. Kryjanovskaia**, *Glutathiongehalt der Organe des Kaninchens mit experimentellem Krebs (Brown-Pearce-Epitheliom)*. Von der dritten bis zur achten Woche nach Transplantation des BROWN-PEARCE-Epithelioms wurden für den *Glutathiongeh.* in Nebenniere, Intestinum, Lunge, Milz, Herz- u. gestreifter Muskulatur ständig absinkende Werte gefunden. In der Leber tritt geringe Zunahme ein. Im Epitheliom bleibt der Geh. ziemlich konstant u. entspringt etwa dem des Muskels. Im Blut wurden keine



Unterschiede gegenüber n. Blut gefunden. (Bull. Biol. Méd. exp. URSS 7. 91—93. 1939. Leningrad, Inst. f. exp. Med.) SCHLOTTMANN.

**Angel H. Roffo**, *1,2-Benzpyren. Cancerogener Extrakt aus Tabaktee*. Durch Dest. eines bereits früher als carcinogen erkannten Tabaktees wurde ein Prod. gewonnen, das im UV-Spektr. u. in seiner Fluorescenz dem *1,2-Benzpyren* stark ähnelt u. im Pinslungsvers. am Kaninchenohr in 1—2 Jahren Carcinome erzeugt. (Prensa méd. argent. 26. 1719—46. 6/9. 1939. Buenos Aires, Inst. f. exp. Med.) SCHLOTTMANN.

**Ernst Waldschmidt-Leitz** und **Karl Mayer**, *Erfahrungen zur polarographischen Krebsdiagnose*. Kurzer Überblick über die Entw. der polarograph. Krebsrk. („Prager Serum-Rk.“). In Tabellen werden die Diagnosen von 730 Fällen (Carcinom, andere Krankheiten u. n. Fälle) wiedergegeben. Es ergibt sich eine Trefferzahl von 85—100%. Da auch bei vielen entzündlichen u. fiebrigen Prozessen sowie Gallenblasenerkrankungen die Rk. positiv ist, besteht die Notwendigkeit einer weiteren Differenzierung der Krebsreaktion. Vermutlich ist für den positiven Ausfall der Rk. ein mucoidähnlicher Körper verantwortlich, doch bestehen hier noch weitgehende Unklarheiten. Immerhin kommt der polarograph. Krebsrk. schon heute ein gewisser diagnost. Wert zu; ihre Durchführung ist einfach u. für klin. Zwecke geeignet. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 261. 1—19. 29/8. 1939. Prag, Dtsch. Univ., Chem. Inst.) SCHLOTTMANN.

### E<sub>2</sub>. Enzymologie. Gärung.

**Kurt G. Stern**, *Neue Experimente über die Chemie und den Mechanismus der enzymatischen Wirkung*. Vf. berichtet an Hand neuerer Forschungsergebnisse, zum Teil auf Grund eigener Arbeiten, über die moderne Entw. der Enzymchemie. (Vortrag vor der Organ. u. Biol. Abteilung der AMERIC. CHEM. SOCIETY.) (Enzymologia [Den Haag] 5. 190—97. 10/10. 1938. New Haven, Conn., Yale Univ., School of Med.) HAVEMANN.

**J. Firdman**, *Das Temperaturoptimum der Wirkung von Enzymen als Funktion ihrer Herkunft und ihres Reinheitsgrades*. Vf. bestimmt für eine große Anzahl von Enzymen das Temp.-Optimum der Wrkg., wobei folgende Werte erhalten wurden: *Amylase*: Pankreassaft 38°; Leber-Pankreassaft der Weinbergschnecke 35°; Saft von *Aphysia punctata* 38°; Malzextrakt 60°; *Bac. mesentericus vulgatus* (Kulturfl.) 80°. — *Saccharase*: Darmschleimhaut (Hund) 45°; Leberpankreassaft der Weinbergschnecke 35°; Saft von *Aphysia punctata* 30°; Bierhefe 55°. — *Lactase*: Die drei ersten Enzyme wie bei *Saccharase*: 50°. — *Emulsin*: Leberpankreassaft der Weinbergschnecke 40°; *Aphysia punctata* sowie Mandelextrakt: 50°; Bierhefe 45°. — *Proteinasen*: Pankreassaft + Kinase: 38° (mg Casein) bzw. 55° (Casein); *VAN SLYKE*; *Bac. mesentericus* 65° (mg Casein). — Isolierte *Amylase*: Pankreassaft 35°; Malzextrakt 55°; *Bac. mesentericus* 85°. — Einzelheiten u. Schlussfolgerungen s. Original. (Ann. Physiol. Physicochim. biol. 14. 67—93. 1938. Straßburg, Univ.) HESSE.

**Ayako Sasaki**, *Über das Verhalten des Carnosins gegenüber Enzymlösungen verschiedener Herkunft*. Das Dipeptid *Carnosin* (aus Sardinenfleisch isoliert) wird durch Lebermacerationssaft (Kaninchen, Schwein, Fisch) bei schwach alkal. Rk. hydrolysiert. Das Enzym der Fischleber wirkt optimal bei  $pH = 7,4$ . — Andere Enzymlsgg., welche Diglycin leicht spalten, sind gegen *Carnosin* unwirksam. (J. Biochemistry 29. 333—37. März 1939. Nagasaki, Medizin.-chem. Inst.) HESSE.

**William Arthur Johnson**, *Aconitase*. (Vgl. KREBS u. JOHNSON C. 1938. I. 1612.) Vf. bezeichnet als *Aconitase* das Enzymsyst., welches die Einstellung des von MARTIUS u. KNOOP (C. 1937. I. 3973) aufgefundenen Gleichgewichtes: Citronensäure  $\rightleftharpoons$  cis-Aconitsäure  $\rightleftharpoons$  l-Isocitronensäure katalysiert. Dabei wird offen gelassen, ob die Einstellung der beiden Gleichgewichte von ein u. demselben Enzym katalysiert wird. Bemerkt wird, daß neuerdings auch MARTIUS (C. 1939. I. 2450) dieses Enzymsyst. untersucht hat. Jedoch konnte Vf. eingehendere Unters. anstellen, da es ihm gelang, eine quantitative Meth. zur Best. von *Aconitsäure*, u. zwar vermittels katalyt. Hydrierung (Pd auf  $BaSO_4$ , MEMBRANFILTER G. M. B. H., Göttingen) aufzufinden. — *Aconitase* wurde aus tier. Geweben mit  $\frac{1}{10}$ -mol. Phosphatpuffer  $pH = 7,4$  extrahiert. Bei Einw. auf *Aconitsäure* werden 75—85% in Citronensäure übergeführt. Citronensäure wird zu 4% in *Aconitsäure* übergeführt. Das Gleichgewicht ist erreicht, wenn die Lsg. etwa 16% Isocitronensäure, 4% *Aconitsäure* u. 80% Citronensäure enthält. — Das Wrkg.-Optimum liegt für Extrakte bei  $pH = 7,4$ , für Gewebeschnitte scheinbar bei 7,9. — Das aus zahlreichen tier. Geweben erhaltene Enzym kommt in geringer Menge in Gurkensamen vor; mit diesem konnte jedoch ein wahres Gleichgewicht nicht erzielt werden. (Biochemic. J. 33. 1046—53. Juni 1939. Sheffield, Univ.) HESSE.

**C. V. Ganapathy** und **B. N. Sastri**, *Die Natur des Papains*. Vff. unterscheiden SH-Papain von dem (mit  $H_2O_2$ ) oxydierten SS-Papain im Sinne von OKUMURA (C. 1939. I. 1183). SS-Papain hat die Fähigkeit zur Spaltung von Gelatine oder Eialbumin be-



halten, ist aber inakt. gegen Peptone. Es wirkt optimal bei  $p_H = 3,6-3,8$ . Cyanid u. Glutathion aktivieren, wobei die Fähigkeit zur Spaltung von Peptonen erlangt wird. Die Wrkg. auf Gelatine („Gelatinase“) wird durch Maleinsäure nicht beeinflusst; jedoch wird durch diese Säure die Spaltung von Pepton durch SH-Papain gehemmt. — Jodessigsäure inaktiviert SH- u. SS-Papain irreversibel. — Die SH-Gruppe ist für die Wrkg. als „Gelatinase“ wesentlich, dagegen anscheinend überflüssig für die Wrkg. als „Peptonase“. Eine andere Gruppe, welche mit Jodessigsäure irreversibel reagiert, scheint für beide Wirkungen wesentlich zu sein. (Biochemic. J. 33. 1175—79. Aug. 1939. Bangalore, Indian Inst. of Science.)

HESSE.

**E. A. Houghton Roberts**, *Der Fermentationsprozeß bei der Teeherstellung*. II. *Einige Eigenschaften der Teeperoxydase*. (I. vgl. C. 1939. I. 150.) Peroxydase, deren Bedeutung für die Teefermentation in der vorigen Mitt. nachgewiesen wurde, zeigt einen jahreszeitlichen Wechsel im Geh. der Teeblätter, die von derselben Pflanze mit wöchentlichen Unterbrechungen gepflückt wurden. Es besteht nicht die geringste Beziehung zwischen der Wirksamkeit der Peroxydase u. dem Ausmaß der Oxydation des Teetannins während der Fermentation. Der ausschlaggebende Faktor ist vielmehr die Bldg. von  $H_2O_2$ , welches durch aerobe Dehydrierung einer „oxydierbaren Substanz“ entsteht, bei der es sich nicht um Tannin handelt. — Beim Welken der Blätter nimmt der Geh. an Peroxydase zunächst zu, um dann nach Überschreiten eines bestimmten Feuchtigkeitsgeh. wieder abzunehmen. Der Protein-N nimmt während des Welkens ab.

III. *Der Mechanismus der Fermentation*. Hierfür wird folgendes Schema gegeben:

1. Ascorbinsäure +  $O_2$   $\xrightarrow{\text{Ascorbinsäureoxydase}}$  Dehydroascorbinsäure +  $H_2O_2$
2.  $H_2O_2$  + Teetannin  $\xrightarrow{\text{Peroxydase}}$  Tannin-o-chinon
3. o-Chinon  $\rightarrow$  Kondensationsprodd.
4. o-Chinon + Ascorbinsäure  $\rightarrow$  Teetannin + Dehydroascorbinsäure
5. Dehydroascorbinsäure + Glucose  $\xrightarrow{\text{Zymase}}$   $CO_2$  + Ascorbinsäure

Das für die Oxydation des Teetannins erforderliche  $H_2O_2$  entstammt also der aeroben Oxydation von Ascorbinsäure, welche Rk. den gesamten Prozeß kontrolliert. Mangel an Ascorbinsäureoxydase bewirkt ein Verlangsamten der Oxydation. Die in der II. Mitt. erwähnte, oxydierbare Substanz wurde als *Glucose* identifiziert; als H-Acceptor bei ihrer Oxydation fungiert Dehydroascorbinsäure. Pro Mol. Teetannin wird während der Fermentation 1 Atom O aufgenommen. Das Oxydationsprod. erfährt dann eine irreversible Änderung zu Kondensationsprodukten. (Biochemic. J. 33. 836—52. Mai 1939. Cinnamara [Assam, Indien], Indian Tea Association.)

HESSE.

\* **Severo Ochoa**, *Enzymatische Synthese von Cocarboxylase in tierischen Geweben*. (Vgl. C. 1938. II. 3107. 3701. 1939. II. 1514.) Schnitte, Brei oder Dispersionen aus Leber avitaminoser Tauben wandeln zugesetztes Vitamin B<sub>1</sub> in Cocarboxylase um, u. zwar in solcher Menge, daß der n. Geh. dieser Gewebe an Cocarboxylase nicht wesentlich überschritten wird. Bestenfalls werden, mit kleinen Mengen Vitamin, 30% desselben in 30—60 Min. bei 38° umgewandelt. Präpp. aus Gehirn u. Muskeln sind wesentlich weniger wirksam; Darmschleimhaut ist unwirksam. Bei Leber hängt die Synth. von akt. Atmung ab; Optimum  $p_H = 8,5$ ; sie wird gehemmt durch Jodessigsäure u. von NaF wenig beeinflusst. — Ein wesentlicher Teil des Enzyms ist löslich. — In Leber, Niere, Muskel u. Gehirn sind außerdem lösl. Enzyme vorhanden, welche — wenn keine Atmung möglich ist — die Cocarboxylase zerstören. Ihre Wirksamkeit ist am größten in Leber u. Niere, welche auch die größte Fähigkeit zur Synth. aufweisen. — Vf. schließt, daß es sich um eine Gleichgewichtsrk. Vitamin B<sub>1</sub>-Diphosphat  $\rightleftharpoons$  Vitamin B<sub>1</sub> + 2 Phosphat handelt, bei der, wenn aus Atmung Energie verfügbar ist, das Gleichgewicht nach links verschoben wird. Es muß aber ein weiterer noch unbekannter Faktor vorhanden sein, welcher das Ausmaß der Synth. begrenzt. (Biochemic. J. 33. 1262—70. Aug. 1939. Oxford, Dep. of Biochemistry.)

HESSE.

**Ö. Winge und O. Laustsen**, *Über 14 neue Hefetypen, welche durch Hybridisierung gebildet wurden*. Die früher (C. 1939. I. 1877. 2690. 3464) beschriebenen Vers. der Hybridisierung von Hefen wurden fortgesetzt, wobei 14 neue Hefetypen erhalten wurden. Eine dieser Hefen wird bereits techn. verwendet. — Die Fähigkeit, ein bestimmtes Enzym zu bilden, ist dominant; hat ein Hefetypus die Fähigkeit zur Bldg. von Saccharase, Raffinase oder Melibiase, so besitzt die Hybride diese Enzyme auch dann, wenn die Hybridisierung mit einer Hefe vorgenommen wurde, die das betreffende Enzym nicht aufweist. — Einzelheiten über die mykolog. Fragen s. Original. (C. R. Trav. Lab. Carlsberg, Sér. physiol. 22. 337—52. 1939. Mit 8 Bildtafeln. Kopenhagen, Carlsberg Labor.)

HESSE.

**T. Uyemura**, *Abbau der Aminosäuren durch Aspergillus Oryzae*. III. (II. vgl. C. 1938. I. 3223.) Unter geeigneten Vergärungsbedingungen wurden durch einige zum



*Aspergillus oryzae* gehörende Stämme aus  $\alpha$ -Aminosäuren als Abbauprodukt  $\alpha$ -Ketosauren gebildet; aus l-Leucin wurde  $\alpha$ -Ketoisocaproensäure gebildet, aus l(+)-Glutaminsäure  $\alpha$ -Ketoglutarsäure u. aus l-Tyrosin p-Oxyphenylbrenztraubensäure. (J. agric. chem. Soc. Japan, Bull. 15. 74—76. 1939 [nach dtseh. Ausz. ref.]) SCHWAIB.

**G. P. Toropowa**, *Zur Frage der Saccharosevergärung*. Durch Behandlung invertinärmer Hefe mit Säure wird sowohl das Inversions- wie auch das Vergärungsvermögen der Hefe geschädigt. Bei allen Vers.-Anordnungen übertrifft die Geschwindigkeit der Saccharosehydrolyse die Gärungsgeschwindigkeit. In sauren Medien ( $p_H = 2$ ) ist die Gärung sowohl unvorbehandelter wie säurebehandelter Hefe nahezu vollständig unterdrückt. Das Inversionsvermögen un behandelter Hefe ist in sauren Medien nur unwesentlich verringert. Bei der säurebehandelten Hefe dagegen ist die Inversionsfähigkeit bei  $p_H = 2$  fast vollständig aufgehoben, wahrscheinlich infolge einer Änderung der Permeabilität der Hefezellen durch die Säureeinwirkung. Die Gärfähigkeit behandelter Hefe läßt sich durch Versetzen des Gäransatzes mit Hefekochsaft oder dem Säureextrakt aus Hefe wieder herstellen. Zu den Faktoren, die die Gärung der säurebehandelten Hefe stimulieren, gehören ferner Mg-Ionen. Da die Hefe bei der Säurebehandlung ihr Vergärungsvermögen sowohl gegenüber Glucose als auch gegenüber Saccharose einbüßt, kann Vf. sich nicht den Vorstellungen von WILLSTÄTTER u. LOWRY (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 150 [1925]. 287) über die direkte Vergärbarkeit der Saccharose anschließen. (Вюхимия [Biochimia] 4. 336—41. 1939. Moskau, Inst. f. exp. Med.) KLEVER.

### E<sub>3</sub>. Mikrobiologie. Bakteriologie. Immunologie.

**Paul Fildes** und **G. P. Gladstone**, *Glutamin und das Wachstum von Bakterien*. Am sichtbarsten ist die Unentbehrlichkeit von Glutamin für das Wachstum bei hämolyt. Streptokokken Gruppe A. (Brit. J. exp. Pathol. 20. 334—41. Aug. 1939. London, Beaud-Lukon Inst. of Pathol., Dep. of Bacterial Chem. and Middlesex Hosp., Courtauld Inst. of Biochem.) SCHUCHARDT.

\* **E. E. Snell** und **F. M. Strong**, *Die Wirkung von Riboflavin und von gewissen synthetischen Flavinen auf das Wachstum von Milchsäurebakterien*. 7 von den 11 untersuchten Arten von Milchsäurebakterien benötigen kein Riboflavin für Wachstum u. Säurebdg., u. mindestens 4 dieser 7 Arten synthetisieren das Vitamin, wenn sie auf einem flavinfreien Medium kultiviert werden. Das Verh. von *L. casei* u. *B. lactis acidii* gegenüber einer Reihe von synthet. Flavinen ist ziemlich analog der Wrkg. dieser Flavine auf das Wachstum von Ratten. (Enzymologia [Den Haag] 6. 186—93. 15/5. 1939. Wisconsin, Univ., Dep. of Biochem., Coll. of Agricult.) SCHUCHARDT.

**Franz Lieb** und **Berta Vallender**, *Über den Aminosäurestoffwechsel verschiedener ruhender Staphylokokken*. Es wurde die Spaltung von Alanin, d-Valin, l-Valin u. Kreatinin durch pathogene Staphylokokken, Hautkokken u. Luftkokken untersucht. Nur das Alanin erwies sich als spaltbar. (Zbl. Bakteriöl., Parasitenkunde Infektionskrankh., Abt. I, Orig. 144. 523—30. 9/10. 1939. Graz, Univ., Hyg. Inst.) PFLÜCKE.

**W. T. J. Morgan** und **S. M. Partridge**, *Bakterienantigene*. Die Phospholipin-komponente kann aus dem antigenen Komplex von *B. dysenteriae* nicht durch Extrahieren mit Aceton, Ä. oder Ä.-A.-Mischungen entfernt werden, sie kann aber durch stark polare Lösungsmittel wie Formamid eliminiert werden. Das phospholipinfreie Material war bei Kaninchen als Antigen wirksam. Es induzierte die Bldg. von spezif. Agglutininen, Präzipitinen u. „SHIGA“-heterophilem Immunkörper. (Nature [London] 143. 1025—26. 17/6. 1939. London, Lister Inst. of Preventive Medicine, Biochem. Dep.) SCHUCHARDT.

**Eugénie Soru** und **Cornelia Combiesco**, *Studien über die chemischen Eigenschaften der Antigene von Typhusbacillen*. In früheren Veröffentlichungen ist die Isolierung der Antigene von Typhusbacillen Typ H<sub>501</sub> u. V<sub>230</sub> angegeben worden; diese Antigene enthalten N u. P und reagierten sowohl gegen den Antikörper O wie gegen H. Da der Geisselantikörper H durch Wärme rascher zerstört wird als der andere, so läßt sich auf diese Weise der Antikörper O abtrennen. Die Biuretreaktion ist negativ, die MILLONsche Reaktion schwach positiv. Auch Ninhydrinreaktion ist negativ, während Molischreaktion positiv ist. Mit Uranylacetat oder Al-Sulfat tritt keine Fällung ein. Nach Salzsäurehydrolyse entsteht eine Fettsäure u. eine reduzierende Substanz, welche mit Phenylhydrazin ein Osazon bildet. Außerdem enthält das Antigen Phosphor. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales Associées 129. 1236—38. 1939.) OESTERLIN.

**Ralph W.-G. Wyckoff**, *Das Molekulargewicht der pflanzlichen Virusproteine*. Die vom Vf. durch Sedimentation in der Ultrazentrifuge dargestellten pflanzlichen Virusproteine zerfallen hinsichtlich Sedimentationskonstante u. Mol.-Gew. in 2 Gruppen. Die Sedimentationskonstante der 1. Gruppe, welcher Tabakmosaikvirus, Aucubamosaik-



virus, „Severo-etch“-Virus u. Gurkenmosaikvirus 3 u. 4 angehören, ist  $s_{20} = 175 \times 10^{-13}$ , die der 2. Gruppe, welche Ringfleckvirus, Kartoffel X-Virus u. Tabaknekrosevirus mit einschließt, ist  $s_{20} = 115 \times 10^{-13}$ . Das Mol.-Gew. der leichteren Proteine ist 8 bzw. 9 Millionen; die schneller sedimentierenden Virusproteine sind ungefähr doppelt so schwer. Aus gesunden Gurken- u. Erbsenpflanzen konnten einheitliche Proteine mit der Sedimentationskonstante  $s_{20} = 75 \cdot 10^{-13}$  isoliert werden, was einem Mol.-Gew. von ca. 3—4 Millionen, (ungefähr die Hälfte des Mol.-Gew. der leichteren Virusproteine) entspricht. Vf. stellt die These auf, daß die schweren pflanzlichen Proteine einfache Vielfache einer fundamentalen Einheit sind. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales Associées 127. 1396. 1938. Pearl River, New York, Lederle Laboratories Inc.) LYNEN.

**Edward G. Pickels und Joseph E. Smadel**, *Ultrazentrifugationsstudien über die Elementarkörperchen von Vaccinia-Virus. I. Hauptsächliche Methoden und Größenbestimmung der Partikel*. Eine Suspension von gereinigten PASCHEN-Körperchen in verd. Pufferlsg. sedimentiert zwischen  $p_H = 6,2$  u. 8 unter Ausbildg. einer charakterist. Grenze, die nicht ganz scharf ist, sondern eine Streubreite von ca. 14% zeigt. Diese hauptsächlich sedimentationsbande ist manchmal von einer oder mehreren, schneller sedimentierenden Banden begleitet, die wahrscheinlich von agglutinierten Elementarkörperchen (2 oder mehr) herrühren. Die Sedimentationskonstante des am langsamsten sedimentierenden Teilchens ist  $49,1 \cdot 10^{-11}$ , was einem kleinsten Durchmesser von 236  $m\mu$  entspricht. Wenn die Streuung der Sedimentationsgrenze von kleinen Unterschieden in der Partikelgröße herrührt, dann besitzen die größten Elementarkörperchen den Durchmesser 252  $m\mu$ . (J. exp. Medicine 68. 583—606. 1938. New York, International Health Division of The Rockefeller Foundation and the Hospital of The Rockefeller Inst. for Medical Research.) LYNEN.

**Joseph E. Smadel, Edward G. Pickels und Theodore Shedlovsky**, *Ultrazentrifugationsstudien über die Elementarkörperchen von Vaccinia-Virus. II. Einfluß von Rohrzucker-, Glycerin- und Harnstofflösungen auf die physikalische Natur von Vaccinia-Virus*. Vaccinia-Elementarkörperchen besitzen in verd. Pufferlsgg. die D. 1,16. Werden die Elementarkörperchen jedoch in Zucker-, Glycerin- oder Harnstofflsg. suspendiert, so zeigen sie höhere Werte (z. B. in 53%ig. Zuckerlsg. D. 1,25). Vff. sehen die Ursache dieser Effekte darin, daß die Elementarkörperchen für W. u. Harnstoff leicht, für Glycerin weniger u. für Rohrzucker undurchlässig sind. Harnstoff diffundiert ins Innere des Elementarkörperchens u. erhöht auf diese Weise die D., während das Verh. in Rohrzuckerlsgg. durch eine osmot. Extraktion des W. aus den Teilchen heraus erklärt werden kann. Glycerin nimmt eine Stellung zwischen Harnstoff u. Rohrzucker ein. (J. exp. Medicine 68. 607—27. 1938.) LYNEN.

**A. S. McFarlane und M. G. Macfarlane**, *Der Einfluß von Lipoidlösungsmitteln auf Vaccinia-Virus*. Gereinigte Elementarkörperchen von Vaccinia-Virus zeigen in Suspension ein hohes Maß an physikal. u. immunolog. Homogenität. Das Virus enthält Eiweiß, Kohlenhydrat u. ätherlösl. Lipoidsubstanzen. Aus dem getrockneten Material können mit Bzl. oder Äther Lipoidsubstanzen (Cholesterin u. acetonlösl. Fett) extrahiert werden, wobei die D. des trocknen Virus von 1,26 auf 1,31 steigt. Durch diese Behandlung wird weder die Sedimentationskonstante noch die Infektionsfähigkeit des Virus geändert. Das mit Äther extrahierte Virus enthält noch 9% Lipoidsubstanz mit einem P-Geh. von 2%, die nur mit Alkohol oder Alkohol-Äther entfernt werden kann. Durch die Alkoholbehandlung wird jedoch die Virusaktivität vernichtet. Der Rückstand zeigt die D. 1,36, er enthält 15,5% N u. 0,7% P. Colorimetr. Bestimmungen weisen auf ca. 3% Thymonucleinsäure u. 4% Kohlenhydrat hin. Glucosamin konnte nach HCl-Spaltung nachgewiesen werden. Der Rückstand erwies sich in der Ultrazentrifuge als inhomogen. Wird das mit Äther vorextrahierte Virus bei 20° mit 1%  $Na_2CO_3$ -Lsg. behandelt, so geht die gesamte Nucleinsäure u. 40% des Kohlenhydrats innerhalb 1—2 Min. in Lösung. Gleichzeitig zerfällt der Rückstand in ganz verschieden große Teilchen. Obwohl das Vaccinia-Virus in seinen chem. u. immunolog. Eig. größere Ähnlichkeit mit den Bakterien als mit den Pflanzenviren zeigt, nehmen Vf. keine Membran an, welche die Virussubstanz zusammenhalten sollte. Sie nehmen für das Virus Eiweiß-Gelstruktur an u. können damit auch die Effekte in Lsgg. (vgl. vorst. Ref. J. E. SMADEL, E. G. PICKELS u. T. SHEDLOVSKY) erklären. (Nature [London] 144. 376—77. 26/8. 1939. London, Lister Institute.) LYNEN.

**F. L. Hopwood, M. H. Salaman und A. S. McFarlane**, *Der Einfluß von Ultraschallwellen auf Vacciniavirus*. Gewaschene Vacciniaelementarkörperchen können nach dem Trocknen u. dem Extrahieren mit Äther (vgl. vorst. Ref.) durch Ultraschallwellen vollständig redispersiert werden, ohne dabei an Aktivität zu verlieren. Einzelheiten s. Original. (Nature [London] 144. 377. 26/8. 1939. London, Lister Institute u. St. Bartholomews Hospital.) LYNEN.



**Jean Vieuchange und Rederico Galli**, *Gegenwart eines neutralisierenden Faktors in der durch intrakutane Einspritzung von Vacciniavirus verursachten Hautwunde*. In der durch Einspritzen von Vacciniavirus erzeugten Hautblatter konnte ein spezif. Faktor nachgewiesen werden, der das Virus neutralisiert. Dieser neutralisierende Faktor tritt zuerst, vor den zirkulierenden Antikörpern, auf. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 208. 2031—33. 19/6. 1939.) LYNEN.

#### E<sub>1</sub>. Pflanzenchemie und -physiologie.

**S. M. Ivanov**, *Die Aktivität der Wachstumsvorgänge als maßgeblicher Faktor der Kälteresistenz von Citruspflanzen*. Die Kälteresistenz der Citruspflanzen hängt von der Wachstumsaktivität bzw. von der Intensität der mit dem Wachstum verbundenen Plasmavorgänge ab u. beruht auf verminderter Koagulationsfähigkeit bei erniedrigten Temperaturen. Die Aktivität der Wachstumsvorgänge kann ihrerseits an der Menge des vorhandenen red. Glutathions bestimmt werden, so daß diese als indirekter Indicator für die Kälteresistenz herangezogen werden kann. (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS 22 (N. S. 7). 277—81. 15/2. 1939. Sukhumi Branch of All-Union Research.) LINSER.

**Bestwick H. Ketchum**, *Die Aufnahme von Phosphat und Nitrat durch Kulturen von Nitzschia Closterium im Licht*. Die Aufnahme von Nitrat durch *Nitzschia Closterium* ist unabhängig von der Phosphatkonz. des Mediums, aber wächst mit steigender Nitratkonzentration. Dagegen ist die Phosphatabsorption sowohl von der Phosphat- als auch von der Nitratkonz. abhängig. Sobald die Nährlsg. mehr als 50 $\gamma$  Phosphat/Liter enthält, ist die Wachstumsgeschwindigkeit vom Phosphat- u. Nitratgeh. unabhängig. Das Verhältnis Phosphataufnahme/Nitrataufnahme richtet sich, abgesehen von Lsgg. mit sehr geringem Nitratgeh., nur nach der Phosphatkonz. u. steigt mit zunehmendem Phosphatgehalt. Der n. Absorptionsverlauf in den Kulturen unter den angewandten Vers.-Bedingungen stimmt nicht direkt mit den Verhältnissen im Meerwasser überein. (Amer. J. Bot. 26. 399—407. Juni 1939. Harvard Univ. u. Woods Hole Ocean. Inst.) ERXLBEN.

**C. P. Sideris, B. H. Krauss und H. Y. Young**, *Die Verteilung verschiedener Stickstoffreaktionen, Zucker und anderer Substanzen in verschiedenen Bezirken von Ananaspflanzen, die in Bodenkultur entweder Ammonium oder Nitratsalze erhalten hatten*. (Vgl. C. 1938. II. 4084.) Der Ertrag an Gesamtpflanzensubstanz war bei den Ammoniumkulturen höher als bei den Nitratkulturen. Die Verteilung der untersuchten Inhaltsstoffe von Blättern u. Stämmen war in beiden Sorten annähernd dieselbe. Im Stamm u. den chlorophyllfreien unteren Partien des Blattes fanden sich bei den NH<sub>3</sub>-Pflanzen große Mengen an Nitraten vor, die nicht in der Pflanze, sondern durch NH<sub>3</sub>-Oxydation im Boden entstanden waren. Das aufgenommene Nitrat wird in die grünen Blattpartien transportiert u. dort assimiliert. Der Eiweißgeh. der Blätter lag bei den NO<sub>3</sub>-Pflanzen höher als bei den NH<sub>3</sub>-Pflanzen, während sich der Geh. an lösl. organ. N umgekehrt verhielt. (Plant Physiol. 14. 227—54. April 1939. Hawaii, Univ.) LINSER.

**Hubert Bradford Vickery und George W. Pucher**, *Der Kohlenstoffverlust isolierter Rhabarberblätter während der Kultur*. Auch kohlenhydratreiche Blätter veratmen neben Kohlenhydraten noch andere Blattsubstanzen. Kohlenhydratarme Blätter veratmen z. B. Eiweißstoffe aus dem Blattgewebe. Die Reste dieser oxydativen Desaminierung werden sofort weiteroxydiert. Auch wenn Kohlenhydrate durch die Kulturlsg. zugeführt werden, bleibt die Eiweißveratmung erhalten. (J. biol. Chemistry 128. 685—702. Juni 1939. New Haven, Conn., Agric. Exp. Station.) LINSER.

**Henri Colin und Marie-Madeleine Chollet**, *Die Inulinbildung bei einjährigen Pflanzen*. Fructosane sind sowohl in den Wurzeln wie auch in den Stengeln sowohl ein- als auch zweijähriger Campanulaceen u. Compositen vorhanden; die Fähigkeit, Inulin zu bilden, ist jedoch je nach Familie verschieden. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 208. 549—52. 20/2. 1939.) LINSER.

**J. J. Taubenhaus und G. E. Altstadt**, *Einige Faktoren, die das Aufblähen von Tomaten betreffen*. Weder im Samen selbst liegende noch im Boden bzw. im Boden-pH gegebene Faktoren oder andere, die Pflanzen befallende Krankheiten sind für die genannte Erscheinung verantwortlich, sondern sie ist wahrscheinlich von der Bodenfeuchtigkeit u. bestimmten Düngern bzw. Ernährungsbedingungen abhängig. Bei bewässerten Pflanzen tritt der Schaden häufiger auf als bei nichtbewässerten Pflanzen. (Plant Physiol. 14. 575—81. Juli 1939. Texas Agric. Exp. Station.) LINSER.

#### E<sub>2</sub>. Tierchemie und -physiologie.

**B. Sjollemma**, *Magnesium als Bestandteil des tierischen Organismus*. Vortrag. (Chem. Weckbl. 36. 591—93. 2/9. 1939. Utrecht.) ANKERSMIT.



**Je. B. Arenschein und B. L. Albitzki**, *Über die Kaliumverbindungen im Gehirn*. Die Unters. zeigte, daß über die Hälfte des mit PAe. im Soxhlet aus der Gehirnsubstanz extrahierten K sich in W. nicht oder nur sehr schwer löst, d. h., daß es sich hier nicht um K-Salze, sondern um kaliumorgan. Verbb. handelt, deren Natur noch nicht aufgeklärt werden konnte. (Биохимия [Biochimia] 4. 30—34. 1939. Gorki, Medizin. Inst.)

KLEVER.

**Rudolf Rabl und Willy Maassen**, *Die Abhängigkeit des Fettgewebes von seiner chemischen und morphologischen Struktur*. Es wird durch die Best. einer Reihe von chem. Daten (z. B. JZ., Cholesteringeh., SZ.) zu erklären versucht, wie die stark unterschiedliche Beschaffenheit (Festigkeit, Farbe) des bei Obduktionen anfallenden Fettmaterials erklärbar ist. Von Wichtigkeit für die Eigg. der Körperfette ist neben der chem. Zus. der histolog. Bau des betreffenden Gewebes. (Virchow's Arch. pathol. Anatom. Physiol. klin. Med. 303. 729—44. 6/7. 1939. Kiel, Städt. Krankenanstalt, Patholog. Inst.) WAD.

**C. R. Treadwell und H. C. Eckstein**, *Die Zusammensetzung der Gewebslipide des virginischen weißschwänzigen Rotwildes (Odocoileus virginianus borealis)*. (J. biol. Chemistry 128. 373—77. April 1939. Ann Arbor, Mich., Univ., Labor. of Biol. Chem.) HAVEM.

**B. N. Ghosh und S. S. De**, *Untersuchung der Isolierung des Neurotoxins und Hämolyseins von Cobra (Naja naja)-Gift*. (Vgl. C. 1939. II. 1298.) Ein von Hämolyysin freies Cobraneurotoxin, das bei gleichem N-Geh. 17-mal toxischer war als getrocknetes Cobragift, wurde erhalten durch fraktionierte Fällung mit Na-Sulfat, Adsorption an n. Elution von Wolframsäureoberfläche, Dialyse u. schließlich Kataphorese. Das Cobrahämolyysin wurde vom Neurotoxin getrennt durch Fällung mit NaCl, weitere Reinigung von dem größeren Teil der anderen Proteine durch deren Koagulation bei 86° aus einer schwach alkal. Lsg. u. schließlich durch Kataphorese der nach Hitzekoagulation verbliebenen Lösung. Beim selben N-Geh. war diese Hämolyysinfraktion 4-mal aktiver als das Rohgift. (Indian J. med. Res. 25. 779—86. 1938. Calcutta, Univ.) BEHRLE.

\* **H. P. Bayon**, *Hormone. Ihre Bedeutung und Anwendung*. Allg. Übersicht. (Manufact. Chemist pharmac. fine chem. Trade J. 10. 157—59. Mai 1939.) POSCHM.

\* **G. Villa**, *Vitamine, Hormone und Enzyme*. Populäre Übersicht über ihre Zusammenhänge. (Boll. chim. farmac. 78. 411—13. 15/8. 1939. Mailand.) BEHRLE.

**A. Binder**, *Experimentelle Untersuchungen über den Einfluß der Keimdrüsenhormone auf die Motilität der Eileiter*. II. *Die Wirkung des Gelbkörperhormons*. (I. vgl. C. 1939. II. 138.) Injektion von 2-mal 50000 Einheiten Prolutin in Kaninchen setzten die Spontankontraktionen der Tube beträchtlich herab, dasselbe war der Fall in vitro bei Zugabe von wss. Progesteronlg. (SCHERING) bei der KEHRERSchen Vers.-Anordnung. (Arch. Gynäkol. 168. 744—53. 19/5. 1939. Marburg/Lahn, Univ.-Frauenklinik.) WADEHN.

**Trancou-Rainer Marthe und Octave Vladutiu**, *Die Reaktion des Uteruskörpers bei der weißen Maus. Histologische Feststellungen*. An der Stelle der Vereinigung der beiden Uterushörner findet sich im eigentlichen Uteruskörper ein Querwand, deren Epithel bes. empfindlich auf Reize durch Follikulin sind. Die histolog. Einzelheiten der auftretenden Veränderungen werden beschrieben. (Bull. Acad. Méd. Roumanie 5 (3). 49—51. 1938. [Orig.: franz.]) WADEHN.

**A. Lafitte und G. Huret**, *Ovarielle Gleichgewichtsstörung und Dermatosen*. Es wird über eine Reihe von hartnäckigen Ekzemen u. von Psoriasis bei der Frau berichtet, die durch Testosteranacetat (5 Injektionen zu 10 mg jeden zweiten Tag) günstig beeinflusst wurden. (Presse méd. 47. 472—73. 29/3. 1939.) WADEHN.

**Georg Hensel**, *Corpus luteum-Hormon und Haarwachstum. Eine experimentelle Studie*. Bei hochschwangeren Meerschweinchen wächst das Haar an rasierten Stellen nur sehr langsam nach. Eine ebensolche Wachstumshemmung bewirkt die Injektion von Corpus luteum-Hormon (täglich 2 internationale Einheiten). Injektionen von Prolan oder Follikelhormon übten keinen derart hemmenden Einfl. aus. (Z. ges. exp. Med. 104. 182—87. 1938. Bonn, Univ.-Kinderklinik.) WADEHN.

**Desmarest und Capitain**, *Der Wert der Testosteronbehandlung bei Menometrorrhagien und bei den Störungen der Menopause*. Klin. Material, Sammlung u. Auswertung. (Presse méd. 47. 1031—33. 28/6. 1939. Paris, Hôpital Ambroise-Paré.) H. DANN.

**Udall J. Salmon, Samuel H. Geist und Robert I. Walter**, *Behandlung von Dysmenorrhoe mit Testosteronpropionat. Die biologischen Wirkungen von Testosteronpropionat bei der Frau*. 30 Patientinnen mit Dysmenorrhoe werden mit Testosteronpropionat (I) behandelt. Als günstigste Dosis haben sich 250—350 mg, die während eines Cyclus verabfolgt werden, erwiesen. Dosen über 500 mg riefen in einigen Fällen Nebenwirkungen, wie Masculinisierungs- u. Östronmangelerscheinungen, hervor, die jedoch nach Absetzen der Behandlung wieder verschwinden. Die Erscheinungen beruhen wahrscheinlich auf einer Hemmung der Hypophysensekretion durch I. Die Behandlung mit kleineren Dosen war in 26 Fällen erfolgreich. Vff. glauben, daß funktionelle Dys-



menorrhoe durch Androgenmangel hervorgerufen wird. (Amer. J. Obstetr. Gynecol. 38. 264—77. Aug. 1939. Mt. Sinai Hospital, Gynecol. Service and Laborr.) BOHLE.

**Hans Limburg**, *Zur therapeutischen Verwendung der Stilbenpräparate*. Beschreibung der Behandlungsergebnisse mit Stilbenpräpp. bei Laktationshemmung, Pruritus, sekundäre Amenorrhoe, klimakter. Beschwerden. Die Stilbene können als Ersatz für die Follikelhormontherapie durchaus empfohlen werden. Bei gelegentlicher schlechter Verträglichkeit sollte sofort auf Östradiolbenzoat zurückgegriffen werden. (Zbl. Gynäkol. 63. 1910—18. 26/8. 1939. Hamburg-Eppendorf, Univ. Frauenklinik.) WADEHN.

**Tassilo Antoine**, *Über die klinische Verwendbarkeit von östrogenen Stilbenpräparaten*. Es werden Dosierungsvorschläge für die Verwendung der *Cyren*-Präpp. (I. G. FARBEN) gemacht. Unangenehme Nebeneinscheinungen wurde nicht beobachtet. (Zbl. Gynäkol. 63. 1899—1904. 26/8. 1939. Wien-Lainz, Gynäkolog. Abt. des Krankenhauses.) WADEHN.

**Ernst Preisseecker**, *Bedeutung die östrogen wirkenden Verbindungen des Stilbens für den Hormontherapeuten einen Fortschritt?* Die Wrkg. der Stilbenpräpp. entspricht, soweit es bisher klin. feststellbar ist, der des Östradiolbenzoates. Unangenehme Nebenwirkungen können vermieden werden, indem die Behandlung „schleichend“ mit Gaben von 0,1—0,3 mg des Diäthylidioxystilbens einsetzt. (Zbl. Gynäkol. 63. 1904—10. 26/8. 1939. Wien 114, Reichsanstalt für Mütter- u. Kinderfürsorge.) WADEHN.

**W. Büttner**, *Über die Wirkung der östrogenen Stilbenpräparate bei der Frau*. Die östrogenen Stilbenpräpp. haben die gleichen Eigg. auf Schleimhautaufbau u. Muskelwachstum des Uterus wie die Follikelhormone. Die Nebenerscheinungen sind niemals so unangenehm gewesen, daß die Behandlung abgebrochen zu werden brauchte. (Zbl. Gynäkol. 63. 1918—28. 26/8. 1939. Bonn, Univ.-Frauenklinik.) WADEHN.

**R. Cobet und M. Ratschow**, *Zur Behandlung innerer Erkrankungen mit Diäthylidioxystilben (Cyren), einem östrogen wirksamen Körper*. Bei peripheren arteriellen Durchblutungsstörungen, bei Störungen der Coronardurchblutung, bei Blutumlaufstörungen in den Involutionen Jahren u. bes. bei chron. Arhritiden wurden bei Anwendung von *Cyren C* u. *Cyren B* günstige Resultate erzielt. Verabfolgt wurden meist 12-mal 0,5 mg. Wesentliche unangemessene Nebenwirkungen wurden nicht beobachtet. (Klin. Wschr. 18. 347—48. 1939. Halle, Med. Univ.-Klinik.) WADEHN.

**H. E. Voss**, *Die angebliche östrogene Wirkung des Yohimbins*. Yohimbin war an kastrierten weiblichen Mäusen in Dosen von 50—200  $\gamma$  Totaldosis u. bei der infantilen Ratte in der Totaldosis von 600—1200  $\gamma$  ohne jede östrogene Wirkung. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 192. 570—72. 3/6. 1939. Mannheim-Waldhof, Wissenschaftl. Labor. C. F. Boehringer u. Soehne.) WADEHN.

**Windsor C. Cutting und Margaret Reed Lewis**, *Das Unvermögen des Hypophysenvorderlappens, in Gewebskultur Hormone zu produzieren*. (Arch. exp. Zellforsch. 21. 523—24. 1938. John Hopkins Univ., Dep. of Pharmacol. and exp. Therapeutics; Carnegie Institution of Washington, Dep. of Embryology.) H. DANNENBAUM.

**A. Chamorro**, *Über einen von gonadotropen Hormonen freien Extrakt aus Hypophysenvorderlappen, der synergistisch zum Prolan wirkt*. Ein aus frischen Rinderhypophysenvorderlappen mit verd. A. dargestellter Extrakt wird längere Zeit mit konz. Ameisensäure behandelt. Die anschließend mit dest. W. daraus bereiteten Auszüge zeigen selbst in Dosen von 15 mg (entsprechend 7,6 g frischer Drüse) keinerlei gonadotrope Eigg., doch können bereits 1,5 mg die Wirkungen des Prolans erheblich verstärken. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales Associées 130. 1195—97. 11/5. 1939.) BOHLE.

**N. L. Gerbily**, *Der Einfluß des gonadotropen Hypophysenhormons auf den Laichvorgang bei *Acipenser stellatus**. (Vgl. C. 1938. I. 95.) (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS 19. 333—36. 1938. Leningrad, Staatl. Univ., Labor. f. physiol. Histologie.) H. DANNENBAUM.

**G. Kuschinsky**, *Über den Einfluß des Wassers und des Novasurolins auf den Hormongehalt des Hypophysenhinterlappens*. (Vgl. C. 1939. II. 1509.) Nach Novasurolinjektion (10 mg/kg) ist der Geh. des Hypophysenhinterlappens einer n. Ratte an antidiuret. Substanz vermindert. Nach einer großen W.-Gabe (5 cem/100 g) ist der Hormongeh. erhöht. Noch stärker ist die Vermehrung nach einer W.-Gabe zusammen mit einer Novasurolinjektion. Die Messungen fanden stets 24 Stdn. nach der Verabfolgung der betreffenden Stoffe statt. Diese Beobachtungen führen zu dem Schluß, daß wenigstens ein Teil der „Gewebswrkg.“ des Novasurols über eine Veränderung der Hinterlappensekretion geht. — Ein — meist 0,7—0,9 mg schwerer — Hinterlappen der Ratte enthält etwa 0,9 Vögtlineinheiten pro mg. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 192. 536—43. 3/6. 1939. Berlin, Univ., Pharmakol. Inst.) WADEHN.

**Dwight J. Ingle**, *Die Wirkung hoher Dosen von Cortin auf die Nebennierenrinde normaler und hypophysektomierter Ratten*. Zufuhr von täglich 10 cem Cortin im Trink-



wasser führt bei n. Ratten zu starker Atrophie der Nebennierenrinde. Diese Wrkg. des Cortins tritt nicht auf bei hypophysektomierten Ratten, denen täglich eine konstante Menge adrenotropes Hormon intraperitoneal injiziert wird, wobei die Menge des adrenotropen Hormons so gewählt wurde, daß sie den Ausfall der Hypophyse gerade kompensiert. Das zeigt, daß Cortin nicht direkt auf die Nebennierenrinde einwirkt, sondern auf dem Wege über die Hypophyse, die dadurch in der Sekretion des adrenotropen Hormons gehemmt wird. (Amer. J. Physiol. 124. 369—71. 1938. Minnesota, Rochester, Mayo Foundation, Div. of Exper. Med.)  
BOHLE.

**S. R. Tipton**, *Die Wirkung von Cortin auf die Elektrolytveränderung im Katzenmuskel während und nach Muskelreizung*. Reizung des Muskels führt zu starkem K- u. geringerem Mg-Verlust in der Faser bei gleichzeitiger Zunahme an W., Na, Cl u. Ca. Setzt man die Reizung über 90—120 Min. fort, so verstärkt sich der K-Verlust u. gleichmäßig die Na-Aufnahme, während W. aus dem Muskel austritt. Intravenöse Injektion von K, Ca oder Cortin hat auf die Elektrolytveränderungen nur geringen Einfluß. (Amer. J. Physiol. 124. 322—27. 1938. Columbus, O., State Univ., Dep. of Physiol.)  
BOHLE.

**S. Levy Simpson**, *Verwendung von synthetischem Desoxycorticosteronacetat bei Addisonischer Krankheit*. 2 Fälle von Addisonischer Krankheit werden abwechselnd mit Cortin u. Desoxycorticosteron behandelt. Das synthet. Prod. kann den Nebennierenrindenextrakt ersetzen, u. zwar entspricht 1 cem Desoxycorticosteronacetat (6 mg) etwa 5—20 cem Cortin. Es scheint, daß das synthet. Prod. schneller wirkt, aber auch schneller wieder ausgeschieden wird als Cortin. (Lancet 235. 557—58. 3/9. 1938. Soho Hospital for Women, Princess Louise Kensington Hospital for Children, Willesden Gen. Hospital.)  
BOHLE.

**Harry W. Dryerre**, *Die Wirkung von Desoxycorticosteronacetat und Cortin auf die Salzausscheidung bei Addisonischer Krankheit*. Bei Na-armer, K-reicher Diät scheiden n. Patienten wenig NaCl (weniger als 70 mg pro 100 cem Harn) aus, während Addisonkranke 160—290 mg ausscheiden. Ein mit Cortin oder Desoxycorticosteronacetat behandelter Patient zeigte bei dieser Diät Harn-Kochsalzwerte, die sich den n. Werten näherten. Am günstigsten scheint Implantation von Desoxycorticosteronacetat zu sein, während Injektion zwar schneller, aber andererseits nur viel kürzere Zeit wirkt. (Brit. med. J. 1939. I. 971—73. 13/5. 1939. Edinburgh, Royal Infirmary, Clinical Labor.)  
BOHLE.

**George W. Thorn, R. Palmer Howard und Kendall Emerson**, *Behandlung der Addisonischen Krankheit mit Desoxycorticosteronacetat, einem synthetischen Nebennierenrindenhormon*. (Vorl. Mitt.) Intramuskuläre Injektionen von synthet. Desoxycorticosteronacetat (I) bewirken bei Addisonkranken die gleichen Veränderungen, wie eine Behandlung mit Nebennierenrindenextrakten. Mit täglichen Gaben von 2—30 mg I kann man ohne zusätzliche NaCl-Therapie die Patienten bei ausgezeichneter Verfassung erhalten. Ausführlicher Bericht über 8 Krankheitsfälle. (J. clin. Invest. 18. 449—67. Juli 1939. Baltimore, Johns Hopkins Univ. and Hospital, Medical Clinic, Chem. Div.)  
BOHLE.

**Thomas J. Fatherree und Edgar V. Allen**, *Der Einfluß des Adrenalins auf die Fingerarteriolen beim Menschen; eine Untersuchung über vasokonstriktorische Wirkungen*. Die vasokonstriktor. Wrkg. von intravenösen Adrenalininjektionen wurde an der Senkung der Hauttemp. an den Fingern verfolgt. Die Resultate waren äußerst ungleichmäßig, auch wenn die Verss. unter möglichst denselben Bedingungen vorgenommen wurden. (J. clin. Invest. 17. 109—18. 1938. Rochester, Mayo Clin., Div. of Med.)  
WADEHN.

**Robert W. Wilkins, Soma Weiss und Florence W. Haynes**, *Die Wirkung des Adrenalins auf den Kreislaufkollaps durch Natriumnitrit*. Die Zufuhr von 0,5—1,0 mg Adrenalin hemmt den durch orale Gaben von 0,12—0,18 g NaNO<sub>2</sub> verursachten vasomotor. Kollaps nicht. Die Veränderungen im Kreislauf, die nach der NaNO<sub>2</sub>-Gabe allein, mit Adrenalin allein u. in Kombination — Adrenalin 15 Min. später als NaNO<sub>2</sub> — auftraten, werden eingehend beschrieben. (J. clin. Invest. 17. 41—51. 1938. Harvard, Thorndike Memor. Labor., Boston City Hospit. and Harvard Med. School, Dep. of Med.)  
WADEHN.

**S. G. Gurylewa**, *Der Zustand der Schilddrüse des weiblichen Meerschweinchens in den verschiedenen Perioden des Geschlechtszyklus*. Während des Östrus konnte bei geschlechtsreifen weiblichen Meerschweinchchen histolog. eine Abnahme der Schilddrüsenfunktion festgestellt werden, die zu Beginn des Diöstrus wieder anstieg, wobei verschied. Übergangsstadien während der östr. Zwischenperiode beobachtet wurden. Die autolyt. Proteinabbauverss. in der Leber der männlichen u. weiblichen Vers.-Tiere ergaben ebenfalls einen Zusammenhang zwischen der Follikulin- u. Luteinphase u. der Funktion



der Schilddrüse. (Проблемы Эндокринологии [Problèmes Endocrinol.] 4. Nr. 1. 6—27. 1939. Moskau, Inst. f. exper. Endokrinologie.) ROHRBACH.

**André Neuhaus**, *Über die Wirkungen des Thyroxins auf die Hypophyse der Ratte.* Erwachsene männliche Ratten wurden mit einer Gesamtdosis von 14,5 mg Thyroxin im Verlauf von 13 Tagen subcutan behandelt u. die histolog. Veränderungen der Hypophysen studiert. Es zeigten sich degenerative Veränderungen (Pyknose, Granulatschwund), bes. in den eosinophilen Zellen. Vf. hält die Befunde für den Ausdruck einer Schädigung durch die Thyroxinintoxikation u. bringt sie in Beziehung zu ähnlichen Veränderungen der Basedowhypophyse. Eingehende Besprechung des einschlägigen Schrifttums. (Endokrinologie 22. 90—112. Sept. 1939. Bern, Univ., Patholog. Inst.) JUNKMANN.

**John Stephens Latta** und **James Z. Davis**, *Der Einfluß von Thyroxin in wechselnden Konzentrationen auf das Wachstum von Fibroblasten in vitro.* Das Wachstum von Fibroblasten, in vitro auf embryonalem Ratten- oder Hühnerherzen gezüchtet, wird von Thyroxin in Konz. von 1:75000 gehemmt, bei 1:150000 dagegen vorübergehend stark gefördert. Beides scheint nicht leicht zu erklären. (Arch. exp. Zellforsch. 21. 427—35. 1938. Omara, Univ. of Neb., Dep. of Anatomy, Coll. of Med.) H. DANN.

**M. L. Rochlina**, *Über die antagonistische Wirkung von Thyreoidin und Carotin beim Metamorphoseprozeß des Axolotls.* Im Verlauf der Metamorphose von Axolotln konnte eine hemmende Wrkg. des Carotins auf die thyreogene Stimulierung der Umwandlung der Larven festgestellt werden: Nach Carotin- u. Thyreoidinapplikationen u. nach alleiniger Thyreoidinbehandlung konnte kein Unterschied im histolog. Bild der Schilddrüse beobachtet werden, deren Funktion als abhängig vom Stadium der Metamorphose gefunden wurde. Aus der Gewichtszunahme infolge Herabsetzung des Grundumsatzes der mit Carotin behandelten Axolotl konnte die antagonist. Wrkg. von Thyreoidin u. Carotin erwiesen werden. (Проблемы Эндокринологии [Problèmes Endocrinol.] 4. Nr. 1. 28—38. 1939. Moskau, Inst. f. exper. Endokrin.) ROHRBACH.

**S. M. Dionessow**, *Die hormonale Regulierung der Magensekretion bei schmerzhafter Reizung.* I. Mitt. *Der Einfluß von Insulin auf die Magensekretion des Hundes.* Im Anschluß an die Verss. mit Adrenalin u. Hypophysenhinterlappenpräp. (vgl. C. 1937. I. 4655) wurde vom Vf. die Wrkg. von Insulininjektionen (4—18 Einheiten a. c.) auf die Magensekretion von 3 Hunden mit isoliertem „kleinem Magen“ (nach HEIDENHAIN bzw. PAWLOW) u. einem Hunde mit Magen- u. Oesophagusfistel untersucht, wobei eine Sekretionshemmung im Fundusblindsack nach PAWLOW (mit erhaltenem sympath. Nervensyst.) im Gegensatz zu den anderen Verss. beobachtet wurde. Der Magenfistelhund zeigte nach Insulininjektionen (5—20 Einheiten) einen diphas. Insulin-effekt. Vf. kommt zum Schluß, daß trotz erwiesener Adrenalin-, Pituitrin- u. Insulinausschüttung nach schmerzhafter Reizung die hormonale Regulierung der Magensekretion unter diesen Bedingungen nicht als synergist. Prozeß aufgefaßt werden darf. (Физиологический Журнал СССР. [J. Physiol. USSR] 26. 470—77. 1939. Leningrad, Biol. Station.) ROHRBACH.

**G. Kinngisepp** und **L. Talli**, *Perkutane Insulinresorption.* Durch Zwischenschaltung des geprüften resorptionsfördernden Präp. (Patentpräp., dessen Zus. nicht angegeben wird) wurde eine erhebliche Steigerung der Hautpermeabilität für Insulin erzielt, so daß etwa  $\frac{1}{3}$  der angewandten Insulinmenge zur Wrkg. gelangte. (Klin. Wschr. 18. 1323—24. 7/10. 1939. Dorpat [Tartu], Estland, Univ., Pharmakol. Inst.) KANITZ.

**B. Brahn** und **T. Langner**, *Decurvon, ein Pektininsulin mit protrahierter Wirkung.* Bericht über Verss. an Kaninchen u. n. Personen mit dem Präp., das weder Eiweiß, noch erhöhten Zn-Geh. u. das Insulin in Lsg. enthält. Die Resorption findet allmählich statt, die Wrkg. ist stark verlängert. Erst nach 6—7 Stdn. beginnt die Blutzuckerkurve wieder zu steigen. Decurvon kann auch intravenös eingespritzt werden. (Nederl. Tijdschr. Geneeskunde 83. 4621—31. 23/9. 1939. Utrecht, Univ.) GROSZFELO.

**E. Perry Mc Cullagh**, *Protaminzinkinsulin bei Diabetes.* (Ann. intern. Med. 11. 1979—91. 10/6. 1938. Cleveland, O.) KANITZ.

**O. B. Schreuder**, *Diabetes mellitus mit besonderer Berücksichtigung der Anwendung von Protaminzinkinsulin.* (Military Surgeon 85. 113—22. Aug. 1939. Walter Reed General Hospital Medical Service.) KANITZ.

**Herbert Pollack** und **Henry Dolger**, *Protein als Kohlenhydratquelle bei Patienten, die Protaminzinkinsulin erhalten.* Um die nächtliche Hypoglykämie bei Protaminzinkinsulin zu vermeiden, wurden 50% des erlaubten Proteins zum Abendessen verabreicht. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 39. 242—44. 1938. New York City, Mount Sinai Hospital, Diabetic Clinic.) KANITZ.

**Harry Greengard** und **A. C. Ivy**, *Isolierung von Sekretin.* Schweinedünndarm wird mit kalter 0,4%ig. HCl ausgezogen, die Lsg. mit NaCl (300 g pro Liter) geschüttelt



u. filtriert. Der Nd. wird mit  $4\frac{1}{2}$  Teilen 95%ig. A. u.  $\frac{1}{2}$  Teil W. wiederholt durchgeknetet u. die vereinigten Lsgg. werden nach Zugabe von W. im Vakuum vom A. befreit. Die trübe, wss. Lsg. auf  $p_H = 5,4$  bringen, filtrieren u. mit 5%  $CCl_3COOH$  fällen, den Nd. in 20 Teilen angesäuertem W. lösen, mit Aceton bis zur Trübung u. mit 5 Teilen Anilin versetzen. Der Nd. wird zweimal umgefällt, dann verworfen, die Lsg. im Vakuum zur Trockne gebracht. Rückstand mit absol.  $CH_3OH$  ausziehen u. die Lsg. mit 5 Voll. Ä. fällen. Der Nd. wird in wss. Lsg. mit Butylalkohol extrahiert, die wss. Lsg. im Vakuum vom Butylalkohol befreit u. mit Prikolonsäure in Aceton gefällt. Das ausfallende Pikrolonat bildet nach Umkrystallisieren aus Pyridin-Ä. gelbe Nadeln, F. 234—235°. Es läßt sich in saurer Lsg. mit Ä. zerlegen, enthält 1 IVysche Hundceinheit in 0,075—0,080 mg, 1 HAMMARSTEN Katzeinheit in 0,004 mg. Das Pikrolonat enthält etwa 80% Pikrolonsäure u. besitzt die Zus.  $C_3H_3ON$ . Über die Konstitution des Sekretins selbst läßt sich infolge der geringen zur Verfügung stehenden Substanzmengen bisher nichts aussagen. (Amer. J. Physiol. **124**. 427—34. 1938. Chicago, Northwestern Univ. Med. School, Dep. of Physiol. and Pharmacol.) BOHLE.

I. A. Oivin, *Streitprobleme des Redoxpotentials des Blutes*. (Bull. Biol. Méd. exp. URSS **7**. 344—48. April 1939. Sochi, Stalin State Clin. Res. Inst.) KANITZ.

A. J. Anthony und H. Biedenkopf, *Der Einfluß kurzdauernder Sauerstoffatmung auf Hämoglobingehalt und Erythrocytenzahl des menschlichen Blutes*. I. (Z. ges. exp. Med. **103**. 451—57. 1938. Gießen, Univ.) PFLÜCKE.

A. L. Schifrina, *Zur Methodik der Bestimmung der osmotischen Resistenz der Erythrocyten*. Die unterschiedlichen Werte, die von verschied. Autoren für die minimale u. maximale Resistenz n. Erythrocyten gegen anisoton. NaCl-Lsg. angegeben werden, kommen nach Ansicht des Vf. durch Ungenauigkeit infolge der Tropfenzählmeth. (bei Verdünnen der NaCl-Stammlsg.) u. der Verunreinigungen in den verwendeten Chemikalien zustande. Vf. empfiehlt daher Herst. einer 0,7%ig. NaCl-Lsg. aus bidest. W., 2mal umkrystallisiertes NaCl u. Verdünnung der Stammlsg. mit graduierter Pipette. (Лабораторная Практика [Laboratoriumsprax.] **14**. Nr. 2/3. 17. 1939. Kasan, Inst. f. ärztl. Fortbildung.) ROHRBACH.

Charles Weiss, A. Kaplan und Clarence E. Larson, *Untersuchungen über Entzündung*. III. *Proteinase- und Peptidaseaktivität von polymorphonucleären Leukocyten, Monocyten und Epitheloidzellen pleuraler Entzündungsexsudate*. (Vgl. C. 1939. I. 4974.) An denaturiertem Hämoglobin wurde die kathept. Aktivität von 3 Typen phagocyt. Zellen (polymorphonucleäre Leukocyten, Monocyten u. Epitheloidzellen) untersucht. Die phagocyt. Zellen waren experimentell in der Pleurahöhle von Kaninchen durch Injektion von Aleuronat, Stärke, Petroleum u. Phosphatid (A 3) (hergestellt aus Mycobacterium tuberculosis H 37) gewonnen. Die Zellen enthalten ein *Kathepsin*, dessen  $p_H$ -Optimum bei 3 liegt, dessen Aktivität sich über das  $p_H$ -Bereich von 1,1—5,5 erstreckt. Die Zellen enthalten alle eine *Dipeptidase*, die d,l-Alanylglycin bei  $p_H = 8$  spaltet, dagegen fehlt eine Carboxypeptidase, die Chloracetyl-1-tyrosin bei  $p_H = 8$  hydrolysiert. Die Monocyten lassen sich von dem myelocyt. Typ der Leukocyten dadurch unterscheiden, daß die letzteren d,l-Alanylglycin bei  $p_H = 5,5$  spalten u. Gelatine u. Casein bei  $p_H = 8$  hydrolysieren. Diese Zellenzyme liegen in akt. Form vor u. bedürfen keines Aktivators. Cysteinuzusatz ist ohne wesentlichen Einfl. auf die Enzymaktivität. (J. biol. Chemistry **125**. 247—57. Sept. 1938. San Francisco, Mount Zion Hosp., Res. Labor.) MAHN.

\* Ernst Heinsius, *Der Vitamin-A-Mangel und seine Auswirkungen am Auge*. (Dtsch. med. Wschr. **65**. 1547—49. 13/10. 1939. Kiel.) PFLÜCKE.

Hanns G. Rohlmann, *Tierexperimentelle Untersuchungen über die Beeinflussung der Calcinose durch Lauchsaft sowie durch Vitamin A*. Durch Zufuhr größerer D-Mengen an Kaninchen in Form von Heilbuttleberöl (*Scottinum liquidum*) konnten keine nachweisbaren hypervitaminot. Schädigungen erzeugt werden; die äußerlichen Veränderungen wurden durch Zufuhr von Lauchsaft weitgehend verhindert. Durch große Dosen Vigantol konnte keine Calcinose erzeugt werden; die dabei auftretenden sonstigen Störungen konnten durch Lauchsaft in geringem Maße günstig beeinflusst werden. Durch Zufuhr größerer Mengen eines  $D_3$ -Konzentrats (1 cm = 600 000 i. E.) konnte Calcinose erzeugt werden, die stets zum Tode führte; diese wird durch tägliche Zufütterung verhältnismäßig kleiner A-Mengen sicher verhütet. Die Bedeutung dieser Befunde für die Therapie der Atherosclerose wird besprochen. (Ernährung **4**. 270—78. 1939. Marburg, Univ., Hyg. Inst.) SCHWAIBOLD.

G. Guhr, *Untersuchungen über den Vitamin B<sub>1</sub>-Gehalt des Blutes bei Gesunden und Kranken durch einen biologischen Test mit dem Pilz Phycomyces blakesleeanae*. Bei n. Personen wurde mit diesem Prüfungsverf. (Beschreibung der Arbeitsweise) ein mittlerer Blut-B<sub>1</sub>-Wert von 8  $\gamma$ % gefunden; die physiol. Schwankungsbreite scheint



sehr groß zu sein. Auch bei völlig Gesunden kamen Spuren- oder Nullwerte vor. Bei Schwangeren u. Stillenden waren die Werte deutlich herabgesetzt, in gleichem Maße auch bei *Hyperemesis gravidarum*. Bei Carcinomkranken kamen n. u. Nullwerte vor. Die Verhältnisse des intermediären B<sub>2</sub>-Stoffwechsels bleiben auch nach diesen Befunden ungeklärt. (Klin. Wschr. 18. 1028—31. 28/7. 1939. Hamburg-Barmbeck, Allg. Krankenhaus.)

SCHWAIBOLD.

**Agnes Fay Morgan** und **Helen Davison Simms**, *Nebennierenatrophie und Altern durch einen Vitaminmangel*. (Vgl. C. 1938. I. 2909.) Bei Ernährung mit einem Futtergemisch, in dem der Filtratfaktor fehlte, wurden bei Ratten u. anderen Tierarten Grauverden des Pelzes, Nebennierenatrophie u. andere charakterist. Erscheinungen hervorgerufen, die beschrieben werden. Durch Zulagen des Filtratfaktors von Hefe, Reiskleie oder Leber, nicht aber durch solche anderer B-Faktoren, konnte rasche Heilung erzielt werden. (Science [New York] [N. S.] 89. 565—66. 16/6. 1939. Berkeley, Univ.)

SCHWAIBOLD.

\* **M. Hoffer** und **R. Reichstein**, *Aktivität von  $\beta$ -Alanin zur Stimulierung des Wachstums von jungen Ratten mit einer des „Filtratfaktors“ ermangelnden Diät*. Der mit Ä. extrahierbare Teil des „Filtratfaktors“ aus Leber ist aller Wahrscheinlichkeit nach ident. mit *Pantothensäure* (I). Wird er durch  $\beta$ -Alanin (II) ersetzt, so übt auch dieses eine wachstumsfördernde Wrkg. aus (junge Ratten als Vers.-Tiere). Es bedeutet dies, daß II für Ratten den wirksamen Teil des ganzen Mol von I darstellt. (Nature [London] 144. 72—73. 8/7. 1939. Basel, Univ.)

BEHRLE.

**Helen S. Mitchell** und **Gladys M. Cook**, *Die Wirkung von Riboflavin und Thiaminchlorid auf die katarakterzeugende Wirkung von Galaktose*. (Vgl. C. 1939. I. 4989.) In vergleichenden Fütterungsverss. an Ratten wurde festgestellt, daß durch starke Dosen von Riboflavin oder Thiaminchlorid keine Schutzwrgk. gegen durch Galaktose verursachten Katarakt herbeigeführt wird. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 39. 325—26. 1939. Amherst, Mass. State Coll.)

SCHWAIBOLD.

**M. N. Rudra**, *Die Rolle des Mangans bei der biologischen Ascorbinsäuresynthese*. (Vgl. C. 1938. II. 2663.) Durch schwache Mn-Lsgg. konnte eine starke Anregung der Synth. von Ascorbinsäure durch keimende Samen verschied. Pflanzen erzielt werden; in manchen Fällen trat eine Zunahme von > 75% ein. Die Größe der natürlichen C-Bldg. beim Keimen scheint teils von der Größe des Mn-Geh., teils von der Ggw. von für die C-Bldg. günstigen Kohlenhydratvorstufen abhängig zu sein. (Biochem. Z. 301. 238—44. 3/7. 1939. Patna, Med. Coll.)

SCHWAIBOLD.

**M. N. Rudra**, *Die Rolle des Mangans bei der biochemischen Synthese der Ascorbinsäure. Die Vorstufe der Ascorbinsäure im Rattengewebe*. (Vgl. vorst. Ref.) In Verss. in vitro wurde gefunden, daß durch Ggw. von Mn (0,005—0,001%) die Synth. von Ascorbinsäure aus Zucker (Mannose, Galaktose, weniger aus Glucose) in der Rattenleber begünstigt wird; auch bei Verss. in vivo (Injektion der Zuckerlsg. mit Mn-Zusatz) konnte ein erhöhter C-Geh. in der Leber der Vers.-Tiere festgestellt werden. Die Unfähigkeit des Meerschweinchens, Ascorbinsäure selbst zu bilden, wird auf das Fehlen des Mn im Organismus dieser Tierart zurückgeführt. (Österr. Chemiker-Ztg. 42. 315—17. 20/8. 1939. Patna, Med. Coll., Dep. Chem.)

SCHWAIBOLD.

**Relda Cailleau**, *Die Ascorbinsäure und das Cholesterin, Wachstumsfaktoren für Eutrichomastix colubrurum*. (Vgl. C. 1939. II. 669.) Die Züchtung dieses Kleinwesens gelang in einem Medium aus Bouillon, extrahierter Meerschweinchenleber, Albumin u. Cholesterin; der wirksame Bestandteil des Leberpräp. ist offenbar Vitamin C, da durch Zusatz entsprechender Mengen Ascorbinsäure an Stelle der Leber die gleiche Wachstumswrgk. erzielt werden konnte. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales Associées 127. 1421—23. 1938. Paris, Inst. Pasteur.)

SCHWAIBOLD.

**Atunobu Miwa**, *Golgi-Apparat und Vitamin C. I. Eine Untersuchung vieler Forschungsarbeiten*. Die Bedeutung der Ergebnisse der Nachw.-Methoden des GOLGI-App. wird besprochen. (Orient. J. Diseases Infants 25. 38—39. Mai 1939 [nach engl. Ausz. ref.])

SCHWAIBOLD.

**Atunobu Miwa**, *Golgi-Apparat und Vitamin C. II. Experimentelle Untersuchungen*. (I. vgl. vorst. Ref.) Bzgl. der histochem. Erscheinungen in den Geweben des GOLGI-App. u. Vitamin C wird ein enger Zusammenhang vermutet (Verss. an Kaninchen u. Hühnern). Durch Infusion von Vitamin C in vivo durch die Lebervene wurden die histochem. Erscheinungen sowohl des GOLGI-App. als auch des Vitamins C bedeutend verstärkt. (Orient. J. Diseases Infants 25. 40. Mai 1939 [nach engl. Ausz. ref.])

SCHWAIBOLD.

**Kiyosi Terada**, *Wirkungen des Vitamins C und der verwandten Stoffe auf den Glykogenbestand*. Die Glykogenbldg. in der Leber von Kaninchen wird durch l-Ascorbinsäure u. ebenso durch d-Araboascorbinsäure gefördert. Eine derartige Wrkg. wurde auch bei verschied. pflanzlichen Prodd. (Früchte, Grüntee) gefunden; ihre



Stärke geht jedoch nicht mit dem C-Geh. parallel; es handelt sich hierbei offenbar um die vereinigte Wrkg. von Ascorbinsäure, anderen Faktoren u. sonstigen Stoffen, die in diesen Prodd. vorkommen. Ähnliche Wirkungen, direkte u. indirekte, kommen auch bei chem. dargestellten Flavonverb. vor. (Tohoku J. exp. Med. **36**. 180—210. 30/7. 1939. Sendai, Univ., Med. Klinik. [Orig.: dtsh.]) SCHWAIBOLD.

**Sakae Utsumi und Kaneomi Kurihara**, *Die Wirkung des Sehorgans auf den Vitamin-C-Gehalt von Organgewebe*. Durch experimentellen Katarakt wird der C-Geh. der Linse bei Kaninchen deutlich vermindert, derjenige anderer Organgewebe (Leber, Milz u. a.) dagegen nicht verändert. Durch Entfernung der Linsen oder der Augäpfel wird der C-Geh. von Leber u. Milz etwas erhöht. Bei Haltung im Dunkeln während 3 Wochen sinkt der C-Geh. der Organgewebe etwas. (Sei-i-kai med. J. **56**. 4. 1937. Tokyo, Jikei-kwai Med. Coll., Labor. Biol. Chem. [nach engl. Ausz. ref.]) SCHWAIBOLD.

**Kaneomi Kurihara**, *Über die Wirkung von Lebergiften auf die Vitamin-C-Gehalte der Organe von Kaninchen*. Durch Vergiftung mit P, Hydrazinsulfat, CCl<sub>4</sub> oder CHCl<sub>3</sub> wird der C-Geh. der Organe (Kammerwasser, Krystalllinse, Leber, Milz, Niere u. Nebenniere) deutlich vermindert. Durch Blockierung des endothelialen Syst. (Tuscheinjektion) wird der C-Geh. der Leber erhöht, derjenige der Nebenniere etwas vermindert u. derjenige der anderen Organe nicht verändert. Die Leber spielt demnach eine erhebliche Rolle im C-Stoffwechsel. (Sei-i-kai med. J. **56**. 2—3. 1937. Tokyo, Jikei-kwai Med. Coll., Labor. Biol. Chem. [nach engl. Ausz. ref.]) SCHWAIBOLD.

**Kaneomi Kurihara**, *Über die Wirkung wiederholter Phlorrhizininjektion oder von Adrenalektomie auf die Vitamin-C-Gehalte von Organen*. Durch erstgenannte Behandlung wird bei Kaninchen der C-Geh. der Linse vermindert, derjenige des Kammerwassers, der Leber u. der Nebenniere dagegen nicht verändert; durch Adrenalektomie wird nur der C-Geh. des Kammerwassers etwas vermindert. (Sei-i-kai med. J. **56**. 3—4. 1937. Tokyo, Jikei-kwai Med. Coll., Labor. Biol. Chem. [nach engl. Ausz. ref.]) SCHWAIBOLD.

**Fritz Verzár**, *Die Funktion der Nebennierenrinde*. Basel: Schwabe. 1939. (266 S.) gr. 8<sup>o</sup>. Lw. b. nn M. 15.—; Fr. 25.—.

#### E<sub>g</sub>. Pharmakologie. Therapie. Toxikologie. Hygiene.

**Clifford R. Orr, George D. Popoff, Raylond S. Rosedale und Bird R. Stephenson**, *Über die Wirkung von Thoriumdioxid bei der Einspritzung in Kaninchen*. Nach einem Überblick über die vorliegende Literatur, die sehr ausführlich zitiert ist u. dem Ausfall von Unters. an Kaninchen wird gefordert, daß Thoriumdioxid Menschen nicht injiziert werden soll. Es wird nicht ausgeschlossen, blockiert das reticulo-endotheliale System u. schädigt das Parenchym von Leber u. Milz. Seine radioakt. Eigg. können ebenfalls Anlaß zu Schädigungen geben. (Radiology **30**. 370. 1938. Buffalo, City Hosp.) WADEHN.

**Mario Milone**, *Über die Nesselwirkung der Chloroxime*. Das Chlorisonitrosoacetone, CH<sub>3</sub>·CO·C(:N·OH)Cl (I), dessen Darst. aus Aceton, HNO<sub>3</sub> u. HCl in größerem Maßstab angegeben ist, besitzt starke Nesselwrkg. auf die Haut, die es als Kampfstoff geeignet erscheinen läßt. Wie Vers. zeigten, ist es gegen W. viel beständiger als das Chloracetone. Die Aggressivität von I hängt wahrscheinlich zusammen mit seiner leichten Rk.-Fähigkeit mit Protiden u. Lipiden u. seinem Vermögen, sich in wss. Lsg. spontan umzulagern, wobei sich Methylchlorglyoxim, CH<sub>3</sub>·C(:N·OH)·C(:N·OH)Cl, Prismen, F. 184°, abscheidet. Im Gegensatz zu I haben Chloracetonoxim, CH<sub>3</sub>·C(:N·OH)·CH<sub>2</sub>Cl, Chlorisonitrosoacetophenon, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·CO·C(:N·OH)Cl, u. Chloracetophenonoxim, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·C(:N·OH)·CH<sub>2</sub>Cl, keine Nesselwrkg., sondern nur Reizwrkg., ersteres stark, die beiden letzteren viel schwächer. (Ann. Chim. applicata **29**. 360—66. Aug. 1939. Turin, Univ.) BEHRLE.  
\* **Chai Heung Kim**, *Über das Schicksal der Dehydrocholsäure und der Dehydrodesoxycholsäure im Kaninchenorganismus*. Bei Verabreichung von Dehydrocholsäure sowie von Dehydrodesoxycholsäure an B-avitaminöse Kaninchen wurde Desoxycholsäure im Harn ausgeschieden. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **255**. 267—70. 1938. Okayama, Physiolog.-chem. Inst. der Med. Fakultät.) KOBEL.

**A. W. Forst und Zengo Kanda**, *Über die Wirkung der Solanaceenalkaloide unter Berücksichtigung ihrer optischen Isomerie und ihrer Spaltprodukte*. Ein wesentlicher Unterschied zwischen l-Hyoscyamin u. l-Scopolamin u. ihren opt. Isomeren in bezug auf ihre Wrkg. auf das Nervenzentrum, geprüft an der Motilität der Maus, war nicht zu finden. — Von d-Hyoscyamin ist zur Erzielung der gleichen mydriat. Wrkg. am Auge der Maus das 40-fache der bei l-Hyoscyamin erforderlichen Dosis notwendig; das Verhältnis liegt in diesem Falle bei l-Scopolamin u. d-Scopolamin wie 1:10. Die mydriat. Wrkg. von l-Scopolamin ist 3,5-mal stärker als die des Atropins. — Bei alkalot. u. azidot. Tieren hält die Wrkg. der genannten Alkaloide länger an als normal. — Tropin



u. Tropensäure erweitern, einzeln gegeben, bei subcutaner Injektion erst in stark tox. Dosen die Pupille der Maus. Bei alkalot. Tieren wirkt das Gemisch beider in subtox. Dosen potenziert, was bei n. Tieren nicht der Fall ist. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 192. 405—13. 3/6. 1939. München, Univ., Pharmakol. Inst.) WAD.

**Wolfgang Heubner und Wolfgang Albath**, *Über die entzündungswidrige Wirkung des Reinazolens aus Matricaria Chamomilla L.* Das aus dem äther. Öl der Matricaria Chamomilla gewonnene Azulen stellt die entzündungswidrige Komponente des Kamillenöles dar. Der Nachw. erfolgte mit Hilfe der Senfölschämose an Kaninchen u. an Erythemen von Mensch oder Ratte. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 192. 383—88. 3/6. 1939. Berlin, Univ., Pharmakol. Inst.) WADEHN.

**Borivoj Vyroubal**, *Zephirol in der Chirurgie.* Zephirol wird zur Schnelldesinfektion der Hände, Instrumente u. der Nähseide bei dringenden Eingriffen u. schließlich zur Desinfektion frischer Wunden empfohlen. (Fortschr. Therap. 15. 507—09. Sept. 1939. Cakovec-Jugoslawien, Ban-Krankenhaus.) JUNKMANN.

**E. Wanderer und H. Müller**, *Erfahrungen mit Transargan bei der Gonorrhoebehandlung.* (Hippokrates 10. 972—73. 14/9. 1939. Wien, Wilhelminen-Spital.) PFL.

**H.-A. Oelkers**, *Zur Pharmakologie der Anthelminthica.* Zusammenfassende Darst. der Zus., Wrkg.-Weise u. Toxizität der als Wurmmittel benutzten Drogen u. chem. definierten Stoffe. (Fortschr. Therap. 15. 485—96. Sept. 1939. Hamburg, Univ., Pharmakol. Inst.) JUNKMANN.

**Helmut Schlegel**, *Über arekanußhaltige Wurmmittel.* Arekanuß, Arecolin u. arecolinhaltige, im Handel befindliche Wurmmittel wurden am Meerschweinchendünndarm u. bes. am Hunde mit OETTELScher Dünndarmfistel geprüft. Im Samen Arecae wurden nach ersterer Meth. 0,45, nach letzterer 0,60% Arecolin ermittelt. In den Wurmmitteln fand sich 0,01—0,10% Alkaloidgehalt. Arecolin u. das in der Arekanuß enthaltene Guracolin erregen Darmspasmen. Arecolin wird verhältnismäßig leicht resorbiert, seine Anwendung in Wurmmitteln ist daher sehr bedenklich. Rezeptzwang für Arekanuß u. für Wurmmittel mit höherem als einem zugelassenen %-Satz an Arecolin ist daher zu fordern. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 192. 389—404. 3/6. 1939. Berlin, Univ., Pharmakol. Inst.) WADEHN.

**Hermann Krek**, *Argotropin und Detoxin. Eine neue Therapiekombination.* Bei entzündlichen, infektiösen u. traumat. Reizerscheinungen des Gehirnes, ebenso bei Polyarthritiden hatte die abwechselnde Behandlung mit *Argotropin* u. *Detoxin* (einen Tag um den anderen gegeben) ermutigenden Erfolg. (Med. Klin. 35. 1250—51. 15/9. 1939. Graz, Krankenhaus Barmherzige Brüder, Nervenabt.) WADEHN.

**H. Kellner**, *Zur Histopathologie der Knochen bei chronischer experimenteller Fluorverabreichung.* Die Folgen für die Knochenbildg. bei einer frühzeitigen Verfütterung von NaF an junge Hunde werden ausführlich beschrieben. Am Skelett bildet sich ein krankhafter Zustand aus, der in manchem der Rachitis gleicht. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 192. 549—69. 3/6. 1939. Innsbruck, Univ., Patholog. anatom. Inst.) WADEHN.

**J. Cathala, R. Hazard, H. Maschas und R. Jequier**, *Akute Anilinvergiftung.* Beschreibung einer tödlich verlaufenden Vergiftung bei einem 1½-jährigen Kinde. — Die beim Kaninchen nach intravenöser Injektion von Anilin auftretenden Veränderungen in der Alkalireserve, Cl u. Glucose im Blut u. Veränderungen in der Atmung werden kurz mitgeteilt. (Ann. Méd. 43. 187—94. 1938.) WADEHN.

**E. Meulengracht und E. Lundsteen**, *Die Cyanose und Anämie bei chronischer Acetanilidvergiftung.* Die chron. Acetanilidvergiftung führt zu einer charakterist. graubläulichen, violetten Cyanose, die auf p-Amidophenolderivv. u. nicht auf Methämoglobin beruht. Die Vergiftung bewirkt ferner eine Anämie, die gelegentlich sehr schwer sein kann, bei Absetzung des Acetanilids aber wieder schwindet. (Folia haematol. [Leipzig] 63. 89—99. 1939. Kopenhagen, Bispebjerg-Hosp., Inn. Abt. B.) PFLÜCKE.

## F. Pharmazie. Desinfektion.

**J. Maizite**, *Über den Extrakt des Dornfarns.* 45 verschied. Muster von Wurzelstöcken von *Aspidium dilatatum* aus Lettland ergaben im Mittel 10,15% Extrakt, der einen Rohfiliceingeh. von 35,12% aufwies, dessen biol. Wertbest. 0,0186 g als kleinste Gabe des Extrakts zeigte, die kleine Fischchen in 1/2 Stde. tötete. Der höchste Extrakts- u. Rohfiliceingeh. wurde in Juli beobachtet. Im nördlichen Teil des Balt. Gebietes erwies sich die *A. dilatatum*-Droge als wirksamer als in Mitteleuropa. Das Rohfilicin aus Lettland enthält in größerer Menge *Aspidin*, *Albaspidin* u. *Aspidinin*, in kleinerer Menge *Flavaspidsäure*. Als neuer Bestandteil wurde *Nephrocin*, F. 188



bei 189° unter Rotfärbung, gefunden. (Latvijas Univ. Raksti [Acta Univ. Latviensis], chem. Ser. 4. 503—28. 1939.)

BEHRLE.

**J. Maizite**, *Über das Fett des Dornfarns*. Aus den Mg-Rückständen von der Bereitung des Rohfilicins aus *Aspidium dilatatum*-Droge wurden mit Pae. 35,50—38,95% eines grünen *Fettes* extrahiert, das bei 21—30° erstarrte. Es sind die Kennzahlen von Fett aus 2 Gegenden Lettlands [Jaungulbene (1. Zahl) u. Valmiera (2. Zahl)] gegeben: SZ. 0,66, 4,60; VZ. 157,40, 181,60; EZ. 156,74, 176,50; RVMZ. 8,32, 5,46; POLENSKE-Zahl 0,37, 1,25; JZ. (HANUS) 116,7, 87,20; RhZ. 67,31 (von Valmiera). Zus. des Fettes: 14,4—20,9% Unverseifbares, 7,2% Glycerin, 60,5—77,5% wasserunlös. u. 1,58% flüchtige wasserlös. Säuren. Im Unverseifbaren fand sich 0,590% Phytosterin, wovon 0,433% gebunden, die Hauptmenge des Unverseifbaren bestand aus hochmol. Fettalkoholen. Die wasserunlös. Säuren ließen sich zerlegen in feste (5,6%) u. fl. Säuren. Letztere bestanden vorwiegend aus Ölsäure mit 16,60—21,11% Linolsäuregehalt. Die flüchtige wasserlös. Säure war Buttersäure. (Latvijas Univ. Raksti [Acta Univ. Latviensis], chem. Ser. 4. 529—46. 1939.)

BEHRLE.

**Angelo Ferraris**, *Lebertransalben*. Bericht über die LÖHRschen Erfahrungen mit Lebertransalben u. Rezepte zu ihrer Herstellung. (Boll. chim. farmac. 78. 379—81. 30/7. 1939. Novara.)

GRIMME.

**Cesare Poggio**, *Allgemeine Mitteilungen über das französische Arzneibuch*. (Boll. chim. farmac. 78. 322—24. 30/6. 1939. Mailand.)

GRIMME.

**Lorenzo Bracaloni**, *Technik der Herstellung von Calciumcamphersulfonatampullen*. Vf. schlägt eine Doppelfiltration der Lsg., durch Papierfilter, darauf durch Filterkerze, vor mit nachfolgender 1-std. Sterilisierung bei 100°. (Boll. chim. farmac. 78. 145—47. 30/3. 1939. Florenz.)

GRIMME.

**U. Gallo und V. Baldini**, *Binäres System Sulfanilamid-Thymol*. Sulfanilamid u. Thymol ergaben bei der therm. Analyse ein eutekt. Gemisch vom F. 48,8° von 97,7% Thymol u. 2,3% Sulfanilamid u. eine partielle Mischzone von 72,2—46,7% Sulfanilamid. Die Mischung mit 44,5% Sulfanilamid ist überschmolzen u. blieb bei Zimmer-temp. mehrere Tage flüssig. (Boll. chim. farmac. 78. 317—20. 30/6. 1939. Mailand.)

GRI.

**Leonhard Birkofer**, *Über 4,5-Dimethylsalpirin*. Erhitzen von 1,2,4-Xylenol u. NaOH unter 35 at CO<sub>2</sub>-Druck auf 170° (12—14 Stdn.) ergab 4,5-Dimethylsalicylsäure, F. 200° (C<sub>9</sub>H<sub>9</sub>O<sub>3</sub>Na, Prismen). Daraus mit Essigsäureanhydrid + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 90—100° O-Acetyl-4,5-dimethylsalicylsäure (4,5-Dimethylsalpirin), C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>O<sub>4</sub> (I), Nadeln, F. 122°. — 4,5-Dimethylsalicylsäuremethylester, C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>, Tafelchen, F. 33°, sd. im Hochvakuum von 10<sup>-3</sup> mm bei 60—70°. — 4,5-Dimethylsalicylsäurephenylester (Dimethylsalol), C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>, Tafelchen, F. 85°. — O-Acetyl-4,5-dimethylsalicylsäuremethylester, C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>, Prismen, F. 74—75°. — Bei Fütterungsverss. an Kaninchen zeigte I eine bessere Verträglichkeit als Aspirin. Beide Verb. wirkten an Mäusen gleich stark tox., ihre antipyret. Wrkg. wurde an Kaninchen, Affen u. Menschen geprüft. Bei Kopf- u. Zahnschmerzen, sowie Grippe ist die analget. Wrkg. von I hervorragend. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 261. 87—92. 29/8. 1939. Heidelberg, Kaiser-Wilhelm-Inst. f. medizin. Forsch.)

BEHRLE.

**F. Schlemmer und C. Törber**, *Die Hitzesterilisation von Traubenzuckerlösungen*. Beim Erhitzen von Traubenzuckerlsgg. tritt eine Konz.-Minderung um etwa 5% ein, die bei 20—50%ig. Lsg. nicht stärker als bei verd. Lsg. u. von der Bldg. geringer Mengen saurer Rk.-Prodd. (Absinken des p<sub>H</sub> um etwa 1 Einheit) begleitet ist. Da die Zers. der Lsg. nicht erheblich ist, erscheint die Erhitzung im Autoklaven als die zweckmäßigste Form der Entkeimung. (Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 80. 549—53. 31/8. 1939. München, Univ.)

MANZ.

**A. Jerofejew**, *Versuch zur Desinfizierung von Schiffen mit Blausäurepräparaten*. Vf. gibt Anweisungen für die Desinfektion von Schiffen mit „Cyanschmelze“ (Gemisch von Ca- u. Na-Cyanid mit geringen Beimengungen von Kohle, CaC<sub>2</sub>, CaO usw.) u. mit „Zyklon B“ (Diatomit bzw. Papiermasse, getränkt mit fl. HCN). (Военно-Санитарное Дело [Kriegs-Sanitätswes.] 1939. Nr. 6. 33—39.)

R. K. MÜLLER.

**E. Schulek und I. Floderer**, *Colorimetrische Bestimmung von Ferro- und Ferri-eisen in Gegenwart von Aluminium, Mangan, Zink, Quecksilber, Kupfer, Phosphorsäure, bzw. von organischen Substanzen, mit besonderer Berücksichtigung der Arzneipräparate*. (Z. analyt. Chem. 117. 176—95. 1939. — C. 1939. II. 471.)

H. ERBE.

**D. Krüger**, *Zur Charakterisierung von Acetylsalicylsäurepräparaten. Die jodometrische Bestimmung der Salicylsäure*. Zur Unters. von Unterschieden in der chem. Zus. der Acetylsalicylsäurepräpp. war es notwendig, diese mit größter Genauigkeit zu erfassen. F.-Bestimmungen erscheinen ungeeignet. Verschied. Titrationsmethoden werden diskutiert u. von ihnen die jodometr. Best. als einwandfrei befunden u. auf ihre Beeinflussung durch Alkali, Jodüberschuß, Wartezeit untersucht. Die Meth.



ist frei von systemat. Fehlern. Es gelang Vf., Unterschiede der chem. Zus. der Präpp. von der Größenordnung einiger ‰ nachzuweisen. 4 Handelspräpp. wurden untersucht. (Z. analyt. Chem. 117. 318—25. 1939. Berlin, Techn. Hochsch., Techn.-Chem. Inst.) BRUNS.

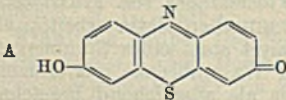
**Walther Meyer**, *Über die Prüfung und die Wirksamkeit der Tinctura Strychni*, D. A.-B. VI. Bei der maßanalyt. Best. des Gesamtalkaloidgeh. ist an Stelle des im D. A.-B. VI angegebenen durchschnittlichen Mol.-Gew. von 364,2 entsprechend dem natürlichen Verhältnis von Strychnin: Brucin in der Droge von 44:56 367,6 zu verwenden. Der bei der Aufbewahrung der Tinktur eintretende Alkaloidschwund erfaßt nur das Brucin. Die Bereitungsvorschrift ist an Stelle von 1 Teil Droge auf 10 Teile Weingeist auf ein Verhältnis 1:9 oder 15:140 umzuändern, weil sich bei Drogen mit genau 2,5‰ Alkaloidgeh. minderwertige Tinkturen ergeben, die durch Zusatz von Brucin „berichtigt“ werden können. Für die Bewertung ist eine Vorschrift zur Ermittlung des therapeut. wirksamen Strychnins erforderlich. (Dtsch. Apotheker-Ztg. 54. 913—16. 26/8. 1939 Leipzig.) MANZ.

**Santendo Kabushiki-Kaisha**, Osaka, Japan, *Injizierbare Aminosäurezubereitungen*. Aminosäurelsg., z. B. von *Glykoll*, *Alanin*, *Valin*, *Leucin*, *Prolin*, *Oxyprolin*, *Phenylalanin*, *Asparagin*, *Glutaminsäure*, *Oxyglutaminsäure*, *Serin*, *Thyrosin* usw., werden mit *Alkali*- oder *Erdalkalihydroxyden* neutralisiert, mit *Monohekosen* erhitzt, nochmals neutralisiert u. sterilisiert. (Holl. P. 46 096 vom 31/7. 1936, ausg. 15/7. 1939.) HEINZE.

**Johann A. Wülfig**, übert. von: **Gustav Adolf Rudolf von Wülfig und Ernst Moritz Hermann Rosskoth**, Berlin, *Injizierbare Lösungen von Calciumsalzen organischer Säuren*, bes. von *Milchsäure*, gek. durch einen Zusatz von *Natriummaleinat* bzw. von *Maleinsäure* (I). Z. B. einer 10‰ig. Lsg. von *Calciumlactat* (II) in heißem W. werden 3‰ I zugesetzt. Oder einer 12‰ig. Lsg. von II in heißem W. werden 4 Teile I zugesetzt u. nach dem Abkühlen wird mit *NaOH* bis  $pH = 6-6,4$  neutralisiert. Die Lsgg. werden steril in Ampullen gefüllt u. sind haltbar. (E. P. 510 118 vom 8/8. 1938, ausg. 25/8. 1939. D. Prior. 6/8. 1937.) HEINZE.

**Chemische Fabrik von Heyden Akt.-Ges.**, Radebeul (Erfinder: **Rudolf Gebauer**, Dresden), *Herstellung von Di-(p-phenetyl)-(2-äthoxyppyridyl-5)-guanidin*, dad. gek., daß man in weiterer Ausldg. des Verf. des Hauptpatents das gegebenenfalls erhaltene Gemisch von *Diphenetyläthoxyppyridylguanidin* u. *Triphenetylguanidin* mit Hilfe der verschied. Salzsäurelöslichkeit der Hydrochloride beider Basen trennt. Verwendung als Lokalanästhetica. (D. R. P. 679 972 Kl. 12 o vom 1/12. 1937, ausg. 17/8. 1939. Zus. zu D. R. P. 665 510; C. 1939. I. 184.) M. F. MÜLLER.

**Henry A. Wallace**, Secretary of Agriculture of the USA, übert. von: **Floyd De Eds**, **John O. Thomas**, San Francisco, und **Clyde W. Eddy**, Pullman, Wash., V. St. A., *Herstellung von Thionol*. *Phenothiazin* (2 g) in 200 ccm A. gelöst, werden nach u. nach zu einer Lsg. von 80 ccm konz. HCl, 4 ccm  $H_2O_2$  (30‰ig) in 1000 ccm dest. W. bei etwa 80° zugesetzt. Man kühlt dann ab u. extrahiert aus der Lsg. das Thionol der Formel **A** mit Chloroform. — **A** löst sich in saurem, neutralem oder alkal. Urin u. dient als *antisept. Mittel*. (A. P. 2 162 686 vom 28/1. 1939, ausg. 13/6. 1939.) MÖLLERING.



**Alba Pharmaceutical Co. Inc.**, New York, N. Y., V. St. A., übert. von: **Hans Hahl**, **Ludwig Taub** und **Friedrich Leuchs**, Wuppertal-Elberfeld, *Desinfektionsmittel*, bestehend aus *quaternären Chinoliniumverbb.* mit wenigstens einem nicht acylierten aliphat. gebundenen Rest, der mindestens 6 C-Atome enthält. Z. B. *6-Hexyloxybenzylchinoliniumchlorid*, *6-Benzoyloxybenzylchinoliniumchlorid*, *6- oder 7-Dodecyloxybenzylchinoliniumchlorid*, *6-Dodecyloxymethylchinoliniumchlorid*, *6-Hexylthiobenzylchinoliniumchlorid*. Die Verbb. sind oberflächenakt., haben Waschwirkg. u. sind auch in saurer Lsg. wirksam. (A. P. 2 152 047 vom 5/9. 1934, ausg. 28/3. 1939. D. Prior. 14/9. 1933.) HEI.

**Catharina Weidner geb. Ratjen**, Berlin-Charlottenburg, *Haltbare Desinfektionsmittel aus sauren Rhodaniden*, dad. gek., daß geringe Mengen von solchen Metallen bzw. ihren Verbb. zugesetzt werden, die die  $H_2S$ -Entw. verhindern. Z. B. (25 g)  $NaSCN$  (I), 25  $KHSO_4$  (II), 450 W. u. 0,05  $CuSO_4$  oder 25 I, 25 II, 450 W. u. 0,004 Cu oder 25 I, 25 II, 450 W. u. 0,05  $MoO_3$ . (D. R. P. 677 675 Kl. 30 i vom 12/6. 1935, ausg. 30/6. 1939.) HEINZE.

**Fahlberg-List Akt.-Ges.** Chemische Fabriken, Deutschland, *Phenylmercuriverbindungen*. Phenylmercuriacetat wird mit mehrwertigen Phenolen in wss. oder alkoh. Lsg. bei 35—50° umgesetzt. Auf diese Weise sind z. B. *Monophenylmercuribrenzcatechin*, *-pyrogallol*- u. *-phenyläthylresorcin* erhältlich. *Desinfektionsmittel*. (E. P.



510 063 vom 19/9. 1938, ausg. 25/8. 1939. D. Prior. 17/9. 1937. Zus. zu E. P. 488 306; C. 1938. II. 4376. F. P. 49 782 vom 8/9. 1938, ausg. 17/7. 1939. D. Prior. 17/9. 1937. Zus. zu F. P. 827 299; C. 1938. II. 951.) NOUVEL.

Merck & Co. Inc., übert. von: William H. Engels, Rahway, N. J., V. St. A., *Entkeimen von Brutschränken* u. dgl. durch Verdampfen eines Überschusses von *Chlor-thymol* bei Temp. von etwa 96—104 F. Andere Organismen als Bakterien, z. B. Vögel, werden nicht getötet. (A. P. 2 164 316 vom 14/2. 1935, ausg. 4/7. 1939.) HEINZE.

## G. Analyse. Laboratorium.

Jack G. Roof, *Ein Halter für Pyknometer*. (Chemist-Analyst 28. 42. Juni 1939. Madison.) BRUNS.

J. Mazur, *Bemerkungen zu Stefan Zamenhofs Arbeit: Neue Methode für empfindliche Temperatur- und Druckmessungen*. Vf. stellt fest, daß der Gedanke der Meth. der Temp. u. Druckmessung von ZAMENHOF (C. 1939. I. 186) nicht neu ist, sondern daß eine ähnliche Meth. bereits von W. H. KEESOM (C. 1933. I. 2) ausgearbeitet worden wäre. Experimentelle Ergebnisse zeigten, daß diese Meth. nicht genügend genau wäre. (Acta phys. polon. 7. 272. 1938. Warschau, Polytechn. Schule.) I. SCHÜ.

S. Zamenhof, *Erweiterung auf die Bemerkungen von J. Mazur über meine Veröffentlichung: Neue Methode für empfindliche Temperatur- und Druckmessungen*. Vf. erwidert, daß in der Arbeit von W. H. KEESOM (C. 1933. I. 2) eine Anwendung der neuen Meth. zur genauen Temp.-u. Druckmessung nicht zu finden sei. Vf. erklärt ferner, daß seine Meth. für sehr niedrige Temp. ungeeignet sei. (Acta phys. polon. 7. 273—74. 1938. Warschau.) I. SCHÜTZA.

Otto Müller, *Elektrische Druckmessung. Kapazitive Druckmeßdosen*. Zusammenfassende Übersicht mit ausführlicher Literaturzusammenstellung. Bei kapazitiven Druckdosen wird ein Meßkörper elast. verformt u. dadurch die Kapazität eines Kondensators geändert, der in eine Wechselstromauschlagbrücke eingebaut ist. Besondere Vorteile sind der ohne Änderung des Meßgerätes lediglich durch Auswechslung der Druckdosen erzielbare weite Meßbereich u. die Möglichkeit, schnelle Druckänderungen mit einem Oscillographen zu verfolgen. (Arch. techn. Mess. 98. T 99—100. 4 Seiten. [V 132—16]. 31/8. 1939.) WULF.

Vilém Nessel, *Einfache Einrichtung zur Messung des spezifischen Widerstandes von Flüssigkeiten*. Um die Schwierigkeiten bei den üblichen, mit Nullpunktindikatoren versehenen App. auszuschalten, wird ein neues von N. V. PHILIPS' GLOEILAMPEN-FABRIEKEN entwickeltes Gerät verwendet. Die Einrichtung dient hauptsächlich zur Ausführung regelmäßiger Kontrollmessungen (Abwasser, Tränkwasser, Waschlauge usw.). (Chem. Obzor 14. 137—39. 30/7. 1939.) ROTTER.

P. Huc (de Mazamet), *Einfache Messung des Widerstandes von Flüssigkeiten*. Es wird eine App. beschrieben, die nach der KOHLRAUSCHSchen Meth. arbeitet, aber mit einfacheren Mitteln zusammengestellt ist. Sie arbeitet statt eines Summers mit 50-periodigem Wechselstrom aus dem Netz u. statt der Walzenbrücke mit einfachen Rheostaten. Für techn. Zwecke wird ihre Genauigkeit als ausreichend bezeichnet. (Halle aux Cuirs [Suppl. techn. mens.] 1939. 121—26. Juni.) ADENSTEDT.

J. Chloupek, *Eine einfache Kapazitäts-(Impedanz-)Brücke*. Zur Best. des Reinheitsgrades organ. Lösungsmittel wird die Messung der DE. verwendet. Eine Kapazitätsbrücke, nach dem Grundsatz der WHEATSTONESchen Brücke gebaut, wird zur Selbstherst. beschrieben. Sie eignet sich zu Messungen bis  $\epsilon = 12—15$ . (Chem. Listy Vědu Průmysl 33. 145—49. 10/4. 1939. Prag, Tschech. Techn. Hochsch., Inst. f. phys. Chem.) ROTTER.

J. Boeke und H. van Suchtelen, *Chemische Schnellanalyse mit der Quecksilbertropfelektrode und einem Oscillographen oder einer Meßbrücke als Anzeigergerät*. Es wird gezeigt, wie man durch Verwendung eines Kathodenstrahlosillographen oder einer Meßbrücke die chem. Analyse mit der Hg-Tropfkathode erheblich rascher ausführen kann als mit den üblichen registrierenden Geräten. (Philips' techn. Rdsch. 4. 243—49. Aug. 1939.) SKALIKS.

R. J. Walen und M. Haïssinsky, *Ein neuartiger Polarograph mit festen Elektroden*. Es wird ein App. zur automat. Aufnahme von Stromspannungskurven beschrieben, der mit festen Elektroden beliebiger Art u. Größe arbeitet. Mit Hilfe einer Kompensationsmeth. kann das Potential an der zu untersuchenden Elektrode linear mit der Zeit im Intervall von 40—400 mV/Min. verändert werden. Gleichzeitig mit der Stromstärke wird auch die Klemmspannung der Zelle gemessen. Die Meßgenauigkeit liegt zwischen 0,1 u. 1 mV. Die beschriebene App. kann u. a. zur Best. von Abscheidungspotentialen, Überspannungen, Oxydations-Red.-Potentialen, zur Messung von Restströmen u.



pH-Werten, sowie mit geringen Abänderungen zur Best. der Abscheidungsgeschwindigkeit radioakt. Substanzen benutzt werden. Als Anwendungsbeispiele werden untersucht: Die anod. Oxydation von Oxalsäure u. die Abhängigkeit des Abscheidungspotentials von der Konz. für Cd in Lsgg. von  $\text{CdSO}_4$  bei einer Konz. zwischen 0,001- u. 0,1-n. u. für Pb in 0,002- u. 0,1-n. Lsg. von  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ . Die Normalabscheidungspotentiale werden zu  $E_h^0 = -0,394 \text{ V}$  u.  $-0,395 \text{ V}$  für Cd u. zu  $E_h^0 = -0,144 \text{ V}$  für Pb gefunden. Weiterhin wird in einer mit  $\text{HNO}_3$  angesäuerten Lsg. von  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  das Abscheidungspotential von  $\text{PbO}_2$  zu  $+1,702 \text{ V}$  gemessen. Außerdem wird noch der Einfl. der Geschwindigkeit der Potentialänderung auf die kathod. Abscheidung von Pb untersucht. (J. Physique Radium [7] 10. 202—08. April 1939.) **BERNSTORFF.**

**J. Heyrovský**, *Die Anwendungen des Polarographen.* (Bul. Laboratoarelor 5. 22—23. 67—69. 106—09. 1939. — C. 1939. I. 2253.) **R. K. MÜLLER.**

**Donald Hubbard**, *Einige Bemerkungen zum Einfluß der Löslichkeit des Glases auf das Verhalten von Glaselektroden.* Nach einer Interferometermeth. wird die Löslichkeit verschied. Glassorten bestimmt: Die Löslichkeit steigt für die meisten alkal. Lsgg. stark mit dem pH-Anstieg oberhalb 8,5—9 an. Die Löslichkeit nimmt stark ab im Säurebereich oberhalb  $\text{pH} = 2$ . Diese Bereiche starker Löslichkeitsänderungen ( $\text{pH} = 8,5$  u. 2) entsprechen genau den Bereichen der „Spannungsanomalien“ der Glaselektrode. Ergänzende Messungen mit alkal. Lsgg., in denen lösl. Silicate nicht entstehen (ammoniakal. Lsgg.) bestätigen die obigen Zusammenhänge. (Bull. Amer. phys. Soc 13. Nr. 2. 29; Physic. Rev. [2.] 53. 935. 1938. Nat. Bur. of Standards.) **KOLL.**

**Jean Terrien**, *Anwendung lichtelektrischer Selenzellen für exakte Photometrie.* Unter Beachtung u. Ausschaltung der Fehlerquellen, die die Selenphotoelemente aufweisen, ist es durchaus möglich, die Elemente für exakte Photometrie zu verwenden. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 209. 300—01. 31/7. 1939.) **BRUNKE.**

**G. Hansen**, *Über die Möglichkeit lichtelektrischer Messungen mit dem Pulfrich-Photometer.* (Zeiss-Nachr. 3. 152—58. Juli 1939. Jena.) **GOTTFRIED.**

**R. W. Wossinski**, *Ein objektives Photometer mit Elektronenanzeiger.* Bei der beschriebenen Anordnung wird eine zur Hälfte lichtabsorbierende, zur anderen Hälfte das Licht diffus reflektierende Kugel um eine Achse gedreht, zu der senkrecht von zwei Seiten her Licht einfällt; das Licht geht durch eine Linse in eine Photozelle; die entstehende Wechselfspannung wird über einen Verstärker gleichgerichtet u. der Gleichstrom gemessen. Die einzelnen Teile des App. u. seine Wrkg.-Weise werden näher erläutert. (Журнал Технической Физики [J. techn. Physics] 9. 1034—36. 1939. Leningrad.) **R. K. MÜLLER.**

**N. Howell Furman**, *Elektrotitrationen. Ein Überblick über die neuen Richtungen.* Fortschrittsberichte über potentiometr., konduktometr. u. polarograph. Titration zwischen 1931—1939. (Trans. electrochem. Soc. 76. Preprint 20. 15 Seiten. 1939. Princeton, N. Y., Univ.) **GOTTFRIED.**

**František Poupě**, *Die Potentiometrie in der Praxis unter Verwendung eines besonderen Geräts.* Nach Darst. der Grundlagen der potentiometr. Maßanalyse u. der Doppelektrode (Pt, W) von E. MÜLLER beschreibt Vf. das zu seinen Messungen verwendete Elektronenvoltmeter, das im Schema wiedergegeben ist. Der Anodenstrom wird hier über Widerstände zu einem Galvanometer mit veränderlicher Empfindlichkeit (bis  $10^{-6}$  u.  $10^{-7}$ ) statt zu einem Milliampereometer geführt. (Chem. Listy Vědu Průmysl 33. 306—08. 1/9. 1939.) **ROTTER.**

**W. C. Johnson** und **A. J. Lindsey**, *Eine verbesserte Pufferlösung.* Die von Vff. aus Citronensäure,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , Borsäure u. Diäthylbarbitursäure hergestellte Pufferlsg. gestattet es, jeden pH-Wert zwischen 2,6 u. 12,0 schnell einzustellen. (Analyst 64. 490 bis 492. Juli 1939. London, Technical Institute Aldgate.) **BRUNS.**

#### a) Elemente und anorganische Verbindungen.

**M. Kuraš**, *Die Salze des Mercaptobenzimidazols.* (Collect. Trav. chim. tchèques 11. 13—20. 1939. [Orig.: frz.] — C. 1939. I. 4814.) **ECKSTEIN.**

**M. Kuraš**, *Das Mercaptobenzimidazol als Reagens in der analytischen Chemie* (Collect. Trav. chim. tchèques 11. 321—24. 1939. [Orig.: frz.] — C. 1939. I. 4814.) **ECK.**

**M. Kuraš**, *Analytische Eigenschaften des Mercaptobenzthiazols und des Mercaptobenzimidazols.* In der Arbeit mit G. SPACU (C. 1935. II. 2984) wurde die Bldg. von charakterist. Salzen des Mercaptobenzthiazols (I) u. des Mercaptobenzimidazols (II) mit Metallen der  $\text{H}_2\text{S}$ -Gruppe festgestellt. In den meisten Fällen sind es innere Komplexsalze, welche durch ihre Farbe u. Unlöslichkeit gek. sind. Mit I lassen sich: Cu, Cd (auch Trennungen beider), Pb, Bi, Tl, Au, mit II: Cu, Cd, Pb bestimmen. Die Kationen können in beiden Fällen von Alkali- u. Erdalkalimetallen getrennt werden. Es werden



die Arbeitsvorschriften für jedes Metall u. die Fehlergrenzen angeben. (Chem. Obzor 14. 145—48. 30/8. 1939. Brünn, Masar. Univ., Inst. f. analyt. Chemie.) ROTTER.

**E. A. Kocsis**, *Neue Daten zum Tüpfelnachweis einiger Ionen*. (Vgl. C. 1939. II. 2355.) Der Nachw. erfolgt in der Weise, daß 1 Tropfen der neutralen Probeslg. von Filterpapier S. u. S. Nr. 589 aufgesogen u. auf den noch feuchten Fleck ein Tropfen der Reagenslg. gebracht wird. 1. *Ag* gibt mit Benzopurpurin 4 B einen gut abgegrenzten braunen Ring um einen vom Farbstoff herrührenden roten Fleck. Erfassungsgrenze 0,03 mg *Ag*. — 2. *Pb* liefert mit Bromphenolblau folgendes Bild: der violette mittlere Teil ist von einem scharfen schmutzgelben Ring umgeben. Das Bild wird von einem lebhaft blauen Ring umsäumt, dessen äußerer Rand allmählich in die Farbe des Papiers übergeht. Erfassungsgrenze 0,025 mg *Pb*. Die Ggw. von *Ag* u. *Cu* stört die Reaktion. — 3. *Hg* bildet mit Benzopurpurin 4 B einen lebhaft rötlichvioletten, mit Bromphenolblau einen rötlichbraunen Fleck. Im 1. Falle beträgt die Erfassungsgrenze: 0,04 mg, im 2. Falle 0,015 mg *Hg*. — 4. *Hg*<sup>++</sup> ist mit Benzopurpurin als bläulichgrauer Ring, mit Bromphenolblau als ockergelber Fleck nachweisbar. Erfassungsgrenze: 0,025 bzw. 0,02 mg *Hg*<sup>++</sup>. Andere Ionen stören nicht. — 5. *UO*<sub>2</sub><sup>++</sup> gibt mit Benzopurpurin einen hellbraunen, mit Bromphenolblau einen rötlichbraunen Ring. Erfassungsgrenze: 0,035 bzw. 0,025 mg *U*. — 6. *Al* liefert mit Benzopurpurin einen lebhaft rötlichbraunen Fleck. Erfassungsgrenze: 5  $\gamma$  *Al*. — 7. Zum Nachw. von *Al* im filtrierten UV-Licht wird 1 cem der Probeslg. mit 1 Tropfen alkoh. Morinslg. versetzt u. mit einer Uviollampe (HAITINGER-REICHERT) durchleuchtet. Hierbei ist noch 0,001  $\gamma$  *Al* an der gut sichtbaren hellgrünen Fluoreszenz feststellbar. (Mikrochem. 27. 180—84. 11/8. 1939. Szegedin [Szeged], Ungarn, Univ.) ECKSTEIN.

**Agner Sampaio Galvão und Abilio Schwab**, *Beitrag zur Kenntnis der Schwefelbestimmung in Hüttenprodukten*. (Vorl. Mitt.) Im Anschluß an die bekannte S-Best. in Ölen u. Kohlen entwickeln Vff. ein Verf., bei dem 0,50—1,0 g Stahl in staubförmiger Vermahlung in der Mahlerbombe, vermischt mit der gleichen Menge chem. reinen Naphthalins, mit Hilfe eines Drahtes aus reinem Fe zur Verbrennung gebracht werden (am Boden der Bombe 30 cem dest. W.; O<sub>2</sub>-Druck 30 at); der gasförmige u. fl. Inhalt der Bombe wird mit Br<sub>2</sub>-W. enthaltendem W. aufgenommen, mit HCl angesäuert, bis zum Verschwinden des Br<sub>2</sub> erhitzt, eingengt, filtriert, in der Wärme mit BaCl<sub>2</sub> gefällt u. der Nd. von BaSO<sub>4</sub> gewaschen, bei 100° getrocknet u. gewogen. Die Vorteile des Verf. gegenüber solchen, bei denen der durch Zers. mit Säure gebildete H<sub>2</sub>S in Form von ZnS, CdS oder CuS oder jodometr. bestimmt wird, werden erläutert. Das Verf. bietet vor allem den Vorteil, daß auch das bei der Zers. gebildete (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>S (aus C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> u. H<sub>2</sub>S?) vollständig erfaßt wird. (Rev. Quim. Farmac. 3. 107—11. Mai 1938.) R. K. MÜLLER.

**Raluca Ripan-Tilici**, *Argentometrische Titration von seleniger Säure*. (Vgl. C. 1939. II. 1933.) Da ein Überschuß an Ag-Ionen Ag<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> in keiner Weise beeinträchtigt u. die Unlöslichkeit u. Reinheit des Nd. früher erwiesen worden ist, wurde eine direkte volumetr. Meth. ausgearbeitet. Als Adsorptionsindikatoren werden Fluorescein u. Diphenylcarbazon verwendet. Das Fluoresceinanion wird von (Ag<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub>)SeO<sub>3</sub><sup>2-</sup> nicht merklich, vom Ag-Körper (Ag<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub>)Ag<sup>+</sup> stark adsorbiert u. weist in adsorbiertem Zustand eine feuerrote Farbe auf, während diese in Lsg. gelbrosa ist. — Zur Titration wird die Lsg. von seleniger Säure mit NaOH bis zum pH von 9,6 (Thymolphthalein als Indicator) neutralisiert, dann mit 2—3 Tropfen einer alkoh. 0,2%<sub>ig</sub>. Fluoresceinlg. versetzt u. mit AgNO<sub>3</sub> unter dauerndem Schütteln titriert. — Beim Diphenylcarbazon wird dessen Farbänderung im alkal. Medium vom pH = 9 bis 11—12 benutzt. Im speziellen Falle des Selenitions wird nur die selenige Säure neutralisiert, die ein pH von 11—12 hat. Die Lsg. ist am Anfang violett gefärbt. Beim Äquivalenzpunkt schlägt die Farbe nach blau um, wobei sich der Nd. färbt u. sich die Lsg. klärt. Es muß hier wegen der in alkal. Medium begünstigten Zers. des Diphenylcarbazons rasch gearbeitet werden. (Z. analyt. Chem. 117. 326—30. 1939. Klausenburg [Cluj], Univ.) BRUNS.

**Hans Martin, W. Oettinger und W. Kuhn**, *Methode zur Bestimmung kleiner Mengen von freiem Chlor in Phosgen*. Es werden sehr kleine Mengen von freiem Cl<sub>2</sub>, die mit viel COCl<sub>2</sub> u. wenig J<sub>2</sub> gemischt in einer Verdünnung von 1: 10 000 vorliegen, mit einer Genauigkeit von 1—2%<sub>ig</sub> bestimmt. Das Prinzip der Meth. beruht auf dem quantitativen Umsatz von Cl<sub>2</sub>-Gas mit HgJ<sub>2</sub> zu HgCl<sub>2</sub>, während Phosgen bei Zimmertemp. mit HgJ<sub>2</sub> nicht reagiert. Aus der Gewichtsverminderung, die beim Übergang von HgJ<sub>2</sub> in HgCl<sub>2</sub> verbunden ist, lassen sich die Cl<sub>2</sub>-Mengen bestimmen. — Die Vers. zur Bereitstellung einer genau bekannten Cl<sub>2</sub>-Menge in der angegebenen Verdünnung u. die darauffolgende experimentelle Best. des in dem Gasgemisch enthaltenen Cl<sub>2</sub> werden beschrieben. Die Meth. läßt sich voraussichtlich auch auf Gemische von freiem



Cl<sub>2</sub> mit anderen Gasen übertragen. (Z. analyt. Chem. **117**. 305—17. 1939. Kiel, Univ., Ludwigshafen, Hauptlabor. der I. G. Farben, Basel, Univ., Phys.-chem. Inst.) BRUNS.

**W. Diemair** und **H. Fox**, *Erfahrungen über die Bestimmung kleiner Arsenmengen*. Vff. unterzogen die von GANGL u. SÁNCHEZ (C. 1934. II. 2714) angegebene Meth. zur Best. kleiner As-Mengen einer Prüfung auf ihre Brauchbarkeit für die As-Best. im Wein. Hierbei konnte in Übereinstimmung mit den Unterss. von DIEMAIR u. WAIBEL (C. 1938. II. 2741) die von GANGL u. SÁNCHEZ angegebene Genauigkeit des Verf. nicht bestätigt werden. Es ließen sich nur etwa 70—90% des vorgelegten As erfassen. Durch Abänderung einiger Vers.-Bedingungen gelang es, den Fehler bis auf einen konstanten Wert, auch bei der Best. des As im Wein, herabzudrücken. Diese Abänderungen bestehen in folgendem: 1. Genaue Regulierung des H<sub>2</sub>-Stromes, 2. Zusatz einer 2<sup>o</sup>/<sub>o</sub>ig. Pt-Chloridlg. als Katalysator, wodurch eine vollständige AsH<sub>3</sub>-Bldg. gewährleistet ist u. 3. Verwendung der austitrierten JCl-Lsg. zur Auflsg. des gebildeten As-Spiegels, wobei die Unsicherheit der ursprünglichen Titrationsweise weitgehend verringert wird. (Mikrochem. **26**. 343—48. 14/4. 1939. Frankfurt a. M., Univ., Inst. f. Nahrungsm.-Chem.) WOECKEL.

**G. Spacu** und **M. Vancea**, *Über eine indirekte volumetrische Bestimmungsmethode von Arseniaten*. Nach der beschriebenen Meth. wird zunächst AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup> mit AgNO<sub>3</sub> gefällt u. das überschüssige AgNO<sub>3</sub> nach VOLHARD zurücktitriert. Indem man die gravimetr. Meth. von ESCHWEILER u. RÖHR auf die volumetr. Best. abänderte, gelang es, Bedingungen zu finden, unter denen der gebildete Ag<sub>3</sub>AsO<sub>4</sub>-Nd. quantitativ ist. — Ausführung: In einem geeichten Kolben wird eine bestimmte Menge Cl-freien Arseniats gebracht, mit W. u. darauf mit 10%<sub>o</sub>ig. NH<sub>3</sub> bis zum Umschlagspunkt gegen Methylorange versetzt. Danach werden wenig verd. HNO<sub>3</sub>, NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> u. CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> zugefügt. Die neutrale Lsg. wird mit CH<sub>3</sub>COOH u. NH<sub>3</sub> versetzt, erwärmt u. darauf wird eine bestimmte Menge AgNO<sub>3</sub> unter Rühren zugelassen. Nach Filtrieren wird die aufgefüllte Lsg. nach VOLHARD titriert. Der Fehler der an Na<sub>2</sub>HAsO<sub>4</sub> ausgeführten Analysen lag zwischen 0,01 u. 0,07%. Die Werte stimmten mit denen anderer Best.-Methoden gut überein. (Bul. Soc. Ştiinţe Cluj România [Bull. Soc. Sci. Cluj, Roum.] **9**. 318—20. 20/6. 1939. Klausenburg [Cluj], Univ., Labor. de Chimie Anorganique et Analytique.) BRUNS.

**K. A. Wassiljew** und **M. L. Wegrin**, *Siliciumbestimmung in metallischem Magnesium*. Zwecks Vermeidung der Si-Verluste (in Form von Silanen) beim Auflösen des metall. Mg in Säuren, schlagen Vff. als Lösungsm. mit Br gesätt. 25%<sub>o</sub>ig. NH<sub>4</sub>Cl vor. (Заводская Лаборатория [Betriebs-Lab.] **7**. 263—67. März 1938.) REINB.

**O. Pročke** und **A. Šlouf**, *Die Bestimmung des Lithiums als Lithiumkaliumferriperjodat LiKFeJO<sub>6</sub>*. Li wird aus KOH-alkal. Lsg. (0,8—1,0-n.) durch einen mäßigen Überschuß einer stark alkal. Lsg. von Fe(JO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> in KJO<sub>4</sub> bei 90° als LiKFeJO<sub>6</sub> gefällt. Nach Abkühlen wird der Nd. abfiltriert, 3-mal mit je 2 ccm 0,25-n. KOH gewaschen u. jodometr. mit 0,1-n. Na<sub>3</sub>AsO<sub>3</sub>- oder Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Lsg. titriert. 1 ccm der Arsenitlg. entspricht 0,0867 mg Li, 1 ccm der Thiosulfatlg. 0,0771 mg Li. Während K, Rb, Cs u. Spuren Na nicht stören, müssen größere Mengen Na durch Behandeln der konz. Lsg. mit HCl-A. entfernt werden. (Collect. Trav. chim. tchèques **11**. 273—94. 1939. Prag, Karls-Univ. [Orig.: engl.]) ECKSTEIN.

**Albert C. Titus** und **Melving C. Cannon**, *Maßanalytische Aluminiumbestimmung unter Verwendung von Natriumcitrat*. Die schwach saure Fe-freie, zwischen 80 u. 430 mg Al enthaltende Probelsg. wird auf 50 ccm aufgefüllt. Zu 25 ccm dieser Lsg. gibt man 6 g KF u. titriert die freie Säure mit 0,5-n. CO<sub>2</sub>-freier NaOH gegen Phenolphthalein. Die restlichen 25 ccm der Lsg. versetzt man mit 25 ccm 0,61-mol. Na-Citratlg., fügt die für die erste Säurebest. erforderlich gewesene NaOH-Menge hinzu, füllt auf 100 ccm auf, kocht 5 Min. lang, kühlt ab u. titriert mit 0,5-mol. NaOH unter Verwendung von *Thymolphthalein-Phenolphthalein* als Indicator. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. **11**. 137—40. März 1939. Salt Lake City, Ut., Univ.) ECKSTEIN.

**E. Überbacher** und **K. Th. Dröscher**, *Methode der colorimetrischen Bestimmung des Chroms in Form der Trioxalatochromsäure*. Zur colorimetr. Best. von Cr wird dieses durch Kochen mit einem Überschuß an Oxalsäure in die intensiv blauviolett gefärbte [Cr(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>3</sub>]H<sub>3</sub> übergeführt. Man erhält den Komplex auch dann, wenn man von Chromat oder Bichromat ausgeht. Hier ist allerdings ein sehr großer Überschuß an Oxalsäure ca. 10 Mol/l Mol Cr anzuwenden. Die Verwendung freier Oxalsäure erlaubt auch die gewünschte Komplexumwandlung in Fällen, bei denen sich hochbas. u. durch längeres Kochen weitgehend verollte Komplexe in Lsg. befinden u. weiterhin bei solchen, die eine gewisse Stabilität gegen Oxalsäure erwarten lassen. Die Meth. läßt sich auch auf Cr-Leder anwenden, sofern nicht Farbstoffe von gefärbten Cr-Ledern die Colorimetrie unmöglich machen. Tabellen von untersuchten Cr-Brühen sowie Cr-Leder-



unters. sind angegeben. — Nach dieser Meth. läßt sich auch eine Basizitätsbest. vornehmen, wenn man nämlich den zur Colorimetrie bestimmten Ansatz mit Alkali titriert gemäß den Umsetzungsgleichungen: 1.  $\text{CrCl}_3 + 3 \text{C}_2\text{O}_4\text{H}_2 = [\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\text{H}_3 + 3 \text{HCl}$ ; 2.  $\text{CrCl}_2(\text{OH}) + 3 \text{C}_2\text{O}_4\text{H}_2 = [\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\text{H}_3 + 2 \text{HCl} + \text{H}_2\text{O}$ . Im 2. Falle ist also der Titrationsverbrauch um soviel Äquivalente kleiner als die zugesetzte Oxalsäuremenge, als sich OH-Gruppen im Cr-Salz befinden. Hierbei ist die Wahl des Indicators wichtig. Ein Mischindicator aus Methylrot u. Methylenblau im Verhältnis 1:1 — Umschlagspunkt zwischen  $\text{pH} = 4,4$  u. 6 von Violett nach Grün — hat sich bewährt. (Collegium [Darmstadt] 1939. 433—38. 19/8. 1939. Dresden, Fa. Th. Böhme, Labor., Darmstadt, Techn. Hochsch., Inst. f. Gerberchemie.) BRUNS.

**Otakar Quadrat und Vladimír Vočelák**, *Beitrag zur Phosphorbestimmung in Eisenhüttenprodukten*. Bei der Best. von P in Stahl wurde der mittlere Fehler bestimmt: a) bei Eindampfen mit  $\text{HNO}_3$  zur Trockne u. einmaligem Füllen mit Molybdatlsg. +0,5%; b) bei der Oxydation mit  $\text{KMnO}_4$  nach einmaliger Fällung +8,3%. — Es wurde ferner der Einfl. von K aus dem  $\text{KMnO}_4$  auf die Fällung, sowie der Einfl. der Ggw. von Ferrinitrat bei der Oxydation u. deren Vollständigkeit u. schließlich durch colorimetr. Fe-Best. die Reinheit des Phosphormolybdatnd. untersucht. — Mikroaufnahmen von Phosphormolybdat verschied. Herstellung. (Congr. Chim. ind. Nancy 18. II. 631—37. 1938.) BRUNS.

**L. E. Kaufmann**, *Prüfung der quantitativen Methoden der Thoriumbestimmung*. Zusammenfassung der C. 1936. II. 513. 1937. II. 2563. 1938. II. 2464. 1939. I. 194 referierten Arbeiten. (Труды Государственного Радиевого Института [Trav. Inst. Etat Radium] 4. 313—18. 1938.) GERASSIMOFF.

**M. W. Neustrujewa**, *Vergleich verschiedener Methoden der Bestimmung kleiner Mengen von Blei*. Unter Wahrung bestimmter Bedingungen liefern die colorimetr. Methoden der Best. kleiner Mengen Pb mit  $\text{Na}_2\text{S}$  u. *Tetramethyldiaminodiphenylmethan* gute Resultate. Die elektrolyt. Best. als  $\text{PbO}_2$  an der Anode ist ebenfalls von den Vers.-Bedingungen abhängig u. gibt sichere Werte bei geeigneter Elektrolytkonz. u. geeigneter Stromdichte ( $\text{HNO}_3$ -Konz. wird für langsame Elektrolyse zu 0,01-n., für schnelle Elektrolyse, während 3—6 Std., zu 0,1-n. angegeben). Das anod. abgeschiedene  $\text{PbO}_2$  wurde nach den beiden colorimetr. Methoden, sowie mit Hilfe des radioakt. Indicators  $\text{RaD}$  u. durch Wägung bestimmt; es zeigte sich, daß innerhalb der Vers.-Fehler sich das gesamte Pb als  $\text{PbO}_2$  an der Anode niederschlägt. (Труды Государственного Радиевого Института [Trav. Inst. Etat Radium] 4. 304—12. 1938.) GERASSIMOFF.

**Tadeusz Krokowski**, *Über die Fällung des Zinns aus alkalischer Lösung mit Bromwasser*. Sn läßt sich aus stark alkal. Lsg. vorteilhaft oberhalb  $30^\circ$  mit Br-W. fällen. Zur Beschleunigung der Ausfällung gibt man 1 ccm einer 20%ig.  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ -Lsg. zu. Der Br-Überschuß kann mit Hexamethylenetetramin gefällt u. diese Additionsverb. bei  $60^\circ$  wieder in Lsg. gebracht werden. Der gallertartige  $\text{SnO}_2$ -Nd. entspricht seinen Eig. nach der  $\alpha$ -Sn-Säure u. läßt sich gut filtrieren u. auswaschen. Geringe Mengen Oxalsäure schaden nicht, dagegen geben größere Mengen zu niedrige Werte. Zur Trennung des Sn von Sb ist diese Meth. infolge starken Okklusionsvermögens des  $\text{SnO}_2$  nicht geeignet. (Z. analyt. Chem. 117. 105—09. 1939. Posen, Univ. Inst. f. allg. Chem.) ERDMANN.

#### b) Organische Verbindungen.

**R. A. Day jr. und Robert N. Pease**, *Die Wasserbestimmung in organischen Flüssigkeitsgemischen*. Das Fl.-Gemisch wird zu einer genau gewogenen Menge wasserfreiem  $\text{CuSO}_4$  gegeben, kräftig geschüttelt, durch einen Jenaer Glasfiltertiegel filtriert, der Rückstand mit fl. *Butan* ausgewaschen u. gewogen. Die Gewichtszunahme gibt den W.-Geh. des Fl.-Gemisches an. Einzelheiten über die Herst. des fl. *Butans* im Original Die Genauigkeit dieser W.-Best. beträgt etwa  $\pm 1\%$ . (J. Amer. chem. Soc. 61. 524—25. 19/2. 1939. Princeton, N. J., Univ.) ECKSTEIN.

**Margery Masters**, *Schwefelbestimmung in organischen Substanzen*. Zur S-Best. in organ. Substanzen wurden 3 Oxydations- u. 1 Red.-Meth. untersucht. — 1. Schmelzen mit  $\text{Na}_2\text{O}_2$  gibt gute Resultate, aber häufig treten Explosionen auf. 2. Die BENEDICT-DENIS-Meth. wurde als unzuverlässig befunden, da sie Methionin-S nicht quantitativ zu bestimmen vermag. 3. Die Nitrat-Perchloratmeth. gibt gute Ergebnisse. 4. Zur Anwendung der Red.-Meth. mittels  $\text{H}_2$  für organ. Substanzen wurden Änderungen ausgearbeitet. Die Resultate sind von gleicher Genauigkeit wie 1 u. 3. Die Meth. arbeitet beträchtlich schneller als die der Oxydationsprozesse. Eine vollkommene Best. dauert 2—2½ Stunden. S-Verluste durch Verflüchtigung treten nicht ein. (Biochemic. J. 33. 1313—23. Aug. 1939. London, King's College Hospital.) BRUNS.

**V. A. Stenger, S. A. Shrader und A. W. Beshgetoor**, *Analytische Verfahren zur Methylbromidbestimmung*. 1. Zum raschen Nachw. von  $\text{CH}_3\text{Br}$  in der Luft genügt



der BEILSTEIN-Test, wenn dafür gesorgt wird, daß andere Halogene als Br' in der zu untersuchenden Luft oder dem Heizgas nicht zugegen sind. — 2. Zur quantitativen Best. des  $\text{CH}_2\text{Br}$  in der Luft wird die Verwendung von *Monodithanolamin* zur Hydrolyse des  $\text{CH}_3\text{Br}$  (an Stelle der bisher üblichen alkoh. KOH) empfohlen. Das entstehende Br' wird nach VOLHARD (bis 5 mg  $\text{CH}_3\text{Br}$  hernab) oder bei geringeren Mengen nach TER MEULEN bzw. KOLTHOFF u. YUTZY (C. 1937. II. 2038) bestimmt. — Einzelheiten des Arbeitsganges im Original. — 3. Zur  $\text{CH}_3\text{Br}$ -Best. in der Vernebelung ausgesetzt gewesenem Prodd. wird die Substanz (Mehl, Nüsse, getrocknete Früchte, Tabak u. a.) mit alkoh. KOH in Ggw. von NaCl verascht u. Br' nach dem Verf. von KOLTHOFF-YUTZY bestimmt. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 11. 121—24. März 1939. Midland, Mich., Dow Chem. Co.)

ECKSTEIN.

**Ladislau Spitzer**, *Bestimmung der Formaldehydsulfoxylsäure mittels Kupfersulfat*. (Vgl. C. 1938. II. 3960.) Das zu prüfende Natriumformaldehydsulfoxylat wird in schwefelsaurer Lsg. mit einer abgemessenen Menge  $\text{CuSO}_4$ -Lsg. oxydiert. Nach kurzem Stehen wird KJ zugesetzt u. das durch das überschüssige  $\text{Cu}^{++}$  freigemachte J titriert. (Ann. Chim. applicata 29. 184—86. April 1939. Ujpest, Chinoin Fabrik Chem.-Pharmazent. Prodd. A.-G.)

DESEKE.

**Max Bergmann und William H. Stein**, *Ein neues Prinzip zur Bestimmung von Aminosäuren und seine Anwendung auf Kollagen und Gelatine*. Sollen Aminosäuren in Eiweißhydrolysaten in Form schwerlösl. Salze bestimmt werden, so ist der erzielbaren Genauigkeit bekanntlich durch die mehr oder weniger große u. je nach der Zus. des Hydrolysats verschied. Löslichkeit der Salze eine Grenze gezogen. Diese Schwierigkeit läßt sich umgehen, wenn die Löslichkeit bzw. das Löslichkeitsprod. in jedem einzelnen Falle bestimmt wird. Zu diesem Zwecke werden zwei Fällungen mit verschied. großem Überschuß an Fällungsmittel ausgeführt u. nach Wägung der Fällungen, deren Geh. an Fällungsmittel bestimmt. Aus den erhaltenen Werten errechnet sich nach dem Massenwrgk.-Gesetz das Löslichkeitsprod. u. daraus der in Lsg. verbliebene Anteil der Aminosäure. An Hand einer Reihe von Probeanalysen von Gemischen verschied. Aminosäuren wird die große Genauigkeit der erzielbaren Resultate demonstriert. Weiterhin werden Ergebnisse von Bestimmungen des Prolingeh. von Gelatine u. Kollagen mitgeteilt. (J. biol. Chemistry 128. 217—32. April 1939. New York, Rockefeller Inst. f. med. Res.)

HAVEMANN.

#### d) Medizinische und toxikologische Analyse.

**I. Claudatus und A. Gheorghiu**, *Eine neue Mikromethode zur Bestimmung der Fettsäuren des Blutes nach Oxydation mit einem Gemisch aus Jodsäure und Schwefelsäure*. Das Prinzip der Meth. ist folgendes: Man extrahiert die Lipide des Blutes mit einem Ä.-A.-Gemisch, verseift, extrahiert den angesäuerten Rückstand mit Pae. u. dampft zur Trockne ein. Der Rückstand wird im geschlossenen Rohr mit  $\text{H}_2\text{O}_2$ , die in konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  gelöst ist, in Ggw. von Na-Wolframat bei  $200^\circ$  oxydiert. Das abgeschiedene J wird nach dem Verdünnen mit W. abdest. u. mit  $\frac{1}{25}$ -n.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  titriert. Genaue Arbeitsvorschrift im Original. (Mikrochem. 26. 311—13. 14/4. 1939.) WOECK.

**Rolf Kessler und Walter Tischendorf**, *Fluoreszenzuntersuchungen mit dem Thiel'schen Fluoreszenzphotometer an menschlichen Blutseren*. Es werden einige Verbesserungen des THIEL'schen Fluoreszenzphotometers mitgeteilt. Im allg. lassen sich die — in einzelnen Ausschnitten des Spektralgebietes vorgenommenen — Fluoreszenzhelligkeitsbestimmungen nur mit großer Vorsicht für diagnost. Zwecke benutzen. (Naunyn-Schmiedeberg's Arch. exp. Pathol. Pharmacol. 192. 590—99. 3/6. 1939. Leipzig, Med. Univ.-Klinik.)

WADEHN.

**V. Figura**, *Eine Mikromethode zur Bestimmung von Alkapton im Harn*. Die Meth. benutzt das Red.-Vermögen der Homogentisinsäure gegen ammoniakal. Ag-Lösung. Das abgeschiedene Ag wird abzentrifugiert, auf der Zentrifuge ausgewaschen, in konz.  $\text{HNO}_3$  gelöst u. mit  $\frac{1}{10}$ -n.  $\text{NH}_4\text{NCS}$  titriert. Als Ag-Lsg. verwendet Vf. eine Mischung von 50 ccm 2%ig.  $\text{AgNO}_3$ -Lsg., 40 ccm konz.  $\text{NH}_3$  u. 10 ccm Oxalsäure (Geh. nicht angegeben!), die im Dunkeln aufbewahrt werden muß. Auf 1 ccm Alkaptonharn gibt man 5 ccm dieser Lsg. u. nach 5 Min. 5 Tropfen einer 10%ig.  $\text{CaCl}_2$ -Lösung. — 1 ccm  $\frac{1}{10}$ -n.  $\text{NH}_4\text{NCS}$  = 0,00412 g Homogentisinsäure. — Die n. Bestandteile des menschlichen Harns stören nicht. (Atti R. Accad. naz. Lincei, Rend. [6] 29. 329—32. 1/4. 1939. Rom, Univ.)

OHLE.

**Argus Motoren Ges. m. b. H.** (Erfinder: Bernward Garre und Leonhard Perner), Berlin, *Temperaturbestimmung von Körpern mittels eines sein Aussehen ändernden Überzuges aus Metallverb.*, der seine Farbe nach der Abkühlung dauernd beibehält, bes. zur Prüfung der Zylinder luftgekühlter Brennkraftmaschinen, dad.



gek., daß 1. als Überzug Carbonate, wie Cu-, Mn-, Ni-, Fe-, Ag- oder Bi-Carbonate sowie deren Mischungen benutzt werden; — 2. Mischungen von Carbonaten verwendet werden, z. B. eine solche von einem Teil  $\text{CoCO}_3$  u. 5 Teilen  $\text{CdCO}_3$ , gegebenenfalls mit weiteren Carbonaten; — 3. der Auftrag des Überzuges durch das bei gewöhnlichem Farbauftrag bekannte Spritzen oder Tauchen erfolgt. Die Best. hat bes. Bedeutung bei der Entw. luftgekühlter Flugmotoren. (D. R. P. 679 796 Kl. 42 i vom 17/1. 1937, ausg. 15/8. 1939.)

M. F. MÜLLER.

**Siemens & Halske Akt.-Ges.** (Erfinder: **Heinrich Wilhelm Ernst**), Berlin, *Verfahren zur Strahlungsmessung mittels einer Ionisationskammer*, bei dem der durch die Kammerelektroden gebildeten Kapazität ein abnehmbarer Kondensator parallel geschaltet ist u. bei dem die mit dem vorher aufgeladenen Kondensator verbundene Kammer getrennt von dem Spannungsmeßgerät der zu untersuchenden Strahlung ausgesetzt wird, dad. gek., daß nach erfolgter Bestrahlung der Kondensator von der Ionisationskammer abgenommen u. so von der Kammer getrennt mit dem Meßgerät verbunden wird. — 3 weitere Ansprüche. (D. R. P. 679 784 Kl. 21 g vom 23/6. 1937, ausg. 16/8. 1939.)

ROEDER.

**Ansul Chemical Co.**, übert. von: **Walter O. Walker** und **William R. Rinelli**, Marinette, Wis., V. St. A., *Phosphorpenoxyd als Trockenmittel*. Quarzpulver von einheitlicher Korngröße wird mit W. gewaschen, mit Luft getrocknet u. mit 2—20% Phosphorpenoxyd gemischt. Das  $\text{P}_2\text{O}_5$  verteilt sich vollkommen auf der Quarzoberfläche, wenn die  $\text{P}_2\text{O}_5$ -Menge der Teilchengröße des Quarzes angepaßt wird. (A. P. 2 163 901 vom 25/8. 1938, ausg. 27/6. 1939.)

ZÜRN.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Reagenspapier zum Nachweis von Silber in alkalischer Lösung*. Papier wird mit einer *Thioharnstofflsg.* imprägniert, die ein Netzmittel enthält. Bei Anwesenheit von Silbersalzen, z. B. in Fixierbädern, bildet sich ein schwarzes  $\text{Ag}_2\text{S}$ . (F. P. 844 888 vom 18/10. 1938, ausg. 3/8. 1939. D. Prior. 19/10. 1937.)

M. F. MÜLLER.

**Joachim Gutschmidt**, Berlin (Erfinder: **Joachim Gutschmidt** und **Therese Gutschmidt**), *Schwangerschaftsreagenz zur Diagnose aus dem Harn*, dad. gek., daß als Reagens eine wss. oder alkoh. oder mit einem anderen geeigneten Lösungsm. bereitete Lsg. mit freiem oder abspaltbarem Jod zur Verwendung kommt. Wird ein solches Reagens einer im Reagensglas aufgekochten Probe von Schwangerenurin tropfenweise zugesetzt, so wird ein roter Farbstoff gebildet. Der rote Farbstoff ist mit Penton oder Amylalkohol ausschüttelbar u. tritt so noch deutlicher hervor. — Eine in ein Reagensglas gebrachte Urinprobe von etwa 5 cm wird über der Brennerflamme bis fast zum Sieden erhitzt. In die heiße Probe wird unter Umschütteln das nach folgender Vorschrift bereitete Reagens tropfenweise zugesetzt: Jodkali 2,5 g, Jod 2,5 g, dest. W. 100 g. Tritt eine Rotfärbung auf, so liegt Schwangerenurin vor. (D. R. P. 680 223 Kl. 42 i vom 27/3. 1938, ausg. 25/8. 1939.)

M. F. MÜLLER.

Josef Mika, *Die exakten Methoden der Mikroanalyse*. Stuttgart: Enke. 1939. (XII, 180 S.) gr. 8° = Die chemische Analyse. Band 42. M. 18.—; Lw. M. 19.60.

## H. Angewandte Chemie.

### I. Allgemeine chemische Technologie.

**William S. Pope**, *Diagramm für Gleichgewichtsberechnungen*. Für die Verdampfung u. Kondensation in einem Syst. von zwei oder mehr Komponenten, die dem **RAOULT**-schen Gesetz folgen, wird ein Diagramm mitgeteilt u. an Beispielen erläutert, in dem das Verhältnis der Partialdrucke zum Gesamtdruck, bzw. der Molenbrüche gegen die Gesamtmenge der restlichen Fl. (Mole pro 100 Mole der ursprünglichen Fl.-Menge) aufgetragen ist. (Chem. metallurg. Engng. 46. 228—29. April 1939. New York.) R. K. MÜ.

**Joseph H. Koffolt** und **James R. Withrow**, *Graphische Kontrolle von Lösungen im Fabrikationsgang*. Vff. geben Anleitung zur Herst. von Nomogrammen für den Ansatz von Lsgg., z. B. von  $\text{NaClO}$  oder Cellulosexanthat, u. erläutern ihre Anwendung. (Chem. metallurg. Engng. 46. 161—65. 170. März 1939. Columbus, O., State Univ.)

R. K. MÜLLER.

**Kermit Fischer**, *Neue Bestrebungen in der Strömungsmessung*. Überblick über die neuere Entw. der Strömungsmesser vom Typ des Rotamessers. (Instruments 12. 185. Juli 1939. Philadelphia, Pa., Fischer & Porter Co.)

R. K. MÜLLER.

**F. C. Stewart** und **J. S. Doolittle**, *Strömungsmessung mit Geräten zur Messung des Druckgefälles (Venturirohren, Stauränder, Düsen und Pitotrohren)*. Überblick über die allg. Energieverhältnisse u. die Grundlagen der Staudruckmessung mit Berechnungs-



beispielen; Besonderheiten einiger Typen von Meßgeräten. (Instruments **12**. 175—76. 178. 180. 182. 184. 186. 188—98. Juli 1939.) R. K. MÜLLER.

**P. C. Carman**, *Grundprinzipien der technischen Filtration. Eine kritische Übersicht über den gegenwärtigen Wissensstand.* Zusammenfassende Darst.: Der Filtrationsprozeß; die Bldg. starrer Filterkuchen; Filtration komprimierbarer Kuchen; die Natur der Strömung durch Filtermittel; Anwendung der Theorie auf Konstruktion u. Betrieb von Filtrationsanlagen. (Trans. Instn. chem. Engr. **16**. 168—88. 1938.) R. K. MÜLLER.

—, *Neue Hilfsmittel für die Filtration.* Beschreibung von Filterkörpern („Multipore“ von U. S. RUBBER Co.) aus Kautschuk mit mikroporösen Hohlräumen, die durch Ausdehnung von Luft durch einen Latexfilm erzeugt sind. Die Filter werden aus Weichgummi u. aus Ebonit hergestellt. Die durchschnittliche Porengröße beträgt 2  $\mu$ . (Chem. metallurg. Engng. **46**. 212—13. April 1939.) R. K. MÜLLER.

**H. Guinot** und **F. W. Clark**, *Azeotropische Destillation in der Technik.* In einem zusammenfassenden Vortrag behandeln Vff. als Beispiele für azeotrop. Dest. die Herst. von absol. A., Äthylacetat, Äthern u. Diäthylacetal, die Konzentrierung von Essig- u. Ameisensäure u. die Darst. von Essigsäureanhydrid. In der Diskussion werden einige Einzelfragen näher behandelt. (Trans. Instn. chem. Engr. **16**. 189—99. 1938.) R. K. MÜLLER.

**H. W. Harrigan** und **J. A. Boyd**, *Faktoren für die Wahl einer Trockentrommel.* Vff. erörtern die Unterschiede im Betriebsverh. zwischen direkt beheizten u. mit Heißluft betriebenen Trockentrommeln im Gegen- u. Gleichstromverf. u. ihre verschied. Anwendungsgebiete. (Chem. metallurg. Engng. **46**. 214—17. April 1939. Boston, Mass.) R. K. MÜLLER.

**Armour & Co.**, übert. von: **James Harwood** und **William O. Pool**, Chicago, Ill., V. St. A., *Schwimmaufbereitung von Erzen.* Der wss. Trübe wird eine Mischung zugesetzt, die gesätt. u. ungesätt. aliph. Nitrile mit 3—10 C-Atomen u. gegebenenfalls geradkettige aliph. KW-stoffe mit 7—14 C-Atomen enthält. Zur Herst. eines geeigneten Zusatzes kann man z. B. Stearonitril cracken u. ein Destillat mit einem Kp. von 105—150° kondensieren. (A. P. **2 166 093** vom 28/4. 1937, ausg. 11/7. 1939.) GEISZLER.

**Harry Pauling**, Berlin, *Konzentrieren von Schwefelsäure oder anderen Flüssigkeiten.* Der Konzentrationsbehälter ist in seiner unteren Hälfte gewölbt oder kon. verjüngt u. besitzt ein oder mehrere übereinander angeordnete, trichterförmige Einsätze, deren verjüngter Teil nach oben gerichtet u. offen ist. Die Seitenwände dieser Trichter besitzen Löcher. In einem solchen Kessel können relativ größere Mengen Fl. konz. werden, weil die Wärmeausnutzung günstiger ist. Am Boden treten keine Ausscheidungen auf u. die Gase u. Dämpfe werden so verteilt, daß kein Aufwallen oder Schäumen entsteht. Zeichnung. (E. P. **508 993** vom 25/10. 1938, ausg. 3/8. 1939. D. Priorr. 18/7. u. 3/9. 1938.) HOLZAMER.

**Walter Henry Groombridge** und **John Edward Newns** (**British Celanese Ltd.**), Spondon, England, *Metalllegierung.* Ein inniges Gemisch aus gleichen Teilen CuO u. Ni- oder Co-Pulver wird auf Temp. von etwa 750—900° erhitzt, wobei eine Oxydation des Ni oder Co erreicht wird. Die erhaltene M. wird nach Zerkleinerung zu Stückchen im Wassergasstrom bei Temp. von etwa 350° reduziert. Die gewonnenen Prodd. sind als Katalysatoren für chem. Verff., bes. zur Herst. von KW-stoffen aus CO u. H<sub>2</sub>, geeignet. (E. P. **507 419** vom 9/12. 1937, ausg. 13/7. 1939.) KARST.

## II. Feuerschutz. Rettungswesen.

**W. Holfert**, *Die gebräuchlichen Kältemittel bei Kühlanlagen und ihre Gefahren.* Besprochen werden NH<sub>3</sub>, CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>, Chlormethyl u. Chloräthyl. (Z. Eis- u. Kälte-Ind. **32**. 73—74. Juli 1939. Berlin.) GRIMME.

**E. Rothenbach**, *Vorsicht beim Umgang mit Äther.* Die Gefahren beim Umgang mit Äther u. die nötigen Schutzmaßnahmen werden besprochen. (Wschr. Brauerei **56**. 273—78. 2/9. 1939. Berlin.) GRIMME.

**Braukmann**, *Ein Elektronbrand in einer Ätzplattenfabrik.* Als wahrscheinliche Ursache des Brandes wurde die Verwendung eines sauren Öles beim Schleifen von Elektronmetallplatten ermittelt. Die Verwendung saurer Öle steigert (durch den bei der Rk. von Mg mit Fettsäuren entstehenden H<sub>2</sub>) die Gefahren beim Verarbeiten von Mg-Legierungen ganz erheblich. (Arbeitsschutz **1939**. 300—02. 15/9. 1939. Berlin-Steglitz.) SKALIKS.

**C. Bondroit**, *Die Forschungsstation der Siemensfabrik zur Untersuchung von Schlagweiter und Brände verhütenden Stoffen.* Beschreibung der Einrichtungen, Sicherheitsmaßnahmen u. einiger Forschungsergebnisse der Prüfstation in Siemensstadt. (Rev.



univ. Mines, Métallurg., Trav. publ., Sci. Arts appl. Ind. [8] 15 (82). 197—200. Mai 1939.) R. K. MÜLLER.

**Günter Hoffmann**, *Kohlensäure als Löschmittel unter Tage*. Feuerbekämpfung mit CO<sub>2</sub>-Schnee kommt vor allem in Frage bei Bränden in abgeschlossenen kleineren Räumen, bei Fl.-Bränden, bei Bränden von elektr. u. Expansionsmaschinen sowie elektr. Anlagen aller Art. Beschreibung der nötigen App. im Original. (Techn. Bl., Wschr. dtsh. Bergwerks-Ztg. 29. 413—14. 13/8. 1939.) GRIMME.

### III. Elektrotechnik.

**H. Wiesthaler**, *Neuartige Werkstoffe in der Installationstechnik: Leichtmetalle*. Bericht über die Verwendung der Leichtmetalle Al u. Mg u. ihrer Legierungen als Leiterwerkstoff. (Aluminium 21. 214—18. März 1939. Siemensstadt.) REINBACH.

**W. v. Zwehl**, *Aluminium in Akkumulatorenräumen*. VI. berichtet über noch heute im Betrieb befindliche Zellenschalteleitungen aus Al in Akkumulatorenanlagen aus der Vorkriegszeit. (Aluminium 21. 243—45. März 1939.) REINBACH.

—, *Elektrische Lampen*. Der Bericht enthält außer wirtschaftlichen u. statist. Mitteilungen auch kurze Angaben über die Herst.-Verfahren. Die speziellen Abschnitte behandeln: 1. Glaskolben für Lampen, 2. Glühlampen mit Metallfäden, 3. Lampen ohne Glühkörper (Gasentladungslampen), 4. Lampen mit Glühfäden aus C oder anderen Nichtmetallen. (U. S. Tariff Commis., Rep. Ser. II. Nr. 133. 1—154. 1939.) SKALIKS.

**M. Knoll**, *Kathodenstrahlübertragungsröhren*. Es wird über folgende Einzelfragen berichtet: Herst. kleiner Leuchtflecke, Messung u. Ausbildg. elektronenopt. Linsenfelder u. Form der Ablenkfelder, Aufladung isolierender Oberflächen durch Elektronen u. Anordnungen zur Rasterverzerrung. Ausführung verschied. Spezialröhren. (Telefunken-Hausmitt. 20. 65—79. Juli 1939.) REUSSE.

**Patentverwertungs-Ges. m. b. H. „Hermes“**, Berlin, *Herstellung unverbrennbarer Streifen oder Bänder für elektrische Isolierzwecke*. Füllstoffe, wie Quarzmehl, werden mit unverbrennbaren Faserstoffen, wie Schlacken- oder Mineralwolle vermischt, worauf das Gemisch in einer Fl., gegebenenfalls unter Zusatz eines Klebmittels, wie Wasserglas, dispergiert u. hierauf zu Streifen u. Bändern verformt wird. (E. P. 504 993 vom 17/8. 1938, ausg. 1/6. 1939. D. Prior. 20/8. 1937.) HOFFMANN.

**F. F. Lange** und **E. W. Girschberg**, USSR, *Trocknen und Entwässern von Isolierölen*. Die Isolieröle werden bei etwa 100—150° im Vakuum oder mittels inerte Gase zerstäubt u. abgekühlt, wobei das Zerstäuben u. Abkühlen innerhalb einer kurzen Zeit von etwa 5 Min. erfolgen muß. (Russ. P. 54 795 vom 14/3. 1938, ausg. 30/4. 1939.) RI.

**Patent-Treuhand-Ges. für elektrische Glühlampen m. b. H.**, Berlin (Erfinder: **William Joseph Scott** und **James Thomson Anderson**, Rugby, Warwick, England), *Aufbringen von Leuchtstoffen auf die Glaswandung elektrischer Entladungsgefäße oder auf diesen zugeordnete Glashüllen oder Glasschirme unter Verwendung von Bindemitteln*, dad. gek., daß als Bindemittel für den pulverförmigen Leuchtstoff eine Suspension von koll. Kieselsäure in einem verdampfbaren Stoff verwendet wird. (D. R. P. 680 002 Kl. 57b vom 6/4. 1938, ausg. 19/8. 1939. E. Prior. 20/4. 1937, 8/2. 1938.) GROTE.

**Westinghouse Electric & Mfg. Co.**, East Pittsburgh, Pa., übert. von: **Lloyd D. Lockwood**, Madison, N. J., V. St. A., *Getter für elektr. Glühlampen zum Binden von C u. CO*, bestehend aus KUF<sub>5</sub>. Zur schnelleren Verdampfung wird ein Zusatz von ca. 5 (Teilen) P empfohlen. Ferner ist folgende Mischung angegeben: 48 KUF<sub>5</sub>, 98 BaF<sub>2</sub>, 21 CaF<sub>2</sub>, 21 MgF<sub>2</sub> u. 12 P. Das Getter ist nicht hygroskop., enthält kein Krystallwasser u. greift den W-Faden nicht an. (A. P. 2 167 762 vom 7/11. 1936, ausg. 1/8. 1939.) ROED.

**N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken**, Eindhoven, Holland, *Elektronenvervielfacher mit Photokathode*. Da die Glaswandung der Röhre durch Absetzen von Cs, der akt. Substanz der Sekundäremissionselektrode, Veranlassung zur Bldg. von Gasen, bes. H<sub>2</sub>, gibt, wird die Glaswand mit einer Quarzschicht oder mit einer Metallschicht aus Ag oder Rh bedeckt. Sie kann auch ganz durch eine Metallwand ersetzt werden. In jedem Falle muß ein Fenster für den Eintritt der auf die Photokathode zu lenkenden Lichtstrahlen vorgesehen werden. (F. P. 844 555 vom 10/10. 1938, ausg. 27/7. 1939. Holl. Prior. 11/10. 1937.) ROEDER.

**Philips Patentverwaltung G. m. b. H.**, Berlin (Erfinder: **Marten Cornelis Teves** und **Hendrik Johannes Meerkamp van Embden**, Eindhoven), *Photoelektrische Vorrichtung*. Sie entspricht in der Gesamtanordnung dem F. P. 716 222; C. 1932. I. 2875. Für die Zusammenstellung der Elektroden u. der isolierenden oder halbleitenden Zwischenschicht sind jedoch noch folgende Kombinationen angegeben: Zr—ZrO<sub>2</sub>—Cs



(Glühfaden aus mit Cs überzogenem W) u. Ni—BaO—Ba. (D. R. P. 680 108 Kl. 21 g vom 7/12. 1930, ausg. 22/8. 1939.) ROEDER.

J. R. G. Isbrücker, *Beknopt leerboek der electrotechniek*. 2c, herz. dr. Rotterdam: Nijgh & Van Ditmar. (311 S.) 8°. fl. 2.25; geb. fl. 2.90.  
 Grondbeginselen der electrotechniek. Dl. I. 2c geheel herz. dr. Door J. O. M. Lockhorn, G. E. M. Janssen, F. Maartens en J. Rensing. Amsterdam: H. Stam. (230 S.) 8°. fl. 5.75.

#### IV. Wasser. Abwasser.

Jaroslav Hojka, *Über Vorzüge und Verwendung von Regenwasser*. Vf. beschreibt die Sterilisation u. Entgasung von Regenwasser durch Abkochen u. seine Aufbewahrung. Es werden die Verwendungsmöglichkeiten bes. für kosmet. Zwecke besprochen. (Časopis Mydlář Voňavkář 17. 86—87. 1/9. 1939.) ROTTER.

R. Pioger, *Untersuchung und Beseitigung der Aggressivität von Wässern in den Vogesen*. Die Wässer in den Vogesen sind sehr weich u. sauerstoffarm, enthalten aber viel freie Kohlensäure. Man verbessert sie durch Filtration über Marmor. Durch Absatz von CaCO<sub>3</sub> verhindern die Wässer selbst den weiteren Angriff auf die Rohre. Weiter diskutiert Vf. die Ergebnisse der Arbeiten von TILLMANNs, im bes. die Bedeutung des Verhältnisses von CaCO<sub>3</sub> u. CO<sub>2</sub> für die Aggressivität der Wässer. (Chim. et Ind. 41. Sond.-Nr. 4 bis. 508—15. 1938.) VOGEL.

M. Schmitt, *Angriff der Metalle durch bretonische Wässer*. Die breton. Wässer sind sauer u. wenig salzhaltig, verursachen aber beträchtliche Korrosionen. Beschrieben werden einige Fälle des Angriffes von Blei- u. Eisenrohren. (Chim. et Ind. 41. Sond.-Nr. 4 bis. 503—07. 1938.) VOGEL.

G. Batta und Edm. Leclerc, *Die Behandlung aggressiver Wässer*. Überblick über die bekannten Methoden der Entsäuerung durch Lüftung, Kalk- u. NaOH-Zusatz, Filtration über Marmor u. Magnomasse. (Rev. univ. Mines, Métallurg., Trav. publ., Sci. Arts appl. Ind. [8] 15 (82). 445—50. Aug. 1939. Lüttich, Univ.) MANZ.

L. H. Louwe-Kooijmans, *Einige Methoden zur Entsäuerung des Trinkwassers und die Ergebnisse der Praxis*. Die Entsäuerung der aggressiven Trinkwässer wird durch folgende Meth. erreicht: Belüftung, Zugabe von Kalk oder Soda, Filtration über Marmor oder Magnomasse feiner Körnung. Welche dieser Meth. die zweckmäßigste ist, ergibt sich aus der chem. Zus. des zu behandelnden Wassers. Die in den Niederlanden getroffenen Maßnahmen haben dazu geführt, daß Korrosionen u. Verkrustungen im Rohrleitungsnetz aufgehört haben. (Chim. et Ind. 41. Sond.-Nr. 4 bis. 497—501. 1938.) VOGEL.

R. Strohecker, *Über das Entsäuern des Trinkwassers mittels Magnesit*. Erwidern auf PLÜCKER (C. 1939. I. 4100). Magnesit ist in Form der kombinierten Magnesit-Marmorfiltration nach STORAAS mittels eines Zweikammerfilters mit MgO bzw. CaCO<sub>3</sub> als Füllmaterial für die Entsäuerung kalkarmer Wässer sehr geeignet. Im Marmorfilter, das mit Rücksicht auf die schnelle Bindung des Hauptteiles der CO<sub>2</sub> auf 15—20 Min. Berührungszeit bemessen ist, erfolgt die Kalkaufnahme, durch die in einfacher Weise regelbare Zumischung des zweiten über Magnesit entsäuerten Anteils die Alkalisierung auf einen pH-Wert von 7,5—8,4. Das Verf. hat den Vorteil geringer Betriebskosten u. geringer Baukosten. (Z. Unters. Lebensmittel 78. 184—86. Aug./Sept. 1939. Frankfurt a. M.) MANZ.

Karl Höll, *Chemische Vorgänge beim Entsäuern von Trinkwasser mittels Magno. Entgegnung auf die Arbeit von W. Plücker*. (Vgl. C. 1939. I. 4100.) Frische Magnomasse enthält neben 5% unverändertem MgCO<sub>3</sub> durchschnittlich 15% MgO, nach Erschöpfung noch bis zu 7% MgO, das durch CaCO<sub>3</sub> umschlossen ist; deshalb erschöpft sich Magnomasse ziemlich rasch u. muß öfter ausgewechselt werden; da die Wrkg. ebenso wie bei dem 90%ig. gebrannten Magnesit ausschließlich auf dem MgO-Geh. beruht, ist das CaCO<sub>3</sub> der Dolomitfiltermasse als Ballaststoff anzusehen. (Z. Unters. Lebensmittel 78. 186—87. Aug./Sept. 1939. Berlin.) MANZ.

E. Schumann, *Chemisch-technische Fortschritte auf dem Gebiet der Spisewasser-aufbereitung*. Überblick nach dem Schrifttum. (Chemiker-Ztg. 63. 638—40. 27/9. 1939. Essen, Techn. Überwachungsverein.) MANZ.

Harry Schreiber, *Die technische Kontrolle des Verstärkungs- und Kesselspeisewassers und der Kondensate in Zuckerfabriken mit besonderer Berücksichtigung der Hochdruckkessel*. Überblick über die Methoden, die Probenahme u. die Darst. der Analyseergebnisse. (Gaz. Cukrownicza 85 (46). 52—59. 1939.) R. K. MÜLLER.

Je. F. Gurgajew, *Behandlung von Wasser mit Natriumsilicat*. Im Anschluß an Unterss. von BAYLIS (C. 1938. I. 142) wird die günstige Wrkg. von Na-Silicat als



Flockungsmittel bei der W.-Reinigung bestätigt. Vf. wendet etwa 3—6 mg SiO<sub>2</sub> auf 1 l W. an bei einem Verhältnis SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O = 3—2:1; die verwendete Lsg. wird mit einem SiO<sub>2</sub>-Geh. von 1,5—2,0% unter nachfolgender „Aktivierung“ mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> hergestellt. (Водоснабжение и Санитарная Техника [Wasserversorg. sanit. Techn.] 14. Nr. 2. 71—72. Febr. 1939.) R. K. MÜLLER.

**H. O. Halvorson und Ralph L. Smith, Hochleistungstropfkörperfilterung ohne Schlammfäulung.** Mit Abläufen von Molkereien u. Wäschereien vermischtes Abwasser einer Kleinstadt wird nach Absiebung auf Tropfkörper mit Formziegelfüllmaterial u. 18,7 cbm Belastung je qm u. Tag bei 1½-std. Nachklärung unter 75—85%ig. Minderung der Sauerstoffzehrung von etwa 400 mg/l gereinigt. Der gesammelte Schlamm von 97% W.-Geh. wird in Anteilen unter Zusatz von 1,54 kg FeCl<sub>3</sub> u. 0,154 kg CuSO<sub>4</sub> auf 1000 l auf Sandbetten in 6 Stdn. auf 80—85% W.-Geh. entwässert u. mit 3,5—4% N in der Trockensubstanz als Düngemittel verwendet. Die verwendeten Chemikalien bewirken das Ablösen des Schlammes vom Sand u. eine sehr weitgehende Keimminderung. (Munic. Sanit. 10. 438—40. Sept. 1939. Minneapolis, Univ.-St. Paul.) MANZ.

**A. I. Shukow, Tropfkörper zur Reinigung von phenolhaltigem Abwasser.** Das Abwasser von Gaswerken enthält viel organ. Stoffe u. vor allem Phenol, das bei > 5 mg/l geruchs- u. geschmacksverschlechternd wirkt u. bei der Behandlung des W. mit Cl<sub>2</sub> Chlorphenol bildet, welches schon in Konz. von 0,005 mg/l das W. für Trinkzwecke unbrauchbar macht. Vor der Reinigung dieses Abwassers in Tropfkörpern muß es im Sommer mit Haushaltabwasser bzw. Fluß- oder Leitungswasser verd. werden, wobei je nach der Bodenart u. Tropfkörperbelastung die Phenolkonz. bis zu 300 bzw. 500 mg/l betragen darf u. die Reinigungsdauer sich auf 48 Stdn. stellt. Im Winter kann das phenolhaltige Abwasser unverd. gereinigt werden, wenn die Stärke der gebildeten Eisschicht auf dem Tropfkörper 1—1,25 m erreicht. Vor der Zuführung des gereinigten Abwassers zur Trinkwasserversorgungsanlage wird es durch 2 m tiefe Zwischenteiche geleitet. (Водоснабжение и Санитарная Техника [Wasserversorg. sanit. Techn.] 14. Nr. 4/5. 83—89. April/Mai 1939.) POHL.

**Saburo Shibata, Chemische Studien über die Verwendung von Belebtschlamm für Abwasserreinigung. IX.—X. Theorie der Schlammfäulung. Wirkungen geringster Belüftung auf die Fäulung organischer Abfälle. (VIII. vgl. C. 1939. II. 2455.)** Die Intensität der anaeroben Zers. in Vgl.-Lsgg. u. in Mischungen von Klärschlamm, Fäkalien u. Müll wird durch Zufuhr kleiner Luftmengen gesteigert, die Gasentw. nimmt zu, der pH-Wert des Faulgutes erreicht rascher alkal. Werte. Geringe Belüftung wirkt günstiger als Kalkung des Faulgutes. (J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 41. 262 B—65 B. 1938. Tokyo, Mikawashima, Sewage Works [nach engl. Ausz. ref.]) MANZ.

**Sabura Shibata, Chemische Studien über die Verwendung von Belebtschlamm für Abwasserreinigung. XI.—XIV. XI. Düngerwert von Abwasserschlämmen. (X. vgl. vorst. Ref.)** Belebtschlamm des Werkes enthält 5,25% Gesamt-N, davon 1,86% in W. lösl. N; aus Faulschlamm werden 97% des ursprünglich vorhandenen N durch Dest. als Ammonsalze erhalten. Aus Faulschlamm wird mehr N von Pflanzen aufgenommen als aus Belebtschlamm, ein Vgl. u. die Düngung soll auf Grund des lösl. N-Geh. erfolgen. Abwasserschlämme sind infolge ihres geringen Phosphorsäure- u. Kaligeh. besser für Blumengärten u. Rasenplätze, als für Gerste oder Reisfelder geeignet. — XII. *Brennöl durch Destillation von trockenem Faulschlamm.* Wenn der pH-Wert im Faulraum infolge reichlicher Mengen NH<sub>3</sub> über 7 steigt, werden KW-stoffe gebildet, die bei trockener Dest. des Faulschlammes neben Gas u. Gaswasser zu 7—9% als Rohöl gewonnen werden können. — XIII. *Weitere Untersuchungen über das Brennöl, Ammoniak und die Kohle „Shokatan“ aus der Destillation von Faulschlamm.* Mitt. über Unters. der dest.-Prod., die infolge des hohen Aschengeh. geringwertige Kohle usw. liefern. — XIV. *Diskussion der Methanausbeute aus dem Faulbecken usw.* Bei 55% organ. Substanz im Klärschlamm ergab sich eine CH<sub>4</sub>-Menge von 400—500 l je kg. organ. Substanz. (J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 41. 271 B—75 B. 1938 [nach engl. Ausz. ref.]) MANZ.

**J. Hamáčková, Rasche Prüfung auf Nitrite im Wasser.** Zur Vorprüfung von W. auf Nitrite werden 100 ccm mit 1 ccm einer Lsg. von Methylrot (10 mg kryst. Methylrot im Liter) versetzt, schwach mit HCl angesäuert u. zum Sieden erhitzt. Wenn das W. nur 0,1 mg N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 0,035 mg Nitrit-N im Liter enthält, entfärbt sich die Lsg.; 0,5 bis 1,0 mg N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> im Liter entfärben über 2 ccm Methylrotlösung. Blindprobe mit dest. Wasser. Ebenso entfärbt freies Cl (1 mg Cl ca. 1,5—1,9 mg Methylrot) u. Fe<sup>+++</sup> die Prüflösung. Bei Zugabe von NaF läßt sich die störende Wrkg. von Fe<sup>+++</sup> ausschalten. (Chem. Listy Vědu Průmysl 33. 128—29. 10/4. 1939.) ROTTER.

**Auxiliaire des Chemins de Fer et de l'Industrie und Géza Victor Austerweil, Frankreich, Entfernung von SiO<sub>2</sub> aus Wasser durch Zusatz von unlösl. Salzen von**



amphoteren Metallhydroxyden, wie *Ferriten*, *Stanniten*, *Zinkaten* oder *Aluminaten*, u. zwar von CaO oder Oxyden des Mg, Cr oder Ti. Gegebenenfalls wird das W. gleichzeitig einer Reinigung durch Kationen u. bzw. oder Anionenaustauscher unterworfen. (F. P. 843 663 vom 15/3. 1938, ausg. 7/7. 1939.) M. F. MÜLLER.

**Joseph Darius Griffin**, London, *Biologische Reinigung von Abwässern*, die bes. H<sub>2</sub>S, Na<sub>2</sub>S, CS<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> u. Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> enthalten, unter Verwendung eines geschlossenen biol. Filters aus grobkörnigem Material, wie Koks oder Schlacke, das mit der Bakterienkultur überdeckt ist u. dessen Zwischenräume damit ausgefüllt sind. Die Fl. wird zusammen mit Luft unter Druck auf die Oberfläche des Filterkörpers versprüht, läuft durch das Filter hindurch u. unten ab. — Zeichnung. (E. P. 507 343 vom 15/12. 1937, ausg. 13/7. 1939. Süd-Afr. Prior. 18/12. 1936.) M. F. MÜLLER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Deutschland, *Entphenolierung von Wässern*. Man benutzt als Extraktionsmittel niedrigs. Ester. Aus 1000 ccm W. (Phenolgeh. 17,5 g) lassen sich durch zweimaliges Waschen mit je 100 ccm *Essigsäureäthyl- oder -butylester* über 99% der Phenole entfernen. (F. P. 844 679 vom 13/10. 1938, ausg. 31/7. 1939. D. Prior. 14/10. 1937.) NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Entphenolieren von Abwässern*, die z. B. von der Lignithydrierung kommen u. etwa 5 g Phenol im Liter enthalten. Die Abwässer werden mit *Trikesylphosphat* behandelt, wobei der größte Teil des Phenols gebunden wird. Das W. enthält etwa noch 0,6% Phenol. Es wird darauf mit der doppelten Menge phenolfreiem W. verd. u. nach Zusatz von 20 g H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> auf den obm einer biol. Reinigung unter Zuführung von Luft u. unter Verwendung eines Tropfkörperfilters unterworfen. (F. P. 843 289 vom 12/9. 1938, ausg. 28/6. 1939. D. Prior. 21/9. 1937.) M. F. MÜLLER.

**Hydrierwerk Scholven Akt.-Ges.** (Erfinder: **Wilhelm Urban**), Gelsenkirchen-Buer, *Entfernen von Phenol aus phenolhaltigen Abwässern der Druckhydrierung*. Die Abwässer werden als Spülwasser in den Hochdruckkreislauf an einer Stelle nach dem Wärmeaustauscher eingeführt, wo das zum Teil noch dampfförmige *Hydrieröl* durch W.-Kühlung abgeschieden wird. Dabei lösen sich die Phenole zum größten Teil im Öl. (D. R. P. 679 974 Kl. 12 q vom 14/5. 1937, ausg. 18/8. 1939.) NOUVEL.

## V. Anorganische Industrie.

**N. Luzanski**, *Schwefelgewinnung aus Röstgasen*. Beschreibung des von der CONSOLIDATED MINING AND SMELTING CO. OF CANADA in Trail angewandten Verf. der S-Gewinnung aus Röstgasen, vgl. KIRKPATRICK, C. 1939. II. 2456. (Tidsskr. Kjem. Bergves. 19. 51—52. April 1939.) R. K. MÜLLER.

**A. I. Lewin**, *Das Auffangen von Staub bei der Schlammverarbeitung*. Bei der Verarbeitung von SeO<sub>2</sub> enthaltenden Schlämmen sind bes. Maßnahmen erforderlich, um SeO<sub>2</sub> wirksam zu entfernen u. eine Korrosion der Elektroden des COTTRELL-App. zu vermeiden. Vf. schaltet dem Elektrofilter eine Naßkühlung vor u. vereinigt das aus dieser austretende W. mit den Waschwässern des COTTRELL-App.; die Lsg. wird der Fällung von Se u. Te zugeführt. (Цветные Металлы [Nichteisenmetalle] 14. Nr. 1. 63—73. Jan. 1939.) R. K. MÜLLER.

**S. S. Wanuschin**, *Technischer Achat in der UdSSR und die Aufgaben der Untersuchung seiner Rohstoffbasis*. Überblick über die russ. Achatvork., ihre Morphologie u. Mikrostruktur, die geolog. Entstehungsbedingungen, die bisherige Verwertung u. die techn. Bedeutung der russ. Achate. (Записки Всероссийского Минералогического Общества [Mém. Soc. russe Minéral.] [2] 67. Nr. 1. 141—53. 1938. Tbilissi.) R. K. MÜLLER.

**L. M. Woltschenko**, USSR., *Rösten von Pyrit*. Pyrit, der durch Flotation gewonnen wurde, wird in einem Schachtofen in zerstäubtem Zustande verbrannt, wobei in den unteren Ofenteil H<sub>2</sub>O-Dampf eingeleitet wird. (Russ. P. 54 459 vom 20/6. 1937, ausg. 31/1. 1939.) RICHTER.

**American Lurgi Corp.**, New York, V. St. A., übert. von: **Conway Baron** von **Girsewald** und **Gerhard Roesner**, Frankfurt a. M., *Gewinnung von konzentriertem Schwefeldioxyd*. Bei dem bekannten Verf. zur Gewinnung von SO<sub>2</sub> aus Gasen durch Waschen mit einer Mischung einer organ. Base u. W. u. Austreibung des SO<sub>2</sub> durch Erhitzen, wobei eine Na-Verb. angewandt wird, um das Sulfat der organ. Base zu zers., wird wenigstens der Teil der wss. Lsg., der abgestoßen werden müßte, auf solche Temp. abgekühlt, daß Glaubersalz ausfällt, welches abgetrennt wird, während die Lsg. zurückgeführt wird. (Can. P. 382 872 vom 17/9. 1937, ausg. 25/7. 1939.) GRASSHOFF.

**American Lurgi Corp.**, New York, V. St. A., übert. von: **Conway Baron** von **Girsewald**, **Gerhard Roesner** und **Max Wohlwill**, Frankfurt a. M., *Gewinnung von*



*konzentriertem Schwefeldioxyd.* Die beim Verf. des Can. P. 382 872 (vgl. Vorst. Ref.) mit den Gasen entweichenden Dämpfe der angewandten organ. Base werden zurückgewonnen durch Waschen mit einer organ. Fl. von geringem Dampfdruck, die inert gegen die Gase ist u. die organ. Base zu lösen vermag. Die entstehende organ. Lsg. wird mit mindestens dem W., das sie aus den Gasen aufgenommen hat, mit SO<sub>2</sub> zur Rk. gebracht, so daß die organ. Base als Sulfit in die wss. Phase geht. Als organ. Fl. kann z. B. ein Mineralöl oder Paraffinöl, Kp. 235—240°, angewandt werden. (Can. P. 382 873 vom 23/3. 1938, ausg. 25/7. 1939. D. Prior. 22/5. 1937.) GRASSHOFF.

**M. E. Neumark, USSR, Denitrieren von Schwefelsäure.** Die Schwefelsäure wird in der Wärme mit NH<sub>3</sub> oder Ammoniumsalzen behandelt. (Russ. P. 54 797 vom 25/4. 1938, ausg. 30/4. 1939.) RICHTER.

**I. G. Frid, USSR, Darstellung von Chlordioxyd.** Oxalsäure wird mit Chloraten in Ggw. von Gips u. einer geringen H<sub>2</sub>O-Menge bei etwa 60° umgesetzt. (Russ. P. 54 931 vom 14/2. 1937, ausg. 31/5. 1939.) RICHTER.

**E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del.,** übert. von: **Clemmy O. Miller und Richard G. Roberts, Chicago, Ill., V. St. A., Herstellung von feinverteiltem Natriumamid.** Metall. Na wird in wasserfreiem fl. NH<sub>3</sub> gelöst u. der M. ein anorgan. oder organ. Fe-Salz, wie FeSO<sub>4</sub>, FeCl<sub>3</sub>, Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, das Oxalat, Acetat, Citrat u. dgl., in geringen Mengen als Katalysator zugesetzt. Das ausgefallene Natriumamid wird von der Lsg. durch Filtrieren, Dekantieren oder Verdampfen getrennt. Die Umsetzung findet sehr schnell u. bei n. Druck statt. (A. P. 2 163 100 vom 13/9. 1934, ausg. 20/6. 1939.) KARST.

**Aluminium Industrie Akt.-Ges., Neuhausen, Schweiz, Aufarbeitung der aus den Abgasen von Aluminiumöfen gewonnenen, aus festen und flüssigen Bestandteilen bestehenden Masse,** dad. gek., daß aus dieser M. das W. u. der Teer in einer elektr. geheizten Kammer abdest. werden, worauf der in der M. verbliebene C durch Verbrennen entfernt wird. — Das in der Hauptsache aus Fluoriden (AlF<sub>3</sub>, NaF), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. Fe-Verbb. bestehende Prod. kann auf beliebige Weise aufgearbeitet werden. (Schwz. P. 203 741 vom 28/1. 1938, ausg. 16/6. 1939.) GEISZLER.

**Willy Glaser, Prag, Eisenoxyd.** FeSO<sub>4</sub> wird in Ggw. von Sägespänen oder anderen cellulosehaltigen Stoffen, wie Papier, Stroh, rohem Textilmaterial therm. zersetzt. (E. P. 507 316 vom 9/2. 1939, ausg. 13/7. 1939.) HORN.

**Monsanto Chemical Co.,** übert. von: **Charles F. Booth und Herbert I. Krase, Anniston, Ala., V. St. A., Kupferphosphat durch Elektrolyse.** Ein wss. Elektrolyt, der (4,5%) Natriumsulfat u. (0,5%) Natriumphosphat, aber keine Chlor- u. keine Chlorationen enthält, wird mit einer Kupferanode elektrolysiert. Das gebildete Kupferphosphat wird abgetrennt. Durch Zusatz von Phosphorsäure u. Natriumphosphat während der Elektrolyse wird der p<sub>H</sub>-Wert des Elektrolyts zwischen 5,0 u. 8,0 gehalten. (A. P. 2 169 576 vom 18/6. 1936, ausg. 15/8. 1939.) ZÜRN.

## VI. Silicatchemie. Baustoffe.

**J. E. Hansen, Die Konsistenz flüssiger Emails.** Die Konsistenz der Emails hängt ab vom Ton, der Härte des W., der richtigen Mühlenbetriebsführung u. der Temp. (18—26°). (Emaillerie 7. Nr. 6. 7—10. Juni 1939.) PLATZMANN.

**H. Whitaker, Sandstrahlen in Anwendung beim Emaillieren.** Beschreibung einer Sandstrahlanlage u. ihrer Betriebsbedingungen. (Proc. Inst. Brit. Foundrymen 31. 373—90. 1937/38.) MARKHOFF.

**Ernst Hinrichs, Glasuren für Steinzeug und Fayence.** Bericht über die Inbetriebnahme von Langmuffelöfen mit übereinanderliegenden Kammern. In der unteren Kammer sollte der Fayenceglattbrand erfolgen, während die obere für den Schrübrand von Steinzeug u. Fayencen vorgesehen war. Mitteilungen über Versätze, Glasuren usw. sowie über die Ofenbeschickung u. den Betrieb des Ofens. (Keram. Rdsch. Kunst-Keram. 47. 410—11. 429—31. 27/9. 1939.) PLATZMANN.

—, *Einiges über Salz- und Lehmglasuren für Steinzeug.* Sobald der Scherben anfängt zu sintern, wird das Salz durch die Feuerung aufgegeben; es bildet dann mit der SiO<sub>2</sub> im Scherben ein Na-Al-Silicat, während HCl-Dämpfe entweichen. Für Salzglasuren eignen sich daher vornehmlich SiO<sub>2</sub>-reiche Massen. Bei Ölfeuerung kommt Hochdruckzerstäubung zur Anwendung. Salzglasuren entwickeln sich am besten im geschlossenen Ofenraum. In Fällen, wo die Salzglasur streifig u. ungleichmäßig ausfällt, ist die Lehmglasur vorzuziehen. Wichtig ist, daß in diesem Falle der F. der Glasur unter der Garbrandtemp. des Steinzeugs liegt. Der Geh. des Glasurlehms an Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> beträgt etwa 4—8%, der an TiO<sub>2</sub> 0,8—1,0%. Letzteren erhöht man zweckmäßig



durch Zusatz von 2—3% Rutil in feinst gemahlenem Zustande. (Ziegelwelt 70. 249—50. 21/9. 1939.) PLATZMANN.

—, *Einige Probleme bei der Herstellung einer Reihe von Farben.* Es wird eine Übersicht geliefert über die zur Färbung von Grund- u. Deckemails benötigten Färb-substanzen. Weiter wird der Beizprozeß besprochen. (Sheet Metal Ind. 13. 1039—40. Aug. 1939.) PLATZMANN.

**F. Drexler** und **W. Schütz**, *Verfahren zur Sichtbarmachung der Temperaturverteilung an Glasöfen.* Die von der I. G. FARBENINDUSTRIE entwickelten Temp.-Meßfarben „Thermocolor“ werden in ihrer Anwendung zur Best. u. Sichtbarmachung der Temp.-Verteilung an Öfen u. als Warnfarbe (schadhafte Ofenwandung) beschrieben. Durch ihre Anschaulichkeit erziehen sie zum Denken in Temp. u. ihren Verteilungen. Auch eine erfolgreiche Anwendung zur Temp.-Kontrolle von eisernen Gießformen für Glas sowie die Kontrolle der Temp.-Verteilung an Glaskörpern wird erwähnt. (Glas-techn. Ber. 17. 205—07. Juli 1939. Oppau, I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Ammoniak-labor.) SCHÜTZ.

**Marc Foëx**, *Einfluß des Tempers auf die Dichte von Bor-Natrongläsern.* Die aus  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  bzw.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  in verschied. Verhältnissen bei 1100° dargestellten Gläser werden der D.-Messung in Xylol nach der Auftriebmeth. unterworfen, darauf eine Woche lang auf etwa 50° über den jeweiligen Umwandlungspunkt erhitzt u. sehr langsam (0,8° pro Stde.) abgekühlt. An Hand einer graph. Darst. wird gezeigt, daß die stärkste Vergrößerung des spezif. Vol. nach dem Tempers beim reinen  $\text{B}_2\text{O}_3$  auftritt, u. diese mit zunehmendem Alkaligeh. abnimmt; bei den Gläsern mit mehr als 21%  $\text{Na}_2\text{O}$  ist dagegen der Betrag der Vergrößerung des spezif. Vol. der gleiche. Aus dem Verh. der spezif. Voll. in Beziehung zum Alkaligeh., bes. dem Auftreten von Maxima bei 3  $\text{B}_2\text{O}_3 \cdot \text{Na}_2\text{O}$  u. 4  $\text{B}_2\text{O}_3 \cdot \text{Na}_2\text{O}$ , lassen sich nach Ansicht des Vf. Schlüsse ziehen auf den Molekularzustand (teilweise Dissoziation) der Gläser. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 208. 278—80. 23/1. 1939.) BOHNE.

**P. Revest-Gindre**, *Die Glasfasern.* Herst., allg. Eig. u. Verwendung für elektr. u. therm. Isolierungen, in der Textilindustrie u. für Filterzwecke sind beschrieben. Glasfäden werden mit 75 Deniers u. darunter hergestellt, endlos u. als Schappe, für die Textilindustrie werden sie für sich oder in Mischung mit organ. Fasern oder Asbest verwendet. (Rev. univ. Soie Text. artific. 14. 327—33. Juli 1939.) SÜVERN.

**A. Lindsay Forster**, *Textilien aus Glasfaser.* (J. Textile Inst. 30. Proc. 162—64. Juli 1939. — C. 1939. II. 925.) FRIEDEMANN.

**Kosuke Hirano**, **Saburo Kamei** und **Shintaro Ishiduka**, *Holzstaubeuerungen zum Brennen der Tonwaren.* Holzfeuerungen sind heute dort noch nicht zu entbehren, wo Farben u. farbige Glasuren im Scharffeuer aufgebrannt werden sollen. Vff. führten Verss. aus, Sägemehl als Feuerungsmaterial zu verwenden. Damit der Holzstaub in der Luft schwebend verbrennt, muß er durch die Druckluftzerstäubungsdüsen in die Verbrennungskammer eingeblasen u. durch Strahlungswärme der Kammerwände entzündet werden. Verbrennungsluft u. Brennstoff werden gleichzeitig durch Kanäle in die Düse eingeführt, an deren Mündung sie gemischt in den Verbrennungsraum eintreten. (J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 42. 199 B. Juni 1939. Kioto, Staatl. Porzellan-Vers.-Anst. [Nach dtsh. Ausz. ref.]) PLATZMANN.

—, *Über das Brennen schwarzer Fußbodenplatten.* Wirtschaftlich u. zweckmäßig ist es, schwarze Platten in einem Spezialofen zu brennen, weil man bei gemischt-farbigem Einsatz nicht gleichzeitig die für den einen oder den anderen Ofenteil notwendige Ofenatmosphäre erzeugen kann, wodurch sich stets ein ungünstiges Sortierergebnis ergibt. Dort, wo sich die Einführung des Dämpfverf. zur Erzielung schwarzer Platten ermöglichen läßt, sollte man dazu übergehen, weil diese Arbeitsweise bes. wirtschaftliche Vorteile bietet. (Keram. Rdsch. Kunst-Keram. 47. 363—65. 16/8. 1939.) PLATZMANN.

**J. A. Patterson**, *Die Verwendung von hochfeuerfesten Mörteln bietet viele Vorteile.* Es werden die an feuerfeste Mörtel zu stellenden Anforderungen erörtert. (Brick Clay Rec. 95. Nr. 2. 57—58. Aug. 1939. Pittsburgh, Pa., Amer. Refractories Inst.) PLATZMANN.

**H. E. White**, *Praktische Vorteile bei der Verwendung von feuerfesten Sonderstoffen.* Es wird die Verwendung geschmolzener Tonerde, von Mullit u. Siliciumcarbid erörtert, unter bes. Berücksichtigung einer wirtschaftlichen Verarbeitung. (Ind. Heating 5. 945—52. 1061—63. Nov. 1938. Pittsburgh, Lava Crucible Co.) PLATZMANN.

**L. Ja. Popilow**, *Geschmolzener Diabas in Reaktionsapparaturen und einige Besonderheiten seiner Anwendung.* Als korrosionsverhindernde Auskleidung von Rk.-Gefäßen wird geschmolzener Diabas schon weitgehend angewandt. Günstig wirkt ein Zusatz von  $\text{BaSiO}_3$ , z. B. in einem Gemisch von 92—94% geschmolzenem Diabas, 4—5%  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  u. 2—3%  $\text{BaSiO}_3$  mit Wasserglas (D. 1,40—1,45). Eine Auskleidung

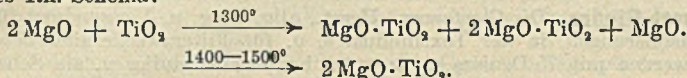


dieser Art ist (infolge Bldg. von BaSO<sub>4</sub>) beständig gegen H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, wird aber von Alkalien, HF u. heißer H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> angegriffen. Vf. erörtert die Auskleidung von Kesseln u. Autoklaven u. ihr Verh. im Betrieb. (Журнал Химической Промышленности [Z. chem. Ind.] 15. Nr. 10. 16—23. Okt. 1938.) R. K. MÜLLER.

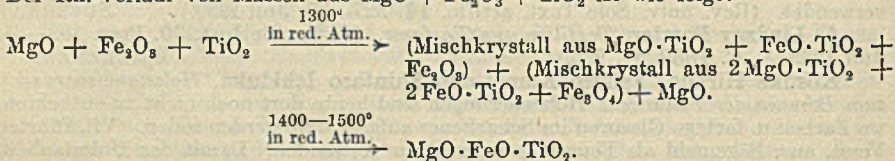
W. M. Zynkina, *Krassnodar-Serpentinite als Rohstoff zur Herstellung von feuerfesten Forsteritmassen*. Zwei nordkaukas. Serpentinivorkk. wurden nach einem eigens hierfür ausgearbeiteten Verf. auf ihre Eignung zur Herst. von feuerfesten Forsteriterzeugnissen geprüft. Die chem. sowie maschinelle Aufbereitung u. der nachfolgende Brand wurden unter sehr genauer Kontrolle durchgeführt, wodurch man ein hochwertiges Prod. gewann. Vf. machte u. a. die Beobachtung, daß das Material sich beim Erhitzen bis 1000° wie folgt umsetzt:  $2(3 \text{MgO} \cdot 2 \text{SiO}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) = 3 \text{Mg}_2\text{SiO}_4 + \text{SiO}_2 + 4 \text{H}_2\text{O}$ ; bei weiterem Temp.-Anstieg:  $\text{MgSiO}_4 + \text{SiO}_2 = 2 \text{MgSiO}_3$ . (Огнеупоры [Feuerfeste Mater.] 6. 1682—90. Dez. 1938. Charkow, Inst. für feuerfeste Materialien.) v. MNK.

Shin-ichi Suzuki, *Untersuchungen über Titanverbindungen*. 7. (6. vgl. C. 1939. II. 1145.) Vf. beschreibt die beiden Ursachen, auf denen die hohe DE. der titanhaltigen Massen beruht. Es sind dieses die DE. des Sinterrutils u. die additive DE. der Titanmassen. Die Massen wurden mit Ammonphosphat als Mineralisator hergestellt u. bei SK 10 u. 12 gebrannt. Es wurden die DE. der Massen bei Hochfrequenz gemessen. Außerdem wurde der Einfl. von Beimengungen u. die Einw. der Höhe der Brenntemp. untersucht. (Dainippon Yogyo Kyokwai Zasshi [J. japan. ceram. Assoc.] 47. 243—48. Mai 1939. Tokio, Techn. Hochsch., Vers.-Anst. f. Baumaterial [nach dtsch. Ausz. ref.]) PLATZMANN.

Yasuo Tanak, *Der Einfluß des Titanoxyds auf die Sinterung des Magnesits*. I. *Bildung des Magnesiumtitanats*. II. *Der Einfluß des titanoxxydhaltigen Zusatzstoffes auf die Sinterung des mandchurischen Magnesits*. Werden Massen aus 2 MgO + TiO<sub>2</sub> auf 1300 bzw. 1400—1500° erhitzt, so ergibt sich auf Grund röntgenograph. Unterss. folgendes Rk.-Schema:



Der Rk.-Verlauf von Massen aus MgO + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub> ist wie folgt:



Der Sinterungsgrad dieser Massen verläuft parallel zur Titanatbildung. Die aus reinen Substanzen hergestellten Massen sind reaktionsfähiger als die aus Rohstoffen hergestellten. — Aus Magnesia u. Titanoxxyd wird im festen Zustande also zunächst Magnesiummetatitanat u. dann Orthotitanat gebildet. Je größer der Anteil an freier Magnesia ist, um so leichter erfolgt die Orthotitanatbildung. Bei einem Magnesit-Rutilgemisch wird zuerst bei niedrig liegender Brenntemp. (1200°) Magnesiummetatitanat gebildet. Die Menge des Metatitanats u. der entsprechende Sinterungsgrad sind proportional zum Titanoxxydgehalt. Bei 1300° sintert die M. bei 1%ig. Zusatz am stärksten, weil das Orthotitanat im magnesiareichen Anteil zuerst gebildet wird u. dieser Spinell bes. wirksam die Sinterung herbeiführt. Bei 1400° wird dann die Bldg. des Orthotitanats leicht; Menge u. Sinterungsgrad verlaufen wieder proportional zum Titanoxxydgehalt. Bei einer Magnesit-Ilmenitmischung ist die Spinellbldg. u. damit die entsprechende Sinterung bes. leicht, da das Titanoxxyd schon als FeO·TiO<sub>2</sub> in die Mischung gelangt. Durch Zusatz von titanoxxydhaltigen Stoffen gelingt es mandchur. Magnesit schon bei 1300—1400° zu sintern. (J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 42. 202 B—05 B. Juni 1939. Dairen, Südmandschur. Eisenbahn-Ges., Zentrallabor. [Nach dtsch. Ausz. ref.]) PLATZMANN.

Francesco Massone, *Der Asbest, seine Gewinnung und seine Anwendung in Italien*. Überblick über die verschied. Asbestsorten, ihr Vork., die italien. Asbestproduktion u. die Verarbeitungsverfahren. (Ind. minerar. Italia Oltremare 13. 139—47. April 1939.) R. K. MÜLLER.

P. H. Bates, *Wieviele Zementarten werden benötigt?* Beschreibung der 4 hauptsächlichsten Zementtypen: n. Portlandzement, frühhochfester Zement, Zement mit niedriger Abbindewärme u. gegen chem. Angriffe widerstandsfähiger Zement nach Eigg. u. Verwendung. (Rock Prod. 42. Nr. 8. 51. 53. Aug. 1939. Washington, D. C., Nat. Bur. of Stand.) SEIDEL.



**C. R. Platzmann**, *Spezialzemente*. Zusammenfassende Darst. u. Beurteilung der verschied. Zemente in bezug auf Verwendungszweck u. Notwendigkeit der Herstellung. (Cement Lime Manufact. **12**. 163—67. Aug. 1939.) SEIDEL.

**Alton J. Blank**, *Spezialzemente*. Zusammenfassende Darstellung. (Rock Prod. **42**. Nr. 8. 55. 60. Aug. 1939.) SEIDEL.

**G. Assarsson**, *Reaktionen zwischen Tonerdezement und Wasser*. Es wird berichtet über die Hydratisierung von reinen Ca-Aluminaten, Ca-Ferriten, Bicalciumsilicat, Gehlenit u. von Tonerdezement u. Unterss. über die oben genannten wasserfreien Verb. mit einer Deutung des chem. Charakters der Hydratisierungsreaktionen. (Proc. Sympos. Chem. Cements Stockholm **1938**. 441—58. Stockholm, Geological Survey of Sweden.) SEIDEL.

**T. Thorvaldson**, *Portlandzement und hydrothermale Reaktionen*. Es werden die Forschungsergebnisse bei hydrothormaler Behandlung von Portlandzement u. dessen Bestandteilen erörtert: Hydrothermale Synth. von hydratisierten Silicaten, hydrothermale Rkk. der wasserfreien Silicate, Zusammenfassung über Ca-Hydro-silicate, hydrothermale Synth. von Ca-Hydroaluminaten, hydrothermale Veränderungen von  $4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$  u.  $2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ , sowie hydrothermale Behandlung von Portlandzement u. Beton: Einfl. auf Festigkeit u. andere physikal. Eig. sowie auf Widerstandsfähigkeit gegenüber der Einw. von Sulfaten. (Proc. Sympos. Chem. Cements Stockholm **1938**. 246—67. Saskatoon, Canada, Univ. of Saskatchewan.) SEIDEL.

**T. C. Powers**, *Das „Bluten“ von Portlandzementbrei, -mörtel und -beton. Behandelt als gesonderter Fall von Sedimentation*. Das „Bluten“ von Zementbrei, Mörtel u. Beton ist aufzufassen als das Absetzen fester Teile, die temporär suspendiert waren. Es wird ein Verf., dieses Absetzen zu messen, mitgeteilt. Das Bluten bzw. Schwitzen erfolgt in 2 Phasen, bei denen die erste konstante, die zweite abnehmende Geschwindigkeit besitzt. Die Absetzgeschwindigkeit folgte einem allg. Gesetz, das sich vom POISEUILLESchen Gesetz der capillaren Fließgeschwindigkeit ableitet. Die Größe hängt daher ab vom hydraul. Gefälle u. der Größe der capillaren Kanäle zwischen den suspendierten Teilchen. Die Größe der Kanäle hängt ab von der spezif. Oberfläche der festen Stoffe, vom W.-Geh. der Mischung u. einer Konstanten, die charakterist. für feste Stoffe in Suspension ist u. in Beziehung steht zum Verhältnis der vorhandenen W.-Menge zu den festen Stoffen. (J. Amer. Concrete Inst. **10**. 465—79; Publ. Roads **20**. 67—75. Juni 1939. Chicago, Ill., Portland Cement Ass.) PLATZMANN.

**Carl A. Menzel**, *Einige Faktoren, die die Ergebnisse von Haftzugversuchen beeinflussen*. Es wurde die Haftung von Eisenstäben an erhärtetem Zement untersucht. Einfl. auf das Ergebnis besitzen folgende Faktoren: Art der Staboberfläche, Länge der Einbettung, Art des Griffes u. seiner Stellung, Stellung des Stabes in Beziehung zur Schüttung des Betons, Durchtreten von W. aus den Formen gleich nach dem Einbringen des Betons. Es wurde Beton mit verschied. Zementgeh. u. verschied. Prüfaltern untersucht. (J. Amer. Concrete Inst. **10**. 517—42. Juni 1939. Chicago, Ill., Res. Labor. Portland Cement Ass.) PLATZMANN.

**Roy W. Crum**, *Beton in Gegenwart und Zukunft*. Übersicht über die Entw. der Betonbereitung der letzten 30 Jahre, über Einbringen, Verformung u. Maßnahmen während der Erhärtung. Hinweise auf das in den letzten Jahren erschienene Schrifttum mit 17 Zitaten der wichtigsten Arbeiten auf dem Gebiete der Erforschung des Betons. (Cement, Lime Gravel **13**. 180—83. Juni 1939. Washington, D. C., Highway Research Board.) SEIDEL.

**F. Müller-Skjöld**, *Antike Kalkmörtelkunst und ihre Lehren für die Verbesserung unserer Mörteltechnik*. An der Zus. von Putzen aus Rom, Pompeji u. Herculeaneum u. ihrem geschichteten Aufbau wird festgestellt, daß die Römer ihre Putze, Mörtel, u., wie im Mosaik, auch Verb.-Mörtel nach festliegendem Gebrauch aufgebaut haben. (Tonind.-Ztg. **63**. 824—26. 11/9. 1939. Berlin.) SEIDEL.

**Carl Rödl**, *Betriebsverfahren bei Herstellung von Dolomitkalk mit niedrigen Garbrandtemperaturen*. Es wird über die Herst. eines hydraul. Mörtelstoffs aus württemberg. Dolomit berichtet. Als Ofen diente ein Kalkschachtofen, der mit Koksgrieß, Schlacken-kohle u. Magerkohle (insgesamt 7% Brennstoffverbrauch), d. h. mit 312 Wärme-einheiten je kg Material gefeuert wurde. Die Ofenausbeute betrug 78%. Es wurden gute Festigkeiten ermittelt. Raumbeständigkeits- u. Abbindezeitprüfungen wurden bestanden. (Tonind.-Ztg. **63**. 719—20. 7/8. 1939.) PLATZMANN.

**Josef Matějka**, *Die Verwendung von Kalk in der technischen Praxis*. Nach Besprechung der Verwendung des Kalkes zu Bauzwecken, zeigt Vf. dessen Wichtigkeit als Dünge-, Reinigungs- u. Desinfektionsmittel, als Zuschlag bei der Eisenverhüttung, in der Zement-, Zucker-, Leder-, u. Papierindustrie, u. als Ausgangsprd. in der Düngemittel- u. Acetylenchemie. (Stavivo **20**. 209—11. 1/7. 1939. Brünn.) ROTTER.



**J. A. Knight**, *Calciumchlorid im Bauwesen*. Es wird zunächst eine kurze Übersicht über Herst., Eigg. u. Verwendung von  $\text{CaCl}_2$  (als Zusatz zu Beton, in Kühlsole u. zur Eisentfernung) gegeben. Dann wird ausführlicher die Anwendung im Straßenbau beschrieben (Staubbindung, Verfestigung des Untergrundes u. der Decke). (Engng. J. 22. 360—63. Aug. 1939. Toronto, Brunner, Mond Canada Ltd.) SKALIKS.

**L. Kolářský**, *Anwendung der Photographie in der Keramik*. Zusammenfassender Überblick über die Anwendung der Photographie bei der Analyse keram. Produkte. (Staviv 20. 249—50. 1/8. 1939. Prag.) ROTTER.

**Th. Ziener**, *Prüfung von Hohlglas auf Spannungen mit der neuen Polarisationsbrille*. Beschreibung der Anwendung der ZEISS'schen Polarisationsbrille. (Sprechsaal Keram., Glas, Email 72. 473—75. 14/9. 1939. Melsungen.) SKALIKS.

**J. W. Mc Burney** und **A. R. Eberle**, *Gefrier- und Tauversuche mit Ziegelsteinen*. Die Ziegelart beeinflusst die relative Wrkg. der Unterschiede in den Prüfverfahren. Es können sich große Irrtümer ergeben, wenn Vgl. aus Ergebnissen gezogen werden, die auf verschied. Prüfverf. beruhen. Wenn nach gleichem Verf. gearbeitet wird, macht es nur wenig aus, ob ganze oder halbe Ziegel geprüft werden. Je feuchtigkeitsgesättigter die Ziegel waren, um so schwerer ist ihre Beanspruchung bei den Gefrier- u. Tauversuchen. Die Beanspruchung war schwerer, wenn das Gefrieren in Kontakt mit W. statt mit Luft erfolgte. (Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 38. 470—83. 1938. Washington, Nat. Bur. of Standards.) PLATZMANN.

**Jean Cléret de Langavant**, *Neue Verbesserung der Thermosmethode zur Bestimmung der Hydratationswärme der Bindemittel. Automatische Korrektur für die Temperaturänderungen der Umgebung*. Durch die Verwendung einer 2. (therm. geeichten) Thermosflasche wird die C. 1939. I. 1928 referierte Meth. unabhängig von der Außentemperatur. Man braucht nur noch die Temp.-Differenz der beiden Thermosflaschen abzulesen. Die Anwendung eines Thermostaten ist überflüssig. (Rev. Matér. Construct. Trav. publ. 1939. 106—09. Juni 1939.) SKALIKS.

**Stanley Ralph Laue**, Colnbrook, England, *Kaltglasurmasse*, bestehend aus einem Gemisch aus einem Sulfat enthaltenden oder bildenden Stoff, z. B. Alaun,  $\text{CaCl}_2$ , Zement u. einem gebräuchlichen wasserabweisenden Stoff. (E. P. 507 911 vom 20/12. 1937, ausg. 20/7. 1939.) HOFFMANN.

**Hermann Harkort**, Berlin, *Bleiglasuren*. Zur Herst. von Bleiglasuren wird als Pb-haltiger Bestandteil teilweise oxydierter Pb-Staub verwendet, der vor dem Schmelzprozeß der Einw. von W. in Ggw. von Luft- $\text{O}_2$  ausgesetzt wird. (Schwz. P. 203 441 vom 15/10. 1937, ausg. 16/6. 1939. D. Prior. 17/3. 1937.) HOFFMANN.

**Horbach & Schmitz**, Köln, *Mühl- und Schleifstein*, bestehend aus dichtem Quarz, gekörntem Bims oder Bismehl oder Gemischen derselben u. Magnesia-zementbindung. (D. R. P. 679 919 Kl. 80 b vom 6/7. 1938, ausg. 16/8. 1939.) HOFFMANN.

**Carborundum Co.**, übert. von **Norman P. Robie**, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Schleifmittel*, dad. gek., daß es ein hitzehärtbares Bindemittel, z. B. Phenolaldehydharz, Schleifkörner u. Glasfasern in Form von einzelnen Fasern, Fäden, Filz oder Gewebe als Verstärkung oder Unterlage enthält. (A. P. 2 138 882 vom 27/7. 1936, ausg. 6/12. 1938.) SARRE.

**Tool Metal Manufacturing Co. Ltd.**, London, *Glasschneidmaterial*, bestehend im wesentlichen aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  u. 20—40% eines duktilen Metalles, wie Fe. Diese beiden Bestandteile sind zu einer harten M. zusammengesintert. (E. P. 506 964 vom 21/6. 1938, ausg. 6/7. 1939. D. Prior. 21/6. 1937.) HOFFMANN.

**British Thomson-Houston Co. Ltd.**, London, *Überziehen des Inneren von Glasröhren mit einer Emailschicht*. Die Glasröhren werden innen mit einer Schicht einer emailbildenden Mischung bedeckt. Man läßt sie dann um ihre eigene Achse rotierend um ein langgestrecktes elektr. Heizelement rotieren, parallel zu dem sie in einigem Abstand angeordnet sind. Man kann mit geringer Stromstärke beginnen, so daß die Emailmischung zuerst festklebt u. steigert dann die Temp. bis zum Erweichen der Mischung. Vorrichtung. (E. P. 507 187 vom 11/12. 1937, ausg. 6/7. 1939. A. Prior. 11/12. 1936.) ZÜRN.

**Comp. Réunies des Glaces et Verres Spéciaux du Nord de la France**, Frankreich, *Korrosionsschutz an den Rändern von geschnittenem Drahtglas* durch Überziehen der Ränder mit einer Metallschicht aus Zn, Sn, Pb, Al, Ni oder Legierungen daraus. Das Metall wird in geschmolzener Form auf die Kanten aufgespritzt. Gegebenenfalls werden die metallisierten Kanten noch mit einem Pigmentölfarbanstrich versehen. (F. P. 843 035 vom 26/2. 1938, ausg. 23/6. 1939.) M. F. MÜLLER.

**Georg Zotos**, Berlin, *Erschmelzen von schwer schmelzenden Stoffen, insbesondere  $\text{SiO}_2$* , mit Hilfe eines Drehrohrofens, bei dem die Umlaufgeschwindigkeit der Ofendrehung



derart hoch ist, daß sich die Schmelzmasse über die innere Oberfläche der Trommel prakt. gleichmäßig verteilt u. das Niederschmelzen von einer durch das Ofeninnere hindurchschlagenden Flamme bewirkt wird, dad. gek., daß 1. die Umlaufgeschwindigkeit der Trommel so gesteigert wird, daß der auf das Schmelzgut ausgeübte, durch die Fliehkraft erzeugte Druck genügt, um eine Verdampfung der Schmelze zu verhindern. — 2. der Flamme feingemahlener Staub zwecks Erhöhung der Strahlungswrkg. zugesetzt wird. — Zeichnung. (D. R. P. 678 561 Kl. 32 a vom 5/12. 1935, ausg. 18/7. 1939.)

M. F. MÜLLER.

**Virginia Smelting Co.**, Portland, Maine, übert. von: **Frederick W. Binns**, Quincy, Mass., V. St. A., *Bleichen von mineralischen Stoffen, wie Ton, Sand, Bauxit oder dergleichen, welche reduzierbare Farbstoffe enthalten.* Die mineral. Stoffe werden mit einer Hyposulfitslg., z. B.  $\text{ZnSO}_4$ , u. einer schwach ionisierten Lsg. einer Säure behandelt, deren Dissoziationskonstante etwa  $2 \times 10^{-4}$  oder weniger beträgt. (A. P. 2 165 532 vom 19/4. 1935, ausg. 11/7. 1939.)

HOFFMANN.

**General Ceramics Co.**, übert. von: **Samuel J. McDowell**, Metuchen, N. J., V. St. A., *Keramischer Gegenstand mit geringer Dielektrizitätskonstante.* 70—95 (Teile) Talk werden mit 1—10 eines alkalifreien Oxydes, z. B.  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  oder  $\text{Sb}_2\text{O}_5$  u. 0—20 Ton vermischt, worauf die M. nach der Formgebung gebrannt wird. (A. P. 2 168 230 vom 2/9. 1937, ausg. 1/8. 1939.)

HOFFMANN.

**British Thomson-Houston Co., Ltd.**, London, *Keramisches Material mit hoher Dielektrizitätskonstante*, bestehend aus einer dichten, verglasten M., die  $\text{TiO}_2$  u.  $\text{CaTiSiO}_5$  als anorgan. Bindemittel enthält. Beispiel: 90 (Gewichtsteile)  $\text{TiO}_2$ , 3,4  $\text{CaTiSiO}_5$ , 3,3  $\text{MgO}$  u. 3,3  $\text{BeO}$ . (E. P. 505 165 vom 28/12. 1938, ausg. 1/6. 1939. A. Prior. 30/12. 1937.)

HOFFMANN.

**Telefunken Ges. für drahtlose Telegraphie m. b. H.**, Berlin, *Gasdichte Verbindung zwischen Metall und einem keramischen Körper.* Ohne Verwendung bes. Glasurmittel wird ein Metallpulver, z. B. W, bei einer Temp. auf den keram. Körper aufgesintert, die zwischen dem F. des am niedrigsten schm. Eutektikums der keram. M. u. dem F. des keram. Körpers liegt. Auf den so vorbereiteten keram. Körper wird der Metallteil mittels eines Lotes befestigt. Beispielsweise wird W-Pulver auf einen keram. Körper von der Zus. 30%  $\text{MgO}$ , 61%  $\text{SiO}_2$ , 4%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 2%  $\text{CaO}$  u. 3%  $\text{MnO}_2$  bei etwa 1300° aufgesintert, worauf ein aus Ni u. Fe bestehender Metallkörper an diesem mit reinem Ag-Lot befestigt wird. (E. P. 503 771 vom 11/10. 1937, ausg. 11/5. 1939. D. Prior. 10/10. 1936.)

HOFFMANN.

**Licentia Patent-Verwaltungs-Ges. m. b. H.**, Berlin, *Vakuumdichte Verbindung zwischen Keramik und Metall.* Das Metall, welches aus einem Grundmetall, wie Ag, Cu, Al u. einem Zusatz, wie Si, Mn, B, Sn, Li, P, der mit der Keramikoberfläche chem. Verbb. eingeht, besteht, wird unmittelbar auf die Keramikoberfläche aufgeschmolzen. (Schwz. P. 202 198 vom 28/9. 1937, ausg. 1/4. 1939. D. Prior. 13/10. 1936.)

HOFFMANN.

**Siemens-Schuckertwerke Akt.-Ges.**, Berlin-Siemensstadt, *Festhaftende Metallüberzüge auf keramischen Körpern.* Der keram. Körper wird auf die Schmelztemp. des Überzugmetalles erhitzt, worauf dieses unmittelbar darauf nach dem Metallspritzverf. aufgetragen wird. (E. P. 508 014 vom 20/12. 1937, ausg. 20/7. 1939. D. Prior. 19/12. 1936.)

HOFFMANN.

**Separation Process Co.**, Catasauqua, Pa., V. St. A., *Verfahren zur Herstellung einer brennfertigen Zementroh Mischung* aus einem einen Bestandteil im Überschuß enthaltenden Rohstoff, bei dem ein Teil des Rohstoffes einer Schaumflotation unterworfen u. dann mit dem nicht flotierten Teil wieder vereinigt wird, dad. gek., daß der nicht zu flotierende Teil auf die zur Zementbrennung erforderliche Korngröße zerkleinert u. der andere Teil in einer mit einem Abscheider in geschlossenem Kreislauf zusammenarbeitenden Mühle in eine für die Schaumflotation geeignete feine Fraktion u. eine in die Mühle zurückzuführende grobe Fraktion geteilt, die feine Fraktion mindestens teilweise der Schaumflotation unterworfen u. das hierdurch gewonnene Konzentrat entwässert u. mit dem ersten Teil vereinigt wird, wobei die Verhältnisse der Teile u. Fraktionen so bemessen werden, daß das Endgemisch einen Rohschlamm bildet, der die Bestandteile in den für das Zementbrennen geeigneten Anteilen enthält. (D. R. P. 679 106 Kl. 80 b vom 17/5. 1938, ausg. 28/7. 1939. E. Prior. 14/6. u. 1/10. 1937.)

HOFFMANN.

**Laminoid Products Ltd.**, London, *Faserstoff-Zementmasse*, bestehend aus einem Gemisch aus Zement, Asbest u. harten pflanzlichen Faserstoffen, wie Sisal oder Manila. (E. P. 503 482 vom 4/10. 1937, ausg. 4/5. 1939.)

HOFFMANN.

**Hans Hatschek**, Gmunden, und **Hans Czerwenka**, Vöcklabruck, *Asbestzementgegenstände.* Der auf der Pappenmaschine zu verformenden Asbestzementmischung



wird Sand, welcher gröber ist als der benutzte Zement, zugesetzt. (E. P. 503 732 vom 5/9. 1938, ausg. 11/5. 1939. Oe. Prior. 3/9. 1937.)

HOFFMANN.

**Turner & Newall Ltd.**, Rochdale, England, *Oberflächlich verzierte Asbestzementplatten*. Auf frisch geformte, noch feuchte Asbestzementplatten wird eine Trockenmischung aus weißem Zement, Asbest u. Pigmentfarben in gleichmäßiger Schicht aufgestreut u. unter Druck mit der Unterlage vereinigt. (E. P. 509 125 vom 14/12. 1938, ausg. 10/8. 1939. D. Prior. 21/12. 1937.)

HOFFMANN.

**Jean Maxime Beau**, Paris, *Mörtelmischung*, bestehend aus Zementmörtel, dem feingemahlten magnet. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, vorzugsweise in Form von künstlichem Magnetit von hoher Reinheit, zugesetzt ist. (E. P. 504 259 vom 18/10. 1938, ausg. 18/5. 1939. F. Prior. 30/4. 1938.)

HOFFMANN.

**Abram Rupert Neelands**, Doncaster, England, *Fugenfüllmasse*, bestehend aus einer Mischung aus Kalkstein u. anorgan. Füllstoffen, wie Schiefer, Schlacke oder dgl., mit Zement, dem 1—3% Bentonit oder Diatomeenerde zugesetzt sind. (E. P. 505 211 vom 8/11. 1937, ausg. 1/6. 1939.)

HOFFMANN.

**Louis Vielhaber**, Emailtechnik. Berlin: VDI-Verlag. 1939. (146 S.) 8°. M. 9.—; f. VDI-Mitgl. M. 8.10.

## VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung.

**G. Trömel**, *Die Grundlagen der Phosphorversorgung der deutschen Landwirtschaft*. Schrifttumsbericht. (Forschungsdienst 8. 147—52. Aug. 1939. Düsseldorf.) GRIMME.

**M. Kurachtanow**, *Über die agronomische Beurteilung von Präcipitat aus Phosphoriten*. Das R<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-freie Präcipitat aus Knochen stellte sich in seiner Wrkg. gleich dem Superphosphat aus flotiertem Apatit (Vers.-Boden: Tschernosjem, sandiger Podsolboden; Vers.-Pflanze: Zuckerrüben, Hafer, Erbsen). Die Wrkg. des Präcipitats aus Phosphorit mit hohem Geh. an R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> stand weit unter der des Präcipitats aus Knochen. Zur Bewertung der Präcipitate mit hohem Geh. an Sesquioxiden eignet sich die PETERMANSsche Lsg. nicht. (Труды Научного Института по Удобрениям и Инсектофунгицидам им. Самойлова [Arb. wiss. Ssamoilow-Inst. Düngemittel Insektofungicide] 1938. Nr. 141. 156—66.)

GORDIENKO.

**D. G. Gratschew**, *Agrarchemische Beurteilung von einfachen und doppelammonisierten Superphosphaten*. Die Wrkg. u. Nachwrkg. von schwach ammonisiertem einfachem Superphosphat (mit einem N-Geh. bis 3,0%) stellt sich gleich der von gewöhnlichem Superphosphat, doch ist das erstere vorteilhafter, da es bessere physikal. Eig. besitzt. Die Wrkg. der bis zur völligen Sättigung ammonisierten einfachen Superphosphate (mit einem N-Geh. von etwa 7,5%) wird durch Rk. des Bodens stark beeinflusst; die bis zu einem N-Geh. von 5—6% ammonisierten Superphosphate zeigen eine beständigere Wirkung. Doppelte, schwach ammonisierte Superphosphate stellen sich in bezug auf ihre Wrkg. u. Nachwrkg. auf Erträge gleich den doppelten, nicht ammonisierten Superphosphaten u. werden in dieser Beziehung von Bodeneigg. weniger beeinflusst als einfache hochammonisierte Superphosphate. (Труды Научного Института по Удобрениям и Инсектофунгицидам им. Самойлова [Arb. wiss. Ssamoilow-Inst. Düngemittel Insektofungicide] 1938. Nr. 141. 179—97.)

GORDIENKO.

**L. Schulte**, *Beitrag zur Frage der bei der Strohkompostierung auftretenden Humifizierungsvorgänge*. Bericht über Verss. zur Klärung der Frage, in welcher Weise die verschied. Kompostierungsmethoden bei der Kunstmistbereitung Einfl. auf Menge u. Qualität des gebildeten Humus haben. Die zugesetzte N-Menge betrug 0,7 u. 1,4% N, auf lufttrocknes Stroh berechnet. N wurde als Kalkstickstoff u. Kalkharstoff verabreicht. Als Lagerungsarten wurden sofortige Festlagerung u. Heißmistlagerung verwendet. Die Gesamtverluste waren bei der Heißvergärung ca. 10% höher als bei sofortiger fester Lagerung, bei doppelter N-Gabe geringer als bei einfacher. Die Best. des gebildeten Humus ergab bei einfacher N-Gabe u. Heißvergärung absol. höhere Werte. Die ermittelten Humusformen waren bei allen Bereitungsarten vollkommen gleich u. gehörten dem Typ der Braunhuminsäuren an. Im Original zahlreiche instruktive Tabellen. (Bodenkunde u. Pflanzenernähr. 14 (59). 297—322. 1939. Berlin.)

GRIMME.

**Albert Howard**, *Versuche mit pulverigem Müll als Humusbildner*. Schrifttumsbericht. (Fertiliser, Feed. Stuffs Farm Suppl. J. 24. 401—03. 26/7. 1939.) GRIMME.

**L. A. Christstewa**, *Die Herstellung der regenerierten Huminsäuren aus Kohlschiefer und deren Eigenschaften*. Mitt. I. Durch Schmelzen von Kohlschiefern mit 10 g KOH u. 2,5 g KNO<sub>3</sub> bei 300—320° wird der organ. Stoff derselben in regenerierte Huminsäuren verwandelt, deren Ausbeute außer von der Zus. des Schmelzmittels u.



der Schmelztemp., auch von der Schieferart abhängt. Durch Behandlung der Schmelze mit W. wird neben den Huminsäuren auch  $P_2O_5$  ausgelaugt. Die Asche dieses Stoffs ist überdies reich an  $CaO$ ,  $MgO$  u.  $R_2O_3$ , was ihre durch die Praxis bestätigte ausgezeichnete Düngewirkung erklärt. (Химический Журнал. Серия В. Журнал Прикладной Химии [Chem. J. Ser. B., J. of appl. Chem.] 11. 1506—11. Okt./Nov. 1938. Woroschilowgrad, Landwirtschaftl. Inst., Lehrkanzel f. Agrikulturchem. u. Bodenkunde.) POHL.

**A. W. Rybalkina**, Die Lebensfähigkeit von *Azotobacter chroococcum* Beijer-Kulturen im Torf. Bei der Herst. des Azotogens in der Moskauer Azotogenfabrik wurde einige Zeit massenhaftes Absterben von *Azotobacter chroococcum* nach seiner Einbringung in Torf beobachtet. Die Unters. zeigte, daß dies durch die Ggw. von vielen antagonist. Bakterien u. Amoeben im Torf, sowie durch die zeitweise auftretende tox. Wrkg. des Torfes hervorgerufen wurde. (Microbiol. [russ.: Mikrobiologija] 7. 933—35. 1938. Moskau, Inst. f. Mikrobiol. d. Akad. d. Wiss.) GORDIENKO.

**Wm. A. Albrecht**, Physiologie der Knöllchenbakterien in Beziehung zur Bodenfruchtbarkeit. Leguminosenwachstum u. N-Fixierung verlangen genügenden  $CaO$ -Gehalt des Bodens. Die  $P_2O_5$ -Ausnutzung steigt mit der Höhe des ausnutzbaren  $CaO$ . Auch die  $K_2O$ -Aufnahme wird durch  $CaO$  begünstigt.  $MgO$  übt eine gewisse energet. Wrkg. aus auf  $CaO$ , d. h. es befördert die  $CaO$ -Aufnahme durch die Pflanze. (Proc. Soil Sci. Soc. America 2. 315—24. 1937. Columbia, Miss.) GRIMME.

**P. W. Wilson und Orville Wyss**, Mischkultur und die Ausscheidung von Stickstoff durch Leguminosen. (Vgl. C. 1938. I. 1600.) Unter gewissen Umständen geben Leguminosen einen Teil des fixierten N an das Substrat ab. Dies wurde bei allen im Vers. befindlichen einheim. Leguminosen gefunden, während halbtrop., wie Soja u. Erdbeise, sich negativ verhielten. Die Ausscheidung geht mit hohem Kohlenhydratgeh. parallel, dürfte somit mit der Photosynth. eng verbunden sein. Mischkultur mit Getreide scheint in gewisser Hinsicht die N-Ausscheidung zu begünstigen. (Proc. Soil Sci. Soc. America 2. 289—97.) GRIMME.

**R. Newton, R. S. Young und J. G. Malloch**, Nitrifizierung unter und nach Luzerne, Trespe, Wiesenlischgras und Raigras. I. Stickstoffabsorption von Futter- und nachfolgenden Weizenpflanzen. Die mittlere, jährliche N-Absorption durch die Pflanzen (ausschließlich Wurzeln u. Stoppeln) betrug für Luzerne 94,9 lb/acre, Wiesenlischgras 39,5, Raigras 62,9 u. Trespe 61,1, für die ganzen Pflanzen betrug sie 241,8 — 152,2 — 137,8 — 154,2 lb/acre. Nachfolgende Weizenkulturen zeigten N-Werte von 63,4 — 58,6 — 56,3 u. 51,9 lb/acre. Wurzeln u. Stoppeln der Leguminosen enthielten ca. 71% der Trockensubstanz u. 68% des N der gesamten Pflanze, bei Weizen waren die entsprechenden Werte 19 u. 9%. (Canad. J. Res., Sect. C 17. 212—31. Juli 1939. Edmonton, Ala.) GRIMME.

**W. A. Albrecht und T. M. McCalla**, Nitrifikation von durch Kolloidton adsorbiertem Ammoniak. Die Verss. ergaben, daß von Koll.-Ton adsorbiertes  $NH_3$  durch nitrifizierende Mikroorganismen nitrifiziert wird. Gleichzeitige Absorption anderer Kationen kann den Verlauf der Nitrifizierung verändern. (Proc. Soil Sci. Soc. America 2. 263—67. 1937. Columbia, Miss.) GRIMME.

**J. C. Burton und P. W. Wilson**, Die Sonderheiten der Wirtspflanzen unter den *Medicago*-Sorten in Gemeinschaft mit den Knöllchenbakterien. Verschied. Zuchtstämme von *Rhizobium miloti* werden auf ihr N-Bindungsvermögen an *Medicago arabica*, *Medicago hispida*, *Medicago lupulina*, *Medicago minima* u. *Medicago sativa* (GRIMM, LADAK, HAIRY PERUVIAN) untersucht. Während alle Stämme mit *Medicago sativa*, *M. lupulina* u. *M. minima* N zu binden vermochten, war nur ein Stamm imstande, mit *M. arabica* u. *M. hispida* N zu binden. Die fixierten N-Mengen waren trotz gleicher Wachstumsbedingungen bei den einzelnen Sorten sehr verschieden. (Soil Sci. 47. 293—304. April 1939. Univ. of Wisconsin.) WA. SCHULTZE.

**R. Balks**, Über die Rolle des Schwefels in der Pflanzenernährung. Sammelbericht über die Rolle des Schwefels im Pflanzenleben, seine Ausnutzung durch Boden u. Pflanze. Bei regelmäßiger Stallmistzufuhr u. Düngung mit sulfathaltigen Mineraldüngern ist eine pflanzenschädigende Verarmung an aufnehmbaren Sulfaten nicht zu befürchten. (Ernähr. Pflanze 35. 194—201. Juli 1939. Ebstorf.) GRIMME.

**H. Engelke**, Der Ölfruchtanbau im Trockengebiet. Bericht über Anbauverss. mit Raps, Öl- u. Faserlein. Anbau- u. Düngungsfragen. Am aussichtsreichsten erscheint der Raps. (Mitt. Landwirtsch. 54. 676—80. 27/7. 1939. Halle, Saale.) GRIMME.

**F. Vogel und R. v. Hößlin**, Düngung des Weißkrautes bei Ausdehnung des Anbaus auf Neuland. Weißkohl ist ein typ.  $K_2O$ -Fresser u. bedarf einer reichlichen  $K_2O$ -Versorgung.  $K_2O$ -Mangel äußert sich anfangs in einem Welligwerden der Umblätter unter gleichzeitiger heller Verfärbung. Es folgt die Verfärbung des Zwischenrippengewebes,



Absterben des Blattrandgewebes, Absterben des Zwischenrippengewebes, schließlich verdorren die Blätter. Eine sachgemäße Düngung hat außer einer starken Stallmistgabe ein in  $P_2O_5$  u.  $K_2O$  stark betontes Nährstoffverhältnis nötig. (Ernähr. Pflanze 35. 193—94. Juli 1939. Weihenstephan.) GRIMME.

**O. Engels**, *Untersuchungen und Beobachtungen über den Gehalt verschiedener Bodenarten an leicht aufnehmbarem Kali in den verschiedenen Bodenschichten*. Die Unterss. wurden ausgeführt mit 36 verschied. Böden, jeweils mit der Oberkrume u. dem Untergrunde. Hierbei zeigte sich, daß in der weitaus überwiegenden Zahl der Fälle der Untergrund nur einen Bruchteil der  $K_2O$ -Menge der Oberkrume aufweist. Näheres durch die Tabelle des Originals. (Ernähr. Pflanze 35. 70—72. März 1939. Speyer.) GRI.

**Paul Schachtschabel**, *Die Kalireserven des Bodens*. Die NEUBAUERSche Keimpflanzenmeth. gestattet es, die  $K_2O$ -Reserven eines Bodens zu bestimmen. Vf. warnt davor, diese Reserven zu weitgehend zu erschöpfen. (Ernähr. Pflanze 35. 132—35. Mai 1939. Jena.) GRIMME.

**E. Jacob**, *Die Verteilung des Nährstoffs Kali im Wiesenboden*. (Ernähr. Pflanze 35. 201—04. Juli 1939. Stendal.) GRIMME.

**L. A. Dean**, *Verteilung der Formen des Bodenphosphors*. Die Verss. ergaben, daß auf sauren Böden der mit der Düngung gegebene P in alkalilösl. Form gebunden wird, eine Gabe auf neutralen oder  $CaO$ -Böden führt zu säurelösl. bzw. alkaliunlösl. Bindung. Der unlösl. Bodenphosphor ist in der Regel prim. Ursprunges. Näheres im Original. (Proc. Soil Sci. Soc. America 2. 223—27. 1937. Honolulu, Hawaii.) GRIMME.

**W. I. Wernadski**, *Die biochemische Rolle von Aluminium und Silicium im Boden*. (Почвоведение [Pedology] 1939. Nr. 2. 39—41. — C. 1939. II. 2268.) KLEVER.

**Charles S. Cathcart** und **Ralph L. Willis**, *Analysen von Insekticiden und Fungiciden des Handels 1938*. Sammelbericht. (New Jersey Agric. Exp. Stat. Bull. 654. 15 Seiten. Nov. 1938. New Brunswick, N. J.) GRIMME.

**John W. Heuberger** und **James G. Horsfall**, *Beziehung der Teilchengröße und der Farbe von Kupferoxydul zu seiner fungiciden und Schutzwirkung*. Die Farbe von  $Cu_2O$  ist eine Funktion seiner Teilchengröße. Die n. Farbtonung schwankt zwischen Rot bei ca.  $2,57 \mu$  Teilchendurchmesser zu Orange u. Gelb bei ca.  $0,94 \mu$  Teilchendurchmesser. Der mittlere Teilchendurchmesser von therm.  $Cu_2O$  geht bis  $2,93 \mu$ . Die fungicide u. Schutzwirkg. wächst mit der Helligkeit der Farbe. Ggw. von  $CuO$  setzt die Wirksamkeit herab. (Phytopathology 29. 303—21. April 1939. Geneva, N. Y.) GRIMME.

**Edward K. Harvill**, *Toxizität einiger Ester der Chrysanthemummonocarbonsäure des sauren Anteils von Pyrethrin. I*. Es wurde eine Reihe von Estern der Chrysanthemummonocarbonsäure (2,2-Dimethyl-3-isobutyltrimethylen-1-carbonsäure) (I) aus der Säure bzw. deren Chlorid dargestellt u. auf Giftigkeit gegen Insekten geprüft. Sie waren alle unwirksam gegen Schaben (*Periplaneta americana* L.) u. nur 4, der Lauryl-, Myristyl-, Cetyl- u. Diäthanolaminester bewiesen stärkere Giftigkeit gegen *Aphis rumicis*, nämlich bei einer Konz. von  $0,03\%$  letale Wrkg. von 60,4; 62,0; 65,3 u. 63,6% (verglichen mit 70% für die Pyrethrine bei derselben Konz.). Außer dem Furfuryl- u. Vanillinester zeigten die dargestellten Ester keine Anzeichen der Zers. oder einen Verlust der Toxizität nach 6 Monaten. Dies spricht dafür, daß die Unbeständigkeit von *Pyrethrin I* u. *Pyrethrin II* auf dem Ketonalkohol, dem *Pyrethrolon*, beruht. — Deriv. von I: Chlorid, Kp.<sub>1,5</sub> 77°. — Amid,  $C_{10}H_{15} \cdot O \cdot NH_2$ , F. 129—130°. — Anilid, F. 99°. — Äthylester, Kp. 214°,  $n^{20} = 1,4610$ . — Propylester, Kp. 234°,  $n^{20} = 1,4601$ . — Isopropylester,  $C_{13}H_{22}O_2$ , Kp.<sub>1,5</sub> 81—82°,  $n^{20} = 1,4549$ . — n-Butylester,  $C_{14}H_{24}O_2$ , Kp.<sub>1,5</sub> 97°,  $n^{20} = 1,4577$ . — sek.-Butylester, Kp. 236,5°,  $n^{20} = 1,4607$ . — tert.-Butylester, Kp. 216 bis 218° (beginnt sich bei 210° zu zers.),  $n^{20} = 1,4762$ . — Isobutylester,  $C_{14}H_{24}O_2$ , Kp.<sub>1,5</sub> 98,  $n^{20} = 1,4584$ . — n-Amylester, Kp. 259°,  $n^{20} = 1,4625$ . — Isoamylester,  $C_{15}H_{26}O_2$ , Kp. 221°,  $n^{20} = 1,4592$ . — tert.-Amylester, Kp.<sub>3</sub> 130°,  $n^{20} = 1,4652$ . — Hexylester  $C_{16}H_{32}O_2$ ,  $n^{20} = 1,4582$ . — Octylester,  $C_{18}H_{36}O_2$ ,  $n^{20} = 1,4619$ . — n-Decylester,  $C_{20}H_{40}O_2$ ,  $n^{20} = 1,4614$ . — Undecyl-2-ester,  $C_{21}H_{40}O_2$ , Kp.<sub>0,5</sub> 152—153°,  $n^{20} = 1,4599$ . — Laurylester,  $C_{22}H_{44}O_2$ ,  $n^{20} = 1,4616$ . — Myristylester,  $C_{24}H_{48}O_2$ ,  $n^{20} = 1,4626$ . — Cetyylester,  $C_{26}H_{52}O_2$ . — Ceryylester,  $C_{28}H_{56}O_2$ , F. 46—47° (wachsartiges Material). — Furfuryl-ester,  $C_{15}H_{20}O_3$ , Kp. 216°,  $n^{20} = 1,4852$ . — Diäthanolaminester,  $C_{24}H_{39}O_4N$ , Harz,  $n^{20} = 1,4970$ . — Vanillinester,  $C_{18}H_{22}O_4$ ,  $n^{20} = 1,5267$ . —  $\alpha$ -Naphthylester,  $C_{20}H_{22}O_2$ , F. 53°. (Contr. Boyce Thompson Inst. 10. 143—53. Jan./März 1939.) BEHRLE.

**James Hendrick** und **Walter Moore**, *Die chemische Bekämpfung der Insektenplage bei Tieren*. Die lästigen u. gefährlichen Insekten werden eingehend besprochen u. die Schäden aufgezeigt, welche durch sie bewirkt werden. Die bewährten Bekämpfungsmaßnahmen durch Sprüh- u. Stäubemittel, durch Waschungen u. Einreibungen werden krit. besprochen. (Trans. Highland agric. Soc. Scotland [5] 51. 58—74. 1939. Aberdeen.) GRIMME.



**Kurt Sellke**, *Versuche mit chemischen Mitteln zur Bekämpfung des Kartoffelkäfers* (*Leptinotarsa decemlineata* Say). Bericht über Zwangsfütterungsvers. mit Fraßgiften u. Topf-, Schalen- u. Freilandvers. mit Berührungsgiften. Hierbei erwiesen sich die ausgewählten Kalkarsen- u. Bleiarsenpräpp. als äußerst wirksam zur Abtötung von Larven u. Käfern, wobei der Geh. an wasserlösl.  $As_2O_3$  ohne Einfl. auf die insekticide Wrkg. war. Eine Verbrennungsfahr für das Kartoffellaub besteht nicht. Ein Zusatz von  $MgSO_4 \cdot CaO$  verändert die insekticide Wrkg. nicht. Ältere Larven sind weniger empfindlich gegen Fraßgifte als jüngere. Derrishaltige Stäube erwiesen sich als wirksame Berührungsgifte u. sind auch bemerkenswert beständig gegen Feuchtigkeit. (Arb. physiol. angew. Entomol. Berlin-Dahlem 6. 146—71. 5/7. 1939. Berlin-Dahlem.) GRI.

**V. Ghimpu**, *Über das Insekt Thrips tabaci*. Beschreibung der Lebensbedingungen u. der Bekämpfung des Insekts, des gefährlichsten Schädlings des rumän. Tabaks. Als wirksamste Bekämpfungsmittel erwiesen sich die Vergasung der befallenen Felder mit Blausäure oder die Zerstäubung von Petroleum. (Bul. Cultiv. Ferment. Tutunului 28. 235—46. April/Juni 1939. Bukarest-Baneasa, Forschungsinst. f. Tabakbau u. Fermentation. [Orig.: rumän.; Ausz.: franz.] MOLINARI.)

**Herbert L. Dozier**, *Neue Methode zur Verwendung von p-Dichlorbenzol zur Saatbehandlung zwecks Bekämpfung des Batatenkäfers*. Die Verss. zeigten, daß die Dämpfe von p-Dichlorbenzol nur sehr langsam in die Bataten eindringen. 100%<sub>ig</sub>. Abtötung des Schädlings bedingt eine Einw.-Dauer von 5—13 Tagen. (J. econ. Entomol. 32. 372—73. Juni 1939. Sunset, Louis.) GRIMME.

**F. A. Wolf, J. A. Pinckard, F. R. Darkis, Ruth McLean und P. M. Gross**, *Feldversuche über die Konzentration von Benzoldämpfen zur Bekämpfung des Tabakmeltaus*. Prakt. Verss. zeigten, daß im Saatbeet zur Bekämpfung des Tabakmeltaus ca.  $\frac{1}{6}$  der für die Tabakpflanzen tox. Bzl.-Konz. ausreicht. Auf die absol. Konz. sind Größe, Dichtigkeit u. dgl. des Saatbeets von gewissem Einfluß. (Phytopathology 29. 103—20. Febr. 1939. Blacksburg, Va.) GRIMME.

**J. A. Pinckard, F. A. Wolf, Ruth McLean, F. R. Darkis und P. M. Gross**, *Laboratoriumsversuche über die Giftigkeit von Benzoldämpfen bei Tabaksetzlingen und Peronospora tabacina*. (Vgl. vorst. Ref.) Exakte Verss. ergaben bei einer Bzl.-Konz. von ca. 2 Vol.-% schon Schädigungen der Tabaksetzlinge, während 3% direkt verwelkend wirken. Zur Abtötung des Schädlings genügt schon eine Konz. von 0,5% Benzol. (Phytopathology 29. 177—87. Febr. 1939. Blacksburg, Va.) GRIMME.

**Dontcho Kostoff**, *Der Einfluß des Fungicids „Granosan“ auf atypisches Wachstum und Chromosomenverdoppelung bei Pflanzen*. Behandlung von keimenden Samen von *Secale cereale*, *Triticum vulgare*, *T. persicum*, *T. durum*, *T. polonicum* u. *T. aegilopoides* sowie *Pisum sativum* mit 0,5—0,1% Granosan (entsprechend 0,01—0,002% Äthylmercurichlorid) bewirkte Answellung der Keimlinge u. vor allem der Wurzelspitzen in ähnlicher Weise wie Colchicin u. Acenaphthen, wobei abnormale Kernteilungen beobachtet wurden bzw. deren Ergebnisse: Vervielfachung des Chromosomensatzes, Mehrkernigkeit von Zellen sowie auch die Bldg. großer, amöboider Kerne. Granosan vermindert zugleich den bei Colchicinbehandlung störenden Pilzbefall. (Nature [London] 144. 334. 21/8. 1939. Moskau, Acad. of Sciences of USSR, Inst. of Genetics.) LINSER.

**A. Osterwalder**, *Versuche zur Bekämpfung des Schorfes und der Schrotschußkrankheit im Jahre 1938*. (Vgl. C. 1938. II. 155.) Bericht über Spritzverss. mit Veralin-Bordeauxbrühe + Sandovit, Okamito + Rekato, Pomarsol, Burseen XI, Zonol u., Fungicidol. (Schweiz. Z. Obst- u. Weinbau 48. 290—302. 5/8. 1939. Wädenswil.) GRI.

**H. S. Cunningham und P. H. Wessels**, *Kartoffelschorfbekämpfung in Long Island durch Beigabe von Quecksilberverbindungen zu Mischdüngungen zu Mischdüngungen und Beziehung der Bodenreaktion zu dieser Behandlung*. Die besten Erfolge wurden erzielt mit einer Beigabe von 4 lbs Hg-Salz zu 1 t Dünger. Die Verss. ergaben auch einen Zusammenhang zwischen  $pH$  des Bodens u. Schorfbefall. Mit steigendem  $pH$  steigt letzterer. Näheres durch die Tabellen des Originals. (New York State agric. Exp. Stat., Bull. Nr. 685. 3—20. April 1939.) GRIMME.

**Chas. F. Shaw**, *Bodenfarbemaßstab*. Vf. klassifiziert die Bodenfarben auf Grund des Geh. an Schwarz, Weiß, Gelb u. Rot. Die Grenzwerte sind in einer Tabelle zusammengestellt u. daraus die Farbklasse abgeleitet. (Proc. Soil. Sci. Soc. America 2. 431—36. Berkeley, Cal.) GRIMME.

**G. Várallyay**, *Charakterisierung der praktischen Bodentypen durch ihre mechanische Zusammensetzung*. Vf. schlägt vor, zur Charakterisierung der prakt. Bodentypen die Menge der abschlämmbaren Teile bzw. die mechan. Zus. des Bodens zu benutzen. „Sand“ sind jene Böden, deren abschlämmbare Teile weniger als 25%, „Lehm“, deren abschlämmbare Teile 25—50%, „Ton“, deren abschlämmbare Teile über 50%



des Gesamtbodens bilden. (Kisérletügyi Közlemények [Mitt. landwirtsch. Versuchsstat. Ung.] 41. 35—42. 1938. Magyaróvár. [Orig.: ung.; Ausz.: dtsh.]) GRIMME.

**J. M. Riemens**, *Die Bestimmung des Trockenrückstandes von Bodenauszügen*. Bericht über günstige Erfahrungen mit Leitfähigkeitsmessung in einer Glasröhre von 5 cm Länge u. 15 mm Weite, Elektroden aus verzinntem Cu, Wechselstrom von 1 bis 20 mAmp., 1—20 Volt. Diagramme. Das Ergebnis liefert nicht genau den Trockenrückstand, wird aber in der Hauptsache durch die pflanzenschädlichen Salze bedingt. (Landbouwkund. Tijdschr. 51. 616—20. Aug. 1939. Naaldwijk.) GROSZFIELD.

**Frank Wilcoxon** und **S. E. A. McCallan**, *Theoretische Grundlagen für Laboratoriumstoxizitätsprüfung von Fungiciden*. Zum Vgl. bei einwandfreien Verss. soll ein Standardfungicid, z. B. Bordeauxbrühe, herangezogen werden. Aus den erhaltenen tox. Formeln wird nach mathemat. Gesetzen die individuelle letale Dosis berechnet. Näheres im Original. (Contr. Boyce Thompson Inst. 10. 329—38. April/Juni 1939.) GRIMME.

**W. Tell**, Berlin, *Überführung kolloidaler Massen in Pulver- oder Körnerform*. Schlack, Abwasserklärschlamm u. ähnliche Massen werden in überdachten Räumen so gelagert, daß sie einer natürlichen Luftströmung ausgesetzt werden. Man erreicht eine schnelle Trocknung der Massen, welche als Düngemittel oder als Baumaterial verwendet werden können. (Belg. P. 430 913 vom 2/11. 1938, Auszug veröff. 11/5. 1939. A. Prior. 23/11. 1937.) KARST.

**Gunnar Frenger**, Norwegen, *Verbrennung von Abfallstoffen*. Küchenabfälle, Müll u. dgl. Abfallstoffe werden in zwei miteinander verbundenen Verbrennungskammern verbrannt, wobei in der zweiten Kammer Brennstoffe zur Verbrennung gelangen u. die Verbrennungsgase in die erste Kammer geleitet u. dort zur Trocknung u. Entzündung der Abfallstoffe benutzt werden. Vorr. u. Zeichnung. (F. P. 842 572 vom 25/8. 1938, ausg. 14/6. 1939.) KARST.

## VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

**E. J. Pryor**, *Einiges über die Grundlehren der Flotation*. Bericht über die theoret. Grundlagen der Flotation, wie sie sich aus neueren Unterss. ergeben. (Mines Mag. 59. 137—42. Sept. 1938.) VOGEL.

**W. A. Malinowski**, *Neutralisation des schädlichen Einflusses von Sauerstoff und Kohlensäure bei der Flotation von Kupfer-Zinkerzen*. (Vgl. C. 1939. I. 4107.) Bei der Flotation von Cu-Zn-Erzen kann der schädliche Einfl. der aus oxyd. Cu-Mineralien u. aus der Zers. von Cu-Cyanidsalzen mit CO<sub>2</sub> in den Brei übergehenden Cu-Ionen durch Einführung von koll. Metallsulfiden unterbunden werden. Am besten eignet sich koll. ZnS, neben dem auch koll. FeS vorteilhaft verwendet werden kann. (ДРЕВНЛЕ МЕТАЛЛЫ [Nichteisenermetalle] 14. Nr. 1. 44—50. Jan. 1939.) R. K. MÜLLER.

**H. A. Brassert**, *Erfahrungen in amerikanischen und europäischen Hüttenwerken mit besonderer Berücksichtigung der Verhüttung von Feinerzen*. Schluß zu C. 1939. I. 3059. (Stahl u. Eisen 59. 264—67. 2/3. 1939. Berlin.) KOTYZA.

**James Henderson**, *Die Erzeugung, der Verkauf und die Anwendung von Eisen und Stahl in Großbritannien*. Zusammenfassender Vortrag. 14 Tabellen. (Year Book Amer. Iron Steel Inst. 1939. 129—81. London, Appleby-Frodingham Steel Co.) SKAL.

**Franz Rapatz** und **Josef Frehser**, *Untersuchungen über die Bearbeitbarkeit von Eisen und Stahl im Jahre 1938*. (Vgl. C. 1939. I. 2067.) Überblick. (Stahl u. Eisen 59. 756—59. 29/6. 1939.) PAHL.

**M. S. Ssokolow**, *Die Erstarrungsgeschwindigkeit von Stahl in kleinen Volumen beim blocklosen Walzen*. Um die Erstarrungsgeschwindigkeit von fl. Stahl zwischen zwei Walzen kennen zu lernen, wurden gußeiserne Kokillen hergestellt, die dem gegossenen Stahl die gleiche Form erteilen, wie sie beim unmittelbaren Verwalzen von fl. Stahl zwischen Walzen auftritt. Die Erstarrung des Stahls kann in diesen kleinen komplizierten Kokillen sowohl für unlegierten Stahl, als auch für Cr-Stahl nach dem gleichen Gesetz berechnet werden wie die Erstarrung von C-Stahl in Kokillen mit großem Vol. bei einfacher Form, nämlich nach der Gleichung  $\delta = K\sqrt{z}$  mm, worin  $\delta$  die Wandstärke der erstarrten Schicht in mm,  $z$  die Erstarrungszeit des Stahles in Sek., u.  $K$  eine Erstarrungskonstante in mm/Sek.<sup>1/2</sup> bedeuten. Für verschied. Erstarrungsbedingungen (Oberflächenzustand u. Temp. der Kokille, Gießtemp. des Stahles) ändert sich die Erstarrungskonstante  $K$  für C-Stahl in den Grenzen von 2,5—3,4 mm/Sek.<sup>1/2</sup> u. für Cr-Stahl von 2,3—2,6 mm/Sek.<sup>1/2</sup>. Der Cr-Geh. verringert etwas die Erstarrungsgeschwindigkeit, jedoch ist diese nicht dem Cr-Geh. proportional. Durch Bearbeitung der Gußoberfläche der Kokille kann die Erstarrungsgeschwindigkeit stark erhöht werden. Eine Erwärmung der Kokillenwände verringert die Geschwindigkeit der Erstarrung u. die



Härte des Stahls, wobei die Verminderung um so beträchtlicher ist, je geringer die Dicke des Gußstückes ist. Eine Erhöhung der Gießtemp. verringert merklich die Erstarrungsgeschwindigkeit. Die Dauer der Füllung der Kokille mit fl. Stahl ist nur von geringer Bedeutung. Das makroskop. Gefüge von C- u. Cr-Stahl besteht aus feinen Dendriten. Bei den C-Stählen u. Cr-Stählen mit 1,38% Cr ist eine C-Seigerung festzustellen, während in den Stählen mit Cr-Gehh. von 3% u. mehr keine Seigerungen auftreten. (Труды Московского Института Стали им. И. В. Сталина [Arb. Moskauer Stalin-Inst. Stahl] 1939. Nr. 12. 191—210.) HOCHSTEIN.

N. F. Ward und J. E. Dorn, *Die Korngröße von Stahl*. Krit. Schriftumsübersicht. Überblick über bisherige Vorschläge zur Ermittlung der Austenitkorngröße von unter- u. übereutektoiden Stählen. Vgl. der verschied. Korngrößenbest.-Verf. miteinander unter bes. Berücksichtigung der Beziehung nach B. F. SHEPHERD über Härtetiefe u. Bruchkorngröße. Überblick über den Einfl. der Korngröße auf Umwandlungsgeschwindigkeit u. -verlauf, Warm- u. Kaltverarbeit., Bearbeitbarkeit u. Festigkeitseigg. gehärteter u. angelassener Stähle u. auf die Anomalität u. Härbarkeit, sowie auf ihre Beziehung zur Wärmebehandlung. Ansichten über die Entstehung u. das Wachsen des Austenitkorns, sowie über die Beschränkung des Kornwachstumsvermögens. (Metals and Alloys 10. 74—81. 115—21. 212—18. 246—53. Aug. 1939. Berkeley, Cal., Univ.) HOCHSTEIN.

Thomas G. Digges, *Die Austenitumwandlung bei der Abschreckung von sehr reinen Eisen-Kohlenstofflegierungen*. Unters. über den Einfl. der Verschiedenheit der C-Verteilung u. Lsg. im Austenit auf die Art u. Geschwindigkeit der Austenitumwandlung von sehr reinen Fe-C-Legierungen mit verschied. C-Gehh. u. mit Verunreinigungen von nur 0,03%. Die Umwandlung eines ungleichmäßigen Austenitkorns geht oft mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten in verschied. Gebieten innerhalb des Kornes vor sich u. die anfängliche Umwandlung in Troostit ist nicht immer nur auf die Kornzentren beschränkt. Die Feststellungen wurden an einem Beispiel dargestellt, in welchem sich ein bes. Austenitkorn in Zementit, Ferrit, lamellaren Perlit, körnigen Troostit u. Martensit umwandelte. Es wurden die Unters.-Ergebnisse einer Mikrohärtprüfung, die an den Umsetzungsprodd. dieses Austenitkorns vorgenommen wurden, der Einfl. der Korngröße auf die Umwandlungsgeschwindigkeit des Austenits u. das Auftreten von Härterissen in den abgeschreckten Proben von übereutektoiden Legierungen erörtert. (J. Res. nat. Bur. Standards 23. 151—162. Juli 1939.) HOCHST.

J. T. Burwell und J. Wulff, *Allotropische Gefügeumwandlung der Oberfläche von nichtrostendem austenitischem Stahl durch Polieren*. Unters. an austenit. nichtrostendem Stahl mit 18% Cr u. 8% Ni mit dem Elektronenrückstrahlverf. zeigten, daß durch das Polieren der Austenit an der Oberfläche in Ferrit umgewandelt wird. Die Wrkg. des Polierens erstreckt sich bis zu einer Tiefe von  $4 \cdot 10^{-5}$  cm unterhalb der polierten Oberfläche. In den ersten  $2,5 \cdot 10^{-5}$  cm dieser Einw.-Tiefe war der Stahl ca. 90% ferrit. u. über die Tiefe von  $4 \cdot 10^{-5}$  cm hinaus war er vollständig austenitisch. (Metals Technol. 6. Nr. 2. Techn. Publ. 1032. 6 Seiten. Febr. 1939. Kearny, N. J., U. S. Steel Corp., u. Cambridge, Mass. Inst. of Technol.) HOCHSTEIN.

Jos. Wagner, *Die Rolle der Legierungselemente in den Sonderstählen*. Übersicht. (Rev. univ. Mines, Métallurg., Trav. publ., Sci. Arts appl. Ind. [8] 15 (82). 305—16. Juni 1939. Dommeldange (G.-D. de Luxembourg) Aciéries Electriques Arbed.) PAHL.

Albert Portevin und René Castro, *Untersuchungen an Metalleinschlüssen*. (Vgl. C. 1939. II. 2585.) Vff. behandeln die Verf., bei denen die Einschlüsse nach Entfernung aus dem Metall identifiziert werden (Mikroanalyse, D., Brechungsindex, Doppelbrechung, Spektroskopie mit Röntgenstrahlen) neben denjenigen, bei denen der Einschluß im Metallgefüge untersucht wird (Form, Farbe, Doppelbrechung, spezif. chem. Angriffsmittel). Als Beispiele werden folgende Einschlüsse im Stahl beschrieben u. in 43 Aufnahmen wiedergegeben:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ;  $\text{SiO}_2$ ;  $\text{TiO}_2 \cdot \text{FeO}$ ;  $(\text{Cr}, \text{Fe})_2\text{O}_3 \cdot \text{FeO}$ ;  $\text{V}_2\text{O}_5 \cdot \text{FeO}$ ;  $\text{SiO}_2 \cdot 2(\text{Fe}, \text{Mn})\text{O}$ ;  $3\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2(\text{Fe}, \text{Mn})\text{O}$ . (Bull. Soc. franç. Minéral. 61. 308—56. Nov./Dez. 1938.) ADENSTEDT.

Hermann Voss und Fritz Krämer, *Erreichbare Festigkeitseigenschaften bei Chrom-Molybdänbaustählen nach Härtung oder Vergütung*. Unters. der Festigkeitsannahme von Cr-Mo-Stählen in Abhängigkeit von der Abmessung u. den Gehh. an C, Mn u. Cr. Die Unters. zeigten, daß bei Ölhärtung der Einfl. des C-Geh. (0,14—0,5%) auf die Festigkeitsannahme erheblich ist, während der Einfl. des Mn- u. Cr-Geh. bei einem C-Geh. von 0,2% ziemlich gering ist. Die Festigkeitsannahme wird hierbei in Rand u. Kern mit steigenden Abmessungen geringer. Der C-Geh. wirkt sich, ähnlich wie bei höchst erreichbarer Festigkeitsannahme, bei allen Abmessungen stark auf die Härtzunahme im Rand u. Kern aus. Der Einfl. von Mn u. Cr ist bes. bei dünnen Proben kleiner. Die Festigkeitsunterschiede zwischen Rand u. Kern werden bei dickeren Proben nur wenig



größer. Mit steigendem C-Geh. nehmen die Festigkeitsunterschiede zwischen Rand u. Kern zu, während steigende Mn- u. Cr-Gehh. sie etwas verringern. Der Vollständigkeitsgrad der Härteannahme wird bei größeren Querschnitten in Rand u. Kern geringer. Er wird bei höherem C-, Mn- u. Cr-Geh. besser, wobei jedoch der Einfl. des C-Geh. bei Abmessungen über ca. 30 mm Durchmesser nur unwesentlich ist. Ebenso wurden bei weiteren Verss. an prakt. gebräuchlichen Einsatz- u. Vergütestählen die Festigkeitsannahme einer größeren Anzahl von Schmelzen, deren Analysen in ähnlichen Grenzen wie die Stähle ECrMo 80 u. ECrMo 100 liegen, nach Ölhardtung in gleicher Weise untersucht. Für die Vergütungsstähle VCrMo 125, VCrMo 135, VCrMo 140, VCrMo 240 u. Flieg 1456 wurde ebenfalls die Festigkeitsannahme nach Ölhardtung u. für die beiden erstgenannten auch nach W.-Härtung untersucht u. diese Unters. durch zusätzliche Anlaßverss. ergänzt. Diese Unters. zeigen, daß bei den Einsatzstählen die Abschreckhardtung vom Probenquerschnitt abhängt. Während bei Stählen mit 0,13—0,17 (% C), 0,8—1,1 Mn, 1—1,3 Cr u. 0,2—0,3 Mo bei Proben von 30 mm Durchmesser eine Zugfestigkeit zwischen 85 u. 115 kg/qmm auftritt, schwankt die Zugfestigkeit bei Proben mit 5 mm Durchmesser zwischen 110—150 kg/qmm. Die Wrkg. des C-Geh. auf die Zugfestigkeit nach der Abschreckung ist ebenfalls wieder stark, die Wrkg. des Cr tritt weniger in Erscheinung, noch weniger die des Mn. Bei den CrMo-Einsatzstählen werden trotz der hohen Festigkeit sehr gute Zähigkeitswerte erreicht. Eine Gefügeunters. zeigt, daß bei dünnen Querschnitten das Gefüge rein martensit. ist, während bei Proben mit 30 mm Durchmesser ferrit. Bestandteile u. damit zunehmende Heterogenität auftritt u. bei Proben von 50 mm Durchmesser in der Grundmasse der Ferritanteil schon so beträchtlich zugenommen hat, daß der Stahl nicht mehr als rein martensit. anzusprechen ist, sondern aus einem martensitähnlichem Übergangsgefüge besteht. Ebenso wie die Einsatzstähle zeigen auch die CrMo-Vergütungsstähle mit größer werdendem Querschnitt nach der Ölhardtung eine Abnahme der Festigkeitsannahme. Einige Stähle mit niedrigem C-Geh. sind in W. vergütbar, wobei sich günstigere Festigkeitsverhältnisse in Rand u. Kern ergeben. Höhere Festigkeitswerte nach der Vergütung lassen sich nur dann erreichen, wenn der Vollständigkeitsgrad der Härteannahme verhältnismäßig hoch liegt. Aus den für alle Vergütungsstähle aufgestellten Schaulinien geht hervor, daß es bei der Vergütung, bes. bei der Ölvergütung, zweckmäßig ist, die Abmessungen so gering wie möglich zu halten, was durch ein Vorarbeiten auf das geringstmögliche Maß vor der Vergütung erreicht wird. (Stahl u. Eisen 59. 913—20. 10/8. 1939.) HOCHSTEIN.

**K. Bałas**, *Die Untersuchung von Stahlerzeugnissen nach dem elektromagnetischen Verfahren*. Das elektromagnet. Verf. eignet sich sowohl zur Überprüfung der Güte der Wärmebehandlung von Stahlerzeugnissen, als auch zur laufenden Überwachung ihres Verh. im Betrieb. Dabei lassen sich Festigkeitsverringern durch Erfassung von Rissen, Gefügewandlungen usw. mit großer Genauigkeit rasch ermitteln. Beschreibung der Durchführung elektromagnet. Messungen auf mittelbarem u. unmittelbarem Wege mit Gleich- oder Wechselstrom bei der Unters. von Trossen, Röhren, Eisenbahnschienen, Achsen, Wellen, Turbinenschaufeln usw. (Przegląd elektrotechn. 20. Nr. 18. 640—45. Nr. 21. 710—15. 1938. Warschau, Techn. Hochschule.) POHL.

**Fernando Benitez**, *Das Schmelzen feuchter Konzentrate*. Überblick über die Grundlagen des Verf. u. die in verschied. Ländern gesammelten Erfahrungen beim Schmelzen feuchter Cu-Konzentrate im Vgl. mit der Röstung der Konzentrate vor dem Schmelzen. (Bol. min. Soc. nac. Minería 51. [56]. 338—56. April 1939.) R. K. MÜ.

**M. S. Maximenko**, *Die Grunddimensionen der Elektroöfen beim Schmelzen von Rohstein*. Vf. bespricht die Vor- u. Nachteile der schwed. Elektroöfen u. bringt eigene Überlegungen über zweckmäßigste Ofenbauweise u. -abmessungen bei der wirtschaftlichen Erschmelzung von Rohstein. Die beste Cu- u. Ni-Ausbeute bzw. die geringsten S-Verluste ergeben sich bei hohen Spannungen (200—240 V), großer Stärke der Schlackenschicht (650—750 mm), geringer spezif. Energie (0,8—1,1 kW/qcm) u. geringer Stromdichte in den Elektroden (2,5—2,7 Amp./qcm). (Цветные Металлы [Nichteisenmetalle] 14. Nr. 4/5. 113—17. April/Mai 1939.) POHL.

**A. I. Gajew und Je. W. Sserebrowa**, *Hammerschlag aus der anodischen Verarbeitung in Elektrolytkupferfabriken*. Der Hammerschlag trennt sich beim Eintauchen der Anoden in W. ab u. beträgt bei gegossenen Anoden etwa 0,254 kg/qm. Er enthält (%): 46,87 CuO, 16,71 Cu<sub>2</sub>O, 18,37 Cu u. 18,05 Verunreinigungen. Letztere bestehen aus Lehm, Sand usw. u. lassen eine Weiterverarbeitung des Hammerschlags erst nach seinem Sieben zu, wobei 77% gewonnen werden; die Zus. beträgt (%): 56,95 CuO, 23,53 Cu<sub>2</sub>O, 25,71 Cu u. 3,81 Verunreinigungen. Das enthaltene freie Cu entsteht nach der Gleichung: Cu<sub>2</sub>O ⇌ CuO + Cu. Der Hammerschlag enthält auch Edelmetalle (allerdings in weitaus geringeren Mengen als die Anoden), die daraus gewonnen werden



können (Ag leichter als Au). (Цветные Металлы [Nichteisenmetalle] 14. Nr. 4/5. 127—28. April/Mai 1939.) POHL.

**M. G. Corson**, *Eine Untersuchung über die physikalischen Eigenschaften von Drahtbarren aus Elektrolytkupfer*. Vf. untersucht die Verteilung der physikal. u. mechan. Eig. in gegossenen Drahtkupferbarren an einem Garkupferblock (I), einem nicht vollständig entgasten (II) u. einem völlig gasfreien u. desoxydierten senkrecht gegossenen Block (III). Die Barren, die eine Dicke von 4 inch hatten, wurden durch passende Schnitte zerlegt u. in den so erhaltenen Einzelstücken D., Porosität, Zugfestigkeit, Schlagfestigkeit, Dehnung u. Einschnürung bestimmt. Die durchschnittlichen DD. betragen: I: 8,50; II: 8,66; III: 8,91. Die Ergebnisse, in deren Einzelheiten auf das Original verwiesen werden muß, zeigen, daß der Barren III mit dem grobkörnigen Gefüge die weitaus besten mechan. Eig. aufweist. Die Verteilung geht im Gegensatz zu I u. II gleichmäßig über den ganzen Block. Vf. zieht daraus den Schluß, daß die Güte eines Metalles nichts mit der Korngröße zu tun hat, sondern nur von der Reinheit u. bes. von der Abwesenheit von Gasen abhängt. Erst beim Vorhandensein von Gasen im Gußblock übt die Kornfeinheit einen Einfl. aus, indem die Gaslunker u. Poren verkleinert u. damit weniger schädlich werden. (Metals Technol. 5. Nr. 4. Techn. Publ. Nr. 932. 19 Seiten; Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engr. 128. 398—431. Juni 1938.) BERNSTORFF.

**Sam Tour**, *Gußlegierungen auf Kupferbasis*. Nomenklatur u. Klassifizierung. (Metal Ind. [London] 55. 51—55. 21/7. 1939.) KUBASCHEWSKI.

**G. Fischer**, *Untersuchung von Bleibronzeausgüssen in der VDL-Lagerprüfmaschine*. Vf. untersucht die Laufeigg. von Bleibronzelegierungen, die trotz auftretender Mängel wie Seigerung, Bindungsfehler u. Poren, in hochbeanspruchten Lagern noch ständig Verwendung finden. Die Zus. der untersuchten Prüfstücke ergab sich zu 20—40% Pb u. 80—60% Cu neben Verunreinigungen durch Ni, Sn, Sb u. andere. Eine feinglobulare Verteilung des Bleies, die für hochbeanspruchbare Lagerausgüsse gefordert werden muß, wiesen nur die bleiarmeren Ausgüsse auf. An einigen fehlerhaften Stücken wurde der Einfl. von Fehlstellen auf das Laufvermögen ermittelt. Die Unterss. wurden an dem C. 1939. I. 4527 beschriebenen Gerät ausgeführt, sie wurden im wesentlichen denen der Leichtmetallager angeglichen. Sie ergaben, daß die Tragfähigkeitsgrenze bei dynam. Belastung diejenige bei stat. Belastung um das 2—3-fache übertrifft. Bei der Unterss. des Verh. bei Dauerbelastung ( $p = 250 \text{ kg/qcm}$ ,  $t = 100 \text{ Stdn.}$ ) zeigten nur 2 Ausgüsse einwandfreies Verhalten. Notlaufvers., bei denen die Ölzufuhr abgeschnitten wurde, ergaben, daß mit steigender Zahl der Unterss. sich die Auslaufzeiten vergrößerten, da sich ständig mehr Pb an den Lagerflächen ansammelte. Im Gegensatz zu Leichtmetallager erwiesen sich die Bleibronzeausgüsse als wesentlich belastungsempfindlicher. (Luftfahrt-Forsch. 16. 370—83. 20/7. 1939. Berlin-Adlershof, Deutsche Vers.-Anstalt für Luftfahrt.) KUBASCHEWSKI.

**C. H. Schröter**, *Verarbeitungs- und Festigkeitsfragen bei grobkörnigen plattierten Blechen der Gattung Al-Cu-Mg nach DIN 1713 bei verschiedenen Glühbehandlungen*. An Blechen der Gattung Al-Cu-Mg von 0,8—3,0 mm Stärke wurde der Einfl. der Verformungs- u. Glühbedingungen auf die Grobkrystallisation, sowie die Abhängigkeit der physikal. u. technolog. Eig. von der Grobkrörnigkeit untersucht. Es wurde festgestellt, daß das geprüfte Material bei einer n. Veredlungstemp. von ca. 500° im Gebiet von 3—10% Kaltreckung zur Grobkornbildung neigt, u. daß sich der krit. Kaltreckgrad mit zunehmender Rekrystallisationstemp. nach kleineren Werten verschiebt. Die Messung von Zugfestigkeit, Streckgrenze u. Bruchdehnung ergab einen erheblichen Abfall dieser Größen mit zunehmender Korngröße. Ein ähnliches Verh. zeigten die ERICHSEN-Tiefungswerte. Ein Unterschied im Korrosionsverh. zwischen dem grobkörnigen u. dem feinkörnigen Material konnte nicht festgestellt werden. (Aluminium 21. 589—91. Aug. 1939. Bremen.) BERNSTORFF.

**P. Brenner und H. Kroston**, *Der Einfluß der Zahl der Abschreckungen und der Glühdauer auf das Aushärten von Al-Cu-Mg-Legierungen*. Al-Cu-Mg-Legierungen haben die Eig., daß sie sich eine gewisse Zeit nach der Abschreckung von der Vergütungstemp. noch in gut deformierbarem Zustand befinden u. erst allmählich aushärten. Diese Tatsache wird benutzt, um Formgebungsarbeiten an derartigen Werkstücken direkt nach der Abschreckung vorzunehmen. Vf. untersuchten nun den Einfl. der Dauer der Vergütungsglühung sowie die Wrkg. mehrfacher Abschreckung auf den Aushärtungsverlauf. Durch das Vergütungsglühen gehen die Legierungsbestandteile, die überwiegend in Form von intermetall. Verb. auftreten, im Mischkrystall in Lösung. Ein Maß für die in Lsg. gegangenen Legierungsbestandteile ist bei einem bin. Syst. die Größe der Gitterkonstante. Die Unterss. ergaben, daß sich die Gitterkonstante mit wachsender Glühdauer einem konstanten Wert langsam nähert. Festigkeitsunterss. zeigten dasselbe Resultat, doch mußte die Glühdauer noch wesentlich länger



gewählt werden, um einen konstanten Wert zu erreichen. Durch Vorhomogenisierung bei 505° u. 8 Stdn. Dauer werden die maximalen Festigkeitswerte schneller erreicht. Die prozentuale Zunahme der Festigkeitswerte (pro 1 Min. Zunahme der Glühdauer) sinkt, in einem doppellogarithm. Syst. aufgetragen, linear ab. Durch Schliffunters. wurde festgestellt, daß der Einfl. der Vergütungstemp. auf die Festigkeitswerte vom Entmischungsgrad der Legierung vor dem Vergüten abhängt. Es wurde weiterhin der Einfl. einer einzigen Glühung, verschied. häufiger Wiederholungen gleich langer Glühungen u. die Gesamtglühdauer durch verschied. Glühungen untersucht. Die Aushärtungsprüfungen wurden durch einen Vielfachhärteprüfer vorgenommen. Es ergab sich, daß eine mehrfache Vergütung nur insofern einen Einfl. auf die Aushärtung ausübt, als die Festigkeitswerte mit der Gesamtglühdauer sich einem konstanten Wert nähern. Dieser wird nach 45 Min. Gesamtglühdauer erreicht. (Luftfahrt-Forsch. 16. 362—69. 20/7. 1939. Hannover, Vereinigte Leichtmetallwerke G. m. b. H.) KUBA.

**Isamu Igarashi und Seikiti Fukai**, *Über den Einfluß der Form, der Oberflächen- und der Sandgebläsebehandlung von Prüfständen auf die Ergebnisse von Ermüdungsversuchen an Duralumin und Superduralumin*. I. (Vgl. C. 1938. II. 2342.) Werden chem. gleiche Werkstücke mit der gleichen Prüfmaschine untersucht, so ergeben sich oft große Unterschiede. Diese werden durch die Verschiedenheit der Größe, der Oberflächenbeschaffenheit u. -behandlung gedeutet. Unterss. ergaben, daß die geeignetsten Größe der Prüfstände die folgenden sind: Durchmesser der Prüfstelle 8—10 mm, Durchmesser der Fassung 15 mm, Krümmungsradius am Übergang 10—15 mm. Die beste u. praktischste Oberflächenbehandlung geschieht nach einer „Standard“-Meth. (nicht beschrieben). — Die Behandlung der Oberfläche durch ein Sandgebläse steigert die Ermüdungskräfte des Werkstückes. (Trans. Soc. mechan. Engr. Japan 5. Nr. 18. 9—10. Febr. 1939. Sumitomo Metal Ind., Copper Work, Research Labor. [nach engl. Ausz. ref.]) KUBASCHEWSKI.

**R. Oettel**, *Festigkeitsminderung von aushärtbaren Aluminiumlegierungen durch Schweißen und Löten*. Erörterung der Ursachen der Festigkeitsminderung von aushärtbaren Aluminiumlegierungen durch Schweißen u. Löten. Der Fehler hängt mit der Kinetik u. der Temp.-Abhängigkeit der Ausscheidungshärtung zusammen u. kann zur Zeit noch nicht vermieden werden. (Autogene Metallbearbeit. 32. 267—68. 1/9. 1939.) WERNER.

**H. Hinzman**, *Schweißen von Aluminium*. Kurze Erläuterung der neueren Entw. der Punktschweißung von Al u. seinen Legierungen sowie von mit Rein-Al plattierten Werkstoffen. Arbeitsverff., maschinelle Einrichtungen u. Ergebnisse. (Sheet Metal Ind. 13. 1173—75. 1182. Sept. 1939.) WERNER.

**E. J. D. Ridder**, *Ein Beitrag zur Prüfung der autogenen Schweißbarkeit von Leichtmetallen*. Zur Beurteilung der Schweißbarkeit von Leichtmetallen werden verschied. Schweißprüfungen vorgeschlagen u. beschrieben u. in einer Tabelle für die voll u. beschränkt schweißbaren Legierungen zusammengefaßt. (Aluminium 21. 225—31. März 1939. Bitterfeld.) REINBACH.

**L. Doussin**, *Elektrische Punktschweißversuche an Leichtmetalllegierungen vor und nach der Korrosion*. Die Korrosionswrkg. auf punktgeschweißte Bleche kann nicht durch Vgl. des Gesamtwiderstandes der Schweißstellen vor u. nach der Korrosion beurteilt werden. Dazu ist vielmehr die Kenntnis des Widerstandes an der Basis u. im Zentrum der Schweißstellen erforderlich. Vf. berichtet über Verss. zur Best. dieser Widerstände. (Chim. et Ind. 41. Sond.-Nr. 4bis. 193—97. 1938.) VOGEL.

**L. Doussin**, *Der Korrosionsversuch im Salznebel als Ergänzung zu Versuchen zur Gasschmelzschweißung und elektrischen Punktschweißung von Leichtmetalllegierungen*. Die Vers.-Ergebnisse über den Korrosionswiderstand von geschweißten Leichtmetalllegierungen scheinen eine Überlegenheit der Punktschweißung über die Gasschmelzschweißung zu beweisen. Dagegen ist bei der Punktschweißung in der Umgebung der Schweißverb. der Korrosionswiderstand stärker herabgesetzt, was auch durch anschließende Warmvergütung nicht geändert werden kann. Die Korrosionsverss. ergänzen die Biege- u. Zugverss. in bester Weise. (Chim. et Ind. 41. Sond.-Nr. 4 bis. 198—208. 1938.) VOGEL.

**Junius David Edwards**, *Anodisch erzeugter Überzug auf Aluminium*. Ausführliche Darst. der Herst. von Oxydschichten auf Al sowie ihrer Eigenschaften. (Monthly Rev. Amer. Electro-Platers' Soc. 26. 513—32. Juli 1939. New Kensington, Pa., Aluminium Res. Labor.) MARKHOFF.

**F. Keller, G. E. Wilcox, M. Tosterud und C. J. Slunder**, *Anodische Überzüge auf Aluminium*. — *Verhalten der Legierungsbestandteile*. Es wurde das Verh. der Bestandteile der Al-Legierungen mit folgenden Bestandteilen in Bezug auf die Ausbildg. der Oxydschicht bei der anod. Oxydation untersucht: mit Si (20% Si), CrAl<sub>3</sub> (5% Cr),



Al-Cr-Fe (4% Fe, 4 Cr), CuAl<sub>2</sub> (10% Cu), β-Al-Mg (15% Mg), Al-Cu-Mg (6% Mg, 4 Cu), Al-Cu-Ni (4% Cu, 4 Ni), MgZn<sub>2</sub> (5% Mg, 25 Zn), NiAl<sub>3</sub> (7% Ni), FeAl<sub>3</sub> (6% Fe), AlMn (5% Mn), Mg<sub>2</sub>Si (25% Mg<sub>2</sub>Si), α-Al-Cu-Fe (2% Fe, 2 Cu), β-Al-Cu-Fe (2% Fe, 5 Cu), α-Al-Fe-Si (3% Fe, 9 Si), β-Al-Fe-Si (5% Fe, 15 Si), Al-Fe-Mn (26% Fe, 3 Mn), Al-Cu-Fe-Mn (2% Fe, 2 Cu, 2 Mn). Von diesen 18 Legierungen wurden die Bestandteile von fünf (Si, Al-Mn, CrAl<sub>3</sub>, Al-Cr-Fe, Al-Cu-Fe-Mn) durch die anod. Behandlung in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nicht gelöst oder oxydiert, dasselbe trat bei 4 Legierungen bei ihrer anod. Behandlung in CrO<sub>3</sub> ein (Si, Al-Mn, Al-Cr-Fe, Al-Cu-Fe-Mn). (Metals and Alloys 10. 219—25. Juli 1939. New Kensington, Pa., Aluminium Research Labor.) MARKHOFF.

—, *Der Wert von Oxydfilmen auf Aluminium und seinen Legierungen.* Übersicht über die Verff. der anod. Oxydation u. der Anwendungsmöglichkeiten für anod. oxydiertes Al. (Mechan. Wld. Engng. Rec. 106. 171—73. 25/8. 1939.) SKALIKS.

**E. Kapernick**, *Vorzüge und Mängel elektrolytisch erzeugter Oxydschichten.* Je nach der Art der Atmosphäre, der die oxydierten Teile ausgesetzt sind, sind die Eloxal-schichten 3, 6 oder 10 μ stark zu machen. Bei der Unters., inwieweit Cu durch Al in Kokereianlagen ersetzt werden kann, zeigt sich, daß auch eloxiertes Al ebenso wie reines Al durch die Kokereigase angegriffen wurde. (Aluminium and non-ferrous Rev. 4. 221—24. Juni 1939. Lautawerk, Vereinigte Aluminium-Werke A.-G.) MARKHOFF.

—, *Chemische Färbungen des Aluminiums und der Aluminiumlegierungen.* Überblick über die Färbeverff. für Al-Oberflächen ohne vorherige Oxydation des Al. (Metall-waren-Ind. Galvano-Techn. 37. 385—86. 1/9. 1939.) MARKHOFF.

**R. Gadeau**, *Die Korrosion des Aluminiums. Einfluß von Eisen, Silicium und Kupfer auf den Angriff von Aluminium durch Chlorwasserstoffsäure.* Der Angriff von reinstem Al durch Salzsäure wird durch Si bei Gehh. bis 0,5% nur wenig beschleunigt; dagegen sind in dieser Beziehung Cu u. noch mehr Fe sehr nachteilige Verunreinigungen. (Chim. et Ind. 41. Sond.-Nr. 4 bis. 246—48. 1938.) VOGEL.

**A. von Zeerleder**, *Die Korrosionsbeständigkeit von reinstem Aluminium.* Die Verunreinigungen des Al beeinträchtigen seine Korrosionsbeständigkeit nicht gleich stark. Man kann Legierungen herstellen, die ebenso korrosionsbeständig wie reines Al sind. Beschreibung der Verff. zur Herst. reinsten Al nach HOOPES; BETTS; HOOPES, FRARY u. EDWARDS; GADEAU u. der GES. FÜR ALUMINIUMINDUSTRIE, Neuhausen. Wird das so hergestellte Al mit 99,999% Al zur Herst. von Legierungen mit Mg, Si, Zn u. Mn verwendet, so erhält man Werkstoffe, die hohe Korrosionsbeständigkeit mit vorzüglichen mechan. Eig. verbinden. (Chim. et Ind. 41. Sond.-Nr. 4 bis. 242—45. 1938.) VOGEL.

**Émile Pruvot**, *Anwendung der chemischen Kinetik und der Thermodynamik auf die Vorausberechnung der Korrosion von Aluminium und seinen Legierungen bei konstanter Temperatur und als Temperaturfunktion.* Vf. versucht durch Anwendung der Gesetze der chem. Kinetik u. der Thermodynamik die Korrosionsgeschwindigkeit des Al bei konstanter u. veränderlicher Temp. zu berechnen. Die experimentell gewonnenen Zahlen stimmen mit den berechneten gut überein. Bei schwachen Säuren ist die Korrosion eine Funktion der Quadratwurzel aus der Konz. für eine gegebene Temperatur. Die Korrosion scheint demnach in vielen Fällen rein chem. Natur zu sein. (Chim. et Ind. 41. Sond.-Nr. 4 bis. 145—51. 1938.) VOGEL.

**Frank Hodson und Paul A. Hirsch**, Amerika, *Reduzieren von Erz zu Metall.* Ein Gemisch von feinverteiltem Erz (bes. Fe-Erz) u. Red.-Mitteln wird einem in einem Schachtförmig hochsteigenden Strom reduzierender Gase zugesetzt; die Strömungs-geschwindigkeit der Gase wird so geregelt, daß das zugesetzte Gemisch mitgerissen u. solange in der Schwebe gehalten wird, bis das Erz red. ist. Die Temp. des Gas-stromes wird so niedrig gehalten, daß ein Schmelzen des aus den Erzen red. Metalls nicht eintritt. Das Erz kann als koll. Suspension in Öl eingeführt werden, wobei das Öl als Red.-Mittel wirkt. Das Ausscheiden des red. Erzes aus dem Gasstrom erfolgt dadurch, daß es infolge seiner erhöhten D. niedersinkt oder durch Zentrifugalkraft austritt, falls der Gasstrom in Wirbelbewegung versetzt ist. — Unmittelbare Verwend-barkeit pulverförmiger Erze. (F. P. 844 368 vom 6/10. 1938, ausg. 24/7. 1939. Belg. P. 430 517 vom 6/10. 1938, Auszug veröff. 18/4. 1939. Beide A. Prior. 6/10. 1937.) HABELL.

**Clarkiron, Inc.**, übert. von: **Walter Gordon Clark**, Los Angeles, Cal., V. St. A., *Reduktion von eisenoxydhaltigen Erzen* in körniger Form mit Gasen. Die Erze werden, nachdem sie von oben nach unten durch eine Heiz- u. Red.-Zone bei langsam ansteigender Temp. geleitet wurden, in einen luftdicht abgeschlossenen Behälter bei einer Temp. über 950° eingetragen, in welchen Naturgas oder ein anderes KW-stoffe enthaltendes Gas eingeführt wird. In Berührung mit dem red. Gut zerfällt das Gas in



C, der sich in loser Form auf dem Gut niederschlägt, u. H<sub>2</sub>, den man als Red.-Gas in die Red.-Zone einleitet. Das Gut verbleibt in dem von Luft abgeschlossenen Raum, bis es auf unter 200° abgekühlt ist. Der C kann durch Abblasen des Gutes mit einem geeigneten Gas als Ruß gewonnen werden. Das Verf. gestattet die Herst. von kohlenstoffarmem Eisen. (A. P. 2 166 207 vom 8/9. 1937, ausg. 18/7. 1939.) GEISZLER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Christian Schneider, Anton Höhn, Hanns Karl Wille**, Leuna, und **Karl Winkler**, Bottrop), *Vorbereitung von Druckhydrierungsrückständen für die Verhüttung auf Eisen*. Vorbereitung der bei der Druckhydrierung C-haltiger Stoffe, bes. von Kohle, unter Verwendung von Fe-haltigen Massen als Katalysatoren erhaltenen Rückstände für die Verhüttung auf Eisen, dad. gek., daß die Rückstände durch Filtrieren oder Zentrifugieren oder durch Verschwelen bei verhältnismäßig niedriger Temp. nur so weit von öligen Bestandteilen befreit werden, daß der verbleibende Ölanteil für die Red. der Fe-Verbb. ausreicht. — Wiedergewinnung großer Abfallstoffmengen; dabei leicht reduzierbar. (D. R. P. 679 371 Kl. 18a vom 12/1. 1937, ausg. 3/8. 1939. E. P. 509 024 vom 10/1. 1938, ausg. 3/8. 1939. D. Prior. 11/1. 1937.) HABELL.

**Emilie Coteur, Victor Plamondon und Paul Plamondon**, Montreal, Can., *Gußeisen mit 3,47 (‰) C* (2,99 Graphit u. 0,48 gebunden), 3,52 Si, 0,59 Mn, 0,65 S, 0,53 P u. 1,4 Ni wird dadurch hergestellt, daß ein Gußeisen 1. Schmelzung (3,20—3,25 Si, 0,025 S, 0,55 P, 0,8 Mn) zusammen geschmolzen wird mit Gußeisenschrott (3,53 C, davon 2,99 Graphit u. 0,54 gebunden, 2,4 Si, 0,59 Mn, 0,064 S u. 0,49 P), 2 Si u. 1,5 Ni. (Keine weiteren Angaben; der Referent.) (Can. P. 380 101 vom 14/11. 1938, ausg. 14/3. 1939.) HABELL.

**Globe Iron Co.**, übert. von: **Edwin A. Jones**, Jackson, und **Arthur H. Dierker**, Columbus, O., V. St. A., *Legiertes Gußeisen* enthält 1,8—3,2 (‰) C, 0,6—8 Cr, 3,05 bis 10 Si, 0,2—3 Mn, < 0,3 P, < 0,2 S, Rest Fe. Ein großer Teil des C soll als freier Graphit vorliegen, ferner soll Cr < Si sein. Das Gußeisen kann durch Glühen, Normalisieren, Härten u. Anlassen wärmebehandelt werden. — Hoher Widerstand gegen Verschleiß u. Hitzeinw. (Zündern, Werfen, Wachsen), bearbeitbar trotz hoher Härte. (A. P. 2 167 301 vom 23/3. 1938, ausg. 25/7. 1939.) HABELL.

**William Arthur Oubridge**, England, *Zylinderlaufbüchsen* bestehen aus austenit. Gußeisen mit 2—4 (‰) Cr u. 10—20 Ni u. besitzen einen Ausdehnungskoeff. von 0,000016 je 1°. Das Gußeisen besitzt außerdem vorzugsweise 2,5—3,5 C, 1—3 Si, bis 0,14 S, bis 1,2 P u. 0,4—2 Mn. In diesem bevorzugten Gußeisen kann noch bis 9 Cu auf Kosten des Ni vorhanden sein. Ferner kann das Gußeisen noch im ganzen bis 6‰ Al, Mo, Ti, V, W u. oder Zr enthalten. Die Herst. der Büchsen erfolgt bes. durch Schleuderguß. — Hohe Korrosions- u. Verschleißfestigkeit, leicht bearbeitbar. (E. P. 508 850 vom 4/1. 1938, ausg. 3/8. 1939.) HABELL.

**H. J. Schiffler**, Deutschland, *Stahlformguß* enthält 0,12—0,20 (‰) C, 2,5—5 Cr, 0,6—1,2 Si u. 0,4—1 Wolfram. Vgl. E. P. 503489; C. 1939. II. 1377. (Belg. B. 430 536 vom 7/10. 1938, Ausg. veröff. 18/4. 1939.) HABELL.

**Ferror Steel Corp.**, Luxemburg, *Glühkiste* wird hergestellt aus einer Stahllegierung mit 0,15—2,5 (‰) C, 1—30 Cr, bis 10 Cu, bis 2 Al, bis 6 Si, 0—6 Ni, z. B. aus einem Stahl mit 0,5—2 C, 20—25 Cr, je 2 Al u. Si u. 1—5 Cu. — Infolge des Cu keine Aufkohlung; dünnfl., unempfindlich gegen starke Temp.-Schwankungen (keine Rißbildg., Verziehung oder Zerstörung) u. gegen Stöße. (D. R. P. [Zweigstelle Oesterreich] 156 346 Kl. 18b vom 20/9. 1937, ausg. 10/6. 1939. F. P. 842 626 vom 27/8. 1938, ausg. 15/6. 1939. Oc. Prior. 23/9. 1937.) HABELL.

**Sigurd Westberg**, England, *Gegen interkristalline Korrosion sicherer und in der Nähe von Schweißstellen nicht spröde werdender Chromstahl sowie seine Herstellung*. Der C-Geh. des Cr-Stahles (ca. 20‰ Cr) soll höchstens so groß sein, wie bei n. Temp. in stabiler Lsg. gehalten werden kann; vorzugsweise beträgt der C-Geh. höchstens 0,03‰. Verf. zur Herst. eines derartigen Cr-Stahles: ein Cr-Stahl mit den gewünschten Fe- u. Cr-Gehh. u. mit einem C-Geh., der nicht die Menge überschreitet, die bei einer Temp. unterhalb des F. in Lsg. zu halten ist, wird zunächst in feinverteilte Form gebracht (z. B. durch Schmelzen u. Granulieren), dann auf eine Temp. (ca. 1050° oder höher) erhitzt, bei der die Oberflächenschicht der Granalien ein Gefüge aus  $\gamma$ -Fe erhält; bei dieser Temp. wird das Gut (vorzugsweise nach Aufbringen eines porösen Oxybelages, z. B. aus CaO) der Einw. eines O<sub>2</sub>-haltigen Gasstromes ausgesetzt, um den herausdiffundierenden C als CO zu entfernen; das so entkohlte u. teilweise oxydierte Gut wird geschmolzen u. in bekannter Weise desoxydiert bzw. red., z. B. durch Zusatz von Al, Si, Ca. — Keine durch Oxydation verursachten Cr-Verluste. Vgl. F. P. 844652; nachst. Referat. (F. P. 844 650 vom 12/10. 1938, ausg. 28/7. 1939.) HABELL.



**Sigurd Westberg**, England, *Herstellung von Stahl mit niedrigem Gehalt an Kohlenstoff* in 2 Verf.-Stufen. In der 1. Stufe wird durch stark oxydierendes Frischen ein Eisen hergestellt, welches fast kein Mn oder Si, jedoch eine verhältnismäßig große Menge an O in Form von FeO enthält; dieses Eisen wird granuliert. In der 2. Stufe wird das kleinstückige Eisen einer Wärmebehandlung bei Temp. unterhalb des F. unterworfen; hierbei reagiert der in dem Eisen enthaltene O mit dem noch vorhandenen C zu CO, welches herausdiffundiert. Wenn diese Wärmebehandlung in H-haltiger Atmosphäre vorgenommen wird, kann es zweckmäßig sein, in Anwesenheit von Al, Ca, Mg, Si oder dgl. zu arbeiten, um eine Regeneration des H herbeizuführen. Das so behandelte Eisen wird dann geschmolzen. Vgl. F. P. 844650; vorst. Referat. (F. P. 844 652 vom 12/10. 1938, ausg. 31/7. 1939. A. P. 2 164 727 vom 10/5. 1938, ausg. 4/7. 1939. N. Prior. 18/5. 1937.) HABEL.

**Titanium Alloy Mfg. Co.**, New York, übert. von: **George F. Comstock**, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Chrom-Titan-Siliciumlegierung*, bestehend aus 10–30(%) Ti, 15–45 Cr, 20–45 Si, 0,1–25 Fe, 0,1–3 Al, 0,1–1 C u. höchstens 5% Verunreinigungen. Eine geeignete Legierung besteht z. B. aus 22,8 Ti, 26,9 Cr, 34,42 Si, 14,06 Fe, 1,01 Al, 0,13 Zr, 0,4 C, 0,28 Verunreinigungen (Mg, Mn usw.). Verwendung: Zusatz zu Stahlschmelzen. (A. P. 2 169 193 vom 6/1. 1938, ausg. 8/8. 1939.) GEISLER.

**Magnesium Elektron Ltd.**, London, *Schmelzen von Magnesium und seinen Legierungen im Induktionsofen*, dessen Schmelzraum mit einer kieselsäurefreien Schicht überzogen ist. Letztere wird durch Behandeln des kieselsäurehaltigen Ofenfutters mit Al oder einer Al-Legierung in fl. Zustand gebildet. Hierbei wird das SiO<sub>2</sub> in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> übergeführt, u. das entstehende Si wird vom Al aufgenommen. (E. P. 508 670 vom 1/3. 1939, ausg. 3/8. 1939. D. Prior. 21/4. 1938.) FENNEL.

**Samuel L. Madorsky**, Washington, D. C., V. St. A., *Magnesium aus wasserfreiem Mg-NH<sub>4</sub>-Chlorid*. Das Chlorid wird bei hohen Temp. mit einem Gasgemisch behandelt, das durch Hindurchleiten von elektrolyt. im Verf. selbst erzeugtem Cl<sub>2</sub>, W.-Dampf u. Luft durch ein Bett von glühenden C enthaltendem Gut erhalten wurde u. welches HCl u. wasserdampffreie Verbrennungsgase enthält. Es bilden sich dampfförmiges NH<sub>4</sub>Cl u. wasserfreies MgCl<sub>2</sub>. Das MgCl<sub>2</sub> wird im geschmolzenen Zustand elektrolysiert, während das NH<sub>4</sub>Cl zusammen mit HCl auf Mg enthaltendes Gut zwecks Lsg. von Mg zur Einw. gebracht wird. (A. P. 2 165 284 vom 25/1. 1938, ausg. 11/7. 1939.) GEISL.

**Magnesium Electron Ltd.**, London, England, *Magnesium durch Red. von oxyd. Mg-Verbb. mit CaC<sub>2</sub> im Vakuum unter Verflüchtigung des Metalls*. Durch Zuschlag von SiO<sub>2</sub> oder Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oder beiden Verbb. zur Beschickung soll eine Agglomerierung oder Sinterung der Rk.-Rückstände erreicht werden, um zu verhindern, daß der Staub von den Mg-Dämpfen mitgerissen wird. Die Zusatzmenge an SiO<sub>2</sub> soll so bemessen werden, daß sich Di- oder Tricalciumsilicate bilden können. Die Zusatzmenge an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> soll zur Bldg. von Mono- oder Tricalciumaluminat ausreichen. (E. P. 508 647 vom 14/11. 1938, ausg. 3/8. 1939. D. Prior. 24/1. 1938.) GEISLER.

**Maatschappij voor Thermo-Chemie N. V.**, Arnheim, Holland, übert. von: **Daniel Gardner**, Rueil-Malmaison, Frankreich, *Gewinnung von Beryllium aus Erzen*. Das Erz wird in Ggw. von C, z. B. Tieftemp.-Koks oder Kohle mit geringem Aschegeh., bei 1800–2000° einer Behandlung mit schwefelnden Mitteln, z. B. CS<sub>2</sub> oder H<sub>2</sub>S, unterworfen. Die Behandlungsdauer wird so bemessen, daß die Hauptmenge des Be in das Sulfid übergeführt wird. Eine Verflüchtigung dieser Verb. soll vermieden werden. Das behandelte Gut wird dann mit verd. starker Säure, z. B. 4%ig. HCl oder H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, behandelt, um BeS in Lsg. zu bringen. Aus der Lsg. fällt man das Be als Oxyd, z. B. mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> oder NaOH. Das BeO führt man in das Sulfid u. dieses wiederum in das Metall über. Man kann das Be aus dem mit Schwefelungsmitteln behandelten Gut auch als Chlorid durch Einw. eines gasförmigen Chlorierungsmittels verflüchtigen. Das Chlorid wird dann durch Behandlung mit S-Dampf in das Sulfid übergeführt (vgl. E. PP. 482 467, 482 468 u. 482 531; C. 1938. II. 765). (A. P. 2 166 659 vom 7/3. 1938, ausg. 18/7. 1939.) GEISLER.

**Helmut Sibrala**, Karlsruhe, Baden, *Gewinnung von Gold aus goldhaltigen Ausgangsstoffen* durch Herauslösen des Au mittels Säuren, dad. gek., daß das Ausgangsgut im ununterbrochenen Arbeitsgang mittels Königswasser ausgelaugt, die goldhaltige Lsg. nach Abdest. der überschüssigen Säure mittels A. ausgezogen, aus dem Auszug der A. verdampft u. die dabei anfallende Goldchlorwasserstoffsäure durch Erhitzen zers. wird. (D. R. P. 678 506 Kl. 40a vom 26/5. 1936, ausg. 17/7. 1939.) GEISLER.

**General Electric Co.**, New York, N. Y., V. St. A., übert. von: **Reinhard Chelius**, Essen-Margarethenhöhe, *Gesinterte Hartmetallegerung* für Drehmeißel, die bes. zur Bearbeitung von Gußstücken geeignet sind, bestehend aus 0,5–3(%) V-Carbid, 0,25 bis 1,5 Mo-Carbid, bis zu 8 Hilfsmetall (Fe, Ni, Co), Rest W-Carbid. Das Verhältnis des



Geh. an V-Carbid zu dem an Mo-Carbid soll 2:1 betragen. Eine geeignete Legierung besteht z. B. aus 1 V-Carbid, 0,5 Mo-Carbid, 6 Co, Rest W-Carbid. (A. P. 2 166 795 vom 28/3. 1939, ausg. 18/7. 1939. D. Prior. 1/9. 1938.) GEISZLER.

General Electric Co., New York, übert. von: Floyd C. Kelley, Schenectady, N. Y., V. St. A., *Gesinterte Hartmetallegerung*, bestehend aus 75—90(%) W-Carbid, 5—25 Ta-Carbid u. 2—20 Co oder einem anderen Metall der Fe-Gruppe (vgl. F. P. 44 449; C. 1935. II. 575 u. E. P. 436 939; C. 1936. I. 2203). (A. P. 2 167 516 vom 20/1. 1933, ausg. 25/7. 1939.) GEISZLER.

General Electric Co., New York, N. Y., V. St. A., übert. von: Walther Dawihl und Karl Schröter, Berlin, *Gesinterte Hartmetallegerung* für Arbeitsgeräte u. Werkzeuge, bestehend aus 5—20(%) Ti-Carbid, je 0,5—2 V- u. Mo-Carbid, 6—12 Hilfsmetall (Fe, Ni, Co), Rest W-Carbid. Eig.: Hohe Zähigkeit u. Verschleißfestigkeit. (A. P. 2 169 090 vom 28/3. 1939, ausg. 8/8. 1939. D. Prior. 27/8. 1938.) GEISZLER.

Soc. des Fonderies de Bronze de Nanterre, Nanterre, Seine, und Alfred Edouard Ricard, Paris, Frankreich, *Reibungsfreie Lager*, dad. gek., daß auf aus Lagermetallen bestehenden Lagerschalen auf elektrolyt. Wege ein dicker Überzug aus Cr oder Ni hergestellt ist. (E. P. 506 328 vom 13/12. 1938, ausg. 22/6. 1939. F. Prior. 15/12. 1937.) BRUNNERT.

Ludwig Werner Haase, Werkstoffzerstörung und Schutzschichtbildung im Wasserfaß. Herausgegeben auf Veranlassung der Gesellschaft für Korrosionsforschung und Werkstoffschutz im Verein Deutscher Chemiker e. V. Teil I. Berlin: Verlag Chemie. 1939. (VIII, 192 S.) 8°. M. 9.—.

Forschungsarbeiten auf dem Gebiete des Schweißens und Schneidens mittels Sauerstoff und Azetylen. Herausgegeben im Auftrage des Deutschen Azetylenvereins von Walter Rimarski. Folge 14. Halle: Marhold. 1939. (134 S.) 4°. M. 5.40.

## IX. Organische Industrie.

W. Mathes, *Das Raschig-Verfahren zur Herstellung von Phenol*. Das von PRAHL u. MATHES entwickelte Verf. arbeitet kontinuierlich, drucklos u. katalyt. in zwei Stufen. In der ersten Stufe werden die Bzl.-Dämpfe zwischen 220 u. 250° in Ggw. von HCl u. Luft an einem aus akt. Aluminiumhydroxyd u. Kupfersalzen bestehenden Katalysator in C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Cl u. H<sub>2</sub>O umgewandelt. In der zweiten Stufe wird das Chlorbenzol bei 450—500° katalyt. zu Phenol u. HCl verseift. Die Salzsäure wird im Kreislauf wieder in den Prozeß geführt. Arbeitsweise, Ergebnisse einer Labor.-App. u. einer Vers.-Anlage für 4,5—5 t Tagesleistung. (Angew. Chem. 52. 591—92. 16/9. 1939. Ludwigshafen.) SCHUSTER.

Standard Oil Development Co., übert. von: Anthony H. Gleason, Elizabeth, N. J., V. St. A., *Wiedergewinnung von Kondensationsmitteln*. Bei der Kondensation oder Polymerisation von KW-stoffen oder Verätherung oder Veresterung von Olefinen mit Alkoholen oder Säuren unter Verwendung von BF<sub>3</sub> als Katalysator gewinnt man das BF<sub>3</sub> aus den Prodd. oder den Restgasen wieder, indem man es zunächst durch Zuführung von gasförmigem NH<sub>3</sub> in NH<sub>3</sub>-BF<sub>3</sub> überführt, dieses abfiltrierte u. dann mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei etwa 190—200° wieder zersetzt. Man gewinnt etwa 75% des BF<sub>3</sub> als solches zurück. In analoger Weise lassen sich auch AsF<sub>3</sub>, AsF<sub>5</sub>, BCl<sub>3</sub>, SbCl<sub>3</sub> oder TiCl<sub>4</sub> regenerieren. (A. P. 2 167 358 vom 21/11. 1936, ausg. 25/7. 1939.) J. SCHMIDT.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Halogenieren von Kohlenwasserstoffen*. Bei der an sich bekannten Halogenierung von KW-stoffen mit Halogen u. SO<sub>2</sub>, SeO<sub>2</sub> oder TeO<sub>2</sub> stößt man auf Schwierigkeiten durch Bldg. von Olefinen u. O-haltigen Verb. als Nebenprodukte. Dagegen verläuft sie störungsfrei, wenn man von KW-stoffgemischen ausgeht, die aus CO u. H<sub>2</sub> bei n. oder erhöhtem Druck, gegebenenfalls nach einer Dehydratisierung u. Hydrierung der hierbei erhaltenen Prodd. erhalten wurden. (F. P. 842 219 vom 17/8. 1938, ausg. 8/6. 1939. D. Prior. 2/9. 1937, 2 mal.) J. SCHMIDT.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Ludwig van Zütphen, Frankfurt a. M.-Höchst), *Trennen von Acetylen von Alkyl- oder Alkenylacetylenen*. Man wäscht aus den Gasgemischen die Alkyl- u. Alkenacetylene mit Hilfe von hydroaromat. KW-stoffen, bes. Dekahydronaphthalin, bei —10 bis +30° aus. (D. R. P. 680 429 Kl. 12 o vom 15/4. 1934, ausg. 29/8. 1939.) J. SCHMIDT.

Usines de Melle, Frankreich, *Trennen von Olefinen und Paraffinkohlenwasserstoffen*. Man dest. Gemische von Olefinen u. Paraffinen, wie Gemische aus Propan-Propylen, Äthan-Äthylen oder Butan-Butylen, unter Zus. von fl. SO<sub>2</sub>. Es gehen dann die gesätt. KW-stoffe als azeotrope Gemische mit der fl. SO<sub>2</sub> über. Die Destillate



trennt man entweder durch starke Kühlung oder auch durch Dest. unter Zusatz von Wasser. Die zurückgewonnene SO<sub>2</sub>, auch aus dem Dest.-Rückstand, wird erneut zur Trennung verwendet. (F. P. 844 000 vom 25/3. 1938, ausg. 13/7. 1939.) J. SCHMIDT.

**Neon Research Corp.**, übert. von: **Waldemar O. Mitscherling**, Bridgeport, Conn., V. St. A., *Sauerstoffhaltige organische Verbindungen* erhält man durch Einw. von Strahlen einer *Edelgaslampe* auf *KW-stoffe* (aliph., arom., alicycl., naphthen.) in Ggw. einer wss. Lsg. eines Salzes (Sulfate u./oder Phosphate des Zn, Mg, Ca, K, Na, Cd), deren D. größer als die des KW-stoffes ist u. eines *Katalysators*, bestehend aus mehreren Metallen (Cu, Pt, Cr, Fe, Mn, Ni, Co, Ce, Th, Vd, Mo, La) u. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, gegebenenfalls auf Träger (akt. C, Bimsstein). Es werden hergestellt: *A.*, prim. Propyl-, Butyl-, Amylalkohol. (A. P. 2 150 657 vom 1/6. 1935, ausg. 14/3. 1939.) KÖNIG.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Otto Schmidt, Karl Huttner** und **Georg Käb**, Ludwigshafen a. Rh.), *Herstellung höher molekularer ungesättigter Aldehyde* gemäß Patent 660735, dad. gek., daß der Partialdruck der angewandten höhermol. ungesätt. Carbonsäuren mit mindestens 10 C-Atomen in der Rk.-Mischung nicht mehr als  $\frac{1}{20}$  at beträgt, wobei das Arbeiten unter absol. Drucken zwischen etwa 40—60 mm ausgenommen wird. (D. R. P. 679 257 Kl. 12 o vom 17/7. 1932, ausg. 1/8. 1939. Zus. zu D. R. P. 660 735; C. 1938. II. 2841.) KÖNIG.

**Distillers Co. Ltd.**, Edinburgh, übert. von: **Harold Ailden Anden**, Banstead, und **Hanns Peter Staudinger**, Sutton, England, *Ungesättigte Carbonsäureanhydride*. Man erhitzt die ungesätt. Säure (I) (*Crotonsäure*) unter ihrem Kp. u. läßt das Anhydrid einer gesätt. niedrigen Fettsäure (II) (*Essigsäure*) in Dampfform auf die über den Kp. des II erhitzte I einwirken. (Can. P. 382 029 vom 3/5. 1937, ausg. 13/6. 1939. E. Prior. 18/5. 1936.) KRAUSZ.

**Distillers Co. Ltd.**, Edinburgh, übert. von: **Hanns Peter Staudinger**, Ewell, England, *Ester ungesättigter aliph. Carbonsäuren* erhält man aus den entsprechenden *Aldehyden* u. *Alkoholen* (*Methanol* u. *Homologe*, *Äthylenglykol*, *Glycerin*, *Benzylalkohol*, *Cyclohexanol*) in Ggw. von O<sub>2</sub> oder O<sub>2</sub> enthaltenden Gasen, Katalysatoren (*Mn-* oder *Cu-Crotonat*, *Mn-Phosphat*) bei Temp. von ca. 50—150°. Die Rk. ist auch in der Gasphase durchführbar. — 250 (g) *Crotonaldehyd*, 324 *Benzylalkohol*, 200 ccm Bzl., 4 MnO<sub>2</sub> u. 3 H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (D. 1,75) werden im Zueihalskolben erhitzt, wobei je Stde. 6 l Luft eingeleitet werden. Nach 14 Stdn. dest. kein W. mehr über. Man wäscht mit warmem W., trocknet, dest. das Bzl. ab u. fraktioniert im Vakuum das *Benzylcrotonat*, Kp.<sub>45</sub> 158 bis 170°, hohe Ausbeute. (E. P. 507 778 vom 1/1. 1938, ausg. 20/7. 1939.) KRAUSZ.

**Celanese Ltd.**, übert. von: **Edward Boaden Thomas** und **Horace Finningley Oxley**, Spondon, England, *Methacrylsäure* u. deren Ester erhält man aus *Chloreton* (I) u. A. (*Methanol*) in Ggw. von *Mineralsäuren* (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) oder *Alkalien* oder *Aminbasen* (Pyridin, Chinolin, Dialkylanilin) bei Temp. über 50°. — 100 (g) I werden mit 130 einer konz. wss. Lsg. von KOH u. 90 Methanol gemischt u. unter Rückfluß erhitzt. Das gebildete *Methylmethacrylat* wird im Vakuum fraktioniert. — Aus 100 *Chloroform*, 1000 *Aceton*, KOH u. 50 A. erhält man *Äthylmethacrylat*. (E. P. 505 103 vom 4/11. 1937, ausg. 1/6. 1939.) KRAUSZ.

**Léon Benjamin Palfray** und **Louis Gabriel Amiot**, Frankreich, *Cyclopropan* und *Homologe* erhält man aus *Dialkoholen*, deren OH-Gruppen durch eine einzige Methylengruppe getrennt sind, durch Ersatz der OH-Gruppen durch Halogen u. durch Cyclisierung mittels Zn, Mg oder Al. Man stellt in bekannter Weise *Aldol* her (Ausbeute 95%), das unter Druck bei 90—150° zum *1,3-Butandiol* hydriert wird (Ausbeute 70%). Mit HBr erhält man bei 90—100° 77—78% *1,3-Dibrombutan*, das mit Zn-Staub in alkoh. Lsg. bei 40—80° 96—98% *Methylcyclopropan* gibt. (F. P. 842 113 vom 4/2. 1938, ausg. 6/6. 1939.) KRAUSZ.

**Dow Chemical Co.**, übert. von: **Robert R. Dreisbach** und **James Day**, Midland, Mich., V. St. A., *Trennung von o- und p-Aminoäthylbenzol*. Man löst die Basen in HCl u. versetzt mit einer wss. gesätt. Lsg. von Na<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> · 3 H<sub>2</sub>O. Dabei fällt die schwer lösl. p-Verb. aus, während die o-Verb. in Lsg. bleibt. (A. P. 2 165 165 vom 1/11. 1937, ausg. 4/7. 1939.) NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Phenolester*. Man verestert in üblicher Weise Hydroxyilverbb. mit Carbonsäuren bzw. deren Chloriden oder Anhydriden, wobei mindestens eine Komponente einen Kern mit einer Kette von wenigstens 3 C-Atomen enthalten soll. Es lassen sich z. B. Ester herstellen, die folgende Komponenten enthalten:  $\alpha,\alpha,\gamma,\gamma$ -*Tetramethylbutylphenol* u. *Ölsäure*, *Isododecyl-o-kresol* u. *Benzoesäure*, *Isheptylcyclohexanol* u. *Abietinsäure*, *Isobutylphenylmonoglykoläther* u. *Phthalsäure*, *Isocetylphenol* u. *Bernsteinsäure*, *Äthylenglykol* u. *Isododecylcyclohexyloxyessigsäure*, *Glycerin* u. *Dibutylphenyllessigsäure*, *Isheptylphenylpentaglykoläther* u. *Isheptylsäure*, *p-tert.-Butylphenylmonoglykoläther* u. *Palmitinsäure*, *Isocetylphenylhexa-*



glykoläther u. Carbonsäuren von 7—9 C-Atomen (I) (erhältlich durch Oxydation von Paraffin), Dodecylphenyltriglykoläther u. Ölsäure, Octadecylalkohol u. Hexylbenzoesäure, Glycerin u. Butylphenylbuttersäure, Dodecylpentaglykoläther u. Hexylphenoxypropionsäure, Dodecyl-naphthol u. Laurinsäure, N-Dodecylphenyl-diäthanolamin u. I, Isohexylphenol u. Hexylphenoxyessigsäure sowie Äthylenglykol u. Isododecylphenoxyessigsäure. Die Verbb. sind Öle oder wachsähnliche Massen, die als Weichmacher, Schmiermittel oder Textilhilfsmittel verwendet werden. (F. P. 842 943 vom 3/9. 1938, ausg. 21/6. 1939. D. Prior. 3/9. 1937.)

NOUVEL.

Howards & Sons Ltd., übert. von: John William Blagden und Walter Edward Huggett, Ilford, England, l-Piperiton (I). Eine I u. Piperitonracemat enthaltende Mischung wird in Ggw. eines Lösungsm. auf  $-40^{\circ}$  gekühlt, wobei I auskryst.; das nach 2-maligem Krystallisieren folgende Konstanten zeigt:  $[\alpha]_D^{20} = -66^{\circ}$ , F.  $-29^{\circ}$ , E.  $-32^{\circ}$ ,  $n_D^{20} = 1,4845$ . (E. P. 508 001 vom 25/10. 1937, ausg. 20/7. 1939.)

KRAUSZ.

Chemische Fabrik Tempelhof Preuss & Temmler, Berlin-Tempelhof (Erfinder: Otto von Schickh, Ludwigshafen a. Rh.), 2-Chlorpyridin-5-sulfonsäurechlorid, Kp.  $132^{\circ}$  F. 51°. Man läßt auf N-Methyl-2-pyridon-5-sulfonsäure Phosphorchloride, gegebenenfalls bei höherer Temp., einwirken. (D. R. P. 678 148 Kl. 12 p vom 29/12. 1936, ausg. 11/7. 1939.)

DONLE.

## X. Färberei. Organische Farbstoffe.

O. A. Battista und W. D. Johnston, Molekulargewichte in Beziehung zu Farbstoffen. Allg. über die Zusammenhänge zwischen chem. Konst. u. Nuance. Innerhalb einer Reihe steigt das Mol.-Gew. von Gelb bis Schwarz; dies gilt nicht für Farbstoffe anderer Reihen. Rolle der Substituenten, der Auxochrome, der Acylierung, der Alkylierung u. der Arylierung. (Canad. Text. J. 56. Nr. 16. 29—30. 34. 4/8. 1939.) FRIEDE.

J. Wakelin, Färben von Cellulosefasern mit Wollfarbstoffen. Proteinbehandlung von Baumwolle nach ASTBURY: Tränken in einer Lsg. von Erdnußsamenprotein u. Harnstoff, Fixieren mit  $H_2SO_4$ ,  $ZnCl_2$  u.  $(NH_4)_2SO_4$ ; Waschen unter Zusatz von Glycerin u. Härten mit Formaldehyd. „Animalisieren“ von Viscose durch Einverleiben von Casein in die Spinnlg.; je nach der Menge des einverleibten Proteins u. dessen N-Geh. ist die Anfärbbarkeit mit sauren Farbstoffen gut. Ähnliche Resultate durch Behandlung von Viscosekunstseide mit Dämpfen von Äthylennimin (I. G.). Behandeln von Kunstseide mit quaternären Ammonverbb. (I. C. I.). Kombinationen dieser quaternären  $NH_4$ -Verbb. mit Harnstoff (I. C. I.). (Canad. Text. J. 56. Nr. 16. 33—34. 46. 4/8. 1939.) FRIEDE.

Leland F. Gleysteen, Grundlegende Untersuchung über Kùpendruckpasten. III. (Frühere Arbeiten vgl. C. 1938. I. 4722.) Krit. Besprechung von Methoden zur Messung der Farbausbeute: die bekannten Verff., wie Red. mit  $TiCl_3$ , Halogenbest. mit Na u. fl.  $NH_3$  u. Extraktion mit Lösungsmitteln, werden als unsicher verworfen. Empfehlung des Hunter Photox Reflectometer zur opt. Ausmessung der Farbstofftiefe. Hinsichtlich des Einfl. des Verdickers fand Vf. in Übereinstimmung mit JACOBY (C. 1938. II. 2033), daß die Farbausbeute um so geringer ist, je höher der Anteil von Gummi gegenüber Stärke ist. Bei Ersatz der Soda in der Druckpaste durch Pottasche tritt keine Verbesserung der Farbausbeute ein, doch kann mitunter die bessere Löslichkeit u. höhere Alkalität der  $K_2CO_3$  Vorteil bringen. Prakt. Nutzen der Messung der Fließbarkeit von Indigosol- u. Rapidogen-Druckpasten mit dem Stormer-Viscosimeter. Die Adsorptionswärme von Baumwolle u. mehr noch Kunstseide im Dämpfer. (Amer. Dyestuff Reporter 28. Proc. 280—84. 29/5. 1939.)

FRIEDEMANN.

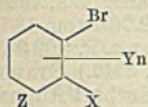
—, Die Sulfocyanine. Eigg. u. Anwendungsweisen, bes. in der Kleiderfärberei, sind geschildert. Bei stark verschossener Wolle ist Kochen auszuschalten, sehr günstig für die Wollfaser ist das Arbeiten mit schwach sauren Farbbädern in Ggw. von Cr, wobei nicht über  $90^{\circ}$  gegangen werden soll; wird schwach sauer ohne Cr gearbeitet, so darf die Temp. nicht über  $80^{\circ}$  gehen. Etwaige pflanzliche Fasern werden gesondert bei niedriger Temp. mit substantiven Farbstoffen gefärbt. Um das weniger gute Egalisiervermögen der Sulfocyanine auszugleichen, gründiert man bei verschossener Ware mit einem Egalisierfarbstoff, z. B. Orange II vor u. gibt das Sulfocyanin später nach. (Kleppzigs Text.-Z. 42. 471—72. 2/8. 1939.)

SÜVERN.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Farbstoffe. (It. P. 358 138 vom 17/1. 1938. D. Prior. 19/1. 1937. — C. 1939. I. 3458. [E. P. 490 744]). STARG.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Farbstoffe. Man erhitzt  $Cu_2(CN)_2$  (I) in Ggw. von löslichkeitsfördernden Stoffen mit Verbb. der Zus. Z (X = Br,





CN oder CO·NH<sub>2</sub>, Y = einwertiges Atom, einwertige Atomgruppe oder angegliederter Ring, n = ganze Zahl). Die erhaltenen Farbstoffe dienen als Körperfarben oder zum Färben von Faserstoffen. Ein Gemisch aus 150 g 3,4-Dibrombenzol-1-carbonsäureamid (II), 100 g I u. 88 g Pyridin (III) wird unter Rühren auf 155–160° erhitzt u. das Rk.-Prod. wie üblich aufgearbeitet. Man erhält

einen grünblauen Farbstoff. II kann durch 1-Amino-3,4-dibrombenzol ersetzt werden. Weitere Farbstoffe erhält man aus 1-Cyan-2-bromanthrachinon (oder 2,3-Dibromanthrachinon), I, III u. Nitrobenzol. (It. 362802 vom 21/1. 1938. D. Prior. 29/4. 1937. Zus. zu lt. P. 358 138; vgl. vorst. Ref.)

STARGARD.

**Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel**, Basel, Schweiz, *Dehydrierung aromatischer Kerne* unter Bldg. kondensierter Ringsysteme mittels AlCl<sub>3</sub> u. Wasserstoff-acceptoren (I). Man verwendet als I arom. Nitroverb., die außer der NO<sub>2</sub>-Gruppe mindestens einen weiteren negativen Substituenten enthalten. — In die 160–165° warme, rührfähige Schmelze von 242 (Teilen) AlCl<sub>3</sub> u. 58 NaCl gibt man 20 1,5-Dibenzoylnaphthalin u. trägt innerhalb 4 Stdn. 13 m-Dinitrobenzol (II) in kleinen Anteilen ein. Die blaue Schmelze wird mit W. zers. u. mit HCl ausgekocht. Aus dem Rk.-Prod. erhält man durch Umküpen 3,4,8,9-Dibenzpyrenchinon-5,10 (III) in fast quantitativer Ausbeute. II kann durch m-nitrobenzolsulfonsaures Na (IV) ersetzt werden. — Aus Benzanthron, Benzoylchlorid (V) u. IV erhält man gleichfalls III. — Aus Tetrabenzoylpyren, erhältlich durch Erhitzen von 1 Pyren mit 5 Acetylentetrachlorid, 4 V u. 0,5 FeCl<sub>3</sub>, gewinnt man mittels II braungelben Farbstoff, der Baumwolle gelb färbt. — Auch Nitrobenzoesäuren, Nitro- u. Dinitrochlorbenzole, Pikrinsäure, Dinitronaphthalin usw. sind als I geeignet. Das Verf. bewährt sich auch bei der Synth. des Pyranthrons, Naphtha- u. Anthradianthrons, Perylens u. ihrer Derivv. usw. (Schwz. P. 203 422 vom 23/7. 1937, ausg. 16/6. 1939.)

DONLE.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Anthrachinonderivat*. Man erhitzt 2-Cyananthrachinon-3-carbonsäure, deren Ester oder Amide mit Benzylcyanid (I) gegebenenfalls in Ggw. von Kondensationsmitteln, wie Cu<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub> (II). — 2-Cyananthrachinon-3-carbonsäuremethylester (F. 247°), erhältlich durch kurzes Erhitzen von 2-Chloranthrachinon-3-carbonsäuremethylester in I mit II auf 235°, erhitzt man in überschüssigem I 10–12 Stdn. zum Sieden. Man erhält ein gelbes Kondensationsprod., das kalt abgesaugt, gut ausgewaschen, getrocknet u. gegebenenfalls aus H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gereinigt wird. Das entstandene Prod., das je Mol. 2 Atome Stickstoff enthält, liefert eine kornblumenblaue Küpe. Das gleiche Prod. vom F. 343–344° erhält man, wenn man von 2-Chloranthrachinon-3-carbonsäuremethylester, 2-Chloranthrachinon-3-carbonsäure oder 2-Chloranthrachinon-3-carbonsäureamid ausgeht. (Schwz. P. 202 546 vom 29/11. 1937, ausg. 1/5. 1939. D. Prior. 17/12. 1936.)

STARGARD.

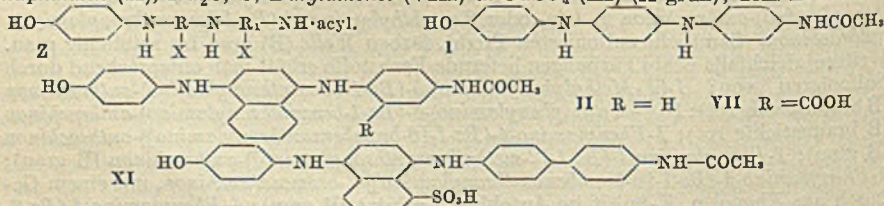
**Chemische Fabrik vorm. Sandoz**, Basel, Schweiz, *Wasserlösliche Farbstoffe der Anthrachinonreihe*. Zu Schwz. P. 199 192; C. 1939. I. 4846 ist nachzutragen: Als weitere Ausgangsstoffe, die mit sulfonierenden Mitteln zu behandeln sind, werden genannt: 1-(4'-Methylphenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, 1-(2'-Methylphenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, 1-(4'-Acetylamino-phenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, 1-(4'-Chlorphenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, 1-(3'-Chlorphenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, 1-(2',5'-Dichlorphenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, 1-(4'-Aminophenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, 1-(4'-Diphenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, 1-(2',5'-Dimethylphenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, 1-(2',4',6'-Trimethylphenylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon u. 1-(α- oder β-naphthylamino)-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon. Sämtliche sulfonierten Prodd. färben Wolle (B) grau bis rotstichig grau. Weitere gleichfalls echte Färbungen liefernde Farbstoffe erhält man entsprechend durch Sulfonieren von: 1-(4'-Methylphenylamino)-5-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon (B braunstichig rot); 1-(4'-Methylphenylamino)-8-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon (B braunstichig rot); 1-Phenylamino-4-(Bz-1-[6-brombenzanthronylamino])-anthrachinon (B grau); 1-Phenylamino-4-(Bz-1-[2-methylbenzanthronylamino])-anthrachinon (B grau); 1-Phenylamino-4-(Bz-1-6-brombenzanthronylamino)-2-bromanthrachinon, mit einem Gemisch aus Phenol u. K-Sulfit im Autoklaven erhitzt (B grau); 1-Phenylamino-4-(Bz-2-benzanthronylamino)-anthrachinon (B grau); 1-Phenylamino-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, sulfoniert in Ggw. von HgO (B rotstichig grau); 1-(Bz-1-Benzanthronylamino)-anthrachinon (B gelb); 1-Amino-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon (B rotstichig grau); 1-Amino-5-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon (B braunstichig rot); 1-Methylamino-5-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, sulfoniert in Ggw. von HgO (B rotstichig braun); 1-Athanolamino-4-(Bz-1-benzanthronylamino)-anthrachinon, sulfo-



niert in Ggw. von Borsäure (B grau). (E. P. 508 742 vom 30/6. 1938, ausg. 3/8. 1939. Schwz. Prior. 13/7. 1937. Schwz. PP. 202 763, 202 764, 202 765 u. 202 766 vom 13/7. 1937, ausg. 1/5. 1939. Zuss. zu Schwz. P. 199 192; C. 1939. I. 4846. Schwz. P. 203 342 vom 13/7. 1937, ausg. 1/6. 1939. Zus. zu Schwz. P. 199 192; C. 1939. I. 4846.) STARG.

**E. I. du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, Del., übert. von: **Herbert August Lubs**, Wilmington, Del., und **Alfred J. Johnson**, Woodstown, N. J., V. St. A., *Symmetrische Thioindigofarbstoffe*. Man führt Phenylthioglykolsäuren in einem wasserfreien Suspensionsmittel in die Säurehalogenide über, führt diese durch Ringschluß in die entsprechenden Thioindoxylderiv. über, verd. das Rk.-Gemisch mit wss. Ätzalkalilsg., die Alkalicarbonat enthält, bis zur schwach alkal. Rk., entfernt das Suspensionsmittel durch Dest., bringt das Thioindoxylderiv. in Lsg., trennt die unlösl. Nebenprodd. ab u. oxydiert es zum Farbstoff. Man erhält Farbstoffe von großer Reinheit, Leuchtkraft u. Farbstärke. — Ein Gemisch aus 30 g *Naphthalin-2-thioglykolsäure* (I), 280 g *Chlorbenzol* (II) u. 21 g  $PCl_3$  (III) wird 1—2 Stdn. auf 80—90° erhitzt, auf 30° abgekühlt, mit 21 g wasserfreiem  $AlCl_3$  (VII) versetzt, erneut 1 Stde. unter Rühren auf 60° erhitzt u. schließlich wird das Rk.-Gemisch in eine Lsg. von 100 g einer 30%ig.  $NaOH$  u. 10 g  $Na_2CO_3$  in 400 g W. gegeben. II wird durch W.-Dampfdest. entfernt, der Rückstand mit W. auf ein Vol. von 1400 ccm aufgefüllt, mit 140 g einer 30%ig.  $NaOH$ -Lsg. versetzt u. auf 90° erhitzt. Nach Zusatz von 14 g  $MgO$  wird das Rk.-Gemisch mittels einer Filterpresse, die mit einer verd.  $NaOH$ -Lsg. gewaschen wurde, filtriert, das klare Filtrat auf 80—85° erhitzt u. mit 96 g einer 45%ig.  $Na_2S_{4,5}$ -Lsg. versetzt. Man erhitzt das Rk.-Gemisch noch 1 Stde. auf 80—85°, filtriert das Rk.-Prod., *2,1-Naphthothionaphthenindigo* (IV), u. wäscht es neutral. Der Farbstoff färbt *cellulosehaltige Stoffe* aus alkal. Küpe leuchtend rotstichig braun. An Stelle von I sind verwendbar: *Naphthalin-1-thioglykolsäure*, *8-Fluor-*, *8-Chlor-* oder *8-Bromnaphthalin-1-thioglykolsäure*. Entsprechend erhält man *6,6'-Dichlor-4,4'-dimethylthioindigo* (V) aus *2-Methyl-4-chlorphenylthioglykolsäure* (VI), II, III u. VII. An Stelle von VI können *Phenylthioglykolsäure*, ferner *3-Methyl-*, *4-Methyl-*, *3-Fluor-*, *3-Chlor-*, *2,5-Dimethyl-*, *3,4-Dichlor-*, *2-Methyl-*, *2,5-Dichlor-*, *2,4-Dichlor-3-methyl-* oder *3-Bromphenylthioglykolsäure* verwendet werden. II ist durch *1,2-Dichlorbenzol* ersetzbar. (A. P. 2 158 032 vom 11/6. 1938, ausg. 9/5. 1939.) STARGARD.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Schwefelfarbstoffe*. Man behandelt Leukindophenole oder die entsprechenden Indophenole von der Zus. Z (R = Rest der Bzl.- oder Naphthalinreihe, R<sub>1</sub> = Rest der Bzl.- oder Diphenylreihe, ein X = H u. das andere X = H, COOH oder SO<sub>3</sub>H, acyl = Carbonsäure oder Sulfonsäure der Bzl.- oder der aliphat. Reihe) mit schwefelabgebenden Mitteln. Man erhält leuchtend grüne bis blaue Farbstoffe von guten Echtheitseigg., die *pflanzliche Fasern* (A) aus dem  $Na_2S$ -Bade färben. — Ein Gemisch aus 15 g des *Leukindophenols* aus *4-Acetylamino-diphenylamin* (I) u. einer Polysulfidlg. aus 50 g kryst.  $Na_2S$ , 35 g S u. 20 g W. wird einige Stdn. auf 110° erhitzt. Der in üblicher Weise abgetrennte Farbstoff ist nach dem Trocknen ein blaues Pulver, das A grünstichig blau färbt. An Stelle von I kann man die *Leukindophenole* aus *4-Methoxyacetylamino-*, *4-Benzoylamino-*, *4-Benzolsulfoylamino-* oder *4-(2'-Carboxybenzoylamino)-diphenylamin* verwenden. Weitere Farbstoffe erhält man durch Erhitzen eines Gemisches aus I, wasserfreiem  $Na_2S$ , S u. A. u. Abtreiben des A., A grünstichig blau. Hierbei können an Stelle von I *Leukindophenole* aus *4-Acetylamino-diphenylaminen* verwendet werden, die in 2,3,2'- oder 3'-Stellung  $CH_3$ -,  $OCH_3$ -Gruppen oder Halogenatome enthalten. Entsprechend erhält man grüne bis blaue Farbstoffe aus: *4-Leukindophenol* aus *1-(4'-Acetylamino-phenyl)-amino-naphthalin* (II),  $Na_2S$ , S, *Butylalkohol* (VIII) u.  $CuSO_4$  (IX) (A grün); dem *Leukindo-*



*phenol* aus *4-Acetylamino-diphenylamin-2-carbonsäure* (III) oder dessen sulfoniertem, 2 Cl-Atome in o-Stellung zur OH-Gruppe enthaltendem Deriv. u. wss. *Na-Polysulfidlg.* (VI) (A leuchtend grün); dem *Leukindophenol* aus *4-Benzoylamino-diphenylamin-2-carbonsäure* (IV) u. VI (A grünstichig blau); dem *Leukindophenol* aus *4-Acetylamino-diphenylamin-2-sulfonsäure* (V) u. VI (A grünstichig blau); dem *Leukindophenol* aus *4-Benzolsulfoylamino-diphenylamin-2-carbonsäure* oder *-2-sulfonsäure* u. VI; dem *sulfo-*



nierten Leukindophenol aus 5-Acetyl- oder -Benzoylamino-diphenylamin-2-carbonsäure u. VI (A grünstichig blau); dem Leukindophenol aus 1-(4'-Acetyl-amino-2'-carboxyphenyl)-aminonaphthalin (VII), Na<sub>2</sub>S, S, VIII u. IX (A gelbstichig grün); dem Leukindophenol aus 3-Benzoylamino-diphenylamin-2'-carbonsäure, Na<sub>2</sub>S, S, VIII u. IX (A grünstichig blau); dem Leukindophenol aus 1-(4'-Acetylaminophenyl)-aminonaphthalin-8-sulfonsäure (X) u. VI (A gelbstichig grün); dem Leukindophenol aus 1-(4'-Acetylaminophenyl)-aminonaphthalin-6-sulfonsäure u. VI (A blaustichig grün); X, Na<sub>2</sub>S, S u. IX (A gelbstichig grün); dem Leukindophenol aus 1-(4'-Acetylaminophenyl)-aminonaphthalin-6-sulfonsäure, Na<sub>2</sub>S, S u. IX (A blaustichig grün); dem Leukindophenol aus 1-(4'-Acetylaminodiphenyl)-aminonaphthalin (XI), Na<sub>2</sub>S, S u. IX (A gelbstichig grün). (E. P. 504 835 vom 2/11. 1937, 13/1. 1938 u. 7/3. 1938, ausg. 1/6. 1938. F. P. 843 116 vom 6/9. 1938, ausg. 26/6. 1939. D. Priorr. 6/9. 1937, 30/10. 1937, 22/12. 1937 u. 16/2. 1938.) STARGARD.

## XI. Farben. Anstriche. Lacke. Harze. Plastische Massen.

Walter Meyer, *Das Standölkochen von Perillaöl*. Beschreibung von Explosionsunfällen beim Standölkochen von Perillaöl. Schutzmaßnahmen. (Farben-Chemiker 10. 54—58. Febr. 1939.) SCHEIFELE.

M. de Buccar, *Das Glykol, seine Derivate und ihre Anwendung für Tinten und Farben*. Glykol, Diäthylenglykol, Äthylglykol, Thiodiglykol u. die Ester des Glykols; Eigg., Herst. u. Verwendung der genannten Produkte. (Papeterie 61. 656—60. 25/7. 1939.) FRIEDEMANN.

—, *Tauch- und Trommellackierung*. Prakt. Hinweise. (Galvano [Paris] 1939. Nr. 82. 27—29. Febr. 1939.) SCHEIFELE.

—, *Die Spritzlackierung*. Kurze Übersicht. (Galvano [Paris] 1939. Nr. 83. 23—27. Nr. 84. 25—27. April 1939.) SCHEIFELE.

C. Dold, *Untersuchungen über Alkylphenolharzlacke, unter besonderer Berücksichtigung ihrer materialtechnischen Eigenschaften*. Bei der Verkoehung von reakt. Alkylphenolharzen (Albertol 142 R, Superbeckacite 1001) u. nichtreakt., modifizierten Phenolharzen (Albertol 111 L, Beckacite 100) in Leinöl wurde festgestellt, daß Alkylphenolharz eine weit stärkere Viskositäts-erhöhung hervorruft als modifiziertes Phenolharz. Die Viscosität stieg durch Zusatz von 20% reakt. Alkylphenolharz auf den 22,3-fachen, durch Zusatz von 20% modifiziertem Phenolharz nur auf den 4-fachen Wert. Bei der Verseifung ergab das Rk.-Produkt aus Alkylphenolharz u. Leinöl nur sehr wenig unverseifbare Bestandteile. Bei Verkoehung von Alkylphenolharz mit Leinöl, Holzöl u. inertem Paraffinöl wurde stets ungefähr die gleiche Menge Wasser entwickelt, woraus hervorgeht, daß zwischen Harz u. Öl keine Rk. unter W.-Abspaltung stattfindet, vielmehr nur das Harz unter W.-Abspaltung weiter kondensiert. Thermische Messung der Rk. sowie Best. der Verbrennungswärmen bestätigten, daß zwischen reakt. Alkylphenolharz u. Öl keine Rk. stattfindet. Lacke aus 1 Teil Harz (Alkylphenolharz, modifiziertem Phenolharz, Kolophonium), 2 Teile Holzöl, 1/2 Teil Leinölstandöl, 0,001 Co-Metall (bezogen auf Öl) u. 2—2 1/3 Teile Lackbenzin wurden auf Viscosität, Trocknungsvermögen, Ritzhärte, Biegeelastizität u. Gasfestigkeit geprüft. Lacke mit modifiziertem Phenolharz trockneten am raschesten, diejenigen mit Alkylphenolharz benötigten etwa die doppelte Zeit u. am langsamsten trocknete der Kolophoniumlack. Die Ritzhärte nach CLEMEN war bei sämtlichen Lacken gut, ebenso die Biegeelastizität, nur der Kolophoniumlack brach beim Biegen über den 3 mm-Dorn. Auch waren sämtliche Lacke gasfest. Für Zerreißmessungen u. Permeabilitätsmessungen dienten Lackfilme von gleichmäßiger mittlerer Dicke von 80m $\mu$ , die auf plan geschliffenen, dicht verchromten Stahlplatten erzeugt wurden. Zerreißversuche mit dem SCHOPPERSchen Reißapp. mit bewitterten u. künstlich gealterten Filmen ließen keine Unterschiede zwischen Alkylphenolharzlacken u. mit modifizierten Phenolharzen hergestellte Lacken erkennen. Die Spannungs-Dehnungskurven beider Lacktypen verliefen gleich. Die Best. der W.-Durchlässigkeit der Lackfilme zwischen zwei Atmosphären verschied. relativer Feuchtigkeit ergab, daß die diffundierte W.-Menge proportional zur Zeit zunimmt u. zur Filmdicke umgekehrt proportional ist. Die Lacke wiesen in der untersuchten Zus. alle annähernd die gleiche W.-Beständigkeit auf. Bewitterungsprüfungen auf Holz u. Eisen mit 45° Neigung gegen Süden ergaben, daß die Alkylphenolharzlacke wesentlich bessere Wetterbeständigkeit besitzen als mit modifizierten Phenolharzen hergestellte Lacke. (Eidgenöss. Materialprüf- u. Versuchsanst. Ind., Bauwes. Gewerbe — Zürich, Ber. Nr. 113. 1—30. 1938.) SCHEIFELE.

M. A. Stapanenko und L. D. Glusman, *Gewinnung von Cumaronharzen auf dem Werk von Rutschenkowsk*. Die laboratoriummäßigen Verss. zur Gewinnung von



hellen u. hochschm. Cumaronharzen zeigten, daß als Rohstoff die Fraktionen des Schwerbenzols vom Siedebereich 160—190° verwendet werden müssen. Die als Katalysator dienende H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1,5 Vol.-%) muß 92—95%ig sein u. nach der Polymerisation von der M. sorgfältig abgetrennt werden. Der Polymerisationsprozeß erfolgt unter kräftigem Mischen, wobei die Rk.-M. nicht über 60° erwärmt werden darf. Das Abdest. der nicht polymerisierten Verb. muß durch überhitzten Dampf geschehen. Zweckmäßig erscheint die Anwendung eines Vakuums zum Abdest. von fl. Polymeren. Zur vollständigen u. sorgfältigen Trennung der suspendierten H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Teilchen u. der verharzten Prodd. wird filtriert. (Кокс и Химия [Koks u. Chem.] 8. Nr. 7. 30—35. Juli 1938. Charkow, Kohlechem. Inst.) WEKUA.

**Gordon M. Kline**, *Die Einteilung und die chemischen Grundreaktionen der organischen Kunststoffe*. (Mod. Plastics 16. Nr. 10. 46—48. 72—74. Nr. 11. 52. 72. 74. Nr. 12. 48—50. 82. 1939. — C. 1939. I. 1262.) W. WOLFF.

—, *Überzugsmaterial künstlich gealtert durch Salzsprühbehandlung*. Hinweis auf die Wichtigkeit der Prüfung von Überzügen mittels des Salzsprühverfahrens. (Prod. Finishing 3. Nr. 10. 30—31. Juli 1939.) MARKHOFF.

**J. Hoekstra**, *Mechanische und physikalische Prüfungen mit eingebrannten und anderen Lackfilmen*. Beispiele über exakte Prüfungsmethoden in der Farb- u. Lacktechnik u. Beschreibung prakt. Hilfsmittel. (Chem. Weekbl. 36. 629—34. 16/9. 1939. Venlo, N. V. Pope's Metaalraadlampenfabriek, Labor.) ANKERSMIT.

**W. W. Shebrowski** und **G. M. Ssokolow**, USSR, *Firnis*. Trocknende oder halbtrocknende Öle werden in Ggw. von öllösl. Katalysatoren in Form von Metallsalzen, bes. von Metallsalzen der polymerisierten Ölsäuren, bei etwa 260—290° polymerisiert, wobei die Katalysatormenge 1%<sub>0</sub>, berechnet auf das Metall, nicht übersteigen darf. (Russ. P. 54 958 vom 13/3. 1937, ausg. 31/5. 1939.) RICHTER.

**E. I. du Pont de Nemours & Co.**, übert. von: **Daniel E. Strain**, Wilmington, Del., und **Harold I. Barrett**, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Mischester aus Polyalkoholen, Carbonsäuren fetter Öle u.  $\alpha$ -Methylenmonocarbonsäuren (Acrylsäuren)*. Die Veresterung erfolgt in üblicher Weise. — Eine Mischung von 872 (g) Sojaöl (1 Mol), 48,5 Glycerin (0,5 Mol) u. 2,18 Bleioxyd wird unter Rückfluß 2 Stdn. auf 200° erhitzt u. über akt. Kohle filtriert. Ausbeute 835 Diglycerid des Sojaöls, VZ. 197,5. Davon werden 613 (1 Mol) mit 400 Methylmethacrylat (4 Mol), 260 Bzl. u. 24 Hydrochinon im Ölbad auf 130—140° erhitzt, wobei man eine Lsg. von 4,9 Na in 50 Methanol zutropfen läßt. Das W. wird mit Bzl. als bin. Gemisch abdest., dann wird mit Ä. verd., mit W. u. dann mit NaOH gewaschen, der Ä. verjagt, das Öl getrocknet u. mit „Filtergel“ filtriert. Man erhält 604 (88% Ausbeute) eines klaren, dunkelbraunen Öls, VZ. 246. Eine 33%<sub>0</sub>ig. Lsg. in Toluol trocknet mit 0,015%<sub>0</sub> Co zu einem nicht klebrigen, klaren, leicht gelblichen, harten, elast. Film beim 3-std. Erhitzen auf 100°. Eine Lsg. von 30 Mischester u. 0,3 Benzoylperoxyd in 30 Methanol wird 3 Tage auf 100° erhitzt, man erhält ein gummiähnliches Gel, unlösl. in W. u. in organ. Lösungsmitteln. — Weiter wurden hergestellt: *Cocosnußöldiglyceridmethacrylat*, VZ. 305, lösl. in Ä., Toluol, Aceton u. Methanol. — *Chinaholzöldiglyceridmethacrylat*, VZ. 208,8. — *Glykollauratmethacrylat*, VZ. 335,8. Verwendung als trocknende Öle in Firnissen u. Lacken auch in Verb. mit Cellulosederiv. u. synthet. Harzen. Durch Polymerisation der Mischester erhält man plast. Massen. (A. P. 2 160 532 vom 2/9. 1936, ausg. 30/5. 1939.) KRAUSZ.

**Deutsche Gold und Silberscheideanstalt vormals Roessler**, Frankfurt a. M. *Kunstharz*. Die Kondensationsprodd. aus Pentaerythrit u. mehrbas. Carbonsäuren werden in Ggw. wasserbindender Stoffe im Vakuum oder unter Druck erhitzt. Verwendung als Isoliermittel von elektr. Drähten. (Belg. P. 430 373 vom 26/9. 1938, Auszug veröff. 22/3. 1939. D. Priorr. 11/10. 1937, 25/2. u. 2/8. 1938.) NIEMEYER.

**Israel Rosenblum**, New York, N. Y., V. St. A., *Öllöslisches Alkydharz*, indem das saure Rk.-Prod. (I) aus Glycerin u. Essigsäure mit Kolophonium (II) u. Bernsteinsäureanhydrid (III) kondensiert wird. — Z. B. werden 300 g II (1 Mol), 100 III (1 Mol) mit 167 I (entspricht 1 Mol Glycerin) 5 Stdn. auf 240° erhitzt, wobei die Essigsäure flüchtig wird. Ein klares, sprödes Harz, SZ. 10, wird erhalten. Verwendung für Firnisse u. Lacke. (A. P. 2 154 471 vom 12/8. 1935, ausg. 18/4. 1939.) NIEMEYER.

**Bakelite Ltd.**, London, *Phenolaldehydharze*. Man erhitzt 100 g Phenol u. 50 g polymerisiertes Vinylacetat 5 Tage unter Rückfluß, wobei Essigsäure entweicht, versetzt mit 30 g Paraformaldehyd u. erhitzt noch 2 Stdn. auf 115—120°. Man erhält eine elast. gummiähnliche M., die sich zur Herst. von Überzügen eignet. Phenol kann zum Teil durch Resorcin ersetzt werden. Man kann die Rk. durch saure oder bas. Katalysatoren



beschleunigen. (E. P. 507 013 vom 7/12. 1937, ausg. 6/7. 1939. A. Prior. 9/12. 1936.) NOUVEL.

**Plaskon Co. Inc.**, übert. von: **David E. Cordier**, Toledo, O., und **Emil H. Balz**, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Härtbare Phenolaldehydharze*. Man kondensiert 1 Mol *Phenol* mit 3 Mol  $CH_2O$  in Ggw. von 0,5 Mol Alkalicarbonat bei 30—60°, neutralisiert mit  $H_2SO_4$ , wäscht das Harz mit W., mischt es mit Äthylenglykol u. entwässert im Vakuum. Die M. ist in dieser Form monatelang haltbar. Zum Gebrauch versetzt man sie mit 7% einer 60%ig. Lsg. von 85%ig.  $H_3PO_4$ . Sie härtet dann in 8—12 Stdn. bei gewöhnlicher Temp. u. in 4—8 Sek. bei 145°. (A. P. 2 167 874 vom 3/2. 1936, ausg. 1/8. 1939.) NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Verfahren zur Herstellung von Kunststoffen aus Polyvinylchlorid*. Gemäß dem Hauptpatent wird das *Polyvinylchlorid* in Pulverform oder größeren Stücken unter schneller Erwärmung bei Temp. oberhalb etwa 140° verformt. In Abänderung des Verf. wird pulverförmiges oder stückiges *Polyvinylchlorid* bei Temp. oberhalb 130° unter gründlicher Durcharbeitung plast. u. luftfrei gemacht u. dann bei tieferen Temp. der Verformung unterworfen. (D. R. P. [Zweigstelle Österreich] 155 812 Kl. 39 vom 26/8. 1937, ausg. 25/3. 1939. D. Prior. 20/11. 1936. Zus. zu D. R. P. [Zweigstelle Österreich] 154 143; C. 1938. II. 4357.) SCHLITT.

**Roelf Adriaan van Linge**, Veendam, Holland, *Herstellung von Preßkörpern und Formpulvern aus Kondensationsprodukten*. Zum Holl. P. 44502; C. 1939. I. 1082 ist noch folgendes nachzutragen: Die durch Kondensation von Stärkepulver mit Aldehyden erhaltene M. kann nach dem Trocknen gepulvert werden, wodurch haltbare Preßpulver entstehen. Es ist ferner zweckmäßig, bei der Kondensation mit Aldehyden Stoffe zuzusetzen, die mit Aldehyden unter Bldg. wasserbeständiger Kondensationsprod. reagieren, wie Amine oder Phenole. Ferner ist es vorteilhaft, einen Teil des Aldehyds oder des Amins bzw. Phenols erst unmittelbar vor dem Preßvorgang zuzusetzen, wodurch Preßkörper von besonderer Festigkeit erhalten werden. (E. P. 506 553 vom 27/1. 1938, ausg. 29/6. 1939. Holl. Priorr. 27/1. u. 11/12. 1937.) BRUNNERT.

#### XIV. Zucker. Kohlenhydrate. Stärke.

**I. K. Onischtschenko**, *Einfluß neuer Düngemittel auf die Entwicklung und Qualität der Zuckerrüben*. Zu Zuckerrüben, die in Gefäßverss. in Sandkultur mit der HELLRIEGELschen Nährlsg. gezogen wurden, wurden  $MnSO_4$ ,  $BaCl_2$ ,  $ZnSO_4$ ,  $H_3BO_3$ ,  $TiSO_4$ ,  $Fe_2(SO_4)_3$ ,  $K_2C_2O_7$  in Mengen von 1—50 mg-Ion des betreffenden Elementes zu verschied. Zeiten entweder einzeln oder als Mischung von je 2 oder 3 dieser Stoffe verabfolgt. Bei geeigneter Dosierung u. Anwendungszeit konnten beachtliche Mehrerträge an Rüben gewicht u. Erhöhungen des Zuckergeh. erzielt werden. (Химизация Социалистического Земледелия [Chemisat. soc. Agric.] 8. Nr. 4. 52—55. April 1939.) JACOB.

**Josef Šiman**, *Die Entfärbung von Klären mit Aktivkohle und  $H_2O_2$* .  $H_2O_2$  bewirkt eine ähnliche Entfärbung wie Carboraffin u. eine etwas stärkere als Norit. Der  $pH$ -Wert sinkt bei seiner Anwendung jedoch unter 7. In der Hitze wirkt  $H_2O_2$  bei kurzer Dauer ( $\frac{1}{2}$  Stde.) günstig, in der Kälte ist die Rk. weniger empfindlich.  $H_2O_2$ -Zugabe (in 0,01%) erhöht die entfärbende Wrkg. der Aktivkohle nicht wesentlich über die Summe der Einzelwirkungen (0,1%  $H_2O_2$  + 0,1 Carboraffin = 73,5%, 0,2% Carboraffin = 68,1%). Die mit  $H_2O_2$  erzielten Ergebnisse ähneln den mit Cl angestellten Versuchen. (Listy Cukrovarnické 57. 363—65. 58. 5—7. 1/9. 1939.) ROTTER.

**Waldemar Kröner**, *Herstellung und Beurteilung von Kartoffelstärkemehl*. Vf. beschreibt Herst. u. Beurteilung des Kartoffelstärkemehles nach Farbe, Geruch, Glanz, makroskop. Reinheit, Feuchtigkeit, Aschegeh., Sandgeh., Fe, Chloride, akt. Cl,  $SO_2$  u. Sulfite, Säuregrad u.  $pH$ -Wert. Für die angeführten Beurteilungsmerkmale sind zulässige Grenzwerte u. Richtlinien angegeben. (Z. ges. Getreidewes. 26. 162—70. Sept. 1939. Berlin, Forschungsinst. f. Stärkefabrikation.) HAEVECKER.

**Jamshedji Jijibhoy Chinoy**, *Eine neue colorimetrische Bestimmungsmethode der Stärke für lösliche und natürliche Stärke und Mehl*. Auf Grund der bekannten Stärketitration wird eine neue, schnell ausführbare u. genaue colorimetr. Meth. für die Best. sehr kleiner Stärkemengen beschrieben. — In neutraler oder schwach saurer Lsg. wird durch Zugabe von  $KJ$  u.  $H_2O_2$   $J_2$  in Freiheit gesetzt, was zur Folge hat, daß sich die Jodstärkeverb. in einer völlig dispersen Form bildet. Überschüssiges  $J_2$  wird durch  $CHCl_3$  entfernt, u. die Färbungen der Probelsgg. werden colorimetr. gemessen. (Mikrochem. 26. 132—42. 14/2. 1939. Bombay, Indien.) BRUNS.



## XV. Gärungsindustrie.

**Rud. Weißmann**, *Untersuchung über die Alkoholergiebigkeit von Datteln*. Inhaltlich ident. mit der C. 1939. II. 2592 referierten Arbeit. (Z. Spiritusind. 62. 244—45. 10/8. 1939.) JUST.

**K. Göpp**, *Grundsätzliches zur Einlagerung von Brauergerste*. Grundforderungen für die sachgemäße Einlagerung der Brauergerste sind: gute Reinigung u. Sortierung, Lagerung in trockenen, geruchfreien Räumen, laufende Überwachung von Feuchtigkeitsgeh. u. Tempp. in u. außerhalb der Gerste. (Tages-Ztg. Brauerei 37. 619—20. 4/10. 1939. Berlin, Inst. f. Gärungsgewerbe u. Stärkefabrikation.) JUST.

**Masakazu Yamada**, *Über die Verwendung von Wasserstoffsuperoxyd beim Brauen*. II. *Über die Katalasewirkung im Verlaufe des Saké-Brauens*. (Vgl. C. 1938. II. 3622.) Die Katalasewirksamkeit erreicht ein Maximum im Koji-W.-Extrakt, nimmt langsam ab in der Moto-, Moromimaische bis zur fertigen Saké. Sie fällt ab beim Pasteurisieren. Beim Verderben der Saké zeigt die Katalasewirksamkeit einen schwachen Anstieg. (J. agric. chem. Soc. Japan, Bull. 15. 115—16. Aug. 1939 [nach engl. Ausz. ref.]) JUST.

**Masakazu Yamada** und **Syōzō Masui**, *Über die Verwendung von Wasserstoffsuperoxyd beim Brauen*. III. *Über den Einfluß von Alkohol und der Temperatur auf die Katalase der Saké*. (II. Mitt. vgl. vorst. Ref.) Die Sakékatalase wird beim Pasteurisieren nicht vollständig zerstört, während dies bei der Diastase zwischen 45—60° der Fall ist. Da Vff. feststellten, daß die Katalase im Kojiextrakt erst bei 80°, die der Saké schon bei 70° vernichtet wird, halten sie den A.-Geh. für die Ursache der leichteren Inaktivierung. (J. agric. chem. Soc. Japan, Bull. 15. 116. Aug. 1939 [nach engl. Ausz. ref.]) JUST.

**Hisao Matui** und **Masakazu Yamada**, *Über die Verwendung von Wasserstoffsuperoxyd beim Brauen*. IV. *Über die Zerstörung der Katalase in Saké durch Wasserstoffsuperoxyd*. (III. Mitt. vgl. vorst. Ref.) Saké verdirbt nicht, wenn sie eine Spur H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> enthält. Vor dem Konservierungszusatz muß jedoch die in der Saké enthaltene Katalase zerstört werden. Vff. erreichen dies dadurch, daß Saké auf 50° erhitzt u. 0,1% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (35%ig) zugefügt wird. Die völlige Zerstörung der Katalase, die sonst höhere Tempp. erfordert, wird anscheinend durch den A.-Geh. (15—18%) begünstigt. (J. agric. chem. Soc. Japan, Bull. 15. 117. Aug. 1939 [nach engl. Ausz. ref.]) JUST.

**Hisao Matui** und **Masakazu Yamada**, *Über die Verwendung von Wasserstoffsuperoxyd beim Brauen*. V. *Die Einwirkung von Wasserstoffsuperoxyd auf Diacetyl, Aceton und Butylenglykol*. (IV. Mitt. vgl. vorst. Ref.) H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, das man zur Beseitigung des schlechten Geruches von verdorbener Saké zusetzt, reagiert weder mit Aceton noch mit 2,3-Butylenglykol, oxydiert aber Diacetyl zu Reagensäure. (J. agric. chem. Soc. Japan, Bull. 15. 117. Aug. 1939 [nach engl. Ausz. ref.]) JUST.

**W. A. Berg**, *Puffereigenschaften von Obst- und Beerensäften und von Weinen*. Die Sauerkeit von Wein, Obst- u. Beerensäften wird durch ihren titrierbaren Säuregrad, ihr p<sub>H</sub> u. ihre Pufferwrkg. bestimmt. Vf. untersuchte letztere durch elektrometr. Titration verschied. Weine, Obst- u. Beerensäfte u. fand, daß sich ihr p<sub>H</sub>, im Gegensatz zu demjenigen reiner Säure- u. Alkalilsgg., bei der Verdünnung mit W. nur wenig verändert. Zwischen dem p<sub>H</sub> u. dem titrierbaren Säuregrad konnte keine direkte Abhängigkeit beobachtet werden. Der Pufferindex schwankte zwischen 0,04 u. 0,14. (Консервная и Плодоовощная Промышленность [Konserven-, Obst- u. Gemüseind.] 10. Nr. 2. 17—19. März/April 1939. Leningrad, Bundesinst. f. landwirtschaftl. Mikrobiol., Weinlabor.) POHL.

**O. Verona** und **M. L. Paganini**, *Über die Mikroflora der italienischen Essige*. *Bacterium acetigenum* Henn. Bei der Unters. von 4 verschied. italien. Essigen wurden Hefen u. Essigbakterien der Spezies *Bact. acetigenum*, *Bact. xylinum* u. *Bact. Pasteurianum* isoliert. Ersteres wurde genauer studiert, seine morpholog. u. Wachstumseigg. werden mitgeteilt. Es vermag Protein- u. Amid-N, nicht aber Harnstoff- u. Nitrat-N auszunutzen. Wachstumanregend K-Phosphat, KF wirkt in Spuren ebenfalls stimulierend. Wachstumsoptimum bei 24°, -stillstand bei 34°. Ein guter Nährboden ist Bier, Wein nur mit geringem A.-Gehalt. (Ann. Fac. Agrar. R. Univ. Pisa [N. S.] 1. 233—54. 1938. Pisa.) GRIMME.

**Erich Weber**, *Die biologische Betriebskontrolle*. Zusammenfassender Vortrag. (Wschr. Brauerei 56. 281—84. 9/9. 1939.) JUST.

**Curt Luckow**, *Über die in der Spirituosenindustrie gebräuchlichen Aräometer und ihre sachgemäße Anwendung*. Zusammenfassender Überblick. (Dtsch. Destillateur-Ztg. 60. 475—77. 21/9. 1939.) JUST.



**J. De Clerck**, *Über die Vorhersage der Kälte-trübung von Bier mit Hilfe der Ammoniumsulfatfällung*. Nachprüfung des Kälte-trübungskriteriums nach HARTONG (Ammoniumsulfatfällung). Vf. kommt zu der Feststellung, daß die HARTONGsche Meth. nur beschränkt brauchbar ist. (Bull. Assoc. anciens Etudiants Ecole supér. Brasserie Univ. Louvain 39. 117—27. Juli 1939.) JUST.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Bernhard Wullhorst**, Schwäbisch-Gmünd, **Joseph Burkard**, München, und **Kurt Hennig**, Geisenheim), *Schönen von Trauben-, Obst- oder Beerenwein oder -most* dadurch, daß der Wein oder Most mit solchen *amorphem Eisenoxyden (I)* behandelt wird, die durch Erhitzen von *Hydroxyden (II)* unter weitgehender Entwässerung u. Vermeidung von Glüh-temp. gewonnen wurden. Z. B.: *Arsenhaltiger Wein* wird mit 2 g pro Liter I versetzt, das aus II durch Erhitzen im Luftstrom bei 350° hergestellt wurde. Nach 8 Tagen wird der Wein filtriert. (D. R. P. 679 646 Kl. 6 c vom 24/10. 1935, ausg. 10/8. 1939.) HEINZE.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Kurt Hennig**, Geisenheim, und **Erich Korinth**, Frankfurt a. M.-Höchst), *Schönen von Trauben-, Obst- und Beerenweinen beziehungsweise -most*, gek. durch die Verwendung von kryst., akt. *Eisenoxyden (I)*, die durch vorsichtige Entwässerung von natürlichen oder künstlichen *Eisenoxydhydraten (II)* hergestellt wurden, die  $Al_2O_3$  enthalten können. Die Entwässerung von II erfolgt bei 200—400° im Vakuum mit inerten Gasen. Z. B. 200 g I werden auf 1 hl *arsenhaltigen Wein* 8 Tage einwirken gelassen, oder 500 g I werden auf 1 hl *bleihaltigen Apfelsaft* 6 Tage einwirken gelassen. (D. R. P. 679 647 Kl. 6 c vom 6/2. 1936, ausg. 29/8. 1939.) HEINZE.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Engelbert Sailer**, Landau/Rheinpfalz), *Schönen von Trauben-, Obst- und Beerenwein beziehungsweise -most* mit *Adsorptionsmitteln* dadurch, daß die Temp. des Weines oder Mostes während der Adsorption z. B. auf 40—50° erhöht wird. (D. R. P. 679 969 Kl. 6 c vom 1/4. 1938, ausg. 18/8. 1939.) HEINZE.

## XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel.

**Benjamin Levitt**, *Die Wichtigkeit von Oxydationsinhibitoren*. Übersicht über die zur Verhütung der Oxydation von Nahrungsmitteln verwendeten Substanzen. Patente. (Chem. Industries 45. 173—74. Aug. 1939.) NEU.

**A. Winkelmann** und **G. Ranck**, *Untersuchungen über die Lagerfähigkeit von kurznaßbeiztem Getreide*. Verss. mit 2 Beizmitteln ergaben, daß das Getreide bei n. W.-Geh. nach der Kurznaßbeizung mit der vorgeschriebenen Konz. u. Fl.-Menge mehrere Wochen in Säcken unbedenklich stehen kann. Die Empfindlichkeit gegen Behandlung mit zu starker Konz. ist je nach Getreideart verschieden. Der W.-Geh. nimmt nach der Kurznaßbeizung nach 24 Stdn. bei n. feuchtem Getreide nicht mehr wesentlich ab. Soweit der W.-Geh. des Getreides in n. Grenzen bleibt, beeinflußt er die Beizempfindlichkeit des Kornes nicht. (Techn. in d. Landwirtschaft. 20. 191—93. Sept. 1939. Münster i. W.) HAEVECKER.

**A. Sreenivasan** und **K. Venkata Giri**, *Untersuchungen über die Qualität von Reis*. III. *Verdaulichkeit in vitro verschiedener Reissorten*. (II. vgl. SADASIVAN, C. 1939. II. 1796.) Die Verdaulichkeit von rohem u. abgekochtem Reis durch Amylasen wächst mit dem Grade der Polierung, desgleichen wächst die Viscosität von gekochtem Reismehl. Reiskleie übt auf Amylasen eine hemmende Wrkg. aus. (Indian J. agric. Sci. 9. 193—207. April 1939. Bangalore.) GRIMME.

**A. Sreenivasan**, *Untersuchungen über die Qualität von Reis*. IV. *Änderungen bei Reis durch Lagerung*. (III. vgl. vorst. Ref.) Gut gelagerte Reiskörner quellen beim Kochen auf das vierfache Vol., frisch geernteter Reis nur auf das doppelte. Temp.-Erhöhung u. Verminderung des Luftdrucks bei der Lagerung erhöht die Kochqualität. Die Quellung nimmt mit dem Polierungsgrade ebenfalls zu. Vollständig verkochter Reis wird nur halb so gut verdaut als körnig gekochter. Während des Reifungsvorganges gehen die Zuckerarten des Reiskorns fortschreitend über Dextrin in Stärke über. Das Samenkorn enthält eine verflüssigende ( $\alpha$ ) u. eine verzuckernde ( $\beta$ ) Amylase. Ihre Wirksamkeit ist am größten in der Milchreife u. nimmt mit fortschreitender Reife ab. (Indian J. agric. Sci. 9. 208—22. April 1939. Bangalore.) GRIMME.

**R. M. Smock** und **A. Van Doren**, *Untersuchungen über die Lagerung von Äpfeln in verschiedener Atmosphäre*. Bei 40° F konnten MCINTOSH-Äpfel in einer Atmosphäre von 5%  $CO_2$  u. 2%  $O_2$  oder 10%  $CO_2$  u. 11%  $O_2$  bis Juni ohne Beschädigung oder braunen Kern aufbewahrt werden. Nach der Entfernung aus dieser Atmosphäre blieb die Ware einwandfrei bei Zimmertemp. über 10 Tage. Bei 36° F wurde schon gelegentlich



brauner Kern beobachtet. (Refrigerat. Engng. 38. 163—66. Sept. 1939. Cornell Univ., Dep. of Pomology.) HAEVECKER.

**W. V. Crues, A. El Saifi und E. Develter**, *Änderungen in der Olivenzusammensetzung während der Pökellung*. In den meisten Fällen nimmt die ätherlösl. Substanz bei Oliven, bes. bei der Missionvarietät während der Aufbewahrung in Salzwasser vor dem Einlegen zu. Auch Oliven zur Ölgewinnung lassen sich also ohne Ölverlust mehrere Monate in Salzwasser aufbewahren. Während der Laugebehandlung u. der folgenden Auslaugung mit W. tritt deutliche Abnahme bestimmter, in W. lösl. Olivenbestandteile (Zucker, Mannit, Gerbstoff, Farbstoff, mit A. fällbare Substanz u. Asche) ein, weniger an Protein u. Gesamttrockenmasse. Der Aschengeh. stieg während der Aufbewahrung in verd. Salzlösung. Bei der Beurteilung der Reife eingemachter Oliven aus ihrem Ölgeh. bezieht man sich besser auf die Naß- als auf die Trockensubstanz u. drückt wegen der unkontrollierbaren Änderungen des Verhältnisses Fleisch/Steine die Ergebnisse am besten in Gramm auf 100 Oliven aus. (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 31. 1012—14. Aug. 1939. Berkeley, Univ. of California.) GROSZFIELD.

**C. K. Wadsworth und F. W. Fabian**, *Der Gebrauch von Milchsäure zum Fertigmachen von Essigfrüchten und den daraus hergestellten Produkten*. Wrkg. der Milchsäure; Rezepte mit mehreren Beispielen. (Food Ind. 11. 252—92. 324—25. Juni 1939. East Lansing, Mich., State College.) SCHLOEMER.

**Vernon L. S. Charley und V. E. Sills**, *Untersuchung von Fruchtprodukten. XV. Versuche über die Herstellung von ungegorenem Apfelsaft. 1938*. (XIV. vgl. C. 1938. II. 3335.) Eine gut haltbare u. qualitativ beste Ware wurde erhalten durch 30 Sek. lange Pasteurisierung bei 185° F, schnelles Abkühlen u. Einfüllen in auf 160° F erhitzte Flaschen. (Annu. Rep. agric. horticult. Res. Stat., Long Ashton Bristol 1938. 188 bis 203.) GRIMME.

**Vernon L. S. Charley**, *Reine Fruchtsäfte und Sirupe: Die Methoden ihrer Herstellung, chemische Zusammensetzung und Bedeutung vom Ernährungs- und medizinischem Standpunkt*. (Vgl. vorst. Ref.) Sammelbericht über die bewährten Großverf. (Annu. Rep. agric. horticult. Res. Stat., Long Ashton Bristol 1938. 231—48.) GRIMME.

**Ja. I. Maximenko**, *Verfahren zur Pasteurisation von Naturobst- und -beerenstäben*. Die ursprünglichen Saftteigg. werden durch die Pasteurisierung nicht beeinflusst, wenn in ununterbrochen arbeitenden App. kurze Zeit (1 Min.) bei 80—82° pasteurisiert wird. Dabei tritt eine Entkeimung u. eine Befreiung von Eiweiß sowie koll. Trübungen (Viscositätsverringering) ein. Eine rasche Abkühlung nach der Pasteurisierung (von 60—65°) verringert die sich durch die Behandlung eventuell ergebende Geschmacksverschlechterung. Eine Vorklärung des Saftes (z. B. durch Enzymwrkg.) ist günstig, wenn auch durch längere Lagerung nach der Pasteurisierung eine Selbstklärung des Saftes eintritt; gleichzeitig beobachtet man — bes. beim Lagern im Licht — eine Entfärbung des Saftes. Die Beständigkeit des Endprod. hängt auch von der Vorbehandlung der Verpackung ab, so z. B. sind die Fässer 48 Std. lang mit SO<sub>2</sub> (14 g/g·l) u. kurz vor dem Füllen mit W.-Dampf zu behandeln, die Glasflaschen mit heißem W. zu spülen u. die Pfropfen auf 7 bzw. 10 Stdn. in 70°/ig. A. bzw. 1,5—2°/ig. SO<sub>2</sub>-Lsg. zu legen. (Консервация и Пастеризация Промышленности [Konserven-, Obst- u. Gemüseind.] 10. Nr. 2. 19—21. März/April 1939. Forsch.-Inst. d. Obst- u. Gemüseindustrie.) POHL.

**H. F. Birch und E. C. Humphries**, *Die Biochemie der Kakaobohne; heutiger Stand der Kenntnis*. Literaturbericht. (Annu. Rep. Cacao Res. 8. 40—42. 1939.) GD.

**E. C. Humphries**, *Änderungen im Fett- und Theobromingehalt des Kerns der Kakaobohne während der Fermentierung und Trocknung*. Bezogen auf Trockenmasse nahm der Fettgeh. etwa bis zum 5. Tage bei der Fermentierung um 4% u. u. dann bei der folgenden Trocknung an der Sonne etwas ab. Bei direkter Trocknung an der Sonne änderte er sich nur wenig. Der Theobromingeh. nahm bei der Fermentierung ab, um erst nach 12 Tagen einen konstanten Wert zu erreichen. Bei Trocknung an der Sonne stieg er etwas. (Annu. Rep. Cacao Res. 8. 34—36. 1939.) GROSZFIELD.

**R. Merzalowa**, *Erweiterung der Herstellung von acidophilen Produkten*. Ein neues Getränk „Acidophilkefir“ wurde ausgearbeitet u. als hochwertig anerkannt. Zu seiner Herst. wird die Milch mit 7% Säurebildner, bestehend aus 2 Teilen reiner Acidophilstäbchen u. je 1 Teil Kefirpilz bzw. Reinkultur von milchsauren Streptokokken bei 22—24° in geschlossenen Flaschen gesäuert. Das Endprod. ist frei von Bact. coli u. Coli aerogenes. (Молочно-Маслодельная Промышленность [Milch- u. Butter-Ind.] 6. Nr. 1. 19—20. Jan. 1939. Moskau, Milchfabr. „Gorki“.) POHL.

**L. Neuberger**, *Das Diacetyl als Duftstoff der Butter*. Vf. berichtet über Milchsäurebildner, die in Milch Butterduft erzeugen. SCHAEFFER u. SCHMALFUSZ konnten aus 5 l gesäuertem Milch so viel Diacetyl abtreiben, daß hieraus 1,7 mg Dioxim hergestellt



werden konnten. Verss., gemeinsam mit **Barthmeyer**, ergaben, daß der Geh. an Butterduft von der Jahreszeit u. dem jeweiligen Futter der Kühe abhängt. Dies erklärt auch, weshalb der Margarine der Butterduft fehlt. (Techn.-Ind. schweiz. Chemiker-Ztg. 22. 217—18. Aug. 1939.)  
HAEVECKER.

**G. Titow**, *Eine neue Farbe für Butter*. Die Butterfarbe muß in einem geeigneten Öl, ohne ausgeprägten Eigengeruch u. -geschmack oder Neigung zu frühzeitiger Krystallisation bzw. Erhärtung u. mit stabilen Eigg. bis  $< 100^{\circ}$  bzw. bei längerer Lagerung, gelöst werden. Bis jetzt wurde hierzu Senf- oder Sesamol (SZ. 1,1 u. 3,2, JZ. 120 u. 116, Erhärtungspunkt  $-18^{\circ}$  u.  $-6^{\circ}$ ) verwendet, mit denen Farbintensitäten von 80 u. 90% erzielbar sind. Eine Verbesserung der letztgenannten Eigg. durch Erhöhung von SZ. oder A.-Zusatz war nicht möglich. Bessere Eigg. (Farbintensität 190%, SZ. 1,4, JZ. 85, Erhärtungspunkt  $-18^{\circ}$ ) hatte Ricinusöl, das jedoch zu hohe Viscosität besitzt. Sehr gute Ergebnisse erzielte man mit einer Mischung von (%,) 40 Ricinus-, 40 Senf- u. 20 Sesamol, die je nach dem Farbstoff, Farbintensitäten von 90—190% ergab u. bei 13-monatiger Lagerung keine Geschmacksverschlechterung bzw. Trübung zeigte. (Молочно-Маслодельная Промышленность [Milch- u. Butter-Ind.] 6. Nr. 1. [16—17. Jan. 1939.]  
POHL.

**A. Schubert**, *Behelfsmäßige Gewinnung von eiweißreichem Sauerfutter*. Bericht über Lupinen-Rübenblattsilage im sogenannten Futterstock, wobei ein gutes Silofutter mit 9,3 kg Stärkewert erreicht wurde. (Mitt. Landwirtsch. 54. 660—61. 22/7. 1939. Leszno.)  
GRIMME.

**Hermann Fink**, *Eiweißbeschaffung durch Züchtung von Hefe*. (Vgl. C. 1939. I. 2326.) (Vierjahresplan 3. 774—77. 20/6. 1939.)  
GROSZFELD.

**Karl Schöttler**, *Kontrolle der Typenzugehörigkeit von Roggen- und Weizenmehlen mittels des Mehlindeicators nach E. Bauer*. (Vgl. W. ALTERMANN, C. 1939. II. 1799.) Durch den vorgeschriebenen Zusatz von 3% Kartoffelstärke zu Roggenmehl wird der Indicatorwert um 1° erhöht. Vf. gibt Richtzahlen für die Roggenmehltypen 700, 815, 997, 1150 mit u. ohne Zusatz von 3% Kartoffelstärke sowie für die Weizenmehle Type 630 u. 812 mit u. ohne Zusatz von 10% Roggenmehl. Die Weizenmehle ergeben durch den Zusatz um 4° erniedrigte Indicatorwerte. Unterss. an Weizen- u. Roggenmehlen aus ein u. demselben Betrieb ergaben eine völlige Übereinstimmung zwischen Asehegeh. u. Mehlindeicatorwerten. (Z. ges. Getreidewes. 26. 171—72. Sept. 1939. Berlin, Inst. f. Müllerei.)  
HAEVECKER.

**H. Radeloff**, *Mengenmäßige Bestimmung von Maismehl in Weizenmehl*. Vf. verbesserte das Verf. von **CLAUS** (C. 1939. I. 553), welches nach vorhergehender Kochung mit Chloralhydrat-Salzsäure u. Filtration in einer mkr. Zählung der Anzahl der Proteinnetze aus dem Maisendosperm besteht. Durch Vermeidung der größten Fehlerquellen, die in den beiden Filtrationen gefunden wurden, konnte durch direktes Auftragen der verkochten, trüben Lsg. auf das Deckglas bei 20 Zählungen je Kochung eine Übereinstimmung von 1,5% zwischen den ersten u. letzten 10 erzielt werden. Die Umrechnungszahl, die angibt, wieviel Maisteilchen bei einer 1%ig. Maisbeimischung auf einer Deckglasbreite gezählt werden, wurde an mehreren Maismehlen verschied. Herkunft ermittelt. Die Dauer der Analyse wird nach dieser Meth. auf 1 Stde. verkürzt. (Z. Unters. Lebensmittel 78. 145—49. Aug./Sept. 1939. Hamburg, Inst. f. angew. Botanik.)  
HAEV.

**Horace H. Selby** und **Thelma A. Selby**, *Fettbestimmung nach Kniaseff*. Nachprüfung der Meth. von **KNIASEFF** (C. 1935. I. 1950), die sich durch Einfachheit auszeichnet, an Eiscreme u. Eismilch im Vgl. zu der von **MOJONNIER** ergab einen wahrscheinlichen Fehler von nur 0,4% beim Einzelvers., von 0,25% beim Doppelversuch. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 11. 393—94. 15/7. 1939. San Diego, Cal., Hoge's Ltd.)  
GROSZFELD.

**A. M. Kasakow** und **Je. W. Kisselew**, *Nachweis von Fleischgiftbildnern im Fleisch mittels der Fällungsreaktion nach Blumenthal*. Verss. zur Anwendung der Rk. nach **BLUMENTHAL** zur Ermittlung von Fleischgiftbildnern durch Fällung mittels eines agglutinierenden Serums, die bei der Unters. des Fleisches von pestkranken Schweinen angewendet wurde, haben die prakt. Verlässlichkeit des Verf. nicht erwiesen. (Вопросы Питания [Problems Nutrit.] 7. Nr. 6. 148—50. 1938. Moskau, Bundesinst. d. Fleisch-ind.)  
POHL.

**S. J. Rowland** und **M. Zein-El-Dine**, *Die Caseinzahl als Mittel der Mastitisdiagnose*. II. Die Einwirkung fortgeschrittener Lactation, der Lagerung und Haltbarmachung der Milchprobe. (I. vgl. C. 1938. II. 2860.) Zum Nachw. der Mastitis ist bei Kühen mit fortgeschrittener Lactation die Caseinzahl nicht anwendbar. Bei dieser Meth. muß die Milch möglichst frisch angewendet werden. (J. Dairy Res. 10. 267—71. Mai 1939. Reading, Univ.)  
SCHLOEMER.



**Mario Asdrubali**, *Reduktaseprobe zur Bestimmung bakterieller Verunreinigung von Rohmilch*. Die WILSONSche Reduktaseprobe wurde im Vgl. mit dem BREEDSchen Verf. an 120 Milchproben angewandt. Es ergab sich eine merkliche Überlegenheit der ersteren, vor allem in bezug auf Empfindlichkeit, Konstanz der Resultate, Einfachheit der Ausführung u. geringere Kosten. (Ann. Igiene 49. 218—37. April 1939, Perugia.) GRIMME.

**Chikalo**, *Zur Frage der Beschleunigung der Wasserbestimmung in Butter*. Vf. beobachtete, daß es bei der üblichen Arbeitsweise mit der „Sumu-Fukoma“-Waage unmöglich ist, die geforderte Anzahl von etwa 200 W.-Bestimmungen/Tag vorzunehmen. Auch das beschleunigte Verf. nach WOLOTOWSKI (C. 1939. I. 841) besitzt eine Reihe von Nachteilen. Vf. gibt genaue Anleitungen für die zeitsparendste Verteilung der einzelnen Arbeitsgänge bei der Reihenanalyse an, die es ermöglichen, diese mit einem Zeitaufwand von nur 1 $\frac{1}{2}$  Min. je Analyse vorzunehmen, also etwa 18—25 Butterproben/Stde. auf ihren W.-Geh. zu untersuchen. (Молочно-Маслодельная Промышленность [Milch- u. Butter-Ind.] 6. Nr. 1. 18—19. Jan. 1939. Odessa, Milchunters.-Labor.) POHL.

**Clarence G. Lehr**, Baltimore, Md., V. St. A., *Genußmittel aus Tee, Kaffee und dergleichen* dadurch gek., daß etwa 100 (Teile) des feingemahlenden Ausgangsgutes mit etwa 30 frisch gefälltem wasserhaltigem *Eisenhydroxyd* vermischt u. vorsichtig getrocknet werden. Tabletten aus dem Verf.-Prod. werden mit heißem W. aufgebrüht. (A. P. 2 169 957 vom 23/5. 1938, ausg. 15/8. 1939.) HEINZE.

**Fritz Guht**, Pad Pyrmont, *Schmelzkäse*. Zur Schmelzung der Käsemasse wird festes *Natriumperpyrophosphat* (I) verwendet. Z. B.: 50 (kg) feingemahlener u. gewalzter Käse werden mit 1,1 I vermischt u. in bekannter Weise zu Schmelzkäse verarbeitet. (D. R. P. 679 799 Kl. 53 e vom 31/1. 1936, ausg. 12/8. 1939.) HEINZE.

## XVII. Fette. Seifen. Wasch- u. Reinigungsmittel. Wachse. Bohnermassen usw.

**W. G. Wafiadi**, *Absorptionsspektren von Fetten im infraroten Gebiet*. Es werden die Absorptionsspektren von einigen Fetten, Fettsäuren, Ölen u. deren Polymerisations- u. Oxydationsprodd. im Gebiet von 1—9  $\mu$  untersucht u. Änderungen der Spektren durch die Polymerisation u. Oxydation festgestellt. Diese Änderungen zeigen, daß der Polymerisationsprozeß des Öles mit dem Verschwinden der OH-Gruppen des Öles verbunden ist; die Oxydation des Öles ist aber durch die Zunahme der Zahl der OH-Gruppen ausgezeichnet. (Химический Журнал. Серия А. Журнал Общей Химии [Chem. J. Ser. A, J. allg. Chem.] 8 (70). 1447—53. Aug./Sept. 1938. Leningrad, Staatsinst. f. Optik.) V. FÜNER.

**H. Thaler**, *Die mikroskopische Untersuchung von Ölkuchen*. (Vgl. C. 1939. II. 2725.) Fortsetzung der mkr. Unters. auf Sonnenblume, Nigersaat, Saflor, Cocosnuß, Ölpalme. (Mikrokosmos 32. 189—94. Sept. 1939.) HAEVECKER.

**K. H. Bauer** und **H. Moll**, *Zur Kenntnis der unverseifbaren Bestandteile des Sheafettes*. (Vgl. BEYNON, HEILBRON u. SPRING, C. 1937. II. 1377.) Unters. des alkoholösl. Anteils des Unverseifbaren des Sheafetts durch a) Acetylierung, b) Benzoylierung u. c) chromatograph. Adsorptionsanalyse ergab das Vorhandensein von  $\alpha$ -Amyrin,  $\beta$ -Amyrin, *Basseol* u. einem in geringer Menge vorhandenen neuen Alkohol, dem *Parkeol*,  $C_{30}H_{50}O = C_{30}H_{49} \cdot OH$ , Nadeln aus  $CH_3OH$ , F. 164°, sehr wenig lösl. in  $CH_3OH$  u. A., leicht lösl. in Ä.,  $CHCl_3$  u. Bzl., addiert Brom u. gibt mit Tetranitromethan Gelbfärbung; *Acetat*,  $C_{30}H_{49} \cdot O \cdot CO \cdot CH_3$ , Blättchen aus A., F. 154°, wird leicht an Al-Hydroxyd adsorbiert; *Parkeoldigitonid*, amorphes Pulver, F. 245° (Zers.) nach Sintern ab 230°; *Benzoat*,  $C_{30}H_{49} \cdot O \cdot CO \cdot C_6H_5$ , Nadeln, F. 197°. (Fette u. Seifen 46. 560—63. Sept. 1939. Leipzig, Univ.) BEHRLE.

**S. D. Rossouw**, *Die Extraktion von Wollfett*. Die Vorbereitung des Materials u. die Extraktion mit niedrig sd. PAe. (45°) bei der Arbeitsweise des Vf. werden beschrieben. (Onderstepoort J. veterin. Sci. animal Ind. 10. 229—33. 1938. Onderstepoort, Sect. Wool Res.) SCHWAIBOLD.

**A. Hecking**, *Schwefelsäureester und echte Sulfonsäuren*. Übersicht über Bldg. u. Eigg. der aliphath. Schwefelsäureester u. echten Sulfonsäuren u. ihr Verh. als Waschmittel. (Fette u. Seifen 45. 626—29. Nov. 1938. Krefeld.) NEU.

**George A. Thomas**, *Oberflächenaktive Chemikalien. Daten über ihre spezifische Anwendung*. (Vgl. C. 1938. II. 3344.) (Text. Wld. 88. Nr. 10. 80—81. Nr. 11. 60—61. Nr. 12. 72. 71. Nr. 13. 66—67. 89. Nr. 1. 58—59.) FRIEDEMANN.



**B. G. Wilkes und H. F. Robertson**, *Neue oberflächenaktive Chemikalien*. Prodd. mit oberflächenakt. Anionen: Prodd. auf Fettbasis u. rein synthet. Prodd., wie vor allem die *Tergitole*, Na-Salze der Sulfate sek., hochmol. Alkohole. Eigg. u. Anwendungsmöglichkeiten der *Tergitole*. Kurze Kennzeichnung der kationakt. Produkte. (Paper Trade J. 109. Nr. 7. 37—40. 17/8. 1939.)  
FRIEDEMANN.

**Joseph M. Vallance**, *Neue Polishes an Stelle der alten*. II. *Über moderne Fußbodenpolishes*. (I. vgl. C. 1939. II. 2485.) Vorschriften zur Herst. von Fußbodenpflegemitteln auf Lösungsm.- u. W.-Basis. (Manufact. Chemist pharmac. fine chem. Trade J. 10. 197—98. Juni 1939.)  
NEU.

**M. Pereira Forjaz**, *Industrielle Anwendung der Dielkometrie*. Durch Best. der DE. läßt sich die Reinheit bzw. Verfälschung von portugies. Olivenöl gut feststellen. (Congr. Chim. ind. Nancy 18. II. 772—73. 1938. Lissabon.)  
VOIGT.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Wachsersatz*. Man verwendet hierzu amidartige Kondensationsprodd. aus Carbonsäuren mit mindestens 8 C-Atomen u. Benzidin oder seinen Derivv., die mindestens ein an ein N-Atom gebundenes H-Atom enthalten. Durch Zusatz der Prodd. zu einer großen Anzahl fl., viscoser oder wachsartiger organ. Stoffe, z. B. Paraffin, Paraffinöl, Fettalkohole, Wachsalkohole, Stearon, Stearin-, Ölsäure, Bienen-, Carnaubawachs oder Polychlor-naphthalin, wird der Schmelz- bzw. Tropfpunkt dieser Stoffe wesentlich erhöht. Man erhält die Kondensationsprodd. durch Erhitzen aliphath. Carbonsäuren, z. B. *Capryl-, Laurin-, Stearin-, Öl-, Behen-, Montansäure*, mit *Benzidin*, wobei man vorzugsweise die Carbonsäuren in einer solchen Menge verwendet, daß beide NH<sub>2</sub>-Gruppen des Benzidins amidiert werden. Die Prodd. finden Verwendung zur Herst. von *Wachspräparaten, elektr. Isoliermitteln*, zum *Impregnieren von Textilien u. Papier* u. zur Herst. von *Schuhcremen*. — Man erhitzt eine Mischung aus 180 (Teilen) Kabelwachs (Tropfpunkt 107°), das im wesentlichen aus Polychlor-naphthalinen besteht, u. 20 des Kondensationsprod. aus Montansäure u. Benzidin auf 180—200°, bis das Kondensationsprod. völlig gelöst ist. Man erhält ein Prodd. mit einem Tropfpunkt von 170°. (F. P. 842 725 vom 30/5. 1938, ausg. 19/6. 1939. D. Priorr. 31/5. u. 16/6. 1937.)  
SCHWECHTEN.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung wachs- oder vaselineartiger Produkte*. Man unterwirft Dest.-Rückstände von natürlichen oder künstlichen Fetten oder fettartigen Stoffen einer Dest. in Ggw. von Katalysatoren, die eine Decarboxylierung bewirken, wie Fe, Ni, MnO u. hydriert die anfallenden Ketongemische, wobei Alkohole oder KW-stoffe erhalten werden. Die Hydrierung kann katalyt. gegebenenfalls unter erhöhtem Druck oder auch mit Na in alkoh. Lsg. vorgenommen werden. Man erhält Prodd., die häufig gänzlich farblos sind, dem Ozokerit ähneln u. ein gutes Ölbindungsvermögen aufweisen. Gegenüber der Erdölvaseline weisen sie den Vorteil eines höheren F. auf. Die Prodd. dienen für medizin. oder veterinär. Zwecke oder als Oberflächenschutzmittel für Metalle oder empfindliche Stoffe. Im übrigen können sie in der gesamten wachsverbrauchenden Industrie Verwendung finden. (E. P. 506 678 vom 9/12. 1937, ausg. 29/6. 1939.)  
J. SCHMIDT.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.** (Erfinder: **Adolf Steindorff, Gerhard Balle, und Karl Daimler**), Frankfurt a. M., *Waschmittel aus Seifen* oder oberflächenaktiven Stoffen u. Verb. der Formel  $R-X-(CH_2 \cdot CH_2 \cdot O)_n-CH_2 \cdot CH_2 \cdot OH$ , worin R für aliphath. Rest mit mehr als 8 C-Atomen oder aromath. Rest u. X für —O—, —NH—, —N<, —COO— oder —C—O—NH— stehen kann. Es können bekannte Seifenzusätze zugesetzt werden, z. B. 100 (Teile) *Seife*, 10 *Polyoxäthylsorbitetralaurat* oder *-oleat*; oder 80 *Ölsäuremethylauridnatriumsalz*, 20 Rk.-Prod. aus *Äthylenoxyd* u. *Palmitinsäureäthanolamid*. (D. R. P. 680 245 Kl. 23e vom 3/1. 1932, ausg. 24/8. 1939.) LÜTTGEN.

**Böhme Fettechemie-Gesellschaft m. b. H.**, Chemnitz, *Erhöhung des Netzvermögens höhermolekularer organischer Verbindungen (I) mit Sulfonsäuregruppen* oder anderen wasserlöslichmachenden Gruppen. Man verwendet diese Stoffe zusammen mit aliphath. 8—11 C-Atome enthaltenden Alkoholen (II). Als I kommen in Betracht aromath. Sulfonsäuren, Fettalkoholsulfonate, Fettalkoholphosphate, Fettsäurekondensationsprodd., sulfonierte Öle, Kondensationsprodd. aus Äthylenoxyd u. Fettsäuren, Fettalkoholen oder aromath. Aminen, sowie Seifen. Als II sind geeignet *n-Octanol, n-Decanol, n-Hexyl-n-pentylcarbinol, Citronellol*, sowie *hydriertes Citronellol*. (F. P. 843 583 vom 17/9. 1938, ausg. 5/7. 1939. D. Prior. 17/9. 1937.)  
SCHWECHTEN.

F. Wittka, *Verderben der Seifen. Ursachen und Verhütung*. Leipzig: J. A. Barth. 1939. (148 S.) gr. 8° = Moderne fettechemische Technologie. Heft 1. M. 10.—



## XVIII. Faser- u. Spinnstoffe. Holz. Papier. Cellulose. Kunstseide. Linoleum usw.

**E. R. Schwarz**, *Grundlagen der neuen Textiltechnologie*. Allg. Übersicht. (Text. Bull. 56. Nr. 8. 15—16. 55. 58. 62. 1/7. 1939.) FRIEDEMANN.

**Herbert Brandenburger**, *Zur Frage der Ketttschlichtung*. Besprechung des Gesamtgebietes unter bes. Berücksichtigung des *Schlichtens von Zellwolle*. Kennzeichnung der verschied. Schlichtarten, so solcher auf Leimbasis (*Blufajo-* u. *Silkovan-Schlichte*), auf Cellulosebasis (z. B. *Hortol S* u. *Tylose*), auf Pektinbasis (*Dormaschlichte*) u. rein synthet. Schlichten, wie z. B. *Plexileim*. (Spinner u. Weber 57. Nr. 34. 93—96. 25/8. 1939.) FRIEDEMANN.

—, *Schmälzprobleme*. Erörterungen zur Frage des Schmälzens von *Zellwollen des B. u. des W-Typs*. (Spinner u. Weber 57. Nr. 34. 100—01. 25/8. 1939.) FRIEDEMANN.

**W. Davis**, *Zwirnen und Ölen bei seidenen Strumpfgarnen*. Abhängigkeit der Garnfestigkeit von dem Grad der Zwirnung. Betriebsmäßige Best. des beim Winden von der Seide aufgenommenen Öls. (Rayon Text. Monthly 20. 447—49. Aug. 1939.) FRIEDE.

**E. Dutoit**, *Beteiligung physikalischer und mechanischer Wirkungen beim Appretieren von Stücken*. Die beim Trocknen, Dekatieren, Crabben u. Moirieren sich abspielenden Vorgänge sind besprochen. (Teintex 4. 359—63. 15/6. 1939.) SÜVERN.

**Fritz Ohl**, *Sind Appreturen aus Kartoffelstärke überholt?* Gute Resultate bei verschied. Appreturen mit den auf Basis von Kartoffelstärke aufgebauten Prodd. *TK 9*, *Teka NK*, *Teka NTK* u. *TKH*. (Appretur-Ztg. 31. 144—49. 31/8. 1939.) FRIEDE.

**Richard Hünlich**, *Neuzeitliche Appreturen*. Winke für die Ausrüstung reiner u. zellwollhaltiger Ware. (Appretur-Ztg. 31. 141—43. 31/8. 1939.) FRIEDE.

**Angelo Boggia**, *Die Lupine als Faserstoffpflanze*. Sammelbericht über Lupinenanbau u. Verarbeitung des Lupinenstrohs auf Fasern. (Textilia [Milano] 15. 291—93. Mai 1939.) GRIMME.

**Milton Harris** und **Henry A. Rutherford**, *Die Basenbindfähigkeit von Wolle*. Die *Säurebindfähigkeit* der Wolle kann mit maximal 0,80 mMol/g Wolle bei  $pH = 1$  leicht bestimmt werden, viel schwerer aber die *Alkalibindfähigkeit*. Nach CROWDER u. HARRIS (C. 1937. II. 497) reagiert das Alkali nicht nur mit den sauren Gruppen der Wolle, sondern auch mit den Disulfidgruppen des Protein-Cystins; von den S-Atomen des Cystins wird hierbei nur eins abgespalten. Die Menge des bei der Alkalibehandlung gebildeten NaHS ist nicht nur ein Maß der hydrolysierten Disulfidgruppen, sondern auch des aufgenommenen Alkalis. Die Verss. wurden mit sorgfältig gereinigter Wolle mit möglichst intakten Disulfidgruppen durchgeführt u. zwar einmal bei 0—2°, einmal bei 22°. Mit zunehmender Zeit u. Temp. nimmt die Alkalibindung zu, ist aber nach 2 Std. prakt. beendet. Infolge von Nebenrkk. sind die Werte bei höheren Temp. weniger eindeutig als bei niederen. Gute Resultate wurden mit Alkali bis zu 0,3-n. NaOH erzielt, darüber waren sie unsicher. Mit 0,2-n. NaOH wurde die Alkaliaufnahme zu 0,7 mMol je g Wolle gefunden, doch ist dieser Wert nicht völlig sicher. (Amer. Dyestuff Reporter 28. Proc. 293—97; J. Res. nat. Bur. Standards 22. 535—42. Mai 1939.) FRIEDEMANN.

**A. J. Hall**, *Vollkommen nichtfilzende Wolle und ihre Verwendung für Textilwaren*. Eigg. u. Anwendung von Wolle, die nach dem *DRI-SOL-Verf.* mit *Sulfurylchlorid* behandelt wurde (E. P. 464 503; C. 1937. I. 4311). Vgl. auch C. 1939. I. 851 u. II. 562. (J. Textile Inst. 30. Proc. 232—35. Juli 1939.) FRIEDEMANN.

**Walter Hahn**, *Holzschutzanstriche und -imprägnierungsmittel*. Die erprobten Anstrich- u. Imprägniermittel sowie die Verf. ihrer Anwendung werden besprochen. Berücksichtigt werden Insekten- u. Feuerschutz. (Asphalt u. Teer, Straßenbau-techn. 39. 526—29. 6/9. 1939.) GRIMME.

**Viktor Bertleff**, *Prüfung arsenhaltiger Holzschutzmittel*. Fluoran O. G. enthält als wirksame Bestandteile NaF,  $K_2Cr_2O_7$ , Dinitrophenol u. Na-Arseniat. Es ist im Kesseldruckverf. verwendbar, weil es Eisen nicht angreift. Die 1%<sub>ig</sub> Lsg. ist voll wirksam gegen die Pilze *Coniophora cerebella*, *Lentinus squamosus* u. *Lenzites abietina*. Gegen *Polyporus vaporarius* verwendet man besser eine 1,5%<sub>ig</sub> Lösung. (Holz als Roh- u. Werkstoff 2. 193—97. Mai 1939. Žilina, Slowakei.) GRIMME.

**Knut Saetre**, *Einflüsse von Temperatur und Stoffkonsistenz beim Holzschleifen auf die Stoffbeschaffenheit*. Papiertechn. u. mathemat. Ableitungen. (Zellstoff u. Papier 19. 517—25. Sept. 1939.) FRIEDEMANN.

**A. Foulon**, *Abfallstoffe in der Papier- und Zellstoffindustrie*. (Z. Papier, Papp, Zellulose, Holzstoff) 57. 221—26. 31/8. 1939. — C. 1939. II. 2865.) FRIEDEMANN.



**R. S. Hawley**, *Die Abtrennung und Wiedergewinnung von Papierfasern aus Papierfabrikabwässern*. Inhaltlich ident. mit der C. 1939. II. 2360 referierten Arbeit. (Sewage Works J. 11. 512—17. Mai 1939. Ann Arbor, Mich., Univ.) MANZ.

**A. Matagrín**, *Durchdachte Technik der Pergamentierung der Papiercellulosen. Sulfurierte Papiere und vulkanisierte Fasern*. Eingehende Schilderung der gesamten chem. u. techn. Arbeitsgänge u. Prüfungen. (Papeterie 61. 264. 58 Seiten bis 655. 1939.) FRIEDEMANN.

**W. H. Kraske**, *Faktoren, welche die leichte Entleerung des Stoffes aus Sulfitkochern beeinflussen*. Techn. Winke. (Paper Trade J. 109. Nr. 6. 29—30. 10/8. 1939.) FRIEDE.

—, *Verfahren zur Herstellung von neuen Celluloseprodukten und von Erzeugnissen und Gegenständen daraus*. Fortsetzung der C. 1939. II. 1605 ref. Arbeit des Verfassers. (Rev. gén. Matières plast. 15. 77—80. März 1939.) FRIEDEMANN.

**Harold De Witt Smith**, „Teca“—*Eigenschaften und Anwendung*. (J. Textile Inst. 30. Proc. 153—60. Juli 1939. — C. 1939. II. 968.) FRIEDEMANN.

**L. Rose**, „Tenasco“. (J. Textile Inst. 30. Proc. 202—11. Juli 1939. — C. 1939. II. 968.) FRIEDEMANN.

**Jonas Jonsson**, *Die Zellwolle, deren Herstellung und ökonomische Bedeutung*. (Skand. Tidskr. Textilind. 37. 86—92. 1939. — C. 1939. II. 2295.) KLEVER.

**F. Castner**, *Wasseranfertigung für die Zellwolleindustrie*. Es werden die bekanntesten Verff. zur Aufbereitung von Betriebs- u. Kesselspeisewasser unter Hinweis auf bes. Methoden, App. u. Materialien der einschlägigen Firmen besprochen. (Zellwolle dtsh. Kunstseiden-Ztg. 5. 231—35. 279—82. 1939. Berlin.) MANZ.

**Robert Schwab**, *Über das technologische Verhalten von Zellwollen*. Vergleichende Besprechung der mechan. Eig. von Baumwolle u. den wichtigsten Handelsmarken der Zellwollen des B-, W- u. Spezialtyps. (Klepzigs Text.-Z. 42. 387—89. 397—98. 14/6. 1939.) FRIEDEMANN.

—, *Griffige Zellwollwaren*. Die Naßbehandlungsmaßnahmen sind soweit wie möglich einzuschränken. Das Entschlichten, Waschen u. Trocknen ist näher geschildert. Für das Appretieren haben sich Sapamine, Soromine u. Sevaton bewährt. Alle nachträglichen Mattierungen verändern den Griff einer reinen Zellwollware. (Mschr. Text.-Ind. 54. 218—20. Aug. 1939.) SÜVERN.

**Achilles**, *Erzeugnisse aus Modetransparit*. Beispiele für die Verwendung von Zellglas in der Hutgeflechts-, Besatz- u. Posamentenindustrie u. Angaben über die Eig. verschied. neuer Prodd. aus Modetransparit. Muster. (Kunstseide u. Zellwolle 21. 306—14. Aug. 1939.) SÜVERN.

**S. A. Reitlinger** und **L. A. Panjunina**, *Zur Frage der Wasserdurchlässigkeit von Filmen aus Acetylcellulose*. Vff. beschreiben einen App. zur Best. geringer H<sub>2</sub>-Unterschiede in 2 durch den zu untersuchenden Film getrennte Kammern mit Hilfe einer WHEATSTONESchen Brückenschaltung. Jede Kammer enthält einen auf ca. 100° angeheizten Pt-Draht. Änderungen der Zus. des diese Drähte umgebenden Gasgemisches ändert dessen Wärmeleitfähigkeit u. damit auch die Temp. der Drähte u. ihre Leitfähigkeit. Genauigkeit 0,02% H<sub>2</sub>. — Die Resultate der Durchlässigkeitsprüfung von Filmen aus Acetylcellulose für H<sub>2</sub> werden graph. gebracht. Sowohl die Abhängigkeit von der H<sub>2</sub>-Zugabe, wie auch von der Dicke der Filme u. von der Temp. wird durch leicht gekrümmte Kurven wiedergegeben. Um einen Einblick in die Abhängigkeit der H<sub>2</sub>-Durchlässigkeit von der Mikrostruktur der aus Micellen aufgebauten Filme zu erhalten, werden von Vff. Filme aus verschied. Fraktionen der Acetylcellulose geprüft. Obgleich die einzelnen Fraktionen Unterschiede von 52 500—17 500 in der Micellgröße aufweisen, war doch kein Unterschied in der H<sub>2</sub>-Durchlässigkeit der Filme nachzuweisen. Werden Präpp. von Acetylcellulose mit verschied. Acetylgeh. miteinander verglichen, so zeigt sich, daß mit steigendem Acetylgeh. die H<sub>2</sub>-Durchlässigkeit wächst. Ein Präp. mit einem Acetylgeh. von 61,9% zeigte z. B. eine doppelt so große Durchlässigkeit für H<sub>2</sub> wie ein Präp. von nur 48,0%. Wechsel des Lösungsm. (Aceton, Äthylacetat + A. = 85:15, Methylchlorid, Dioxan) übt keinen Einfl. aus. Zusatz von Plastifikatoren (Diäthylphthalat, Dibutylphthalat u. Trikresylphosphat) erhöhten erst bei Anwendung größerer Mengen die H<sub>2</sub>-Durchlässigkeit. (Журнал Прикладной Химии [J. Chim. appl.] 12. 886—93. 1939.) ULMANN.

**John H. Graff** und **R. W. Miller**, *Faserdimensionen*. Geschichte der Fasermessung. Mikroskop. Methoden der Fasermessung. Ergebnisse an Kraftstoffen aus verschied. Holzarten. (Paper Trade J. 109. Nr. 6. 31—37. 10/8. 1939.) FRIEDEMANN.

**Hazel Fletcher** und **Lois Dennhardt**, *Zulänglichkeit der Bezeichnung gewisser Textilgewebe im Hinblick auf ihren Fasergehalt*. Hinweis auf die bei einheitlichen Geweben meist ausreichende, bei Mischgeweben meist unzulängliche Kennzeichnung der



Faserzusammensetzung. Winke für die mechan., chem. u. mikroskop. Faseranalyse. (J. agric. Res. 58. 895—903. 15/6. 1939.) FRIEDEMANN.

**August Noll**, *Standardisierte Farbstoffe für die Faserstoffanalyse*. Notwendigkeit der Verwendung chem. reiner u. salzfreier Farbstoffe für die Faseranalyse. Verzeichnis reiner, nach Handelsnamen u. chem. Konst. genau definierter Farbstoffe aus folgenden Klassen: Säure- u. Resorcinfarbstoffe, Beizen-, bas., bas. Beizen-, substantive u. Küpenfarbstoffe; öl-, fett- u. harzlösl. Farbstoffe. Einfache Unters.-Methoden durch Best. des Asche- u. des Alkaligeh. der Farbstoffe. Lieferant: E. MERCK, Darmstadt. (Papierfabrikant 37. Techn.-wiss. Teil. 317—20. 8/9. 1939.) FRIEDEMANN.

**M. A. Roux**, *Untersuchungen über die Entzündbarkeit und Verbrennlichkeit von Stoffen*. Verschied. gegen Entzündung präparierte u. unpräparierte Holzarten wurden auf Temp. von 300—700° erhitzt u. in einem entsprechenden Calorimeter die bei der Erhitzung freierwirdende Wärmemenge der entweichenden Gase ermittelt. Die Verss. ergaben, daß die präparierten Holzproben eine beträchtliche Verringerung des Heizwertes der bei der Erhitzung freiwerdenden Gasmenge zeigten. Es wird angenommen, daß die Imprägnierung gegen Entzündung eine unvollkommene Verbrennung der freigemachten Prodd. zur Folge hat. (Rech. et Invent. 19. 64—73. April 1939.) WITT.

**Ch. Quillard**, *Zusammenfassung der Verfahren über die relative Messung der Eigenschaften der Stoffe vom Standpunkt der Entzündung*. Aufzählung u. Beschreibung der Verfahren. Ihre Eignung für eine Normung. (Rech. et Invent. 19. 94—107. April 1939.) WITT.

**K. Göhde**, *Neue Methodik zur schnellen Wassergehaltsermittlung von Papier und Zellstoffderivaten unter Innehaltung der gewohnten Genauigkeiten*. Beschreibung des „halbautomat. Schnellwasserbestimmers“, bei dem eine größere Anzahl von Schalen mit Trockengut durch einen zwischen 90° u. 170° genau regulierbaren Heißluftstrom schnell u. sicher getrocknet werden kann. Die Wägung geschieht durch eine im Trockenraum eingebaute analyt. Waage. (Papierfabrikant 37. Techn.-wiss. Teil. 320—24. 8/9. 1939.) FRIEDEMANN.

**Herbert F. Launer und William K. Wilson**, *Bestimmung der Pentosane in Zellstoffen und Papieren*. Eingehende Unters. der Fehlerquellen bei der Pentosanbestimmung. Zwecks Zeitersparnis wird das Furfurol maßanalyt. durch Oxydation mit Bromid-Bromat bei 0° bestimmt, wozu das salzsaure Destillat mit etwa dem gleichen Gewicht Eis gemischt wird. Die Meth. arbeitet prakt. fehlerlos. Fehler bei der Pentosanbest. treten demnach nur bei der Umsetzung der Pentosane zu Furfurol u. dessen Dest. auf. Der Verlust bei der Dest. von reinem Furfurol mit 12%ig. HCl wird von Vff. zu durchschnittlich 3% ermittelt. Das Ergebnis der Titration ist deshalb mit 1,03 zu multiplizieren. Zusätze von NaCl u. bes. NH<sub>4</sub>Cl bei der Dest. erhöhen zwar die Ausbeute an oxydierbaren flüchtigen Stoffen (wahrscheinlich Oxymethylfurfurol aus verzuckerter Cellulose), nicht aber die an Furfurol, so daß Vff. ohne Salzzusatz arbeiten u. vom Ergebnis (% Pentosan) 0,9 für die aus reiner Cellulose gebildeten Nichtfurfurolstoffe abziehen. (J. Res. nat. Bur. Standards 22. 471—84. April 1939. Washington.) NEUMANN.

**Walther Schieber**, *Physikalische und chemische Prüfverfahren für Zellwolle*. Mechan. Prüfmethode: Reißfestigkeit, Bruch- u. elast. Dehnung, Knotenfestigkeit, Sprödigkeitswiderstand, elast. spezif. Zerreibarbeit u. Packungsdichte. Beziehungen zwischen Orientierung u. mechan. Eig.: gute Orientierung bedingt abnehmende Knotenfestigkeit, aber zunehmende Reißfestigkeit. Wichtigkeit einer hohen relativen Naßfestigkeit. Umgekehrte Proportionalität von mittlerem Polymerisationsgrad u. Alkalilöslichkeit. Prakt. Bedeutung der Alkalilöslichkeit u. des Polymerisationsgrades an Wasch- u. Bleichvers. dargelegt. Mikr. Verfolgung der Faseraufsplitterung bei maschineller Wäsche mit Bleichwaschmitteln. Bestätigung des Wertes eines hohen Polymerisationsgrades durch Wasch-, Reib- u. Tragversuche. (Angew. Chem. 52. 561—68; Melliand Textilber. 20. 617—25. 1939.) FRIEDEMANN.

**Eisenhut**, *Neue Beurteilungen für Zellwolle*. (Vgl. vorst. Ref.) Mechan. Prüfungen: Festigkeit, Bruch- u. elast. Dehnung. Chem. Prüfungen: Polymerisationsgrad u. seine Bedeutung für die Waschbarkeit u. Tragfähigkeit von Zellwollgeweben. (Angew. Chem. 52. 568—72. 2/9. 1939.) FRIEDEMANN.

**Oranienburger Chem. Fabrik Akt.-Ges.** (Erfinder: **Rudolf Konrad**), Oranienburg, *Schlichten von Seide und Kunstseide*, dad. gek., daß hierfür eine Lsg. von Chlorkautschuk u. ein Weichmachungsmittel in einem organ. Lösungsm. oder eine wss. Dispersion einer solchen Lsg., gegebenenfalls unter Zusatz von Proteinen, Kohlenhydraten, Pflanzenschleimen, Pflanzengummis, verwendet wird. — Z. B. ist eine erfindungs-



gemäß Schlichte aus 100 Teilen *Chlorkautschuk*, 10 *Olivenöl* u. 890 *Xylol* erhältlich. (D. R. P. 676 847 Kl. 8 k vom 7/7. 1933, ausg. 13/6. 1939.) R. HERBST.

**Österreichische Chemische Werke G. m. b. H.**, Wien, *Herstellung von Stärkelösungen, besonders für das Schlichten und Appretieren von Textilien*, mit Hilfe von Persulfaten, dad. gek., daß 1. man die Persulfate in der Wärme, z. B. bei 80—90°, auf Stärke oder stärkehaltige Ausgangsstoffe in Ggw. von W. bis zur Bldg. einer Lsg. einwirken läßt, wobei zweckmäßig durch entsprechend niedrige Bemessung der verwendeten Persulfatmenge mit etwa 0,5% und darunter oder durch Zusatz von Neutralisationsmitteln oder durch gemeinsame Anwendung dieser beiden Maßnahmen sichergestellt wird, daß die erhaltene Lsg. prakt. neutral oder schwach alkal. reagiert. 2. Zur Neutralisation der bei der Zers. des Persulfats gebildeten sauren Rk.-Prodd. alkal. reagierende Derivv. oder Anlagerungsverbb. des H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, z. B. Percarbonate, Perborate, Perphosphate, Pyrophosphate oder Peroxyde, die mit Säuren H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> liefern, verwendet werden. — Z. B. werden 10 g Stärke in 200 ccm dest. W. mit 0,1 g K-Persulfat versetzt. (D. R. P. [Zweigstelle Österreich] 156 592 Kl. 89 b vom 20/1. 1937, ausg. 25/7. 1939.) M. F. MÜLLER.

**Fernand Frédéric Schwartz und Marc Alfred Chavannes**, Paris, Frankreich, *Mehrlagige elastische Gewebe*. Die zu vereinigenden Flächen zweier dehnbarer Gewebe werden mit verschied. Mengen *Latex* überzogen, u. zwar die eine Fläche mit einer solchen Menge, die gerade hinreichend ist, um dem mehrlagigen Endprod. die gewünschte Elastizität zu erteilen, u. die andere Fläche mit einer wesentlich geringeren Menge, die lediglich zur festeren Verb. der beiden Lagen ausreicht, worauf die Vereinigung der beiden Gewebe erfolgt. (E. P. 498 649 vom 25/3. 1938, ausg. 9/2. 1939. F. Prior. 25/3. 1937.) R. HERBST.

**Merkel & Kienlin G. m. b. H.**, Eßlingen a. Neckar, *Wasserfestmachen von Wollfasern*. Weitere Ausbildg. des Verf. nach Patent 661 673, dad. gek., daß man, statt mit *Cl-abgebenden Mitteln* vorzubehandeln, *Wasserfestimprägnierbäder* verwendet, welche die *Cl-abgebenden Mittel* bereits enthalten. — Z. B. werden 20 kg *Wollgarn* 15—20 Min. bei etwa 20° mit einem Bad aus 900 l *Al-Sulfat*sg. von 5 $\frac{1}{2}$ ° Bé, 100 l einer wss. Lsg. von 1,5 kg *Chlorkalk* u. 3 l *Salzsäure* von 20° Bé behandelt, dann abgeschleudert u. danach in einem Bade, das 10 g *Seife* u. 20 g *Paraffinemulsion* im Liter enthält, umgezogen, sodann wieder abgeschleudert u. schließlich heiß getrocknet. (D. R. P. 678 144 Kl. 8 k vom 3/12. 1932, ausg. 11/7. 1939. Zus. zu D. R. P. 661 673; C. 1938. II. 1703.) R. HERBST.

**Virginia Smelting Co.**, Portland, Me., übert. von: **Hiram B. Channon**, Portsmouth, Va., V. St. A., *Abziehen der Farbe von Lumpen, besonders aus Wolle*. Man behandelt die gefärbten Lumpen zunächst mit einer kochenden Lsg. von NH<sub>4</sub>OH oder NaOH, wäscht sie u. unterwirft sie schließlich der Einw. einer frisch bereiteten Lsg. von Zinkhydro-sulfid, der man ein Alkali-hydroxyd zugesetzt hat, wobei man die Flotte ca. 30—60 Min. auf ca. 82° hält u. auf einen pH-Wert von 6—7,5 entsprechende H-Ionenkonz. einstellt. Eine Menge von 8—15% Hydro-sulfid, bezogen auf die Faser, wird im allg. hierfür genügen. Es ist anzunehmen, daß die neben Zn(OH)<sub>2</sub> aus 2 ZnS<sub>2</sub>O<sub>4</sub> durch Zugabe von 2 NaOH sich bildende Verb. ZnNa<sub>2</sub>(S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub> hierbei bes. Wrkg. besitzt. (A. P. 2 153 791 vom 20/11. 1935, ausg. 11/4. 1939.) PROBST.

**Merck & Co. Inc.**, Rahway, N. J., V. St. A., *Mottensichermachende Lösung*, bestehend aus freier oder gebundener Kieselsäure, üblichen Netzmitteln (wie „Igepon, Aviroi, Gardinol, Tytrovon“), unter Zusatz von *Triäthanolaminsilicofluorid* u. Aluminium-sulfat. Die Lsgg. sind bes. geeignet zum Mottensichermachen von aufgearbeiteten *Textilwaren*, *Polstermaterial* u. *Kleidungsstücken*. — 240 (lbs.) *Triäthanolamin* werden zu 330 *Kieselfluorwasserstoffsäure* (35%<sub>ig.</sub>) gegeben, schließlich neutralisiert man nach mit 20 lbs. gleicher Säure (50%<sub>ig.</sub>). Dann setzt man 140 Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·16 H<sub>2</sub>O, gelöst in 175 W., zu u. versetzt das Gemisch mit in 25 W. gelösten 5 *Laurylalkoholschwefelsäureester*. Man füllt auf 1000 auf u. stellt auf pH = 2 ein. (E. P. 509 676 vom 29/11. 1938, ausg. 17/8. 1939. A. Prior. 28/12. 1937.) MÖLLERING.

**Soc. An. Nostra Cellulosa**, Italien, *Gewinnung von Zellstoff aus Zuckerhirse- oder Maisstengeln* sowie Gräsern u. ähnlichem Cellulosematerial, das leicht verderblich ist. Um das Ausgangsmaterial haltbar zu machen u. lagern zu können, wird es mit der später beim Kochen verwendeten Fl. getränkt, z. B. mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaHSO<sub>3</sub>, Ca(HSO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NH<sub>3</sub> oder Gemischen derselben mit Neutralsalzen, wie Sulfate, Sulfite, Sulfide. Gegebenenfalls werden konz. Lsgg. dazu verwendet u. vor dem Kochen wird mit W. verdünnt. (F. P. 843 862 vom 23/9. 1938, ausg. 12/7. 1939. It. Prior. 28/9. 1937.) M. F. MÜLLER.

**Courtaulds Ltd.**, London, und **Leslie Rose**, Coventry, England, *Herstellung woll-ähnlicher Fasern aus Viscose*. Man spinnst eine Viscose mit einer einem Salzpunkt unter-



halb 3 entsprechenden Reife in ein Na- u. (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> enthaltendes, ca. 25° heißes Bad, das weniger als 6% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> enthält. Dabei wird die Tauchzeit des Fadens so eingestellt, daß die aus dem Bade mitgeführte Fällflüssigkeit gerade genügt, um eine völlige Regenerierung des Fadens herbeizuführen. Die Tauchzeit kann z. B. durch Variierung der Tauchstrecke (etwa zwischen 7,6 u. 45,7 cm) eingestellt werden, ohne daß die Abzugsgeschwindigkeit dabei irgendwelche Veränderung erfährt. (E. P. 502 199 vom 25/10. 1937, ausg. 13/4. 1939.)

PROBST.

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: **Nickolai Nickolaewitsch Kojewnikoff**, Buffalo, N. Y., V. St. A., *Nachbehandlung von Filmen aus regenerierter Cellulose*. Man taucht die Filme in eine wss. Emulsion von 0,5 bis 1,5% Cellulosenitrat oder Celluloseacetat. (Can. P. 382 594 vom 21/10. 1937, ausg. 11/7. 1939.)

FABEL.

**Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges.**, Deutschland, *Lösungs-, Weichmachungs- und Gelatinierungsmittel für Cellulosederivate*. Man verwendet aliphat. oder cycloaliphat. Sulfamide oder Mischungen beider, bes. solche Sulfamide, die am N durch mindestens einen aliphat., cycloaliphat. oder aliphat.-cycloaliphat. Rest substituiert sind. Beispiele: *Butylsulf-N-octadecylamid*, *Octylsulf-N-cyclohexylamid*, *Butylsulf-N-dibutylamid*, *Methylsulf-N-methyl-N-octadecylamid*, *Dodecylsulf-N-diäthylamid*, *Octylsulf-N-äthyl-N-cyclohexylamid*, *Cyclohexylsulf-N-dipropylamid*, *Butylsulf-N-chlorbutyl-N-octylamid*, *Chloräthylsulf-N-octadecylamid*, *Methylsulf-N-dodecyläthylamid*, *Äthoxyäthylsulf-N-diäthylamid*, *Äthylsulf-N-oleylamid*. (F. P. 844 709 vom 13/10. 1938, ausg. 31/7. 1939. D. Priorr. 13/10. 1937 u. 7/10. 1938.)

FABEL.

**Harvel Research Corp.**, N. J., übert. von: **Solomon Caplan**, New York., N. Y., *Weichmachungsmittel für Cellulosederivv.*, Vinylharze, Alkydharze. Man verwendet *Glycerin- $\alpha$ -phenyläther*, die im Phenylrest substituiert sein können, z. B. den Äther aus Glycerin u. tert. Butylphenol. (A. P. 2 166 518 vom 22/1. 1936, ausg. 18/7. 1939.)

FABEL.

**Harvel Corp.**, übert. von: **Mortimer T. Harvey**, East Orange, N. Y., V. St. A., *Bremkörper* von hervorragend gleichbleibender Wärmeleitfähigkeit u. Reibungswrkg. innerhalb eines weiten Temp.-Gebietes, bestehend aus 1. einem Reibungsstoff, wie pulverisiertem, unschmelzbarem Phenolaldehydharz (I), Asbestfasern (II) oder Cu- oder Pb-Drähten, u. 2. einem Bindemittel, wie Kautschuk, Leinsamenöl oder fl. bis festen Phenol-Aldehydkondensationsprodd. (III), gegebenenfalls kondensiert unter Zusatz von anderen Harzen, Gummiarten, Pechen oder Ölen. Gegebenenfalls wird S zur Vulkanisation des Kautschuks oder des polymerisierten Leinsamenöles (IV) zugesetzt. — Z. B. werden 10 (Teile) IV, 10 III, 17 I, 61 II u. 2 S in einem Teigknetzer gemischt, die M. kalt oder warm verformt u. die Formkörper gehärtet. (A. P. 2 164 326 vom 24/8. 1935, ausg. 4/7. 1939.)

BRUNNERT.

**Frieda Böhler geb. Ladusch**, Dresden, *Herstellung von Reib- und Bremkörpern* aus mit Harz getränkten Reib- u. Füllstoffen, dad. gek., daß man diese Stoffe, um sie unschmelzbar zu machen, mit 0,5—3% Alkali enthaltenden Lsgg. von *Akaroidharz* behandelt. (D. R. P. 679 129 Kl. 39 b vom 21/7. 1934, ausg. 29/7. 1939.)

BRUNNERT.

## XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

**A. S. Jurowski, M. M. Lifschitz, A. A. Tschemeriss und A. L. Rubinstein**, *Entschwefelung von Kohlen*. III. *Anwendung der Entschwefelungsmethode zur Gewinnung von schwefelarmem Koks*. (II. vgl. C. 1939. II. 1998.) Die früher beschriebene Meth. eignet sich nicht zur direkten Entschwefelung von Kohlen bei der Verkokung, da eine Oxydation der Kohlen eintritt u. die Zusammenbackbarkeit des Kokes wesentlich beeinträchtigt wird. Dagegen erhielt man bei der Entschwefelung des Halbkokes gute Ergebnisse, so daß die Entschwefelung der Kohlen mit Hilfe eines gestuften Verkokungsprozesses (Halbkoks, Entschwefelung desselben, endgültige Verkokung) nach dieser Meth. möglich ist. Bei der Entschwefelung des Kokes wurde eine Verbesserung der Meth. durchgeführt, indem man den Koks anstatt mit W.-Dampf gestuft mit W. behandelte. (Кокс и Химия [Koks u. Chem.] 9. Nr. 4/5. 17—21. April-Mai 1939.)

TOLKMITT.

**Fritz Wehrmann**, *Koksgruverwertung und -aufbereitung*. Eig. von Koksgrus, Körnung, W.-Gehalt. Allg. Verwendungsmöglichkeiten. Eingehende Schilderung der Ergebnisse bei Verwendung von Koksmehl als Magerungsmittel. Aufbereitungsapparaturen. Vergasung von Grobgrus in Generatoren. (Gas- u. Wasserfach 82. 637—40. 9/9. 1939. Duisburg.)

SCHUSTER.

**E. Rammler**, *Lagerung von Braunkohlenschwelkoks*. Einfl. der Schwelkoksbeschaffenheit (Körnung, Feuchtigkeit, Temp., Koksart) auf die Lagerfähigkeit. Verh.



von Feinkoks, Brikkettkoks, Schwelkoksstapeln. Anforderungen an Schwelkoksstapel u. Bunker für Schwelkoks. Verhütung u. Bekämpfung von Bränden oder Verpuffungen. (Braunkohle 38. 659—61. 667—70. 16/9. 1939. Dresden.) SCHUSTER.

**A. Jäppelt** und **A. Steinmann**, *Steinkohlen-Spülgasschwelteer*. Es wurde festgestellt, daß die typ. Eigg. des Spülgasschwelteers, wie hoher Geh. an sauren Ölen u. Asphalten sowie seine verhältnismäßig hohe Viscosität, zunächst eine Folge der durch die Eigenart der Spülgasschwelung bedingten Sortenauswahl der Kohle sind. In erster Linie werden für die Spülgasschwelung bekanntlich sauerstoffreiche Gasflammkohlen verwendet. Bes. ist der meist gegen 40% betragende Anteil an sauren Ölen für die unbefriedigende Lagerbeständigkeit, die bei der Dest. auffallend geringe Ölausbeute u. die Erschwerung der Spaltung verantwortlich zu machen. Von noch größerem Einfl. auf die Beschaffenheit des Schwelteers haben sich die Schwelbedingungen erwiesen, von denen die Verweilzeit der Teerdämpfe von bes. Bedeutung ist. So konnte für die bessere Beschaffenheit des Heizflächenteers eindeutig die das Vielfache betragende Verweilzeit der Teernebel unter Temp.-Einfl. als maßgebend festgestellt werden. Es wurde nachgewiesen, daß die Eigg. des Heizflächenteers denjenigen des Spülgasteers nahezu angeglichen werden können, wenn die Verweilzeit der Teernebel in der Retorte entsprechend herabgesetzt wird. Ferner werden die Möglichkeiten aufgezeichnet, die sich für eine qualitative Verbesserung des Spülgasschwelteers ergeben. Diese werden weniger in der teilweisen Entfernung der sauren Öle aus dem Teer oder in der Verminderung des O-Geh. der Ausgangskohle durch therm. Vorbehandlung erblickt. Weitaus wirksamer hat sich eine therm. Nachbehandlung der Schwelteernebel erwiesen, für die die optimalen Bedingungen u. die erzielte Teerverbesserung angegeben werden (vgl. hierzu JÄPPELT u. STEINMANN, C. 1939. II. 2733). (Brennstoff-Chem. 20. 281—86. 1/8. 1939. Freiberg, Sa., Staatl. Braunkohlenforsch.-Inst.) MORNEWEG.

—, *Öl aus Kohle durch Verschmelzung bei niedriger Temperatur*. Beschreibung der Arbeitsweise der Schwelanlage der LOW TEMPERATURE CARBONISATION, LTD. sowie der von der BRITISH DIESEL OIL AND PETROL Co. LTD. angegliederten Raffinerie in Bolsover. Durch Verschmelzung der Kohle bei niedriger Temp. werden neben 99 bis 100% jg. Kresol Bzn. u. Dieselöl gewonnen. (Min. J. 205. 537—39. 3/6. 1939.) WAHREN.

**Shingo Andō**, *Hydrierung von Tieftemperaturteer in einer kontinuierlich arbeitenden Laboratoriumsanlage*. III. *Vorläufige Ergebnisse über die Temperatur des Hochtemperaturabscheiders*. (II. vgl. C. 1937. II. 4141.) Der Teer wurde bei 470° u. einem Druck von 200 at unter Verwendung eines Ammonthiomolybdatkatalysators hydriert. Aus den Rk.-Prodd. wurden zunächst die schwersten Anteile in einem Hochtemp.-Abscheider, der zwischen 350 u. 435° arbeitete, niedergeschlagen. Hierauf wurden weitere Anteile in einem Abscheider niedergeschlagen, der die Rk.-Prodd. auf gewöhnliche Temp. kühlte. Dann noch abscheidbare Bestandteile wurden mit Aktivkohle entfernt. Mit steigender Temp. des Hochtemp.-Abscheiders nahm erwartungsgemäß die Menge der dort sich niederschlagenden Bestandteile ab. Der Geh. an leichtflüchtigen Bestandteilen nahm gleichzeitig in beiden Abscheidern ab. Von den bis 200° sd. Fraktionen (Gasolin) sind eingehende Analysen zusammengestellt. (J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 42. 232 B—34 B. Juli 1939. Kawaguchi, Saitama, Japan. Imp. Fuel Res. Inst. [nach engl. Ausz. ref.].) SCHUSTER.

**Shingo Andō** und **Toshisuke Ushiba**, *Hochdruckhydrierung von Tieftemperaturteer*. VIII. *Vergleich von bei verschiedenen Temperaturen erschwellten Tieftemperaturteeren*. (VII. vgl. C. 1939. II. 2000.) Es werden Tieftemp.-Teere, die bei 500 bzw. 600° aus Bitai-Kohle bzw. bei 800° aus Yubetsu-Kohle erschwelt wurden, unter gleichen Bedingungen (rotierender Autoklav, 465°, 100 at Anfangsdruck, Katalysator MoO<sub>3</sub>) hydriert. Nennenswerte Unterschiede im Hydrierverh. zeigten sich nicht, nur war der Bzn.-Geh. des Hydrieröles etwas größer. (J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 41. 315 B—16 B. Okt. 1938. Imperial Fuel Research Inst. [Nach engl. Ausz. ref.].) J. SCHMIDT.

**Shingo Andō** und **Toshisuke Ushiba**, *Katalytische Hydrierung von Phenolölen aus Tieftemperaturteer*. VI. *Vergleich der einzelnen Fraktionen der Phenolöle*. (V. vgl. C. 1939. I. 1901.) Phenolöle aus Tieftemp.-Teeren aus Bibai- u. Fushun-Kohle wurden in 5 bzw. 4 zwischen 200 u. 300° sd. Fraktionen zerlegt u. diese einzeln im rotierenden Autoklaven über MO<sub>3</sub> u. MoO<sub>3</sub> + S hydriert. Die erhaltenen Bznn. bestehen im wesentlichen aus Aromaten u. Naphthenen. Paraffin-KW-stoffe, durch Aufspaltung von Bzl.-Ringern entstanden, sind nur bis zu 20%, ungesätt. KW-stoffe nur unter 0,7% vorhanden. Der Anfall an Leichtbenzin (aus A-Kohle) steigt mit dem Kp. des Ausgangsöles auf Kosten des Ölanfalles. (J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 41. 317 B—19 B. Okt. 1938. Kawaguti, Japan, Imperial Fuel Research Inst. [Nach engl. Ausz. ref.].) J. SCHMIDT.



**G. M. Mach**, *Untersuchungen über die Wirkung von Mineral- und organischen Säuren auf die Hydrierung ukrainischer Braunkohlen*. Die Hydrierung der mit Säuren von den Aschbestandteilen befreiten ukrain. Braunkohle gibt schlechtere Resultate als die der ursprünglichen Kohle: weniger fl. KW-stoffe, mehr Ballaststoffe. Werden die mineral. Komponenten der Asche:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  einzeln zugeführt, so ist die Wrkg. noch schlechter. Nur  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$  gab, wenn auch nicht genügend, gutes Resultat. Selbst das Zuführen sämtlicher Komponenten gleichzeitig ist nicht hinreichend. Anscheinend sind die mit Säuren aus der Asche gewonnenen mineral. Bestandteile den ursprünglich enthaltenen nicht gleichwertig. Ein Zusatz von 1—2% der Säuren:  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ist ebenfalls deutlich verschlechternd. Als gute Katalysatoren erwiesen sich  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $\text{MoS}_3$ ,  $\text{FeS}_2$ , jedoch nur in Abwesenheit von Säuren. Größere Zusätze von Säuren könnten allerdings positive Resultate geben. (Журнал Прикладной Химии [J. Chim. appl.] 12. 457—67. 1939. Charkow, Inst. f. Kohlenchemie.) STORKAN.

**H. S. Gibson**, *Mehrstufige Stabilisierung von Rohöl*. In Persien hat es sich als notwendig erwiesen, die Gasabtrennung vom Rohöl in der Weise vorzunehmen, daß Butan u. Pentan in Öl verbleiben, da sie dann mit dem Öl zur Raffinerie geleitet werden können, die die einzige Verwertungsstelle für die Gase darstellt. Es wird die Entspannung des Rohöles daher in 6 Stufen (50, 15, 7, 3,5, 2,5 u. 2 at) vorgenommen, wobei in der 1. Stufe etwa 40°, u. in den anderen etwa 28° aufrecht erhalten werden. Jedoch können die Temp. mit der Jahreszeit schwanken. Man gewinnt etwa 78% des Isobutans, 82% des n-Butans u. 87,5% der Pentane. (Petrol. Technology 2. Nr. 3. Techn. Publ. 1085. 12 Seiten. Aug. 1939. London, Anglo-Iranian Oil Co., Ltd.) J. SCHMIDT.

**Melvin E. Clark**, *Die Einheitsverfahren der Ölraffination*. Allg. Besprechung der in der Ölindustrie gebräuchlichen Verf.: Spalten, Hydrieren, Polymerisieren, Alkylieren, Isomerisieren, Cyclisieren, Aromatisieren. Die den genannten Verf. zugrunde liegenden Rkk. sowie die sich aus diesen Rkk. ergebenden Möglichkeiten zur Gewinnung zahlreicher chem. Verb. werden erörtert. (Chem. metallurg. Engng. 46. 470—73. Aug. 1939.) WAHRENHOLZ.

**Sinzi Syôno**, *Untersuchungen über die Extraktion von Formosaölen mit Lösungsmitteln*. XV. Selektive Extraktion der Syukkôkô-Kerosenfraktion mit Essigsäure, Äthylchlorhydrin und Furfurol. Zusammenstellung der Extraktionsergebnisse u. der wichtigsten Kennwerte für Extrakt u. Rückstand. (J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 42. 239 B—40 B. Juli 1939 [nach engl. Ausz. ref.]) SCHUSTER.

**W. T. Bykow und W. I. Alexejewa**, *Bleicherden des fernen Sowjet-Ostens*. Die Unters. der im fernen Sowjet-Osten vorkommenden Bleicherden, bes. die des an der Mündung des Flusses Suifun vorkommenden Tuffs, ergaben ihre Eignung zum Bleichen von Erdölprodukten. Der Tuff wirkt am rationellsten bei einer Menge von 6—10% des zu bleichenden Materials. Weder eine chem., noch eine therm. Vorbereitung des Tuffs erhöhen seine Bleichfähigkeit für die Praxis. Ein kombiniertes Verf. Schwefelsäure-Tuff wird empfohlen. (Вестник Дальневосточного Филиала Академии Наук СССР. [Bull. Far Eastern Branch Acad. Sci. USSR] 33. Nr. 1. 107—23. 1939.) KIRSCHTEN.

**David E. Fields**, *Allgemeine Verfahrensweise bei der Gewinnung von Benzin aus Erdgas*. Die Erdgase werden in 2 Stufen mit Washöl gewaschen u. aus diesem wird in einer 1. Kolonne das Bzn. abgetrieben u. in einer 2. Kolonne stabilisiert. Bes. wird auf einige neuere Arbeitsweisen hingewiesen. Vorteilhaft ist das Auswaschen mit gekühltem Washöl, Erwärmung des mit Bzn. beladenen Washöls mit Bzn.-Dämpfen, die Verwendung von Hochdruckabdampf zur Beheizung der Kolonnen u. auch die Verwendung von verflüssigten KW-stoffen als Washöl hat sich bewährt, wobei dann die Waschtürme unter etwa 85 at u. bei etwa —35° betrieben werden. Das unkondensierte Restgas kann dann direkt als „Rückpreßgas“ verwendet werden. (Petrol. Engr. 10. Nr. 11. 31—32. Juli 1939. Tulsa Boiler and Machinery Company.) J. SCHMIDT.

**Wataru Funasaka und Iwao Katayama**, *Über die Benzinsynthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff unter gewöhnlichem Druck*. XLIV. Mitt. Studien über die Reinigung des für die Benzinsynthese verwendeten Ausgangsgases. III. Über die Entfernung organischer Schwefelverbindungen vermittelt der Luxmasse nebst ihres Zusatzes. (XLIII. bzw. II. vgl. C. 1938. II. 2677.) Die in früheren Mitt. (C. 1938. I. 4558) beschriebene Bindung des organ. S an Luxmasse erwies sich bei längerem Gebrauch nicht als ausreichend u. führte auch zur C-Abscheidung auf der Luxmasse, zumal bei etwas anders zusammengesetzten Gasen. Diese Schwierigkeiten sind aber durch Imprägnieren der Luxmasse mit 10 Gewichts-%  $\text{NaOH}$ ,  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ ,  $\text{ThO}_2$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oder  $\text{K}_2\text{CO}_3$  überwindbar; bes. wirksam sind  $\text{NaOH}$  u.  $\text{ThO}_2$  oder noch besser Gemische obiger Zusätze, bes. 10%  $\text{NaOH}$  u. 10%  $\text{ThO}_2$ .  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  war schlechter. Mit den Zusätzen



wurde eine C-Abscheidung nicht beobachtet, auch bleibt die Luxmasse länger wirksam. (Sci. Pap. Inst. phys. chem. Res. **35**. 32—38. Dez. 1938. [Orig.: dtsh.]) J. SCHMIDT.

**Wataru Funasaka** und **Iwao Katayama**, *Über die Benzinsynthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff unter gewöhnlichem Druck. XLV. Studien über die Reinigung des für die Benzinsynthese verwendeten Ausgangsgases. IV. Über die Entfernung organischer Schwefelverbindungen vermittelt der synthetischen Fixierungsmittel.* (XLIV. vgl. vorst. Ref.) Von synthet. Fixierungsmitteln für den organ. S zeigten sich ein Gemisch aus Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bimsstein u. NaOH mit 10 Gewichts-% Fe u. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 1:1, Gemische aus Luxmasse, Diatomeenerde u. 30% NaOH u. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, NaOH u. Bentonit gut u. ausreichend wirksam. Auf das 1. Gemisch wirkt die CO<sub>2</sub> des Gases hemmend. Als Träger ist Diatomeenerde am besten geeignet, da Bentonit u. Bimsstein weniger dauerhaft sind. (Sci. Pap. Inst. phys. chem. Res. **35**. 39—46. Dez. 1938. [Orig.: dtsh.]) J. SCHMIDT.

**B. M. Rybak** und **A. I. Skoblo**, *Herstellung von Autotraktorölen aus dem paraffinhaltigen Erdöl von Grosny.* Um aus paraffinhaltigem Erdöl von Grosny Autotraktorenöle mit einem Viscositätsindex von mindestens 70 u. einem Stockpunkt von nicht über -15° zu erhalten, mußten entsprechende Gemische aus den Erdölestillaten folgender Behandlung unterzogen werden: selektive Reinigung mit Furfurol, Entparaffinierung der Raffinate mit Benzoläther (65:35) bei einer Verdünnung 1:4 u. nachträglicher Raffination mit 3% Säure u. 4% Bleicherde. Bei dieser Arbeitsweise betrug die Ausbeute an Winteröl 60%, an Sommeröl 50%, bezogen auf das Rohmaterial. Die Reihenfolge: erst selektive Reinigung, dann Entparaffinierung oder umgekehrt spielte keine wesentliche Rolle. (Азербайджанское Нефтяное Хозяйство [Petrol.-Ind. Aserbaidschan] **18**. Nr. 1. 61—72. 1938.) WEKUA.

**E. H. Kadmer**, *Ein Bericht zum Problem der Schmierfähigkeit.* (Vgl. C. 1939. II. 1614.) In der Ölprüfmaschine nach THOMA werden eine Reihe von Schmierölen verschiedener Herkunft, die durch Temp.-Regelung auf die Vgl.-Zähigkeit von 80 bzw. 40 Centipoisen (ca. 45 bzw. 90 cSt. oder 6 bzw. 12° E.) gebracht wurden, auf ihre Schmierfähigkeit untersucht. Die in der genannten Ölprüfmaschine auftretende punkt- bzw. linienförmige Berührung der Gleitflächen (zwei gekreuzt laufende Rollen aus Stahl) entspricht zwar nicht den Schmierstellen der Praxis, schließt jedoch vorteilhaft den Einfl. der Gleitflächenveränderung aus. Der dem THOMA-Ölprüfapp. entgegengehaltene Nachteil, daß sich die Temp. des in den Quetschstellen befindlichen Öls unter dem herrschenden Druck gegenüber der Ölbadfüllung bes. unter Berücksichtigung der verschied. spezif. Wärme der Öle erhöhe u. demzufolge nicht Schmierfähigkeitsunterschiede, sondern Differenzen in der spez. Wärme gemessen werden, ist nicht stichhaltig. H-reiche, sogenannte paraffinbas. Öle mit einer höheren spez. Wärme ( $d_{15} = <0,900$ ;  $c_{15} = 0,43—0,45$ ;  $d_{15} = >0,900$ ;  $c_{15} = 0,43—0,40$ ) zeigen geringere Reibungsquerschnitte als H-ärmerer u. aromatenreichere Öle. Der THOMA-Prüfapp. reagiert jedoch scharf auf Schwankungen des Fl.-Grades u. somit auf die durch Temp.-Steigerungen an den Quetschstellen verursachten Ölverflüssigungen. Es ergibt sich, daß H-reiche Öle bzgl. der spez. Wärme etwas ungünstig, die H-armen Öle hingegen zu günstig gemessen werden. Auch ist die durch den Druck bedingte Erhöhung der Zählfl. aller Öle bei H-reichen Mineralölen geringer als bei H-ärmeren. — Vf. erbringt an Hand von 38 Mineralölraffinaten den experimentellen Nachw., daß zwischen Mineralölraffinaten zahlenmäßig festgestellte Schmierfähigkeitsunterschiede bestehen, u. daß ein verhältnisähnliches Ansteigen des Reibungsdurchschnitts (in g) mit dem Anwachsen der D., der Viscositätspolhöhe bzw. -steilheit u. dem %-Verhältnis der „Ringanalyse“ C-Ringe: C-Ketten vorliegt. Aus dem umfangreichen, an Hand von Zahlentafeln mitgeteilten Unters.-Befunden ist zu ersehen, daß die beste Schmierfähigkeit ein spezif. leichtes (D. 0,879) 100%<sub>g</sub> pennsylvan. Öl besitzt, welches nur mit sehr wenig H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> raffiniert u. über Knochenkohle filtriert worden war. An anderen Ölen wird die bekannte Tatsache bestätigt gefunden, daß eine übermäßige Lösemittelraffination (Nitrobenzol, Chlorex, fl. SO<sub>2</sub>) die Schmierfähigkeit des Raffinats ungünstig beeinflusst. Untersucht wurden: Nach dem DUO-SOL-Proz. raffinierte Öle, paraffinbas. Öle, Mid-Continent-Öle, Schmierölgeregerate u. unter anderem ein pennsylvan. Brightstock. Ein Öl mit Zusatz an polymerisiertem Styrol (Exanol, Paraton) besitzt einen relativ hohen Reibungsquerschnitt. Die in einer Zahlentafel mitgeteilten verschied. Syntheseöle können auf Grund ihrer abweichenden D.-Kennzahl u. anderer Eigg. wegen nicht mit den Schmierölraffinaten der Erdölverarbeitung verglichen werden. Weiterhin werden die Ergebnisse der in der THOMA-App. durchgeführten Unters. von Teerfettölen, ungefetteten Steinkohlenschmierölen sowie raffiniertem Harzöl mitgeteilt. Bemerkenswert ist der Befund, daß sich in der THOMA-App. Mineralölraffinate mit höherem Geh. an natürlich gebundenem S schmierfähiger als n. Schmierölraffinate mit der gleichen D. erweisen. Die durch die granzflächenakt. Carb-



oxylgruppen der Fettsäuren bedingte überlegene Schmierfähigkeit der Fettöle gegenüber den Mineralölen wird durch die App. bestätigt. Außerdem wurden auf ihre Schmierfähigkeit hin untersucht: Verbundöle, Schneidöle, Verschnittöle (Verschnitt mit 5 u. 10% Fettöl bzw. 1—2% Fettsäure, Koll.-Graphitkonzentrate), Hochdruckschmiermittel u. ein Hypoidgetriebeöl. — Für Mineralölraffinate scheint einem D.-Intervall von 0,010 überschlägig eine Reibungsdifferenz von 3 g zu entsprechen. Aus dem Verhältnis der D.-Abnahme zur Reibungsverminderung können bei Mineralöl ungefähr Maßstäbe hergestellt werden, die den Einfl. des Zusatzes grenzflächenwirksamer Zusätze erkennen lassen. Eine beträchtliche Schmierfähigkeitssteigerung bewirken u. a. Chlornaphthalindicköl (ALKALIWERKE WESTEREGELN) u. Koll.-Graphit. Die Wrkg. des künstlich gelösten S in Ölen scheint, nach den mit der THOMA-App. erzielten Ergebnissen zu schließen, unbedeutend zu sein. In anderen Prüfmaschinen (TIMKEN, ALMEN, WIELAND) ist der Effekt bei künstlich geschwefelten Ölen hingegen deutlich wahrzunehmen. Vf. untersucht Reibungsercheinungen bei Ggw. von W. mit Zusätzen lösl. oder emulgierbarer Öle oder wasserdispersierbarem Koll.-Graphit u. stellt, bedingt durch die unterschiedliche Zähfl. W.-Öl, bei niedriger Belastung geringere Reibungswerte als bei Ölvers. fest. Ein Zusatz von Türkischrotöl zu W. wirkt sich ungünstiger als W. allein aus, da der p<sub>H</sub>-Wert des Rotöls in 4%ig. Lsg. 6,8 beträgt. Blanklösl. Bohröle sind daher auf p<sub>H</sub> über 7 einzustellen. Abschließend stellt Vf. fest, daß in einem Schmiergebiet, das noch nicht der Grenzschmierung zuzurechnen ist, der Einfl. der stofflichen Zus. der metall. Werkstoffe für die Schmierung ebenso bedeutsam ist wie der Einfl. verschied. Öle u. Ölzusätze. (Petroleum 35. 171—78. 271—77. 1939. München.) WAHRENHOLZ.

**K. A. Hoepfner**, *Stand und Aufgaben der Forschung im Teerstraßenbau unter Zusammenwirken von Wissenschaft, Behörden, Industrie und Unternehmertum*. Vortrag. (Asphalt u. Teer, Straßenbautechn. 39. 430—32. 458—60. 486—88. Aug. 1939.) CONS.

**Geo E. Martin**, *Verbesserungen in der Verwendung von Teer für Straßenbauzwecke*. (Engg. Contract Rec. 52. Nr. 22. 7—10. 31/5. 1939.) CONSOLATI.

**Carp**, *Ausbesserung von Böschungbefestigungen mit kalteinbaufähigem Asphaltspplitt*. Die Anwendung von kalt einbaufähigem Asphaltspplitt an Stelle von Betonplatten — die von korrodierenden Fabrikabwässern angegriffen wurden — als Auskleidung eines regulierten Bachbettes hat sich gut bewährt. (Bitumen 9. 92—94. Juni 1939. Essen.) CONSOLATI.

**C. E. Gill**, *Colorimetrisches Verfahren zur Messung der Geruchskonzentration von Gasen*. Mercaptane geben mit Kupferseifen einen Farbumschlag von Blau nach Blaugelb, der bei hellem Licht in Braun übergeht. Eine bestimmte Menge des zu untersuchenden Gases wird durch ein mit Kupferoleat präpariertes Papierfilter geführt. Aus der Braunfärbung am Licht ergibt sich der Geh. an Mercaptanen, der maßgebend für die Geruchskonz. des Gases ist, da zur Odorisierung von Naturgas meist Mercaptane, z. B. Pentalarm, das im wesentlichen aus Amylmercaptan besteht, zugesetzt wird. (Gas [Los Angeles] 15. Nr. 6. 24—29. Juni 1939.) WITT.

**Olin K. Smith und George T. Williams**, *Bestimmung von Mercaptanen als Riechstoffe für Erdgas*. Zur Kenntlichmachung von Erdgasen werden diesen ganz geringe Mengen Amylmercaptan zugesetzt. Um diese Stoffe im Erdgas nachzuweisen oder zu bestimmen (colorimetr.), setzt man das Amylmercaptan mit Cu-Oleat um. Man muß aber das Oleat auf einem geeigneten Träger aufbringen. Untersucht wurden als Träger Tonerde, Baumwolle, Papierpülpe u. Sägemehl. Dieses ist am besten. Man fixiert 12 mg Oleat auf 1 g Sägemehl. Diese Menge gibt eine deutliche Farbrk., wenn man 0,5 Kubikfuß Luft darüber leitet, der man Amylmercaptan im Verhältnis 1,5 lbs auf 1 Million Kubikfuß zusetzt. Eine techn. Ausführungsform für die Durchführung der Best. wird beschrieben. (Gas Age 84. Nr. 3. 14—16. 30. 3/8. 1939. Davenport, Io., United Light and Power Service Company.) J. SCHEMIDT.

**Giovanni Oscuro**, Mailand, *Brennstoffbriketts*, bestehend aus pflanzlichem Abfallmaterial, dem etwa 1% Na-Polysilicate, z. B. Na<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>O<sub>7</sub>, zugesetzt wurden. Gegebenenfalls werden noch fossile Kohle u. Holzkohle zugefügt. (It. P. 361 627 vom 16/3. 1938.) M. F. MÜLLER.

**Roy G. MacPherson**, Framingham, Mass., V. St. A., *Briketherstellung*. 10 bis 30 (Teile) einer verkockbaren Kohle werden mit 70—90 einer nichtverkockbaren Kohle u. so wenig eines Schmiermittels vermengt, daß die Mischung ein im wesentlichen trockenes Pulver bleibt. Sodann wird die M. kalt gepreßt u. bei Abwesenheit von Sauerstoff langsam durch einen Ofen geleitet. Die entstandenen Briketts verbrennen rauchlos. (Can. P. 382 681 vom 10/11. 1938, ausg. 18/7. 1939.) HEINZER.

**General Fuel Briquette Corp.**, Jersey City, übert. von: **Ellsworth B. A. Zwoyer**, Perth Amboy, und **Albert L. Stillman**, Plainfield, N. J., V. St. A., *Brennstoff*. Zer-



kleinste bituminöse Kohle wird in der Hitze mit vorzugsweise  $4\frac{1}{2}\%$  eines *KW-stoff-öles* behandelt, um die in der Kohle enthaltenen lösl. Stoffe als Bindemittel wirksam zu machen u. dann gepreßt. Als Ausgangsmaterial sind auch *Petroleumkoks* u. *asphalt-haltige Spaltrückstände* zu verwenden. Die Behandlung erfolgt bei etwa 190° F. (A. P. (2 162 989 vom 9/8. 1934, ausg. 20/6. 1939.) HEINZE.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Franz Sabel**, Leuna), *Herstellung wasserstoffreicher und kohlenoxydärmer Gase aus Braunkohle* in Gas-erzeugern mit Schwelaufsatz, dad. gek., daß die im Schwelaufsatz erzeugte heiße Grude vor dem Absinken in den Vergaserteil auf Temp. abgekühlt wird, die für die Bldg. eines CO-armen Gases geeignet sind. (D. R. P. 678 560 Kl. 26 a vom 26/11. 1937, ausg. 18/7. 1939.) HAUSWALD.

**N. V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij**, Holland, *Reinigen von Gasen*. Um H<sub>2</sub>S u. andere ähnliche Verunreinigungen zu entfernen, wird das Gas mit einer wss. alk. Lsg. gewaschen, vorzugsweise unter Druck mit K<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Die ausgebrauchte Lsg. wird zunächst in einer Rohrschlange direkt oder indirekt erhitzt u. dann dem Abtreiber zugeleitet; bei der Druckwäsche wird die Lsg. unmittelbar vor dem Eintritt in den Abtreiber entspannt. Die beim Austreiben der flüchtigen Säuren mit übergehenden W.-Dämpfe werden kondensiert u. der regenerierten Lsg. zugeführt. Als Waschfl. kommen in Betracht wasserlösl. aliph. Oxyamine oder eine Lsg. von Diaminoisopropanol. (F. P. 839 958 vom 29/6. 1938, ausg. 17/4. 1939.) HAUSWALD.

**Concordia Bergbau-Akt.-Ges.** (Erfinder: **Louis Nettenbusch**), Oberhausen, *Wiederbeleben von Benzolwaschölen* durch Erhitzen der beim Destillieren des Bzl.-Waschöls übergehenden Dämpfe u. Gase auf Temp. zwischen 400 u. 500°. (D. R. P. 677 019 Kl. 26 d vom 13/2. 1934, ausg. 3/7. 1939.) HAUSWALD.

**Hans Barkholt**, Berlin, *Schwefelgewinnung aus schwefelwasserstoff- und kohlenwasserstoffhaltigen Gasen*, wie sie z. B. bei der Raffination von Mineralölen anfallen. Nach Anreicherung der Gase durch Ab- oder Adsorption an H<sub>2</sub>S werden sie mit einer zur Bldg. von freiem S u. zur Verbrennung von KW-stoffen ausreichenden Menge an O<sub>2</sub> über einen Oxydationskatalysator bei Temp. zwischen 400—500° geleitet. (A. P. 2 169 379 vom 31/12. 1935, ausg. 15/8. 1939.) HAUSWALD.

**N. V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij**, Holland, *Erhöhung der Förderung von Erdölbohrlöchern*. Um die Förderung von Erdölbohrlöchern zu erhöhen, spült man sie von Zeit zu Zeit mit heterocycl. Aminen, wie Pyridin oder derartigen Basen gemischen vom Kp. 160—230°, Chinolin, Picolin, Kollidin, Pyridincarbonsäuren, Pyridinsulfonsäuren, Oxy-pyridinen, Aminopyridinen, Chinolincarbonsäuren, Oxy-chinolin. Bes. geeignet sind Gemische dieser Stoffe mit Ketonen, wie Aceton, Methyl-äthylketon, Diäthylketon, Alkoholen, wie Methanol, A., Isopropylalkohol, Butyl-alkohol, Äthern, wie Dioxan, Tetramethylenoxyd, ferner mit Furan, Äthylenglykol-äthyläther, Diäthylenglykolmonoäthyläther, Butyllactat, Glykoldiacetat, Bzl., Benzin. Auch wss. Lsgg. der Basen können verwendet werden. Die Lsgg. erhöhen nach Ent-fernung der die Poren des Gesteins verstopfenden festen Anteile die Benetzbarkeit der Gesteine durch das Öl, so daß dieses dem Bohrloch schneller als bisher zufließt. (F. P. 844 998 vom 21/10. 1938, ausg. 7/8. 1939.) J. SCHMIDT.

**Petrolite Corp., Ltd.**, übert. von: **Melvin de Groot**, University City, Mo., V. St. A., *Zerstören von Erdöl-Wasseremulsionen*. Als Demulgierungsmittel für die Zer-störung von Erdöl-W.-Emulsionen werden Prodd. verwendet, die man durch Verestern von Aminen I mit sauren Estern erhält. Amine I haben die Formel (OH—RCOO—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>m</sub>N(H)<sub>m'</sub>, in der (OH—RCOO—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) einen Säurerest der Ricinolsäure oder anderer Oxyfettsäuren, m u. m' die Zahlen 1, 2 oder 3 bzw. 0, 1 oder 2 u. m + m' = 3 bedeuten. Die sauren Ester sind solche mehrbas. Säuren, bes. Phthalsäure, mit Oxy-fettsäureestern, bes. Triricinolein. Man stellt derartige Verbb. her, indem man z. B. Tri-äthanolamin mit Ricinusöl verestert u. dieses Amin mit saurem Diphthalsäuretri-ricinoleinester durch Erhitzen bei etwa 120—160° umsetzt. Nach A. P. 2 166 432 verwendet man Prodd., in denen das Amin I durch ein Amin II von der Formel (RCOO—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>—N—(OHC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) oder (RCOO—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)—N—(OHC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub> ersetzt ist. Nach A. P. 2 166 433 werden Prodd. verwendet, in denen Amin I durch ein Amin III von der Formel (OH—RCOO—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>m</sub>—N—H<sub>m</sub>(T)<sup>m''</sup>, in der m 1, 2 oder 3, m' u. m'' 0, 1 oder 2 u. T eine Alkylgruppe bedeuten. Nach A. P. 2 166 434 werden Prodd. verwendet, in denen das Amin I ersetzt ist durch ein Amin IV von der Formel (RCOO—C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>)<sub>m</sub>—N(T)<sup>m'</sup>(OHC<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>)<sub>m''</sub>, in der m, m', m'' u. T das gleiche bedeuten wie in den oben genannten Patenten, u. n ganze Zahlen bis 10. Bei der Herst. der Amine kann Triäthanolamin durch Di- oder Monoäthanolamin oder analoge Alkoxy-amine oder Polyalkoxyamine u. Ricinusöl, z. B. durch Methyl-naphthenat oder Methyl-äbietetat, ersetzt werden. Diphthalsäuretriricinoleinester kann z. B. durch Diphthalsäure,



monocoleinester, Dimalonsäuremonostearinester, Dioxylsäuremonoabietinester, Dicitronensäuremononaphtheninester ersetzt werden. (A. PP. 2 166 431, 2 166 432, 2 166 433 u. 2 166 434, alle vom 31/5. 1938, ausg. 18/7. 1939.) J. SCHMIDT.

**Universal Oil Products Co.**, übert. von: **Joseph A. Chenicek**, Chicago, Ill., V. St. A., *Extraktion von leichten Kohlenwasserstoffölen*. Diese, wie Bzn., werden mit *Zimtaldehyd* extrahiert, wobei sich die klopffesten Anteile im Lösungsm. lösen. (A. P. 2 163 269 vom 28/6. 1937, ausg. 20/6. 1939.) J. SCHMIDT.

**Edeleanu Gesellschaft m. b. H.**, Deutschland, *Extrahieren von Kohlenwasserstoffölen*. Man extrahiert Mineralöle, wie Rohöle, Rückstandsöle, Schmierölfractionen, mit einem selektiven Lösungsm. u. einem an sich nicht selektiv wirkenden Lösungsm. wie Bzl. oder Dihydronaphthalin, unter Abkühlung auf so tiefe Temp., daß nicht nur das vorhandene Paraffin, sondern auch die sich als Raffinatphase abscheidenden wertvollen Schmierölteile fest werden. Hierbei soll die Zerlegung in Raffinat- u. Extraktphase aber erst während der Kühlung erfolgen. Als selektives Lösungsm. wird vor allem techn. Pyridin mit etwa 2—2,5% W. verwendet. Man kann auch zunächst mit techn. Pyridin wie oben extrahieren u. dann die abfiltrierte Raffinatschicht erneut mit Pyridin, das nun aber wasserfrei sein muß, behandeln. Man erzielt dann eine gute Entparaffinierung des Raffinates, da in wasserfreiem Pyridin nur die paraffin. Schmieröle, nicht aber festes Paraffin lösl. sind. Das anfallende Tieftemp.-Filtrat (Extraktphase) kann durch Zugabe von weiterem W. von weiterem Öl, das ein Schmieröl minderer Qualität darstellt, befreit werden. Die Lsg. enthält dann nur noch die Asphalte. (F. P. 842 450 vom 22/8. 1938, ausg. 12/6. 1939. D. Priorr. 28. u. 31/8. 1937.) J. SCHMIDT.

**N. V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij**, Holland, *Wiedergewinnen von Lösungsmitteln bei der Extraktion von Mineralölen*. Man extrahiert Mineralöle mit selektiven Lösungsmitteln für die naphthen. Anteile, bes. mit solchen, die über 150° sd., wie Kresylsäure, Xylenole, Carvacrol, p-Chlorphenol, o-Toluidin, Xylidine, Benzaldehyd, o-Tolualdehyd, Isopropylbenzaldehyd, Furfural, Chinolin, Isochinolin, Pyrrol, Dimethylsulfat. Aus den anfallenden Raffinat- u. Extraktlsgg. entfernt man die Lösungsmittel durch Extraktion mit Lösungsmitteln, die mit den selektiven Lösungsmitteln völlig, aber mit den Ölen wenig mischbar sind, wie niedere aliphat. Alkohole, Ketone, Säuren oder deren wss. Lsgg.; bes. geeignet ist etwa 45%ig. Alkohol. (F. P. 843 475 vom 14/9. 1938, ausg. 4/7. 1939.) J. SCHMIDT.

**Deutsche Petroleum Akt.-Ges.**, Berlin-Schöneberg (Erfinder: **Georg Bandte**, Hamburg-Wilhelmsburg, *Entparaffinieren von Mineralölen*. Man verwendet als Lösungsm. für die Entparaffinierung ein Gemisch aus etwa 90 (Teilen) Äthylenchlorid u. 10 Trichloräthylen u. nach D. R. P. 678 558 ein Gemisch aus 90 Äthylenchlorid u. 10 Methylenchlorid. Man erhält ein gut filtrierbares Paraffin mit hohem Stockpunkt u. ein Raffinat mit tiefem Stockpunkt. Der Paraffingatsch läßt sich gut trocken saugen, so daß hohe Filtriergeschwindigkeiten erzielbar sind. (D. R. PP. 678 557 u. 678 558 Kl. 23b Gr. 2/01, beide vom 15/11. 1936, ausg. 17. bzw. 20/7. 1939.) J. SCHMIDT.

**Standard Oil Co. (Indiana)**, Chicago, Ill., übert. von **Frederick W. Sullivan jr.**, Hammond, Ind., V. St. A., *Spaltverfahren*. Rückstandsöle werden in einer 1. Erhitzerschlange kurz bei etwa 450—500° unter Druck gespalten, unter Entspannung in einem Verdampfer von Bzn. u. Gasöl befreit, dann nach Abkühlung mit Propan von den zur Verkokung neigenden Anteilen befreit u. schließlich der erwähnten Erhitzerschlange wieder zugeleitet. Das Gasöl wird in einer 2. Erhitzerschlange bei etwa 490—565° in der Dampfphase gespalten u. dem Verdampfer zugeleitet. (A. P. 2 166 933 vom 11/2. 1935, ausg. 25/7. 1939.) J. SCHMIDT.

**Universal Oil Products Co.**, übert. von: **Jacob B. Heid**, Chicago, Ill., V. St. A., *Spaltverfahren*. Das zu spaltende Mineralöl wird in einer 1. Erhitzerschlange bei etwa 495° u. 21 at vorgespalten u. unter Entspannung auf etwa 3,5 at in einen Verdampfer für Spaltprodd. eingeführt. Aus diesem werden die Dämpfe einer Fraktionierkolonne zugeleitet u. hier in Bzn. u. Rücklauföl zerlegt. Dieses spaltet man in einer 2. Erhitzerschlange bei etwa 510° u. 17 at, leitet die Prodd. durch eine Spaltkammer von oben nach unten, führt sie oben in eine Verkokungskammer ein u. entspannt dann die Dämpfe in den Verdampfer. Die fl. Anteile aus dem Verdampfer spaltet man in einer 3. Erhitzerschlange bei etwa 525° u. 4,2 at u. leitet sie der Verkokungskammer zu. (A. P. 2 167 507 vom 12/10. 1935, ausg. 25/7. 1939.) J. SCHMIDT.

**Universal Oil Products Co.**, übert. von: **Jean Delattre Seguy**, Chicago, Ill., V. St. A., *Spaltverfahren*. Das zu spaltende Mineralöl wird nach indirekter Vorwärmung in einer 1. Erhitzerschlange bei etwa 480° u. 14 at in der Dampfphase gespalten u. in den Dampfraum einer Verdampferkammer entspannt. Aus den Dämpfen gewinnt man in der auf der Verdampferkammer aufgesetzten Fraktionierkolonne Bzn., Mittelöl u. Schweröl. Das Mittelöl wird in einer 2. Erhitzerschlange bei etwa 525° u. 10 at u. das



Schweröl in einer 3. Erhitzerschlange bei etwa 565° u. 10 at gespalten u. beide werden der Verdampferkammer zugeleitet. (A. P. 2 167 531 vom 28/7. 1930, ausg. 25/7. 1939.)

J. SCHMIDT.

**Houdry Process Corp.**, Wilmington, Del., übert. von: **Richard S. Vose**, Ridley Park, Pa., V. St. A., *Regenerieren von Spaltkatalysatoren*. Man führt die Regenerierung von Spaltkatalysatoren durch Oxydation mit Luft bei etwa 4—7 at aus. Hierdurch wird die Regenerierzeit wesentlich verkürzt. Um eine Schädigung des Kontaktes durch übermäßige Temp.-Steigerung zu vermeiden, müssen Druck u. Durchsatz der Oxydationsluft aufeinander abgestimmt werden. (A. P. 2 167 698 vom 17/1. 1936, ausg. 1/8. 1939.)

J. SCHMIDT.

**Phillips Petroleum Co.**, übert. von: **Walter A. Schulze**, Bartlesville, Okla., V. St. A., *Raffination von Benzin*. Diese werden nach der Entschwefelung mit Cu-Salzen, bes. CuCl<sub>2</sub>, durch ein Filter aus Bleicherde geleitet, die mit CuSO<sub>4</sub> u. überschüssigem NaCl imprägniert wurde. Hierdurch werden im Bzn. gelöst gebliebene Cupromercaptide unter Bldg. von Disulfiden u. lösl. Cu-Salzen entfernt. Die vollständige Entfernung der Cu-Salze kann mittels Benzoylperoxyd kontrolliert werden. Durch Zufügung von 10 mg Benzoylperoxyd, gelöst in 1 cem Bzl., zu 100 cem Bzn. lassen sich noch 0,00001% Cu im Bzn. nachweisen. (A. P. 2 163 312 vom 11/5. 1937, ausg. 20/6. 1939.)

J. SCHMIDT.

**Gewerkschaft Mathias Stinnes**, Essen, *Entschwefeln von Motortreibstoffen*. Man leitet die Dämpfe des aus Bzl., Bzn. oder Mischungen dieser bestehenden Treibstoffes bei Temp. oberhalb 100°, vorzugsweise 150—250°, über *Alkalien* oder *Erdalkalien*, z. B. Ca(OH)<sub>2</sub>. Vor oder nach dieser Behandlung kann man eine Wäsche mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> vornehmen. (F. P. 842 078 vom 13/8. 1938, ausg. 5/6. 1939. D. Prior. 8/9. 1937.)

BEIERSDORF.

**Steinkohlen-Bergwerk „Rheinpreußen“**, Homberg (Erfinder: **Walter Grimme**, Moers), *Gewinnung von Gasolgasen aus Gasgemischen* durch Adsorption u. anschließende Verdichtung der adsorbierten Gase. Die nach Abscheidung der verflüssigten Gasole übrigbleibenden gasolhaltigen Abgase werden unter erhöhtem oder n. Druck gespeichert u. für sich allein durch das bei der Behandlung mit dem ursprünglichen Gasgemisch schon beladene Adsorptionsmittel vor Beginn der Ausdampfung bei n. oder erhöhtem Druck hindurchgeleitet. Dieses Hindurchleiten erfolgt entgegen der üblichen Strömungsrichtung bei der Beladung bzw. in gleicher Richtung wie der Dampf. (D. R. P. 677 865 Kl. 26 d vom 16/3. 1937, ausg. 4/7. 1939.)

HAUSWALD.

**Thomas Daniel Kelly**, Croydon, Surrey, *Motortreibstoff*. Um leicht entzündliche u. zur Explosion neigende Treibstoffe, wie fl. KW-stoffe, Alkohole, Aceton oder Lsgg. gasförmiger KW-stoffe, wie Acetylen in Aceton, Butan, Bzl., ungefährlich lagern u. transportieren zu können, mischt man sie, gegebenenfalls nach Emulgierung oder Lsg. in angesäuertem u. CO<sub>2</sub> enthaltendem W., mit „oxydiertem Wasser“, das man durch Einw. eines elektr. Stromes auf mit einem Elektrolyten, wie NaCl, versetztes W. unter gleichzeitigem Durchleiten von Luft erhält. Von dem „oxydierten Wasser“ kann man dem Treibstoff 15—500% zumischen. (E. P. 505 596 vom 15/11. 1937, ausg. 8/6. 1939.)

BEIERSDORF.

**P. Auerbach**, Antwerpen, *Flüssige Motortreibstoffe*. Man kann die brenntechn. Eigg. von Treibstoffen verbessern, wenn man ihnen außer einer metallorgan. Verb. stickstoffhaltige organ. Verb., wie *Anilin* oder *Nitrophenol* zusetzt. (Belg. P. 430 012 vom 3/9. 1938, Auszug veröff. 22/3. 1939.)

BEIERSDORF.

**Socony-Vacuum Oil Co.**, New York, übert. von: **George S. Crandall**, Woodbury, **Robert C. Moran**, Wenonah, und **Henry G. Berger**, Woodbury, N. J., V. St. A., *Dieseltreibstoff*. Um die Cetenzahl von Dieselölen zu erhöhen, d. h. ihre Zündwilligkeit zu verbessern, setzt man ihnen 0,4—5% *Diäthyldisulfid*, *Disoamylidisulfid*, *Dibenzyl-disulfid*, *Diphenylidisulfid*, *Di-β-naphtholdisulfid* oder ähnliche Verb. zu. Man kann auch entsprechende Mercaptane in dem Öl lösen u. dieses dann einer Behandlung mit *Natriumplumbit* in Ggw. von S unterwerfen, wobei sich Disulfide bilden. Endlich kann man dem Öl auch eine alkal. Fl. zusetzen, die zum Waschen von Bzn. in Ggw. von S verwendet worden ist. (A. P. 2 167 345 vom 9/12. 1936, ausg. 25/7. 1939.)

BEIERSDORF.

**Standard Oil Development Co.**, Del., übert. von: **Louis A. Mikeska**, Westfield, und **Raphael Rosen**, Elizabeth, N. J., V. St. A., *Schmieröle* werden in der Schmierfähigkeit durch Zusatz (0,1—5%) eines Kondensationsprod. von Diolefinen mit Maleinsäureanhydrid oder ungesätt. Aldehyden wesentlich verbessert. Die Rk.-Prodd. können durch W. bzw. durch Oxydation mit Luft in die entsprechenden Säuren u. diese durch Veresterung in die entsprechenden Ester übergeführt werden. Die Ester sind weniger korrosiv als die Säuren. An Stelle der gewöhnlichen Aldehyde kann man auch Thio-



aldehyde u. an Stelle der Alkohole Thioalkohole anwenden. Die Alkalisalze der Säuren finden als Zusatz zu *Schmierfetten* bes. Verwendung. (A. P. 2 149 857 vom 18/7. 1936, ausg. 7/3. 1939.) KÖNIG.

**Shell Development Co.**, San Francisco, Cal., V. St. A., übert. von: **Franz R. Moser** und **Dirk R. Nijk**, Amsterdam, *Hochdruckschmiermittel*, bestehend aus einem Mineralschmieröl u. 1—10% einer organ. Verb., die mindestens 2 isocycl., aus 6 C-Atomen bestehende Ringe u. mindestens 2 OH-Gruppen enthält, die an den Ringen mittels 1 C-Atom gebunden sein können. Vgl. auch F. P. 826087; C. 1938. II. 3356. (Can. P. 380 059 vom 3/8. 1937, ausg. 14/3. 1939. Holl. Prior. 29/8. 1936.) KÖNIG.

**Standard Oil Development Co.**, Del., übert. von: **Raphael Rosen**, Cranford, N. J., V. St. A., *Oxydationsverhinderer für Mineralschmieröle* sind organ. Verb., die die Gruppe —XCN, X = O oder S, in geringer Menge enthalten. Bes. geeignet sind die Alkyl- oder Arylester, z. B. *Allylthiocyanat*, *Athylthiocyanat*, *Phenylisocyanat*, *Phenylthiocyanat*. Diese Stoffe können auch gelöst, z. B. in Bzl., angewandt werden. (A. P. 2 150 400 vom 4/10. 1934, ausg. 14/3. 1939.) KÖNIG.

## XX. Sprengstoffe. Zündwaren. Gasschutz.

**M. Tonegutti** und **E. Brandimarte**, *Über die Beständigkeit von Sprengstoffgemischen nach der Methode von Haid*. Nach der Meth. von HAID, BECKER u. DITMAR (vgl. C. 1935. II. 169) wurde der Einfl. verschied. Zusätze zu Sprengstoffen auf die Zers.-Geschwindigkeit bei 63° untersucht. *Cordite* mit einem Geh. von ungesätt. Verb. enthaltendem *Vaseline* verschied. Bromzahl (bis 80) ergaben über lange Zeiten (170 Stdn.) negative Druckwerte (bis — 86 mm Hg). Ebenso wie durch Zusatz von CaCO<sub>3</sub> Balistit etwas stabilisiert wird, wird dies im größeren Umfang durch Zusatz von 1—7% Zentralit (*Diäthylidiphenylharnstoff*) (I) bewirkt, wobei die größeren Zusätze über kurze Zeiten (zwischen 80 u. 120 Stdn.) negative Drucke ergeben u. aber 1% Zusatz über 160 Stdn. einen konstanten Druck von etwa 20 mm Hg ergibt. Die von TONEGUTTI bereits festgestellte stabilisierende Wrkg. von *Diphenylharnstoff* ergab in Menge von 7% zu einer Pulvertypen über 160 Stdn. einen annähernd gleichbleibenden Druck, ein weiterer Zusatz von 2% I einen geringen negativen Druckwert über etwa 150 Stdn. u. ein Zusatz von 0,25% *Acardit* einen besten gleichbleibenden Druck von etwa +10 mm Hg über 170 Stunden. Weitere graph. Darstellungen betreffen die Wärmebeständigkeit nach HAID, BECKER u. DITMAR für mit *Nitroglycerin*, *Nitrocellulose* oder *Nitroacetylcellulose* gelatierte Sprengstoffe unter Zusatz von 5% *Phthalid* bzw. auch Zusatz von zuzüglich 2% I, wobei im letzten Fall wieder ein negativer Druck über 150 Stdn. beobachtet wird. Dabei ergibt sich auch, daß die Nitrate der Cellulose gegenüber Acetylcellulose unbeständiger sind. Auch der Zusatz von (1%) *Kaliumnitrat* oder (1%) *Natriumoxalat* zu den untersuchten Gemischen bewirkt eine Verschiebung der Wärmebeständigkeit zu negativen Druckwerten. (Chim. e Ind. [Milano] 21. 419—23. Juli 1939.) MÖLLERING.

**Ulisse Gallo**, *Chemische Kampfmittel*. Sammelbericht, eingeteilt nach Grünkreuz-, Gelbkreuz- u. Blaukreuzkampfstoffen u. den Giftgasen HCN, Chlor- u. Bromcyan, CO u. AsH<sub>3</sub>. (Boll. chim. farmac. 78. 345—49. 15/7. 1939.) GRIMME.

**E. Schulek** und **P. Rózsa**, *Nachweis und Bestimmung arsenhaltiger Kampfstoffe in Trinkwässern*. Man schüttelt 100—2000 ccm W. mit 0,05 g akt. Kohle 5 Min. lang, filtriert durch ein Faltenfilter, zerstört das Filter mit Kohle mit 5 ccm Perhydrol + 5 ccm rauchender HNO<sub>3</sub>, später mit 5 ccm konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, wenn erforderlich unter weiterem tropfenweisem Zusatz von Perhydrol u. HNO<sub>3</sub>, red. nach Abkühlen mit 0,2 g Hydrazinsulfat u. titriert das dreiwertige As nach Zusatz von 30 ccm W. u. 0,5 g KBr mit 0,01-n. Kaliumbromatlg. unter Zusatz von 1—2 Tropfen einer 0,05% ig. alkoh. p-Äthoxychrysoidinlösung. Setzt man zu der austitrierten farblosen Lsg. 5 bis 6 Tropfen 0,5% ig. alkoh. Naphthoflavonlg., so tritt mit einem weiteren Tropfen Bromat eine rostbraune Färbung auf. Genauigkeit 0,1—1,0 mg Diphenylarschlorid in 0,1—2 l W. mit 99,5%; bei höherem Geh. erzielt man durch fraktionierte Adsorption, wiederholtes Schütteln mit je 0,05 g Kohle, bessere Werte. (Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 80. 553—55. 31/8. 1939. Budapest, Hygien. Inst.) MANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung von Schutzschichten, Schutzanstrichen, -imprägnierungen und -appreturen gegen flüssige und vernebelte Kampfstoffe*. Schutzschichten aus filmbildenden organ. Stoffen werden mit schuppen- oder blättchenförmigen Füllstoffen (I) versetzt. Als I eignen sich bes. gepulverte Mineralien, deren Krystalle eine bevorzugte Spaltebene aufweisen, z. B. *Glimmer*, ferner *Talkum*, sowie *Fischschuppen*. — Man löst 100 (Teile) Chlorkautschuk u. 5 p-Toluolsulfamid in



855 Toluol u. vermischt mit 40 Glimmerpulver. Auf Metall, Holz oder Pappe aufgetragen, trocknet die Mischung zu einem kampfgasfesten Anstrich. (D. R. P. [Zweigstelle Österreich] 156 479 Kl. 78b vom 3/11. 1937, ausg. 10/7. 1939. D. Prior. 4/11. 1936.)  
SCHWECHTEN.

**Johannes Thomas Haakman**, gen. **Hackmann**, Castricum, Holland, und **Johan Pieter Wibaut**, Amsterdam, *Schutzmittel gegen Gelbkreuzgas*. Als Ausgangsmaterial werden die Rk.-Prodd. von Alkali- oder Ammoniumsulfiden oder Polysulfiden mit halogenierten Alkoholen mit einem oder mehreren Halogenatomen u. einer oder mehreren OH-Gruppen benutzt. Diese werden bei 80° zuerst mit ein- oder mehrwertigen Phenolen u. dann mit mehrwertigen Alkoholen, Aldehyden oder Oxyssäuren behandelt, wodurch sich unter Abspaltung von W. ihr Polymerisationsgrad erhöht. Mit dem plast. Endprod. werden Gewebe imprägniert, eventuell unter Zugabe von Plastifizierungsmitteln wie Campher oder Phthalsäureester. Es kann auch in Form von Filmen gewonnen werden, die man auf den Geweben durch Aufpressen oder auf andere Weise befestigt. Die Stoffe werden dadurch undurchdringlich für Gelbkreuzgas, u. dasselbe kann daraus durch Auswaschen mit W. oder organ. Lösungsmittel wie Bzn. restlos wieder entfernt werden. (Holl. P. 46 199 vom 24/7. 1937, ausg. 15/7. 1939.)  
KALIX.

**Ernst Gillert**, *Die Kampfstoferkrankungen (Kampfstoffverletzungen). Erkennung, Verlauf und Behandlung der durch chemische Kampfstoffe verursachten Schäden.* 4. verm. u. verb. Aufl. Berlin u. Wien: Urban & Schwarzenberg. 1939. (X, 108 S.) 4°. M. 4.80.

## XXIV. Photographie.

**J. H. Webb**, *Die zur Bildung des photographischen latenten Bildes erforderliche Quantenzahl, berechnet aus der mathematischen Analyse der Gradationskurve.* Zur Best. der zur Bldg. des latenten photograph. Bildes nötigen Quantenzahl kann als Annäherungsmeth. die mathemat. Analyse der Gradationskurve dienen. Die in dieser Weise ausgeführten theoret. Unters. (Literaturzusammenstellung) sind sämtlich gegründet auf der Annahme, daß eine geringste Anzahl von Quanten zur Erzeugung eines gerade noch entwickelbaren latenten Bildes nötig ist, u. daß diese Zahl für alle Körner gleich ist. Solche Analysen haben alle zu dem Ergebnis geführt, daß eine geringe Zahl Quanten (1—4) an der Bldg. des latenten Bildes beteiligt sind. Vf. untersucht, wie weit diese Ergebnisse sich auf experimentelle Tatsachen stützen u. wie weit sie von den grundsätzlichen Annahmen bei der Analyse abhängig sind. Es wird gezeigt, daß das Ergebnis direkt abhängig ist von der Annahme, daß alle Körner die gleiche Empfindlichkeit aufweisen. (J. opt. Soc. America 29. 309—13. Aug. 1939. Rochester, Kodak-Forsch.-Labor., Mitt. 738.)  
K. MEYER.

**J. H. Webb**, *Graphische Analyse der photographischen Belichtung und eine neue theoretische Formulierung der Gradationskurve.* (Vgl. vorst. Ref.) Auf Grund der Annahme, daß die Empfindlichkeitsunterschiede zwischen den Körnern einer photograph. Emulsion abhängig sind sowohl von Empfindlichkeitsunterschieden zwischen Körnern der gleichen Größenklasse als auch von der Korngrößenverteilung, gibt Vf. eine graph. Analyse des photograph. Belichtungsproblems. Unter Verwendung des entwickelten graph. Modells wird eine theoret. Gleichung der Gradationskurve abgeleitet. Davon müssen die theoret. Kurven graph. ermittelt werden. Der Vgl. solcher theoret. abgeleiteter Kurven mit den von drei verschied. Emulsionen experimentell bestimmten ergab befriedigende Übereinstimmung. (J. opt. Soc. America 29. 314—26. Aug. 1939. Rochester, Kodak-Forsch.-Labor., Mitt. 739.)  
K. MEYER.

**L. Marton**, *Über die Empfindlichkeit photographischer Emulsionen gegenüber Elektronen von 50—100 keV.* Vf. untersucht mittels des früher von ihm beschriebenen Elektronenmikroskops (vgl. C. 1935. II. 3133) die relativen Empfindlichkeiten verschied. Emulsionen untereinander gegenüber Elektronen von 50—100 keV. Am empfindlichsten sind Röntgenfilme, zur Erzielung höherer Schwärzungen empfiehlt sich aber die Verwendung von Positivfilm. (Physic. Rev. [2] 56. 290. 1/8. 1939. Collingswood, N. J.)  
K. MEYER.

**James Reekie**, *Die Empfindlichkeit photographischer Filme gegenüber Röntgenstrahlen bei sehr tiefer Temperatur.* Vf. bestimmt die Empfindlichkeit photograph. Filme gegenüber Röntgenstrahlen bei der Temp. des fl. N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> u. Ho. Die Empfindlichkeit bei einer Temp.  $T$  wird definiert als das Verhältnis der Belichtungszeiten, die nötig sind, um die gleiche Schwärzung (0,25) bei Zimmertemp. u. bei der Temp.  $T$  bei gleicher Strahlungsintensität hervorzuführen. Es zeigte sich, daß die Empfindlichkeit gleichmäßig abfällt bis 100° absol., dann wird der Abfall geringer u. bei einer Temp. unter 20° absol. bleibt die Empfindlichkeit konstant. Sie ist beträchtlich größer als für das sichtbare



Licht (vgl. BERG u. MENDELSSOHN, C. 1939. I. 1307). Es muß also bei sehr tiefer Temp. durch die Absorption von Röntgenstrahlen eine beträchtliche Anzahl freier Elektronen gebildet werden. (Proc. phys. Soc. 51. 683—88. 1/7. 1939. Cambridge, Royal Soc. Mond Labor.) K. MEYER.

**A. P. H. Trivelli und F. Smith, Empirische Beziehung zwischen der Empfindlichkeit nach Hurter und Driffield und der durchschnittlichen Korngröße photographischer Emulsionen.** (Vgl. C. 1939. II. 1427.) Vf. stellen in der früher beschriebenen Arbeitsweise 4 Emulsionsserien her mit 0, 1,5, 4 u. 12% Geh. an AgJ. Von den erhaltenen Emulsionen wird bestimmt die durchschnittliche Korngröße u. die Empfindlichkeit nach HURTER u. DRIFFIELD nach 30 Min. Reifung bei 60°. In weiteren Vers.-Reihen wird die Dauer der Nachreifung, die Gelatinesorte u. die Entw.-Dauer variiert. In allen Emulsionsserien bestehen direkte proportionale Beziehungen zwischen der durchschnittlichen Korngröße u. der Empfindlichkeit. Diese Beziehungen gelten für einen weiten Bereich von Korngrößen. Abweichungen wurden in zwei Fällen gefunden: bei reinen AgBr-Emulsionen mit sehr großen Körnern u. bei grobkörnigen Bromjodsilberemulsionen mit Gelatinen von sehr niedrigem Empfindlichkeitsfaktor. (Photographic J. 79. 463—68. Juli 1939. Rochester, Kodak-Forsch.-Labor., Mitt. 708.) K. MEYER.

**Lüppo-Cramer, Zur Adsorptionstheorie der Entwicklung.** Vf. führt seine Unterss. über die Adsorptionstheorie der Entw. (vgl. C. 1939. II. 2494) weiter fort. Die Adsorptionstheorie ist bes. dann imstande, befriedigend eine Reihe von Entw.-Beschleunigungen zu erklären, wenn man sie mit der Auffassung kombiniert, daß mit der Adsorption von Fremdkörpern durch das AgBr zugleich eine Lockerung der Belichtungskeime (Keimisolierung) stattfindet. Weitergehende Adsorptionen haben aber nicht nur eine Beschleunigung der Entw. des latenten Bildes zur Folge, sondern führen in vielen Fällen durch Lockerung der Bindung zwischen dem Schutzkolloid u. dem AgBr zur „Kornisolierung“ u. damit zur Verschleierung. Diese kann bereits durch die Oxydationsprodd. des Hydrochinons auftreten (Luftschleier). Über die Natur der koll. Zwischenprodd. beim Beginn der Hydrochinonoxydation, die zur Entw.-Beschleunigung führen, ist noch nichts bekannt. Vf. zeigt an Densogrammen, wie rasch die Oxydation des Hydrochinons auch in neutraler Lsg. erfolgt. Bei 3 Min. langem Baden einer belichteten Platte in einer Hydrochinonlsg. in W. (1:1000), die 1 Stde. gestanden hatte, u. nachfolgender Entw. war eine starke Desensibilisierung festzustellen. Saure Farbstoffe verzögern im Gegensatz zu bas. die Entw., jedoch sind außerdem noch individuelle Eigder Farbstoffe dafür verantwortlich. An Hand zahlreicher früherer Arbeiten bringt Vf. Beispiele für diese verschiedenartige Wrkg. der Farbstoffe u. diskutiert die Erscheinungen auf Grund der obigen theoret. Vorstellungen. (Photogr. Korresp. 75. 97—103. Juli 1939. Jena, Univ., Inst. für angew. Optik.) K. MEYER.

**Lüppo-Cramer, Zur Reduktion des Bromsilbers durch Stannit.** Vf. zeigt, daß die Red. des AgBr durch Stannitlsgg. in ganz anderer Weise als durch n. Entwickler erfolgt. Es entsteht nicht das n. Negativsilber, sondern ein gelbbraun bis rot gefärbter koll. Komplex, der aus einer Adsorptionsverb. koll. Ag mit Zinnsäure besteht. (Photographische Ind. 37. 515—16. 26/4. 1939. Jena, Univ., Inst. für angew. Optik.) K. MEYER.

**H. Stöckler, Verstärkung von Kleinbildnegativen mit „Fesachrom“-Verstärker.** Bei zu schwachen u. dünnen Kleinbildnegativen können mit „Fesachrom“ (SAGER & DR. GOSSLER, Heidelberg) sehr beträchtliche Dichte- u. Kontrastverstärkungen erzielt werden, wobei zugleich der „Schwellenwert“ mehr als verdoppelt wird. Die ganze Behandlung erfordert 7—15 Minuten. (Nord. Tidskr. Fotogr. 23. 46—48. 1939. Wetzlar.) R. K. MÜLLER.

**Gustav Grote, Neues in der Farbenphotographie.** Überblick über neuere Patentliteratur auf dem Gebiet der Raster- u. subtraktiven Mehrschichtenverfahren. (Photogr. Korresp. 75. 103—07. Juli 1939. Berlin.) K. MEYER.

**A. Seyewetz, Farbstoffe in der Photographie und Kinematographie.** (Vgl. C. 1939. II. 579.) Überblick über die für farbenphotograph. Zwecke verwendbaren Farbstoffe. (Rev. gén. Matières colorantes, Blanchiment, Teinture, Impress. Apprêts 43. 281—84. Aug. 1938.) K. MEYER.

**H. Mills Cartwright, Farbige Bilder durch Lichtdruck.** Vgl. C. 1939. II. 1822. (Photographic J. 79. 436—38. 449. Juli 1939.) K. MEYER.

—, **Nickellegierungen in der photographischen Industrie.** Überblick über Nickellegierungen u. deren Widerstandsfähigkeit gegen photograph. Bäder. (Photo-Revue 51. 230—31. 1/8. 1939.) K. MEYER.

**Deutsche Versuchsanstalt für Luftfahrt e. V. (Erfinder: Ulrich Schmieschek), Berlin, Übersensibilisierung photographischer Emulsionen ohne Anwendung von Elektrolyten, dad. gek., daß die Emulsionen in Hg von n. oder erhöhter Temp. unter erhöhtem**



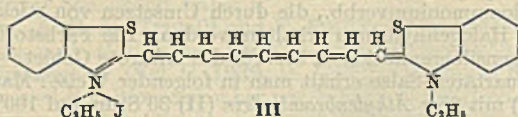
Druck eingetaucht werden. (D. R. P. 679 744 Kl. 57b vom 1/6. 1938, ausg. 15/8. 1939. Zus. zu D. R. P. 674 634; C. 1939. II. 580.) GROTE.

**Kodak-Pathé**, Frankreich, *Oxalkylcyanine*. Man verwendet zur Herst. von Cyaninfarbstoffen quartäre Salze von Cycloammoniumverb., die durch Umsetzen von stickstoffhaltigen heterocycl. Basen mit Halogenhydrinen erhalten werden. Die Farbstoffe dienen zum *Sensibilisieren* von Halogensilberemulsionen, bes. für das infrarote Gebiet. — Die als Ausgangsstoffe dienenden quartären Salze erhält man in folgender Weise: Man erhitzt 29,8 g *1-Methylbenzthiazol* (I) mit 25 g *Äthylbromhydrin* (II) 30 Stdn. auf 100°. Das Rohprod. wird mit Ä. gewaschen u. durch Lösen in warmem W. u. Zusatz von KJ in das Jodid übergeführt. Man erhält *1-Methylbenzthiazoloxäthyljodid* (VI) in Form farbloser Krystalle vom F. 177—179° (Zers.) aus Methylalkohol (VII). Entsprechend erhält man: *Chinaldinoxäthyljodid* (VIII), farblose Krystalle, F. 220—221° (Zers.), aus *Chinaldin* (III), II u. *KJ-Lsg.*; *Lepidinoxäthyljodid* (XIII), Krystalle, F. 187—188° (Zers.), aus *Lepidin* (V), II u. *KJ-Lsg.*; *1-Methylbenzthiazol-γ-oxypypropyljodid* (XI), farblose Krystalle, F. 131—132°, aus I, *Trimethylbromhydrin* u. *KJ-Lsg.*; *Chinaldin-γ-oxypypropylbromid*, hellbraune Krystalle, F. 168—170° (Zers.), aus III u. *Trimethylbromid* (IV); *Lepidin-γ-oxypypropylbromid* (XII), farblose Krystalle, F. 156—158° (Zers.), aus V u. IV. Aus diesen Zwischenverb. erhält man in üblicher Weise *symm.* oder *asymm.* Cyaninfarbstoffe. — 3,21 g VI, 4,1 g *2-Jodchinolinjodäthylat* (IX), 2,9 ccm *Triäthylamin* (X) u. 25 ccm absol. A. werden 20 Min. am Rückflußkühler zum Sieden erhitzt. Der ausgefallene Nd. wird mit W. gewaschen u. aus VII umkrystallisiert. Man erhält *1-Äthyl-2-oxäthylthia-2'-cyanin*jodid in Form roter Nadeln vom F. 277—279° (Zers.). Entsprechend erhält man: *1-Äthyl-1'-oxäthyl-2,2'-cyanin*jodid, granatrote Krystalle mit grünem Reflex, F. 260—268° (Zers.) aus VIII, IX u. X in A.; *1'-Äthyl-2-γ-oxypypropylthia-2'-cyanin*jodid, orangefarbenes Krystallpulver, F. 258—260°, aus XI, IX u. X in A.; *1-Äthyl-1'-γ-oxypypropyl-2,2'-cyanin*jodid, braunrotes Krystallpulver, F. 250—253° (Zers.), aus *Chinolin-γ-oxypypropylbromid* (XVI), IX, X in A.; *1-Äthyl-1'-γ-oxypypropyl-2,4'-cyanin*jodid, Krystalle mit grünem Reflex, F. 186—188° (Zers.), aus XII, IX, X in A.; *1-Äthyl-1'-oxäthyl-2,4'-cyanin*jodid, metall. glänzende Krystalle mit grünem Reflex, F. 243—245°, aus XIII, IX, X in A.; *2,2'-Dioxäthylthiacarbocyanin*jodid, stahlblaue Nadeln, F. 268—269° (Zers.), aus VI, *Orthoameisensäureäthylester* (XIV) u. *Pyridin* (XV); *1,1'-Dioxäthyl-2,2'-carbocyanin*jodid, kleine Nadeln mit leuchtend blauem Reflex, F. 270—272° (Zers.), aus VIII, XIV u. XV; *2,2'-Di-γ-oxypypropylthiocarbocyanin*jodid, dunkelbraunes Krystallpulver, F. 300—305° (Zers.), aus XI, XIV u. XV; *1,1'-Di-γ-oxypypropyl-2,2'-carbocyanin*bromid, grüne Krystalle, F. 258—263° (Zers.), aus XVI, XIV u. XV; *2,2'-Dioxäthyl-8-methylthiacarbocyanin*jodid, purpurrote Krystalle, F. 271—273° (Zers.), aus VI, *Orthoessigsäureäthylester* u. XV; *8-Äthyl-2,2'-dioxäthylthiacarbocyanin*jodid, sehr kleine purpurrote Krystalle, F. 263—264° (Zers.), aus VI, *Orthopropionsäuretrimethylester* u. XV; *1,1'-Dioxäthyl-4,4'-carbocyanin*jodid, leuchtend grüne Krystalle, F. 257—259° (Zers.), aus XIII, XIV in Essigsäureanhydrid in Ggw. von Na-Acetat [durch Aussieben kann man das als Nebenprod. entstandene *Oxäthylneocyanin*jodid in Form matter, kupferglänzender Krystalle vom F. 235—237° (Zers.) erhalten]; *2,2'-Dioxäthylthiacarbocyanin*bromid, grüne Krystalle, F. 269—272° (Zers.), aus *1-Methylbenzthiazoloxäthylbromid*, *β-Anilinacroleinanilhydrochlorid* u. X in A.; *2,2'-Di-γ-oxypypropylthiacarbocyanin*jodid, grüne Krystalle, F. 210—215° (Zers.), aus XI, *Glutaconaldehyddianilidhydrochlorid* (XVI) u. *Piperidin* (XVII) in A.; *2,2'-Dioxäthylthiacarbocyanin*jodid, verfilzte, bronzeschimmernde, grünliche Krystalle, F. 219 bis 221° (Zers.), aus I, XVI, XVII u. Äthylalkohol. Durch Rk. der oxalkylierten quartären Salze, z. B. mit dem Perchlorat des *4-Acetoxy-δ-3,5,7-heptadien-1,7-dialditetrahydrochinolid*, gelangt man zu *Tetracarbocyaninfarbstoffen*. Bei Verwendung des Perchlorats des *4-Acetoxy-δ-3,5,7-nonatrien-1,9-dialditetrahydrochinolids* erhält man *Pentacarbocyaninfarbstoffe*. (F. P. 836 155 vom 29/3. 1938, ausg. 12/1. 1939. A. Prior. 29/3. 1937.) STARGARD.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Noncarbocyaninfarbstoffe*. Man setzt die nach E. P. 485 623; C. 1938. II. 1488 erhältlichen Heptamethinfarbstoffe in Ggw. von Kondensationsmitteln mit Cycloammoniumsalzen um, die in α- oder γ-Stellung zum ringförmig gebundenen N-Atom eine reaktionsfähige Methylgruppe enthalten, oder deren Methylenbasen um u. kondensiert gegebenenfalls die erhaltenen Rk.-Prod., erneut mit den genannten Cycloammoniumsalzen oder deren Methylenbasen. Die Farbstoffe dienen zum *Sensibilisieren* von photograph. Emulsionen. — 50 mg *Heptamethindi-(tetrahydrochinolid)-hydrobromid* (I) u. 100 mg *2-Methylbenzthiazoljodäthylat* (II) werden in 3 ccm einer 3,3<sup>0</sup>/<sub>ig</sub> Lsg. von Na-Acetat in Methylalkohol gelöst u. die Lsg. nach Zusatz von 6 Tropfen *Pyridin* zum Sieden erhitzt. Die sd. Lsg. wird filtriert, das klar blaue Filtrat mit 3 Tropfen einer 10<sup>0</sup>/<sub>ig</sub> alkoh. Lsg. von *Diäthylamin* innerhalb



2 Min. versetzt u. das Gemisch bei 30° bis zur beginnenden Krystallisation gerührt. Die Krystalle werden abgesaugt, mit einem A.-Ä.-Gemisch u. dann mit Ä. gewaschen. Man erhält 5—10 mg gelbstichig grüne Krystalle mit einem *Absorptionsmaximum* (AM.)



bei 8800 Å u. einem *Sensibilisierungsmaximum* (SM.) bei 9200 Å, die die Zus. III haben. Bei Verwendung von 2-Methylbenzselenaazoljodäthylat an Stelle von II erhält man einen Farb-

stoff, dessen AM. bei 8900 Å u. dessen SM. bei 9400 Å liegt. Weitere Farbstoffe erhält man entsprechend aus: *Heptamethindi-(monomethylanilid)-hydrobromid*, 5,6-Dimethoxy-2-methylbenzthiazoljodäthylat (IV) unter Zusatz von wenig *Piperidin* u. erneutes Umsetzen der erhaltenen grünen Krystalle mit IV, SM. bei 9500 Å (der Farbstoff muß innerhalb weniger Stdn. nach der Herst. verwendet werden); I u. 2,5,6-Trimethylbenzthiazoljodäthylat, kleine rotbraune Krystalle, SM. bei 9250 Å. (E. P. 503 337 vom 4/10. 1937, ausg. 4/5. 1939. D. Prior. 29/10. 1936.) STARGARD.

**Eastman Kodak Co.**, Jersey City, N. Y., übert. von: **Leslie G. S. Brooker**, Rochester, N. Y., V. St. A., *Thiazolincarbocyaninfarbstoffe*. Man kondensiert 2 Mol eines quartären Salzes von 2-Methylbenzthiazol in Ggw. einer starken Base mit 1 Mol des Kondensationsprod. aus Glutaconaldehyd u. einem prim. oder sek. Amin. — Das aus 5,1 g 2-Methylthiazolin u. 10 g Äthyl-p-toluolsulfonat erhaltliche viscosc gelbliche Prod. wird in 25 g A. gelöst, die Lsg. nach Abkühlen in einer Kältemischung mit 7 g Glutaconaldehyddianilidhydrochlorid (I) u. 4,3 g *Piperidin* (II) versetzt u. das Gemisch über Nacht im Eisschrank stehen gelassen. Man rührt es mit 70 g kaltem Ä. durch, gießt den Ä. ab, rührt den Rückstand mit 40 g Aceton durch u. filtriert den abgetrennten Farbstoff, löst ihn in 25 g Methylalkohol u. fällt ihn mit einer Lsg. von 10 g KJ in 25 g heißem Wasser. Man erhält 3,3'-Diäthylthiazolintricarbocyaninjodid (III). Entsprechend erhält man 3,3'-Diäthylthiazoltricarbocyaninjodid (IV) aus 2-Methylthiazol-äthyl-p-toluolsulfonat, I u. II in Form grüner Nadeln u. 3,4,3',4'-Tetramethylthiazoltricarbocyaninbromid aus 2,4-Dimethylthiazolmethyl-p-toluolsulfonat, I u. II als grüne, glänzende Krystalle. (A. P. 2 161 332 vom 16/1. 1933, ausg. 6/6. 1939.) STARGARD.

**Veracol Film Syndicate Ltd.** und **Humphrey Desmond Murray**, London, England, *Photographische Farbentwicklung*. Eine lichtempfindliche Ag-Salzemulsion wird mit einer aromat. Aminoverb. unter Zusatz eines Farbbildners nebst. allg. Strukturformel, in der X = O oder S, R<sub>1</sub> u. R<sub>2</sub> = H, Alkyl, Aralkyl, Aryl oder Azol bedeuten, entwickelt. Eine solche Verb. ist z. B. ein N-Arylderiv. des *Furoylacetamids*. (E. P. 507 611 vom 18/12. 1937, ausg. 13/7. 1939.) GROTE.

**Bela Gaspar**, Brüssel, *Mehrschichtenmaterial für Farbenphotographie*. Mindestens eine der übereinanderliegenden, verschied. farbenempfindlichen Schichten ist mit einem Farbstoff angefärbt, der widerstandsfähig gegen die photograph. Behandlungsbäder, aber stellenweise in Ggw. von Bild-Ag ausbleichbar ist, u. der die Lichtstrahlen absorbiert, für die die Schicht empfindlich ist; mindestens eine der hinter dieser Schicht liegenden Schichten ist für dieselbe Farbe durchlässig u. empfindlich; zwischen diesen Schichten ist ein entfernbares Filter derselben Farbe angeordnet. (E. P. 507 485 vom 9/12. 1937, ausg. 13/7. 1939.) GROTE.

**Du Pont Film Mfg. Corp.**, New York, übert. von: **John R. Weber**, South River, und **Virgil B. Sease**, New Brunswick, N. J., V. St. A., *Behandlung von Mehrschichtenfilmen*. Ein photograph. Material, das in mindestens zwei übereinanderliegenden Schichten ein unlösl. Ag-Salz-Teilbild enthält, wird mit einer Lsg., die etwa 50—90% eines Fixiermittels, wie wasserlösl. Thiosulfat oder Thiocyanat, enthält, so lange behandelt, bis nur das äußere Teilbild entfernt ist. Zweckmäßig wird vor der Behandlung die äußere Schicht getrocknet. (A. P. 2 166 617 vom 7/4. 1937, ausg. 18/7. 1939.) GROTE.

**American Cyanamid Co.**, New York, N. Y., übert. von: **Garnet Philip Ham**, Old Greenwich, und **Robert Bowling Barnes**, Stamford, Conn., V. St. A., *Lichtempfindliche Lösung für Eisenblaupapiere*. Sie enthält ein lichtempfindliches Fe-Salz, ein Ferriyanid u. eine kleine Menge Persulfat. (A. P. 2 166 546 vom 8/4. 1939, ausg. 18/7. 1939.) GROTE.