

505 DEB02
Biblioteka Instytutu
Uniwersyteckiego
we Wrocławiu

Chemisches Zentralblatt

1944. II. Halbjahr

Nr. 11/12

13./20. September

A. Allgemeine und physikalische Chemie.

A₁. Aufbau der Materie.

W. Opechowski, *Über die mittlere Lebensdauer der Mesonen der Höhenstrahlung.* Der Widerspruch zwischen der direkten Best. der Lebensdauer τ des Mesons u. der aus dem Verhältnis τ/μ (μ Ruhemasse) verschwindet durch die Annahme, daß die durchdringende Komponente der Höhenstrahlung eine beträchtliche Menge von Mesonen sehr großer Lebensdauer ($\tau > 10^{-3}$ sec) neben solchen von $1,5 \cdot 10^{-6}$ sec enthält. Weitere Argumente für das Vorhandensein derart quasi-stabiler Teilchen in der harten Komponente werden angeführt. (Physica 10. 473—80. Juli 1943.)

KOLHÖRSTER

Jean Daudin, *Untersuchungen über Höhenstrahlungsschauer.* Fortsetzung der Arbeit über die Schauer der Höhenstrahlung (C. 1944. I. 515). Es werden behandelt die großen Luftschauer, bes. ihre D. u. die in ihnen auftretenden Photonen, sodann ihr Luftdruck- u. Temp.-Effekt, auch kurz ihr Tagesverlauf, ferner das Spektr. der Primärelektronen. Die Ergebnisse werden unter der Annahme prim. Teilchen auf die Gültigkeit der Kaskadentheorie für Elektronen u. Photonen geringerer Energie sowie für Mesonen und Neutronen in den großen Schauern erörtert. Die mit den durchdringenden Teilchen aufsteigenden Strahlen, die Elektronenkaskaden hoher Energie, die durchdringenden Schauer in Seehöhe, die durchdringenden Strahlung in Luft u. Blei, Koinzidenzen zwischen nahen Zählrohren unter Blei sowie gleichzeitige Stöße unter Blei sind der Inhalt des letzten Abschnittes. (Ann. Physique [11] 18. 216—57. Okt./Dez. 1943.)

KOLHÖRSTER

Joseph Janin, *Beitrag zur Untersuchung des Emissionsspektrums des Stickstoffs.* Das Spektr. des N_2 , das durch eine Gasentladung hervorgerufen wird, enthält unter Atmosphärendruck hauptsächlich das zweite positive Syst., die verbotenen Linien $C \rightarrow P$, die VEGARD-KAPLAN-Banden u. ein neues Syst. von nach rot abgeschattierten Banden. Bei einer Druckerniedrigung wächst das Intensitätsverhältnis der neuen Banden zu dem der anderen, u. die Köpfe sind viel schärfer zu messen. Die Köpfe sind neu ausgemessen u. die Wellenlängen tabellar. angegeben. Sie gehorchen einer Formel $\nu(\text{cm}^{-1}) = A - (1678,7 \nu'' - 13,35 \nu''^2 - 0,04 \nu''^3)$ mit $A = 35762,0 \text{ cm}^{-1}$ für die Folge $\nu' = 0$ u. $A = 36403,0 \text{ cm}^{-1}$ für die Folge $\nu' = 1$. Der untere Zustand der neuen Banden sollte mit $A^1\Pi$ u. identifiziert werden. Eine Feinstruktur wurde nur an zwei Banden festgestellt. Sie besitzen einen starken Kopf, dem ein zweiter viel schwächerer folgt. Auf diesen folgen sehr wenig auseinanderliegende Rotationslinien, deren Intensitäten keine merkliche Unterschiede aufweisen. Die Frequenzen dieser Linien verhalten sich gut in einen P-Zweig ein. Das obere Niveau wird als ein $1,3\Pi_g$ oder $1,3\Delta_g$ angenommen, wobei $1,3\Pi_g$ für wahrscheinlicher gehalten wird. Wird die Entladung in Stickstoff mit etwas Sauerstoff durchgeführt, so erscheint neben den γ -NO-Banden die verbotene Linie ${}^1D_0 \rightarrow {}^1S_0$ (5577 Å) des Sauerstoffs. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 217. 1943—46. 4.—26/10. 1943.)

LINKE

A. G. Gaydon, *Das Bandenspektrum des N_2 : Schwache Systeme im Sichtbaren.* Das Spektr. wurde in reinem N_2 durch stille Entladung eines Ozonisators bei einigen Atmosphärendruck aufgenommen. Die Art der Entladungsröhre wird beschrieben. Es wurden die GOLDSTEIN-KAPLAN-Banden u. eine neue Bandengruppe im Grünen untersucht. Weniger als 10% Sauerstoff genügen, um jede Spur dieser Banden zu vernichten, W. Opechowski hat ebenfalls einen störenden Effekt. Entladung durch strömendes N_2O zeigten die Banden nicht. H_2 hatte einen hindernden Einfl., aber nicht so stark. Die Aufnahmen sind wiedergegeben. Es werden die genauen Werte der KAPLAN-Banden wiedergegeben in Å: 4165,7; 4171,6; 4178,2; 4432,3; 4438,8; 4446,2; 4728,4; 4743,8; 4735,6; 4744,4; 5068,7; 5076,2; 5450. Die Werte sind aufs Vakuum bezogen. Die Wellenlängen der grünen Banden sind 5289,2; 5283,1; 5278,6; 5274,4; 5270,5; 5326,9; 5320,7; 5316,7; 5312,4; 5308,5; 5595,0; 5587,6; 5579,3; 5574,8; 5839,5; 5814,7. Die Rotationsstruktur der 5309 Bande ist teilweise aufgelöst worden, jedoch nicht genügend für eine genaue Analyse. Das Aussehen dieser Bande ist dem der vierten positiven Banden ähnlich, daß diese Bande ein Übergang zwischen ${}^3\Sigma$ u. ${}^3\Pi$ sein kann. Die Entdeckung dieser

neuen Banden könnte bedeuten, daß unterhalb des $B^3\Pi_g$ -Zustandes, der in $4S^+2D$ dissoziierter, noch ein $3\Pi_g$ Niveau existiert, das in $4S^+2P$ dissoziiert, was weniger Schwierigkeiten bereiten würde. (Proc. phys. Soc. 56. 85—95. 1/3. 1944. London S.W. 7 Imperial Coll., Chemical Engineering Dep.)

LINKE

A. G. Gaydon, Das Bandenspektrum von NO: Die γ - und ϵ -Systeme. Das γ -Syst. wurde in einer stillen Entladung eines Ozonisators angeregt. Hierbei erschien das ϵ -Syst. garnicht. Für dieses genügt eine gewöhnliche elektr. Entladung durch Luft. Die Banden beider Systeme haben vier Köpfe (P_1, Q_1, P_2, Q_2). Zuzüglich zu den γ - u. ϵ -Banden treten noch zwei andere Banden eines etwas anderen Aussehens auf, die als δ -Banden angesehen werden. Das γ -Syst. liegt zwischen 3000—1950 Å, das ϵ -Syst. zwischen 2200—1850 Å. Das obere Niveau der ϵ -Banden ist $D^2\Sigma$, das der γ -Banden $A^2\Sigma$. Für diese beiden Zustände sind die Mol.-Konstanten

	ν_e	ν_e	ω_e	$x_e^{\omega_e}$
$D^2\Sigma$	53 393	53 083	2327	23
$A^2\Sigma$	44 198	43 965	2374	16.

Aus der Diskussion geht hervor, daß die γ - u. ϵ -Banden verschied. Elektronenniveaus entspringen. Da die ϵ -Banden in Emission von einer Quelle unter geringem Druck hervorgerufen werden, können die Schwingungsniveaus, die bei der Emission der ϵ -Banden eine Rolle spielen, nicht prädissoziiert sein. Obwohl nicht festgestellt werden kann, ob die Niveaus des γ -Syst. mit $v' > 3$ prädissoziiert sind, wird im Anschluß an das Verhalten des $C^2\Sigma^+$ -Zustandes angenommen, daß keine Prädissoziation vorhanden ist. Es ist unsicher, ob der obere Zustand des ϵ -Syst. ein $2\Sigma^+$ oder $2\Sigma^-$ ist, aber es ist in jedem Fall schwierig, die Existenz eines stabilen Σ -Zustandes mit Niveaus bis 59 985 cm^{-1} mit einer Dissoziationsenergie von 5,29 eVolt zu vereinbaren. (Proc. phys. Soc. 56. 95—103. 1/3. 1944. London S.W. 7. Imperial Coll., Chemical Engineering Dep.)

LINKE

Einar Lindholm, Über das Spektrum von HCl im photographischen Ultrarot. Es werden die Banden $4-0$ u. $5-0$ bei 9152 Å u. 7463 Å mit der Dispersion 1,8 Å/mm photograph. aufgenommen. Die Absorptionsstrecke betrug 27 m bei 9152 Å u. 54 m bei 7463 Å. Der Druck betrug 760 mm. Beide Banden sind sehr schwach. Die $5-0$ -Bande konnte nur durch Photometriern gemessen werden. Die Werte sind tabellar. angeben. Nach der Auffindung u. Ausmessung zweier neuer Banden wurden die Mol.-Konstanten von $H^{35}Cl$ neu berechnet. (Ark. Mat., Astronom. Fysik, Ser. B 29. Nr. 15. 1—3. 8/7. 1943. Stockholm, Univ., Physikal. Inst.)

LINKE

Jacqueline Doucet, Untersuchung des ultravioletten Absorptionsspektrums des Kaliumjodides in schwerem und gewöhnlichem Wasser. Es werden Lsgg. von KJ in W. in Konz. von $2,4 \cdot 10^{-4}$ bis 5 Mol im Liter untersucht. Bei den verd. Lsgg. wurde die Temp. zwischen 20 u. 80° variiert. Der Wellenlängenbereich war 2040—3100 Å. Bei schwerem W. war der Spektralbereich 2040—2600 Å u. die Konz. bewegten sich zwischen $1,10^{-3}$ u. 5 Mol pro Liter. Für die Lsgg. in gewöhnlichem wie in schwerem W. gilt, daß sich die Absorptionsbande mit steigender Konz. zusammenzieht u. der mol. Extinktionskoeff. abnimmt. Das BEERsche Gesetz ist garnicht erfüllt, bes. nicht im Innern der Absorptionsbande. Bei einer gegebenen KJ-Konz. verschiebt sich die Absorptionsbande beim Übergang von gewöhnlichem zu schwerem W. nach kürzeren Wellenlängen u. wird etwas enger. Übrigens sind die Lsgg. in schwerem W. transparenter als die Lsgg. in gewöhnlichem Wasser. Mit steigender Temp. verschiebt sich die Absorptionsbande nach längeren Wellenlängen, u. bei gleicher Konz. steigt der Extinktionskoeff. mit steigender Temperatur. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 216. 198—200. 1.—22/2. 1943.)

LINKE

Albin Lagerqvist, Die grünen Banden des Magnesiumoxyds. Es wird das Spektr. eines zwischen Mg-Elektroden in Sauerstoff brennenden Bogens mit einer Dispersion von 1,23 bzw. 0,504 Å/mm in der ersten bzw. zweiten Ordnung eines Woodschen Gitters aufgenommen. Die Rotationsstruktur sowie die Schwingungsstruktur der zwischen 5200—4750 Å liegenden Banden wird ausführlich diskutiert, u. die Linien werden tabellar. angegeben. Ebenfalls werden die Mol.-Konstanten u. die Frequenzgleichungen berechnet. (Ark. Mat., Astronom. Fysik, Ser. A 29. Nr. 25. 1—13. 13/7. 1943. Stockholm, Univ., Physikal. Inst.)

LINKE

R. F. Barrow und E. E. Vago, Das Absorptionsspektrum von SnTe. Das Absorptionsspekt. des SnTe (I) wird in dem Gebiet von 6400—4200 Å zwischen 800—1400° C in Quarzrohren mit einer Dispersion von 7,4 Å/mm aufgenommen. Die Aufnahmen sind wiedergegeben. Die absoluten Intensitäten der verschied. Systeme scheinen mit abnehmender Elektronenenergie abzunehmen, so daß die langwelligsten Banden ($A \rightarrow X$) nur bei Drucken beobachtet werden konnten, bei denen die anderen Banden schon zu

Kontinua geworden waren. Im Syst. A→X zeigen sich im Gebiet zwischen 5300—6400 Å ungefähr 35 Banden. Die Systeme B→X u. C→X bestehen aus 40 Banden zwischen 4474—5300 Å bzw. 20 Banden zwischen 4300—4800 Å. Die überschneidenden Systeme wurden mit Hilfe des Isotopieeffektes entwirrt. Das Syst. B→X ist gut entwickelt, dagegen werden für das Syst. C→X die schwächeren Banden mit $\nu'' > 2$ nicht beobachtet, da sie zweifellos durch die starke Absorption des Syst. B→X verdeckt werden. Das Syst. D→X zwischen 3700—4200 Å wurde schon früher in Emission beobachtet (BARROW, C. 1941. I. 339), doch sind die Absorptionsbanden zahlreicher. Die Werte der einzelnen Bandenköpfe sind tabellar. angegeben u. in DESLANDRE-Schemata eingeordnet. Die Konstanten für die verschied. Elektronenzustände des I sind

Zustand	ν_e	ω_e	$\times_0 \omega_e$
E	27 500	—	—
D	25 444,3	179,1	0,40
C	21 418,6	218,1	0,98
B	20 394,9	230,3	1,53
A	16 344,0	178,6	0,44
X	0	259,5	0,50

(Proc. phys. Soc. 56. 78—85. 1/3. 1944. Oxford, Physical Chemistry Labor.)

LINKE

R. F. Barrow und E. E. Vago, *Das Bandenspektrum des SnSe in Emission*. Das Bandenspekt. von SnSe wird in einer unkondensierten Starkstromentladung in Sn- u. Se-Dampf angeregt. Es wird ein Syst. zwischen 3420 u. 4030 Å gefunden u. mit dem C-Syst. von WALKER, STRALEY u. SMITH (C. 1939. I. 4879.) identifiziert. Für die Bandenköpfe des C-Syst. wird folgende Gleichung angegeben:

$$\nu = 27\,549,3 + (226\nu' + 0,86\nu'^2) - (332,0\nu'' - 0,88\nu''^2) u = \nu + \frac{1}{2}.$$

Mit Ausnahme des oberen Zustandes $\nu' = 7$, bei dem eine Abweichung von 10 cm^{-1} eine Störung gewisser mit ihm zusammenhängender Rotationsniveaus anzeigt, werden die Versuchsdaten befriedigend wiedergegeben. (Proc. phys. Soc. 55. 326—28. 1/7. 1943. Oxford, Physical Chemistry Labor.)

LINKE

R. F. Barrow und E. E. Vago, *Ein Bandensystem des PbSe in Emission*. Als Anregungsquelle diente eine unkondensierte Entladung der positiven Säule durch den Dampf von PbSe in einem Quarzrohr. Die Aufnahmen wurden mit einem 2,4 m Gitter gemacht. Die Dispersion der benutzten ersten Ordnung betrug $7,4 \text{ Å/mm}$. Es wird die Reproduktion des Spekt. wiedergegeben. Das hervorstechendste Merkmal sind 40 nach ν abgeschattierte Banden im Gebiet von 3350—3850 Å. Das DESLANDRE-Schema wird aufgestellt. Die Bandenköpfe lassen sich in die Gleichung einordnen.

$$\nu_{\text{Kopf}} = 284\,16,9 + (190,5 \nu' - 0,6 \nu'^2) - (277,4 \nu'' - 0,56 \nu''^2) u = \nu + \frac{1}{2}.$$

Eine genaue Erklärung des ziemlich verwickelten Isotopeneffekts war bei diesem Mol. nicht möglich. Jedoch gibt der Effekt insoweit eine qualitative Bestätigung für die Zuordnung, als die schärfsten Banden die sind, die am nächsten zu dem angenommenen Syst.-Ursprung liegen. Die Übereinstimmung mit den Daten von WALKER, STRALEY u. SMITH (C. 1939. I. 4879) in bezug auf die Schwingungsterme des Grundzustandes ist so gut, daß angenommen wird, daß es sich bei dem hier gefundenen neuen Syst. auch um einen Übergang zum Grundzustand handelt. Es wird infolgedessen als D→X bezeichnet. (Proc. phys. Soc. 56. 76—78. 1/3. 1944. Oxford, Physical Chemistry Lab.)

LINKE

Colette Dubuisson, *Über das Ramanspektrum des Kalkspates*. RASETTI hat bei der RAMAN-Untersuchung von Kalkspat (I) u. Flußspat (II) außer den gewöhnlichen RAMAN-Linien noch Linien gefunden, die mit der Erregerlinie (2537 Å) einen sehr großen Frequenzabstand besaßen (7000 cm^{-1}). Während für II diese Linien als Fluoreszenzlinien des Gd nachgewiesen werden konnten, ist eine Erklärung im Falle I noch nicht gefunden worden. Es werden an einem Krystall von I mit 4046 Å u. 3650 Å RAMAN-Aufnahmen gemacht. An den Stellen des Spekt., an denen noch RASETTI-Linien liegen sollten, werden mit einer Ausnahme keine Linien gefunden. Die Lage der beobachteten Linien ist in der Wellenlängenskala unabhängig von der Wellenlänge der Erregerlinien, so daß es sich wohl um ein Fluoreszenzphänomen handelt. Als Ursache Erde, die dies hervorruft, wird das Sm angenommen. Die Annahme wird durch einen Vgl. der Sm-Fluoreszenz in CaO , CaSO_4 u. CaWO_4 gestützt. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 217. 377—79. 4.—26/10. 1943.)

LINKE

W. D. Wright, *Dichroismus*. Am Beispiel der Absorptionskurven des Oxyhämoglobins in Abhängigkeit von der Dicke u. Konz. wird die Farbänderung einer Lsg. mit

steigender Verd. u. fallender Schichtdicke erörtert. Es wird auf die Darst. der Verhältnisse im C.I.E.-Syst. ausführlich eingegangen. (Nature [London] 153. 9—12. 1/1. 1944. London, Imp. Coll. of Techn.)

LINKE

S. Nikitine, *Molekulardichroismus*. Zusammenfassende Darst. der auf dem Gebiete des Dichroismus durch Vf. u. andere vorliegenden Arbeiten u. Anschauungen. (Schweiz. Arch. angew. Wiss. Techn. 9. 176—84. Juni 1943. Clermont-Ferrand, Univ.)

LINKE

B. K. Johnson, *Neue optische Materialien und ihre mögliche Anwendung*. Es wird auf die neuen opt. Materialien hingewiesen. Bei den opt. Gläsern sind jüngst produziert worden: Phosphatgläser mit einem Brechungsexponenten von 1,52 u. V-Vert von 70, Zinkboratgläser mit Brechungsexponenten zwischen 1,63—1,65 u. V-Zahlen von 50—55, ferner eine Reihe von Gläsern mit sehr hohem Brechungsindex, die Kombinationen von Zr, Ti, W, Th, Li u. B enthalten. Diese gehen von 1,71—1,97 mit V-Zahlen von 54—19. Während das am besten im UV durchlässige Corexglas nicht homogen ist, soll ein Glas, daß BcF_2 enthält, eine gute Durchlässigkeit im UV besitzen u. zugleich homogen sein. Es scheint nicht möglich zu sein, Glas im Ultrarot jenseits von 20 000 Å durchlässig zu machen. Von den Kunststoffen werden Methylmethacrylat (Perspex) u. Trolitul (Polystyrol) besprochen. Sie ähneln hartem Crown u. dichtem Flint, so daß die Aussicht besteht, aus diesen beiden Stoffen achromat. Linsen herzustellen. Es werden zwei Linsensysteme durchgerechnet. Die Nachteile der plast. Massen sind, daß sie sehr weich u. wenig homogen sind, die Vorteile, daß sie sich leicht anfärben lassen u. daß sie unzerbrechlich sind. Im Ultrarot absorbieren sie stark bei ungefähr 2μ u. beginnen wieder bei 20μ durchlässig zu werden. Geschmolzener Quarz hat vor dem kryst. den Vorteil, daß er nicht doppelbrechend ist. Der Homogenität des Materials steht die hohe Temp. der Herst. entgegen. Der Brechungsindex u. die Dispersion des Quarzglas machen es zur Kombination mit LiF sehr geeignet zur Herst. von Linsensystemen, die im Sichtbaren u. UV achromat. sind. Die Alkalihalogenide können synthet. als Krystalle gezüchtet werden. Es werden Größen von 10' Durchmesser (25,4 cm) u. 25 lb. Gewicht (11,6 kg) angegeben. Es wird die Darstellungsmeth. kurz beschrieben. Die jetzt verfügbaren Krystalle des LiF machen es zu einem sehr guten Ersatz des CaF_2 . Die opt. Konstanten, der Durchlässigkeitsbereich u. die Absorptionskoeff. sind alle denen des CaF_2 ähnlich. Es hat den Vorteil, daß es in größeren Stücken u. homogener erhalten werden kann. Es kann bis 1200 Å verwendet werden. Die UV-Mikroskopie kann sehr verbessert werden, wenn man eine achromat. Linse aus Quarz u. LiF verwendet. KBr hat dem NaCl verwandte Eigg., ist aber infolge seines größeren Mol.-Gew. bis zu längeren Wellenlängen durchlässig. Während die effektive Grenze für NaCl bei 14μ liegt, beträgt sie für KBr 28μ . KJ kann unter ähnlichen Bedingungen wie KBr erhalten werden u. ist bis 40μ durchlässig. Große Krystalle von $NaNO_3$ dienen zum Ersatz von Calcit, denn es ist ebenfalls doppelbrechend u. in den anderen opt. Qualitäten dem Calcit in gewisser Weise ähnlich. Bei der Herst. von geschmolzenem MgO entsteht beim Abkühlen in kleinen Mengen ein glasiges Prod., das Periklas-ähnliche Eigg. besitzt. Die wirkliche Durchlässigkeit reicht von 2300 Å bis 5μ . (Proc. phys. Soc. 55. 291—300. 1. Juli 1943. Technical Optics Dep., Imperial Coll. of Science and Technology.)

LINKE

Maurice L. Huggins, *Der glasige Zustand: einige halbquantitative Betrachtungen*. Das Gleichgewicht zwischen dem krystallinen u. nichtkrystallinen Zustand in einem Festkörper oder in einer Fl. u. das Verhältnis, dem sich der Gleichgewichtszustand nähert, werden als Funktionen der Netzenergieänderungen für geringe innere Struktur-Umordnungen, wie Änderungen der Lage einzelner Atome oder der Orientierung von Atomgruppen, betrachtet, ferner der Aktivierungsenergie für jede Umordnung u. der Temperatur. Von diesem Standpunkt aus werden Abkühlung, Entglasungserscheinungen u. die notwendigen Bedingungen für die Existenz einer glasigen Substanz behandelt. An angenommenen Beispielen wird die Wahrscheinlichkeit zweier Zustände im Gleichgewicht miteinander berechnet, u. als Funktion $\Delta \epsilon = |\Delta E|/k'T$ der absoluten Temp. dargestellt. [$\Delta E = \pm (E_{\alpha_1} - E_{\alpha_2})$, k' bedeutet eine von der BOLTZMANNschen Konstanten abhängige Konstante T, die absolute Temp., ΔE die Differenz der Energie eines Syst. vor (E_{α_1} ist die Änderung aus einem energiereicheren in einen energiereicheren Zustand E_{α_2} die entgegengesetzte) u. nach seiner Änderung]. Ähnlich auch die Abhängigkeit der freien Energie der Krystallisation von T. Daraus sich ergebende Abhängigkeiten des Vernetzungsgrades bei Änderung des energiereicheren in den energieärmeren Zustand von der Größe von $\epsilon_2 = E_{\alpha_2}/k'T$ u. der Temp. bei konstantem Wert für E_{α_2}/k' werden entwickelt. Schließlich wird noch die starke Abhängigkeit der Geschwindigkeit, mit der

Teilsysteme die echte Stabilität erreichen, von der Aktivierungsenergie u. der Temp. gezeigt. (J. phys. Chem. 47. 502—11. Okt. 1943. Rochester, N. Y., Kodak Res. Labor.)

FREYTAG

K. Endell und M. v. Ardenne, *Veranschaulichung des Sinterns und Schmelzens von keramischen Rohstoffen, Glasgemengen, Schlacken und Kohlenaschen im Erhitzungsübermikroskop*. Die große Bedeutung der mit dem Sintern u. Schmelzen verbundenen diskreten Vorgänge veranlaßt die sich zunächst auf ihre Veranschaulichung beschränkende Untersuchung. Angesichts der Kleinheit der aus verschied. Bestandteilen sich zusammensetzenden Proben bleibt ihre chem. Zus. ungewiß. Beobachtet wurde, daß chem. reines SiO₂ hauptsächlich aus *Cristobalit* bestehend, bis 1600° unverändert bleibt. *Magnesit* von Radenthein zeigte Einsturz des Teilchenkomplexes unter Erhaltung der Teilchen erst bei 1600° infolge einer Eutektikumschmelze. *Nakrit* zeigte oberhalb 1500° geringe Sinterung. *Börtewitzer Kaolin BZ. 80* wies bei 1400° Schmelzbeginn, bei längerer Einw. Zusammenschmelzen u. bei 1450° Blasenwerfen auf (Alkaliverdampfung). *Künstlicher deutscher Na-Bentonit* stürzte bei 1150° ein u. schmolz bei 1200°. *Sarospatit* schmolz bei 1350° u. nahm bei 1450° Kugelform an (hoher K₂O-Geh. u. große Oberflächenspannung). Geschlämmter *Seilitzer Kaolin* mit 45% glimmerartigem Tonmineral begann bei 1200° zu schmelzen, Schlämmstoff < 20 μ von *Rosenthaler Formsand (Glaukonit)* wurde ab 1280° zähflüssig. Bzgl. *Soda, Sodaschlacken* u. *Glasgemenge* vgl. ENDELL u. v. ARDENNE (C. 1944. I. 47). Die Kohlenaschen zeigten bes. Feinheit. Sie unterstützt das leichte Ansintern bei 1100—1300°. Die erhitzungsübermkr. Meth. gestattet ungefähre Ermittlung der Temp. des tropfbar-fl. Schmelzens (vgl. auch ENDELL u. v. ARDENNE, C. 1944. I. 506). (Kolloid-Z. 104. 223—31. Sept. 1943. Berlin, Techn. Hochschule f. bauwissenschaftl. Technol.; Berlin-Lichterfelde-Ost, Labor. f. Elektronenphysik.)

FREYTAG

H. Morrogh, *Einschlüsse in Guß- und Roheisen*. (Vgl. C. 1944. I. 1322.) Es werden die im Eisen vorkommenden Einschlüsse mikroskop. untersucht. Die Beobachtungen werden in bezug auf Aussehen, Form, Unters. mit polarisiertem oder gewöhnlichem Licht, mit oder ohne Immersionsmikroskop durchgeführt. Zahlreiche Bilder zeigen die Formen. An Individuen werden untersucht MnS, FeS u. zusammengesetzte Einschlüsse beider, Titancarbid u. Titanitrid u. Mischungen beider, Titansulfid, Vanadincarbid, Graphit, Zirkoniumcarbid u. -sulfid u. der Einfl. des Al auf die Einschlüsse von MnS im Eisen (Iron and Steel 14. 305—13. 9/5. 1941. British Cast Iron Association.)

LINKE

Georges Chaudron, *Eiseneinkristalle werden nicht mehr beizbrüchig*. Kurze Mitt. über die C. 1942. II. 2239 referierte Arbeit. (Mét. Corrosion-Usure 17. (18.) 51—53. April 1942.)

PÖHL

Georges Chaudron und Léon Moreau, *Beitrag zur Untersuchung der Beizsprödigkeit von Eisen (Fall monokristallinen, gereckten und gespannten Eisens)*. (Vgl. vorst. Ref.) Durchgeführte Vers. der H-Aufladung (durch Beizung bzw. elektrolyt.) einer monokryst. Fe-Probe zeigten, daß sie sich im gereckten Zustand wie eine polykryst. Probe verhält (der H wandert vorzugsweise durch die Zwischenlagen amorphen Metalls u. bildet Einschlüsse von mol. Gas), während sich bei einer mechan. Spannung, die nahe der Elastizitätsgrenze liegt, Beizsprödigkeit einstellt. Bei polykryst. Proben wird letztere sowohl durch Reckung wie durch Spannung begünstigt, wobei die Bedeutung der interkryst. H-Ausscheidungen zunimmt u. man durch eine Entgasung keine Möglichkeit hat, die ursprünglichen Metalleigg. wieder zu erlangen. (Mét. Corrosion-Usure 18. (19.) 43—48. März 1943.)

PÖHL

Karl Wilhelm Fritz Kohlrusch, *Ramanspektren*. Leipzig: Akad. Verlagsges. 1943. (469 S.) 4°. = Hand- u. Jahrbuch d. chem. Physik. Bd. 9. Abschn. 6. RM 40,80; geb. RM 48,—; Subskr. Pr. RM 39,80; geb. RM 40,80.

A₂. Elektrizität. Magnetismus. Elektrochemie.

Pierre Girard und Paul Abadie, *Das Spektrum polarer Moleküle im Gebiet Hertz-scher Wellen*. (vgl. C. 1943. I. 2389.) Die Meth. ist auf Moll., die ein permanentes Dipolmoment besitzen, anwendbar. Es wird entweder die Abhängigkeit der DE. oder die Absorption der Energie im Medium gemessen als Funktion der Wellenlänge. Die Meßergebnisse beziehen sich auf die Form der Moll. oder im Falle von Lsgg. auf die Wechselwirkungen zwischen den in einem dipollosen Medium gelösten Dipolmoll., die sich bei gewissen sehr plast. Moll. wie Alkoholen durch bedeutende Deformationen verraten können. Die Meth. ist auch auf große koll. Moll. angewendet worden. Hier geben die Resultate die Struktur an wie z. B. die verschied. Arten der Micellen, ihre Verteilung usw. Keine quantitativen Angaben. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 11. 1. Jan./Febr. 1944.)

LINKE

Hj. v. Brotherus, *Über die Bestimmung der Ionisierungsenergie aus Stromstärkemessungen in Gasen*. Aus dem Sättigungsstrom i , der zwischen zwei Elektroden in einem Gasraum der Temp. T entsteht, wenn das Gas in Ionen zu dissoziieren vermag, kann leicht auf die Ionisierungsenergie I geschlossen werden, da die Dissoziationsgeschwindigkeit bzw. die Sättigungskonzentration der Ionen mit der Temp. gemäß $\frac{d \ln k}{dT} = \frac{I}{RT^2}$

zunimmt, wenn k die Geschwindigkeitskonstante ist. Wegen der Proportionalität von k und i braucht also nur der Sättigungsstrom als Funktion der Temp. gemessen zu werden, um daraus I zu berechnen. Messungen der Stromspannungskurven von Cd-Jodid-Dampf zwischen 662° u. 707° K lieferten über die daraus extrapolierten Sättigungswerte des Stromes eine Ionisierungsenergie von ca. 45 kcal/Mol. (Suomalaisen Tiedekatemia Toimituksia [Ann. Acad. Sci. fennicae]. Ser. A. I. Nr. 19. 3—6. 1943. Helsinki.)

K. SCHAEFER

U. Fano, *Erzeugung von Ionenhaufen durch Röntgenstrahlen*. Ionenhaufen werden bekanntlich durch Elektronen geringer kinet. Energie, namentlich am Ende der mittleren Reichweite, erzeugt. Vf. berechnet unter vereinfachenden Annahmen, wie groß der Prozentsatz ist, der unter allen eintretenden Ionisationen in Ionenhaufen entsteht. Er kommt für Röntgenstrahlen einer Energie von 10⁶ eV auf einen Wert von etwa 10% in einem Volumen von 1 μ^3 . Dieser Wert stimmt recht gut mit experimentellen Werten von LEA u. CATCHESIDE überein, die Verss. an Mikrosporen von Tradescantia bracteata durchführten. (Nature [London] 151. 698. 19/6. 1943. Cold Spring Harbor, N. Y., Carnegie Inst. of Washington, Abtlg. f. Genetik.)

NITKA

André Herpin, *Theorie der Magnetisierungskurven*. Vf. berichtet über die neueren theoret. Ergebnisse zum Verständnis der techn. Magnetisierungskurve, die im wesentlichen auf R. BECKER zurückgehen u. an dessen Auffassungen er sich eng anschließt. Behandelt werden im Einzelnen: die Krystallenergie, die THIESSEN-BITTERSchen Streifen, die Magnetostruktion u. der Einfl. der mechan. Spannungen, die verschied. Typen von Magnetisierungsprozessen, die Wandenergie, die großen BARKHAUSEN-Sprünge, Anfangspermeabilität, Koerzitivkraft u. die Annäherung der Magnetisierung an die Sättigung bei großen Feldstärken. (Rev. sci. 81. 283—94. Juli/Aug. 1943.)

FAHLENBRACH

A₃. Thermodynamik. Thermochemie.

P. Tuomikoski, *Beobachtungen und Folgerungen über die Struktur von Flüssigkeiten*. Die Änderung der Struktur vielatomiger Flüssigkeiten mit der Temp. wird auf die Abhängigkeit der zwischenmolekularen Wechselwirkungen von der Temp. zurückgeführt. In der Nähe des Schmelzpunktes spielt der atomare Bau der Molekeln eine wesentliche Rolle, während bei höheren Temp. die Wechselwirkungen infolge der stärkeren Rotation die Molekeln isotrop, d. h. kugelförmig werden. Assoziationen sind auch dieserhalb in der Nähe des Schmelzpunktes bevorzugt, selbst wenn man von der Tatsache des Anstiegs der Dissoziationskonstanten von der Temp. absieht, die entsprechend dem VANT HOFFSchen Gesetz erfolgt. Die Ausführungen werden vom Vf. selbst als teilweise hypothet. angesprochen. (Suomalaisen Tiedekatemia Toimituksia [Ann. Acad. Sci. fennicae]. Ser. A. I. Nr. 20. 3—20. 1943. Helsinki.)

K. SCHAEFER

C. Kämmerer, *Über eine besondere Form der Zustandsgleichung*. Es wird die Brauchbarkeit einer Zustandsgleichung für Fl. diskutiert, die eine ähnliche Form besitzt wie eine bereits vor über zehn Jahren von A. EUCKEN (Gött. Nachr. 1933 Fachgr. III, 340) vorgeschlagene halbempir. Zustandsgleichung für Flüssigkeiten. Die Übereinstimmung mit den Beobachtungen ist nicht ganz so gut wie bei der EUCKENSchen Zustandsgleichung, jedoch enthält die neu vorgeschlagene Zustandsgleichung zwei willkürliche Konstanten weniger. (Anz. Akad. Wiss. Wien, math. naturwiss. Kl. 1943. 50—52. Wien.)

K. SCHAEFER

M. Hirsch, *Druck-Temperatur-Diagramm für Dämpfe*. Aus der CLAUSIUS-CLAPEYRON-Gleichung folgt bekanntlich durch Integration über ein kleines Temp.-Intervall unter Voraussetzung des idealen Gasgesetzes u. bei Vernachlässigung des Vol. der Fl. gegenüber dem Vol. des Dampfes die Näherungsform der Dampfdruckgleichung $\log p = -A/T + B$. Vf. schlägt statt dessen die Näherungsform $\log p = -A/T + c_0 + C$ oder $p = c_0 + C(1 - T_0/T)$ vor, mit $c_0 = \log p_0$, wo der Index 0 die untere Integrationsgrenze darstellt. Abweichend von der üblichen graph. Darst. wird bei der Auftragung des Druckes p gegen die Temp. T die Ordinatenachse (y -Achse) logarithm., dagegen die Abscissenachse (x -Achse) in der einheitlichen algebraischen Skala geteilt. Die Isobaren bilden dann horizontale Linien, dagegen die Isothermen ein Bündel von Geraden, die nach dem Punkte $\log p = c_0 + C$ auf der y -Achse konver-

gieren. Der Schnittpunkt der beiden Achsen entspricht dem Werte $T = T_b$, also $\log p = c_b = \log p_b$ (willkürliche Festlegung), so daß der Konvergenzpunkt um den Betrag C über dem so gewählten Koordinatenursprung liegt. Die obige Dampfdruckgleichung des Vf. wird dann durch eine vertikale Gerade dargestellt, die die x -Achse bei $T = T_b$ schneidet ($T_b = n \cdot K$). Gegenüber den bekannten Methoden hat dies des Vf. den Vorteil, daß die Interpolation auf einer algebraischen Temp.-Skala einfacher als auf einer reziproken Skala ist. — Vf. erläutert dies an einigen konkreten Beispielen u. geht schließlich zur Aufstellung eines „universellen“ Diagramms für viele verschied. Stoffe über, dessen Anwendungsmöglichkeiten aufgezählt werden. (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 34. 174—82. Febr. 1942. London.) ZEISE

J. C. de Wijs, *Berichtigung zu meiner Abhandlung: „Ableitung einer Dampfdruckgleichung aus der Temperaturabhängigkeit der Verdampfungswärme“*. In einer früheren Arbeit (C. 1943. II. 2282) über die Dampfdruckgleichung war bei der Integration der CLAUDIUS-CLAPYRONschen Gleichung nach der Temp. formal ein Fehler unterlaufen, weil die dortige Meth. der Partialbruchentw. nicht auf gebrochene Exponenten ohne weiteres anwendbar ist. Dieser Fehler wird berichtigt, indem die Integration durch Reihenentw. vorgenommen wird. Das Resultat ist dann das gleiche wie früher, wenn man sich auf Temp. mit $T \ll T_{\text{krit.}}$ beschränkt. Da die sonstigen Vereinfachungen die gleiche Voraussetzung hatten, bedeutet dies keine eigentliche Einschränkung des Resultates; im Gegenteil zeigt die numer. Auswertung der früheren Formel, daß diese auch in der Nähe von $T_{\text{krit.}}$ noch prakt. brauchbare Dampfdruckwerte liefert. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 62. 840. 1943. Nijmegen.) K. SCHÄFER

W. D. Treadwell und B. Mauderli, *Zur Kenntnis der Entropiewerte in homologen Reihen salzartiger fester Körper*. Die Statistik liefert zwar bestimmte Formeln für die Entropiekonstante u. damit für die Entropie von Dämpfen, so daß nach Subtraktion des Sublimationsanteils der Entropie die Entropie eines Krystals ermittelt werden kann. Da häufig — bes. bei salzartigen Festkörpern — die Unterlagen zur Benutzung der stat. Formeln fehlen, werden empir. Formeln zur Best. der Normalentropien vorgeschlagen. Es wird nun gezeigt, daß die Normalentropie S_n homologer Reihen salzartiger Festkörper wie z. B. Li-; Na-, K-, Rb-; Cs-CO₃ usw. durch die Gleichung $S_n = a(\log K + \beta \log A) + b$ dargestellt werden kann, wo K u. A die Atom- bzw. Molgewichte von Kation u. Anion, β ein Wertigkeitsfaktor (bei CaCl₂ z. B. = 2, bei AlCl₃ = 3) usw. u. a u. b individuelle Konstanten sind, die von einer homologen Reihe zur andern variieren. Mit dieser empir. Beziehung kann S_n fehlender Glieder einer homologen Reihe aus dem a u. b -Wert der bekannten Glieder wenigstens näherungsweise bestimmt werden. Für thermodynam. Berechnung ist eine solche Regel von Nutzen. (Helv. chim. Acta 27. 567—71. 1944. Zürich. Eidg. Techn. Hochschule Labor. f. anorg. Chem.) K. SCHÄFER

William Hollies, *Wärmeleitung in Metallen*. Vf. weist auf die Bedeutung gut wärmeleitender Metalle bei der Erzeugung von Dampf in der Technik hin u. berichtet dann über die Ergebnisse des NATIONAL PHYSICAL LABORATORY. Durch Abänderung der Zus. von Stahlorten kann man die Wärmeleitzahl bei 100° C von 0,03 bis auf 0,163 cal/sec cm Grad, d. h. auf das 50fache steigern; ebenso steigt die Wärmeleitzahl bei einigen Sorten mit der Temp., während sie bei anderen fällt. Der Mechanismus der Leitfähigkeit wird, wie bereits von EUCKEN angegeben, auf die nebeneinander bestehende Leitung durch das Gitter u. die Elektronen zurückgeführt. Fehlstellen im Gitter u. Fremdstoffe auf vorhandenen Gitterplätzen vermindern die Gitterleitfähigkeit, deshalb vermindern Verunreinigungen die Leitzahl. (Keine eigenen Messungen.) (Engng. Boiler House Rev. 57. 249—53. Sept. 1943.) BORCHERT

A₄. Grenzschichtforschung. Kolloidchemie.

J. J. Hermans, *Die Strömungsdoppelbrechung in Lösungen makromolekularer Substanzen*. Die Strömungsdoppelbrechung makromolekularer Stoffe wird kurz vom Standpunkt der biegsamen, beliebig geknäuelten Mol. erörtert. Die an anderer Stelle abgeleiteten Formeln für die Doppelbrechung werden mit den experimentellen Befunden aus der Literatur verglichen. Diese Formeln gehen vom Modell des biegsamen beliebig geknäuelten Mol. aus. Vf. ist der Ansicht, daß das experimentelle Ergebnis als wichtige Stütze für dieses Modell betrachtet werden muß. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 63. 25—31. 1944.) HENTSCHEL

R. W. Powell, *Der Einfluß von Oberflächenfilmen von Öl auf die Verdampfung von Wasser*. Es werden zunächst einige Verss. durchgeführt über die Best. der Dicke von Luftfilmen u. der Abhängigkeit der Dicke dieser Filme von der Geschwindigkeit der Luft parallel zur Oberfläche. Dann folgen Verss. zur Best. der Diffusionskoeff. (D_0) von

sind über die allg., achtzähligen Punktlagen zu verteilen, ebenso die 16 Br-Atome. Die Parameter sind im einzelnen nicht bestimmt worden. (Z. anorg. allg. Chem. 252 113—18. 16/8. 1943. Kiel, Univ., Chem. Inst.) ERNA HOFFMANN

F. Seel, *Über salzartige Derivate von Säureradikalen. 2. Mitt. Die Acylderivate der Antimon (V)-chlorwasserstoffsäure. I.* (1. Mitt. vgl. C. 1943. I. 1760.) Die in der 1. Mitt. (1. c.) beschriebene Darst. des Acetylfluorats u. seine Charakterisierung als Elektrolyt $[\text{CH}_3\text{CO}]^+[\text{BF}_4]^-$ gab Vf. Veranlassung zu Unters., inwieweit andere, bisher meist als Molekülverb. formulierte Additionsverb. von Carbonsäurehalogeniden an Halogenosäurebildner als salzartige Komplexe mit Acylionen als Kationen aufzufassen sind. Die Existenzmöglichkeiten solcher Acylsalze werden zunächst in einer energet. Betrachtung behandelt, wodurch sich Voraussagen über die Stabilität u. die Abstufungen in der Beständigkeit machen lassen. Es ist z. B. zu erwarten, daß die Acylderivv. komplexer Chlorosäuren beständiger sein werden als das Acetylfluorid. In allen Fällen ist die Bildungsaffinität der Acylkomplexe sicher kleiner als die der entsprechenden Alkalimetallsalze, was sich tatsächlich durch die mehr oder minder leichte Überführungsmöglichkeit der ersteren in die letzteren bestätigen läßt. Durch experimentelle Unters. (Leitfähigkeitsbestimmungen in fl. SO_2) ergibt sich, daß die bereits bekannten Stoffe $\text{CH}_3\text{COCl} \cdot \text{SbCl}_5$ u. $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl} \cdot \text{SbCl}_5$ tatsächlich Acylsalze der Antimonchlorwasserstoffsäure im Sinne der Formulierung $\text{CH}_3\text{CO}[\text{SbCl}_6]$ u. $[\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}[\text{SbCl}_6]]$ darstellen. In fl. SO_2 sind ihre $1/60$ mol. Lsgg. größenordnungsmäßig ebenso gute Stromleiter wie die Lsgg. des K-Salzes $\text{K}[\text{SbCl}_6]$ oder anderer bekannter Salze, während die Komponenten Säurechlorid u. Sb(V)-Chlorid nur äußerst schwache Stromleiter sind. Hiermit ist ein neuer Typ starker Elektrolyte in fl. SO_2 gefunden worden. — Aus dem Vgl. der Carbonsäureradikalsalze mit dem Nitrosylderiv. $\text{NO}[\text{SbCl}_6]$ ergibt sich, daß letzteres bereits nicht mehr in weitgehendem Sinn als Salz angesprochen werden darf. Im festen Zustand ist es durch die Mesomerie zwischen Salz u. Mol.-Verb. $[\text{SbCl}_6][\text{NO}]^+ \leftrightarrow (\text{Cl}_5\text{Sb} \dots \text{ClNO})$ zu beschreiben. Farbe (helles Citronengelb) u. Flüchtigkeit (sublimiert im Hochvakuum bereits bei Raumtemp.) der Verb. stehen damit im Einklang. In SO_2 -Lsgg. besteht ein solvationsabhängiges Gleichgewicht zwischen Ionen u. Assoziationsprodukt. — Die Thionylverb. $\text{SO}[\text{SbCl}_6]_2$ stellt gegenüber den Nitrosyl- u. Carbonsäureradikalderivv. in allen Temp.-Gebieten (-70 bis 0°) einen sehr schwachen Elektrolyten dar. — Die Elektrolytnatur der Acylchloroantimonate ermöglicht die Durchführung einer Reihe typ. Ionenrkk. in fl. SO_2 , wie sie in ähnlicher Weise aus der Chemie der wss. Lsgg. bekannt sind. Z. B. Umsetzung von KCl mit $\text{NO}[\text{SbCl}_6]$ oder $\text{CH}_3\text{CO}[\text{SbCl}_6]$, von $\text{CH}_3\text{CO}[\text{SbCl}_6]$ mit NOCl , von $\text{NO}[\text{SbCl}_6]$ mit $\text{CH}_3\text{CO}[\text{BF}_4]$. Es wird schließlich ein Hochvakuumverf. zur Abfüllung von SbCl_5 in Ampullen angegeben sowie eine geschlossene Vakuumapp. beschrieben zur Vorbereitung der Lsgg. feuchtigkeitsempfindlicher Stoffe in fl. SO_2 für die Leitfähigkeitsmessung. (Z. anorg. allg. Chem. 252. 24—41. 16/8. 1943. München, Techn. Hochsch., Anorgan.-chem. Labor.) ERNA HOFFMANN

A. Benrath, *Über die Löslichkeit von Salzen und Salzgemischen bei Temperaturen oberhalb von 100° .* V. (IV. vgl. C. 1942. II. 1436.) 1. *Das Syst. KNO_3 — NaNO_3 — H_2O :* Das Zustandsdiagramm: Das Existenzgebiet des Eises ist durch F. des Eises (0°) u. die kryohydrat. Punkte $-2,83^\circ$, 10,82% KNO_3 , $-18,1^\circ$, 38,1% NaNO_3 , $-18,89^\circ$, 36,7% NaNO_3 , 5,56% KNO_3 festgelegt. Der Umwandlungspunkt der trigonalen Form des Kaliumnitrats (α - KNO_3) in die rhomb. (β - KNO_3) liegt bei 128° , 80% KNO_3 . F. von β - KNO_3 bei 339° , F. von NaNO_3 bei 308° , das Schmelzpunktminimum des Salzgemisches bei 225° u. 54,6% KNO_3 . Zweisalzpunkte NaNO_3 , KNO_3 oberhalb von 100° : bei 125° u. 56,5% KNO_3 , 13% H_2O , bei 150° u. 55,5% KNO_3 , 10% H_2O , bei 175° u. 54% KNO_3 , 6,25% H_2O , bei 200° u. 54% KNO_3 , 2,5% H_2O . Dreisalzpunkt bei 125° u. 56,5% KNO_3 , 30,5% NaNO_3 , bei dem NaNO_3 neben der Schmelze u. den beiden Formen des KNO_3 beständig ist. — 2. *Das Syst. KNO_3 — KCl — H_2O :* F. von KCl : 770° , ein kryohydrat. Punkt liegt bei $-10,7^\circ$, 19,53% KCl , ein weiterer bei $-11,7^\circ$, 19,0% KCl , 3,5% KNO_3 , der eutekt. Punkt bei $331,5^\circ$ u. 5,6% KCl . Zweisalzpunkte bei Temp. über 100° : bei $68,2^\circ$ KNO_3 , 8,8% KCl u. 125° , bei $73,5^\circ$ KNO_3 , 8,5% KCl u. 150° , bei $77,3^\circ$ KNO_3 , 8,2% KCl u. 175° , bei 200° u. 81,3% KNO_3 , 8,2% KCl , bei 225° u. 83,7% KNO_3 , 8,3% KCl , bei 250° u. 85,8% KNO_3 , 8,2% KCl . Dreisalzpunkt: 125° u. 68,2% KNO_3 , 8,8% KCl . Das Syst. weist ferner den kryohydrat. Punkt bei $-2,83^\circ$ u. 10,42% KNO_3 , den Eispunkt von 0° , den Umwandlungspunkt α - $\text{KNO}_3 \rightleftharpoons \beta$ - KNO_3 u. F. von β - KNO_3 auf. — 3. *Das Syst. NaCl — NaNO_3 — H_2O .* F. von NaCl etwa 800° , von NaNO_3 308° , ein eutekt. Punkt bei 304° u. 4,8% NaCl , ein kryohydrat. Punkt Eis— NaNO_3 bei $-18,1^\circ$ u. 38,1% NaNO_3 , Eis— $\text{NaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bei $-21,1^\circ$ u. 23,7% NaCl , ein Zweisalzpunkt NaCl — $2\text{H}_2\text{O}$ — NaCl bei $0,15^\circ$ u. 26,5% NaCl , ein Dreisalzpunkt NaCl — $\text{NaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ — NaNO_3 bei $-4,2^\circ$ u. 16,4% NaCl , 22,8% NaNO_3 , ein kryohydrat. Punkt Eis— NaNO_3 — NaCl

2 H₂O bei -25,9° u. 13,7% NaCl, 20,6% NaNO₃. Neu bestimmte Zweisalzpunkte über 100°: bei 125° u. 38,0% NaNO₃, 3,3% NaCl, bei 150° u. 42,5% NaNO₃, 3,0% NaCl, bei 175° u. 45,5% NaNO₃, 2,8% NaCl, bei 200° u. 50,0% NaNO₃ u. 2,7% NaCl, bei 225° u. 55,5% NaNO₃, 2,9% NaCl, bei 250° u. 63,0% NaNO₃, 3,2% NaCl u. bei 275° u. 74,0% NaNO₃, 3,8% NaCl. — 4. *Das Syst. KCl—KClO₄—H₂O*: KClO₄ zers. sich schon bei 400° stark, besitzt bei 300° einen Umwandlungspunkt. In wss. Lsg. zers. sich KClO₄ bereits bei 250° stark. F. von KClO₄ etwa 610°, von KCl 770°. Kryohydrat. Punkt KCl—Eis bei 10,7° u. 19,53% KCl, Eis—KClO₄ bei -0,16° u. 0,87% KClO₄, Eis—KCl—KClO₄ etwa gleich dem von KCl—Eis. Werte für die Zweisalzzlinie: bei 75° u. 32,2% KCl, 1,52% KClO₄, bei 100° u. 43,1% KCl, 3,36% KClO₄, bei 150° u. 34,1% KCl, 7,80% KClO₄, bei 200° u. 35,8% KCl, 16,7% KClO₄, bei 250° u. 38,5% KCl, 26,8% KClO₄ sowie durch Extrapolation: 300° u. 39,0% KCl, 44,0% KClO₄. — Gemeinsam ist den Systemen 1—4, daß die Salzschnmelzen sich mit W. mischen, die krit. Temp. des W. also die fl. Phasen nicht zum Verschwinden bringt. Die beiden folgenden Systeme 5 u. 6 enthalten Salze, die in W. lösl. sind, deren Schmelzen sich aber nicht mit W. mischen. — 5. *Das Syst. KNO₃—K₂SO₄—H₂O*: Kryohydrat. Punkt Eis—KNO₃ bei -2,83° u. 10,42% KNO₃, Eis—K₂SO₄ bei -1,52° u. 6,75% K₂SO₄, Eis—KNO₃—K₂SO₄ bei -3,32° u. 4,7% K₂SO₄, 8,0% KNO₃. Umwandlungspunkt α-KNO₃ ⇌ β-KNO₃ bei 128° u. 80% KNO₃, Dreisalzpunkt α-KNO₃—β-KNO₃—K₂SO₄ prakt. gleich dem Umwandlungspunkt α-KNO₃ ⇌ β-KNO₃. F. von K₂SO₄ bei 1069°, von KNO₃ bei 339°, eutekt. Punkt KNO₃—K₂SO₄ bei 332° u. 5% K₂SO₄, Umwandlungspunkt β-K₂SO₄ (rhomb.) ⇌ γ-K₂SO₄ (hexagonal) 583°. K₂SO₄ besitzt ferner zufolge der Löslichkeitskurve des K₂SO₄ in W. einen Umwandlungspunkt bei 310°. Zus. der Lsgg. bei dieser Temp. 10% KNO₃ im Salzgemisch, 2,9% KNO₃ u. 25,7% K₂SO₄ in der Lsg., 20% KNO₃ im Salzgemisch 6,1% KNO₃ u. 24,4% K₂SO₄ in der Lsg., 50% KNO₃ im Salzgemisch, 17,0% KNO₃ u. 17,0% K₂SO₄ in der Lsg., 80% KNO₃ im Salzgemisch, 40,0% KNO₃ u. 10% K₂SO₄ in der Lsg., 90% KNO₃ im Salzgemisch, 63,0% KNO₃ u. 7,0% K₂SO₄ in der Lsg., 95% KNO₃ im Salzgemisch u. 92,2% KNO₃ u. 4,85% K₂SO₄ in der Lösung. Der letzte Punkt entspricht dem Dreisalzpunkt β-KNO₃—α-K₂SO₄—β-K₂SO₄. Das Syst. stellt ein magmat. Gebilde dar, in dem oberhalb der krit. Temp. des W. (370°) kryst. K₂SO₄ mit Dampf u. einer Schmelze von KNO₃ u. W., unterhalb dieser Temp. mit einer n. Lsg. im Gleichgewicht steht. — 6. *Das Syst. NaNO₃—Na₂SO₄—H₂O*: F. von NaNO₃ bei 308°, von Na₂SO₄ bei 884°, Umwandlungspunkt α-Na₂SO₄ (rhomb.) ⇌ β-Na₂SO₄ (hexagonal) bei 240°. Eutekt. Punkt β-Na₂SO₄—NaNO₃ bei 300°, kryohydrat. Punkt Eis—NaNO₃ bei -18,1° u. 38,1% NaNO₃, Eis—Na₂SO₄·10 H₂O bei -1,29° u. 4,5% Na₂SO₄, Eis—NaNO₃—Na₂SO₄·10 H₂O bei -18,1° u. 37,5% NaNO₃, 0,19% Na₂SO₄, Umwandlungspunkt Na₂SO₄·10 H₂O (Glaubersalz) → α-Na₂SO₄ (Thenardit) bei 32,4° u. 33,1% Na₂SO₄, Dreisalzpunkt α-Na₂SO₄—Na₂SO₄·10 H₂O—Na₂SO₄·NaNO₃·H₂O (Darapskit) bei 24,3° u. 26,3% NaNO₃, 13,9% Na₂SO₄, Darapskit—α-Na₂SO₄—NaNO₃ bei 74° u. 56,8% NaNO₃, 1,8% Na₂SO₄. Zus. der Lsgg. beim Umwandlungspunkt α-Na₂SO₄ ⇌ β-Na₂SO₄ bei 240°: 54% Na₂SO₄ im Salzgemisch, 21,6% Na₂SO₄, 18,4% NaNO₃ in der Lsg., 31% Na₂SO₄ im Salzgemisch 16,1% Na₂SO₄, 35,9% NaNO₃ in der Lsg., 18% Na₂SO₄ im Salzgemisch, 11,3% Na₂SO₄, 51,7% NaNO₃ in der Lsg., 6,5% Na₂SO₄ im Salzgemisch, 4,9% Na₂SO₄, 75,1% NaNO₃ in der Lsg., u. (Dreisalzpunkt NaNO₃—α-Na₂SO₄—β-Na₂SO₄) 50% Na₂SO₄ im Salzgemisch, 4,3% Na₂SO₄ u. 81,7% NaNO₃ in der Lösung. Das Syst. 6 ist dem Syst. 5 analog. Geschmolzenes NaNO₃ mischt sich mit W. in jedem Verhältnis, während sich in geschmolzenem Na₂SO₄ kein W. auflöst. Nur in W. unterhalb der krit. Temp. ist Na₂SO₄ löslich. Es treten im Zustandsdiagramm Existenzflächen von Eis, Na₂SO₄·10 H₂O, Darapskit, NaNO₃, α-Na₂SO₄ u. β-Na₂SO₄ (in Ggw. von Lsg. u. in Ggw. von Schmelze) auf. — 7. *Das Syst. K₂SO₄—Na₂SO₄—H₂O*: Da weder die Schmelze von K- noch die von Na-Sulfat sich mit W. mischt, bietet dieses Syst. ein Beispiel für ein magmat. Gebilde, in dem oberhalb der krit. Temp. des W. die kryst. Salze neben der Dampfphase bestehen. Das Syst. verhält sich wie ein vulkan. Magma, in dem das W. nur als überhitzter Dampf die festen Bestandteile beeinflusst. Das Zustandsdiagramm dieses Syst. kann noch nicht gegeben werden. (Z. anorgan. allg. Chem. 252. 86—94. 16/8. 1943. Aachen, Techn. Hochsch., Inst. für anorgan. Chem. u. Elektrochem.)

ERNA HOFFMANN

C. Kröger, K. W. Illner und W. Graeser, *Über die Systeme Alkali-oxid-CaO-Al₂O₃-SiO₂-CO₂*. XI. *Die Reaktionsdrucke im System K₂O-CaO-SiO₂-CO₂*. (X. vgl. C. 1940. I. 1959.) *Das Schmelzdiagramm K₂CO₃—CaCO₃*: Erhitzungs- u. Abkühlungskurven an Gemischen mit mehr als 50% (50—80 Mol.-% CaCO₃) unter CO₂-Druck von 50 at, da sonst CO₂-Abspaltung erfolgt. Das Eutektikum zwischen den beiden Doppelcarbonaten K₂Ca(CO₃)₂ u. K₂Ca₂(CO₃)₃ liegt bei ~ 60 Mol.-% CaCO₃ u. ~ 790°, F. ca. ca. =

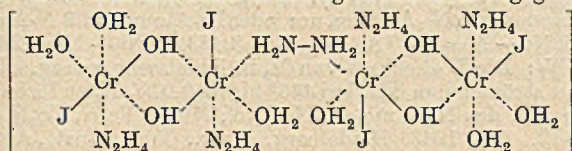
1339°. Der Verb. $K_2Ca_2(CO_3)_3$ kommt ein verdecktes Maximum zu. F. dieser Verb. etwa 835°. F. von $K_2Ca(CO_3)_2$ 813°. Röntgenograph. sind die einzelnen Verbb. gut u. einwandfrei nachzuweisen. Das Doppelcarbonat $K_2Ca(CO_3)_2$ kommt sogar in 2 Formen vor. α - $K_2Ca(CO_3)_2$ entsteht beim Zusammenschmelzen der beiden Komponenten unter 1 at CO_2 -Druck bei 815°, μ - $K_2Ca(CO_3)_2$ beim Zusammenschmelzen unter 61 at CO_2 -Druck bei 820°. Bei den unter erhöhtem Druck mit 55 u. 60 Mol.-% $CaCO_3$ erschmolzenen Gemischen tritt noch μ - $K_2Ca(CO_3)_2$ auf, mit 66 Mol.-% $CaCO_3$ dagegen bereits $K_2Ca_2(CO_3)_3$. Im Syst. K_2CO_3 — $CaCO_3$ liegen oberhalb 66 Mol.-% $CaCO_3$ die beiden Verbb. $K_2Ca_2(CO_3)_3$ u. $CaCO_3$ nebeneinander vor. — Die Dissoziationsdrucke der Doppelcarbonate: $K_2Ca(CO_3)_2$; Die Drucke stellen sich in einigen Stdn. ein. Bei 1050° findet eine merkliche Verflüchtigung der Bodenkörperphase statt. Das Sublimat besteht vorwiegend aus K_2CO_3 . Die bis 800° beobachteten Drucke entsprechen der Rk. $[K_2Ca(CO_3)_2]_{fest} = [K_2CO_3]_{fest} + [CaO]_{fest} + (CO_2)_{gas}$. Das Gleichgewicht ist bivariant. Das entstandene K_2CO_3 wird von $K_2Ca(CO_3)_2$ in fester Lsg. aufgenommen. F. von $K_2Ca(CO_3)_2$ wird gleichzeitig bis zum Eutektikum zwischen $K_2Ca(CO_3)_2$ u. K_2CO_3 bei 755° erniedrigt. Oberhalb dieser Temp. u. bei höheren Umsätzen liegt das bivariate Gleichgewicht $K_2Ca(CO_3)_2_{fl.} = K_2CO_{3fl.} + [CaO]_{fest} + (CO_2)_{gas}$. Mit steigender Temp. tritt dann ein immer stärkerer Alkaligeh. in der Gasphase auf. Ähnliche Drucke wie α - $K_2Ca(CO_3)_2$ liefert auch μ - $K_2Ca(CO_3)_2$. — $K_2Ca_2(CO_3)_3$: Druckeinstellung ebenfalls in einigen Stunden. Bei 1050° zeigt sich wiederum eine Sublimation des Bodenkörpers. Aus den Schmelzen der Doppelcarbonate setzt also bei $\sim 1050^\circ$ eine merkliche Verdampfung ein, die größer ist als bei reinem K_2CO_3 . Druckeinstellungen folgen dem bivalenten Gleichgewicht $K_2Ca_2(CO_3)_3_{fl.} = 2[CaO]_{fest} + K_2CO_{3fl.} + 2(CO_2)_{gas}$. In der Gasphase ist ebenfalls Carbonat enthalten. — Die Rk. von Quarz mit $K_2Ca(CO_3)_2$: Sie erfolgt im festen Zustand, bei höheren Temp. unter stärkerem Zusammenbacken. Mol.-Verhältnis der untersuchten Gemische Doppelcarbonat-Quarz: 1 : 2, 1 : 4 u. 1 : 6. Die Druck-Zeit-Kurven dieses Syst. entsprechen etwa denen von CaO — SiO_2 — CO_2 . Bei der Einw. von Quarz auf $K_2Ca(CO_3)_2$ bilden sich demnach die beiden bin. Metasilicate K_2SiO_3 u. $CaSiO_3$ nur in untergeordnetem Maße. Die Rk. verläuft meist unter Bldg. tern. Ca-K-Silicate. Die erhaltenen Drucke sind nicht reversibel (Versuchsdauer 24—48 Stdn.). Das eintretende Gleichgewicht ist demnach metastabil. Es kommt also nicht zur Bldg. der SiO_2 -reichen tern. Silicate $K_2O \cdot 2 CaO \cdot 9 SiO_2$ oder der Disilicate $4 K_2O \cdot CaO \cdot 10 SiO_2$ u. $2 K_2O \cdot CaO \cdot 6 SiO_2$, sondern nur zur Bldg. des tern. Metasilicats $2 K_2O \cdot CaO \cdot 3 SiO_2$ bzw. des Silicats $K_2O \cdot 3 CaO \cdot 6 SiO_2$. Der Druckkurve entspricht demnach folgende Gleichung: $5 [K_2Ca(CO_3)_2]_{fest} + 12 [SiO_2]_{fest} = 2 [2 K_2O \cdot CaO \cdot 3 SiO_2]_{fest} + [K_2 \cdot 30 CaO \cdot 6 SiO_2]_{fest} + 10 (CO_2)_{gas}$. Das zugehörige stabile Gleichgewicht ist jedoch folgendes: $2 [K_2Ca(CO_3)_2]_{fest} + [K_2O \cdot 2 CaO \cdot 9 SiO_2]_{fest} = [K_2O \cdot 6 SiO_2]_{fest} + [2 K_2O \cdot CaO \cdot 3 SiO_2]_{fest} + 4 (CO_2)_{gas}$. Aus dem Umsetzungsverh. des tern. Metasilicats folgt, daß das gemeinsame Stabilitätsfeld von $K_2O \cdot 3 CaO \cdot 6 SiO_2$ u. $2 K_2O \cdot CaO \cdot 3 SiO_2$ nur klein ist. Infolgedessen kommt es bei der Einw. von wenig SiO_2 auf $K_2Ca(CO_3)_2$, etwa bei den Mol.-Verhältnissen 1 : 1 u. 2 : 1 zur Bldg. von Orthosilicat ($K_2O \cdot CaO \cdot SiO_2$) neben Metasilicat. — Der Beständigkeitsbereich der bin. u. tern. Disilicate im quaternären Syst. K_2O — CaO — SiO_2 — CO_2 ist wesentlich kleiner als der der bin. Disilicate im tern. Syst. K_2O — SiO_2 — CO_2 . Das Umsetzungsverh. ist hauptsächlich charakterisiert durch das Gleichgewicht $4 [2 K_2O \cdot CaO \cdot 6 SiO_2]_{fest} + 5 [K_2Ca(CO_3)_2]_{fest} = K_2O \cdot 3 CaO \cdot 6 SiO_{2fl.} + 6 [2 K_2O \cdot CaO \cdot 3 SiO_2]_{fest} + 10 (CO_2)_{gas}$. Die zugeordnete Gleichgewichtskurve unterscheidet sich durch ihren Temp.-Koeff. in charakterist. Weise von der zu der Gleichung $5 [K_2Ca(CO_3)_2]_{fest} + 12 [SiO_2]_{fest} = 2 [2 K_2O \cdot CaO \cdot 3 SiO_2]_{fest} + [K_2O \cdot 3 CaO \cdot 6 SiO_2]_{fest} + 10 (CO_2)_{gas}$ gehörigen. Die beiden Kurven überschneiden sich im p-t-Diagramm. Trotzdem existiert kein Sextupelpunkt mit den Phasen $K_2O \cdot 2 CaO \cdot 9 SiO_2$, $2 K_2O \cdot CaO \cdot 6 SiO_2$, $K_2O \cdot 3 CaO \cdot 6 SiO_2$, $2 K_2O \cdot CaO \cdot 3 SiO_2$, $2 K_2O \cdot CaO \cdot 3 SiO_2$, $K_2Ca(CO_3)_2$ u. CO_2 . — Das Umsetzungsverh. des Disilicats $4 K_2O \cdot CaO \cdot 10 SiO_2$ ist im wesentlichen durch die Rk. $3 [4 K_2O \cdot CaO \cdot 10 SiO_2]_{fest} + 2 [K_2Ca(CO_3)_2]_{fest} = 5 [2 K_2O \cdot CaO \cdot 6 SiO_2]_{fest} + 4 [K_2CO_3]_{fest}$ bestimmt. — Vff. beschreiben ferner die Darst. von $2 K_2O \cdot CaO \cdot 6 SiO_2$, $4 K_2O \cdot CaO \cdot 10 SiO_2$ u. K_2SiO_6 . Es werden folgende Rkk. in den angegebenen Mol.-Verhältnissen untersucht: $2 K_2O \cdot CaO \cdot 6 SiO_2 + K_2Ca(CO_3)_2 = 1 : 3$, $2 K_2O \cdot CaO \cdot 6 SiO_2 + K_2Ca(CO_3)_2 + K_2CO_3 = 1 : 1 : 1$, $K_2SiO_6 + K_2Ca(CO_3)_2 = 1 : 1$, $K_2SiO_6 + CaCO_3 = 1 : 1$, $4 K_2O \cdot CaO \cdot 10 SiO_2 + K_2Ca(CO_3)_2 = 1 : 1$ sowie von den Metasilicaten: $2 K_2O \cdot CaO \cdot 3 SiO_2 + K_2Ca(CO_3)_2 + CaCO_3 = 1 : 1 : 1$ u. $CaSiO_3 + K_2CO_3 = 1 : 1$, $CaSiO_3 + K_2Ca(CO_3)_2 = 1 : 1$. (Z. anorg. allg. Chem. 251. 270—84. 4/5. 1943. Posen, Reichsuniv., Inst. für Anorgan. Chem. u. Chem. Technologie.)

ERNA HOFFMANN

Fr. Hein und G. Bähr, Beiträge zur Kenntnis des Chrom(II)-jodids. (Vgl. nachst. Ref.) Darst. von CrJ_2 : Durch direkte Synth. bei höheren Temp. (700—800°) entsteht das äußerst feuchtigkeitsempfindliche CrJ_2 aus Elektrolytchrom u. sublimiertem Jod

als dunkelbraune zusammengeschmolzene M. bzw. als dunkelbraune, in der Durchsicht rotbraune Krystallnadeln. Bei Temp. über Rotglut bildet sich nur CrJ_2 , das durch eine Art Temperung in zum Teil zentimeterlangen, braunroten, oft verzweigten Blättchen von schönem Oberflächenglanz gewonnen wird. Beim Nachjodieren bei milden Temp. (300°) geht CrJ_2 in CrJ_3 -reiche, schwarze Prodd. über. — *Eigg. des CrJ_2* : Braunrote Krystalle, in dünneren Blättchen durchscheinend, in dickeren Krusten oft von jodähnlicher Farbe. Gibt beim Erhitzen im Hochvakuum auf 200° keine violetten Joddämpfe ab, in wasserfreies Xylol oder Chlf. , vollkommen luft- u. alkoholfrei, eingebracht, tritt keine Färbung durch das CrJ_2 ein, färbt das Schliffrichtungsgefäß des Aufbewahrungsgefäßes nicht. Opt. anisotrop. In höchstem Maße luft- u. feuchtigkeitsempfindlich. Zerfließen an Luft, zumal an feuchter, äußerst rasch bis zu einer grünen Fl., lösen sich in völlig luftfreiem W. mit hellblauer Farbe. D_{20}^{20} pyknometr. = $5,02_3$ mit Xylol als Sperrfl. Mol.-Volum $60,9$ ccm. Das CrJ_2 gibt bei Reduktionsverss. mit H_2 bei 400 bzw. 500° kein Jod ab. Verändert sich bei der Einw. von Quecksilberdampf bei 500° nicht, sondern sublimiert nur zum Teil u. setzt sich als sehr feinverteilter u. etwas hellerfarbiger Sublimatanflug nieder. Erst bei 600° bildet sich etwas HgJ_2 neben einem Spiegel von Cr-Metall infolge Red. des CrJ_2 . (Z. anorg. allg. Chem. 251. 241–50. 4/5. 1943. Leipzig u. Jena, Univ., Chem. Labor.) ERNA HOFFMANN

Fr. Hein und G. Bähr, *Über Hydrazin-Komplexverbindungen des Chrom (II)-jodids.* (Vgl. vorst. Ref.) Aus Lsgg. von Cr (II)-Acetat in eben zureichender Menge 45% ig. HJ oder aus Lsgg. von Elektrolytchrom mit überschüssiger Jodwasserstoffsäure entsteht mit Hydrazin im wesentlichen immer das bas. Mehrkomplexsalz der Formel $\text{Cr}_4(\text{OH})_4\text{J}_4 \cdot (\text{N}_2\text{H}_4)_5(\text{H}_2\text{O})_6$. Seine Strukturformel wird folgendermaßen angegeben:



Hiernach fungiert das 5. Hydrazinmolekül als Brückenglied zwischen 2 Cr-Atomen u. tritt 2-zählig, die 4 anderen dagegen wie sonst nur koordinativ einzählig in Erscheinung. Die erhaltene Verb. ist sehr feinpulverig, je nach den Versuchsbedingungen grau- bis rosaviolett oder von graublauem bzw. rötlichem Farbton. Verändert sich an Luft nicht merklich. — Bei der Umsetzung von wasserfreiem CrJ_2 mit wasserfreiem Hydrazin unter Luftausschluß entsteht in lebhafter Rk. eine viscosa, kirschröte Lsg., die beständig gegenüber trockener Luft, aber außerordentlich feuchtigkeitsempfindlich ist. Durch das Fällungsmittel kann der Hydrazincomplex nicht vom überschüssigen Hydrazin getrennt werden. Mit A. entsteht ein rosafarbener Nd. der Zus. $\text{CrJ} \cdot \text{OC}_2\text{H}_5 \cdot 2\frac{1}{2} \text{N}_2\text{H}_4$ bzw. $\text{Cr}_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_2 \cdot \text{J}_2(\text{N}_2\text{H}_4)_5$. Wasserzusatz erzeugt eine schwer lösl. Fällung, die in der Farbe dem Mehrkomplexsalz entspricht. Abdest. des überschüssigen N_2H_4 im Hochvakuum führt nach langer Zeit hauptsächlich zu Trihydrazinat $\text{CrJ}_2 \cdot 3 \text{N}_2\text{H}_4$, Temp. dabei nicht über 150° , da sonst Zers. unter Graufärbung u. NH_3 -Abgabe erfolgt. Beim Abdunsten des Überschuhydrazins über konz. H_2SO_4 im Vakuum entsteht festes, nicht sichtbar kristallines, kirschrötes Hexahydrazinat $\text{CrJ}_2 \cdot 6 \text{N}_2\text{H}_4$. Längere Zeit im Vakuum über konz. H_2SO_4 getrocknet, entsteht aus dem Hexahydrazinat Tetrahydrazinat $\text{CrJ}_2 \cdot 4 \text{N}_2\text{H}_4$ von ähnlicher Farbe. $\text{CrJ}_2 \cdot 6 \text{N}_2\text{H}_4$ löst sich in sehr wenig W. allmählich klar auf, benötigt dazu aber bei mehr W. einen Säurezusatz zur Vermeidung bas. Abscheidungen. Die Lsg. ist violettrot. Sämtliches J ist mit AgNO_3 fällbar, das Hydrazin fungiert ausschließlich als koordinativ einzähliger Ligand. Die Lsg. wird auf Zusatz von Na-Hypophosphit nicht sichtlich verändert, Na-Amalgam zers. dagegen weitgehend unter NH_3 -Entwicklung. N_2O_3 auch bei längerer Einw. ohne Einfl., ebensowenig trockene Luft. Therm. Abbau des Tetrahydrazinats führt bei 150° etwa zum Trihydrazinat $\text{CrJ}_2 \cdot 3 \text{N}_2\text{H}_4$. — CrCl_3 zeigt beim Auftropfen von völlig entwässertem N_2H_4 keine analoge Cr-Komplexbildg. sondern heftige Verpuffung unter Flammerscheinung. Beim allmählichen Eintragen des CrCl_3 in überschüssiges Hydrazin entstehen jedoch rote Lsgg. der gleichen Art wie bei der Wechselwrkg. mit CrJ_2 . (Z. anorg. allg. Chem. 252. 55–62. 16/8. 1943. Jena, Friedrich-Schiller-Univ., Chem. Labor.) ERNA HOFFMANN

Robert Juza und Werner Sachsze, *Zur Kenntnis des Systems Nickel-Stickstoff. Metallamide und Metallnitride.* 12. Mitt. (11. vgl. C. 1942. I. 2113). 1. Präparative Verss.: Durch 3stdg. Erhitzen von 10 – 20 mg feinverteiltem Ni, aus Ni-Carbonyl dargestellt, bei 445° im NH_3 -Strom von 22 cm/sek Geschwindigkeit, entsteht ausschließlich die Verb. Ni_3N . Die gleiche Verb. entsteht bei 20stdg. Erhitzen von $\text{NiF}_2 \cdot 2 \text{NH}_4\text{F}$ bei 390 – 410° im NH_3 -Strom oder durch 4stdg. Erhitzen eines sehr fein verteilten NiBr_2 ,

das durch Erhitzen eines NiBr₂-Ammoniakates entstanden war, im NH₃-Strom bei 420°. — 2. *Eigg. des Ni₃N*: Schwarzgrau, gut in Achatreibschale zerreibbar, gegen O₂ u. Feuchtigkeit beständig. Reagiert in der Kälte mit 2 n-HCl, -H₂SO₄, -HNO₃ nur langsam, mit konz. HCl schnell, H₂SO₄ kaum, HNO₃ stürmisch, in der Wärme mit 2 n-HCl oder -H₂SO₄ stürmisch, -HNO₃ schnell, mit konz. HCl oder HNO₃ explosionsartig, H₂SO₄ schnell. Mit verd. oder konz. NaOH sowohl in der Kälte wie in der Wärme keine Reaktion. Löst sich in verd., nicht oxydierenden Säuren unter H₂-Entwicklung. Konz. H₂SO₄ wird in der Hitze zu SO₂, 70%ige H₂SO₄ zu H₂S reduziert. Zers. sich bei trockener Erhitzung im evakuierten Gefäß (Anheizgeschwindigkeit 5°/Min.) bei 440° innerhalb weniger Minuten, zeigt bei der isothermen Zers. bei 360°, 405°, 445° konstante Zersetzungsgeschwindigkeiten; anscheinend sind die gemessenen Drucke weit von den Gleichgewichtsdrücken entfernt. D. pyknometr. bei 25° mit Petroleum als Sperrfl. = 7,71 im Mittel. D.₂₅ berechnet = 7,66. 2. *Krystallstruktur u. Gitterkonstante*: Hexagonal dichteste Packung von Ni-Atomen. a = 2,664₆ ± 0,001₂ Å, c = 4,298₂ ± 0,002₅ Å, c/a = 1,613. Die so dargestellte Elementarzelle enthält ²/₃ Moll. Ni₃N. Röntgendichte D. = 7,91. Wie das Fe₂N ist das Ni₃N eine typ. Einlagerungsverbindung. Es ergeben sich keine Anhaltspunkte für ein breites Phasengebiet des Ni₃N. — 3. *Lokalisierung des Stickstoffs in dem Nickelnitridgitter*. Eine Überstrukturlinie läßt auf einen orientierten Einbau des N im Gitter schließen. Unter Berücksichtigung dieser Linie ergeben sich die hexagonalen Gitterkonstanten zu a = 4,615₃ Å, c = 4,298₅ Å, c/a = 0,931. Die Elementarzelle enthält dann 2 Molekeln. Atomlage des Stickstoff: in (c): ¹/₃, ²/₃, ¹/₄; ²/₃, ¹/₃, ³/₄ oder in (d): ¹/₃, ²/₃, ³/₄ (zwischen beiden Lagen kann nicht entschieden werden); des Ni: in (g): ²/₃, 0, 0; 0, ²/₃, 0; ²/₃, ²/₃, 0; ²/₃, 0, ¹/₂; 0, ²/₃, ¹/₂; ²/₃, ²/₃, ¹/₂. Der Stickstoff befindet sich in der Mitte eines Oktaeders aus Ni-Atomen, um jedes Ni-Atom sind 2 N-Atome angeordnet. Nächster Abstand Ni—N = 1,877 Å, N—N = 3,423 Å, Ni—Ni = 2,665 Å. — 4. *Löslichkeit von N₂ in Ni*: Die Löslichkeit von N₂ in Ni ist sehr gering. Ni-Metall vermag bei Behandlung mit strömendem NH₃ bei 445° bis zu 0,07% N₂ zu lösen. — Zum Schluß bringen Vff. einen Vgl. des Ni₃N mit Cu₂N, Cr₂N, Mn₂N, Fe₂N, Co₃N. (Z. anorg. allg. Chem. 251. 201—12. 6/4. 1943. Heidelberg, Univ., Chem. Inst., Abtlg. f. Anorgan. Chemie.)

ERNA HOFFMANN

H. Brintzinger, H. Thiele und Ursula Müller, *Komplexverbindungen und Salze der Äthylendiamintetraessigsäure*. (Vgl. C. 1942. II. 1216 u. 1217). 1. *Blei(II)-äthylendiamintetraacetat*, Pb₂(C₁₀H₁₂N₂O₈)·H₂O (I). Aus einer Lsg. von 5 g Äthylendiamintetraessigsäure (II) u. 5,7 g Bleinitrat in 800 ccm sd. W. auf Zusatz von H₂O₂ beim Eindampfen als weißer Nd. in Form seidig glänzender Blättchen. Die gleiche Verb. aus einer Lsg. von 5,8 g II u. 13 g Bleiacetat in 800 g H₂O beim Eindampfen. Blättchen, in W. schwer lösl., geben beim Erhitzen auf 160° das 1 Mol. Krystallwasser ab. Wss. Lsg. der Substanz zeigt folgende Rkk.: Mit H₂S Bldg. von PbS, mit H₂SO₄ von PbSO₄, mit KJ von PbJ₂, mit K₂CrO₄ von gelbem PbCrO₄. Das Pb ist demnach nicht komplex gebunden, sondern salzartig an I. 2. *Natrium-Kobalt(III)-äthylendiamintetraacetat*, Na[Co(C₁₀H₁₂N₂O₈)]·4 H₂O (III): 5 g CoSO₄ in etwa 300 ccm H₂O lösen, zum Sieden erhitzen mit 5,2 g festem II versetzen. Lsg. ist dann rotviolett. Mit reichlich Na-Chlorit oxydieren, Lsg. wird dunkelrotviolett. Heiß filtrieren, stark einengen. Nach längerem Stehen Abscheidung von III in rotvioletten Stäbchen, absaugen, aus h. W. zweimal umkrystallisieren, an Luft trocknen. Verliert bei 150° 4 Mol. Krystallwasser. Wss. Lsg. verändert sich mit NaOH, NH₃ oder NH₄SCN nicht. KCN entfärbt die Lsg. u. bildet K₃[Co(CN)₆]. Ammonsulfid bewirkt geringe CoS-Abscheidung. Co ist also komplex gebunden. 3. *Chrom(III)-äthylendiamintetraessigsäure H[Cr(C₁₀H₁₂N₂O₈)]* (IV). Lsg. von 5 g wasserfreiem CrCl₃ mit einer Spur Cr (II)-Salz in W. zum Sieden erhitzen, mit 9,2 g festem II versetzen. Die grüne Lsg. wird violett, heiß filtrieren, eindampfen. IV kryst. nach einiger Zeit als dunkelviolette, unregelmäßige Krystalle, teilweise verunreinigt durch II. In W. leicht lösl. u. umkrystallisierbar. Kein Nd. der wss. Lsg. mit NaOH oder NH₃, dagegen dabei Blaufärbung. 4. *Eisen(III)-äthylendiamintetraessigsäure, H[Fe(C₁₀H₁₂N₂O₈)]* (V). Aus einer Eisenhydroxydaufschlammung beim Versetzen mit festem II in der Siedehitze. Es muß noch etwas Fe(OH)₃ ungelöst bleiben. Abfiltrieren, goldgelbe Lsg. stark einengen. Nach tagelangem Stehen goldgelbe, unregelmäßige Krystalle, aus W. umkrystallisieren, an Luft trocknen. In W. sehr leicht löslich. Verliert bei 130° W. unter Orangegefärbung. Wss. Lsg. wird mit NH₃ tiefrot, gibt mit NH₄S schwarzen Nd., mit NaOH rotbraunen, mit NH₄SCN Rotfärbung, mit K-Cyanoferrat (II) Berliner Blau. Das Fe-Ion ist nur schwach komplex, in der Hauptsache salzartig gebunden. 5. *Ammonium-Eisen(III)-äthylendiamintetraacetat, NH₄[Fe(C₁₀H₁₂N₂O₈)]·H₂O* (VI). Zur ammoniakal. Aufschlammung von Fe(OH)₃ so viel festes II geben, bis fast alles Fe(OH)₃ gelöst ist, kochen, heiß fil-

trieren, dunkelrote Lsg. stark einengen. Tagelang stehen lassen, gelbbraun, unregelmäßige Krystalle. Sehr leicht lösl. in W., umkrystallisierbar. Verliert bei 120° 1 Mol Krystallw., zers. sich bei höheren Temperaturen. Die wss. Lsg. gibt mit (NH₄)₂S schwarzen Nd., mit NaOH Fe(OH)₃, mit K-Cyanoferrat Berliner Blau, mit NH₄ SCN in HCl-Lsg. Rotfärbung, mit NH₃ tiefrote Färbung. Verb. ist schwach komplex.

6. *Lanthanäthylendiamintetraacetat*, LaH(C₁₀H₁₂N₂O₈) (VII) 5,9 g Lanthansulfat in etwa 700 ccm H₂O aufschlämmen, erhitzen, u. 5 g feste II zugeben. Außerst feinpulveriger, weißer Niederschlag. In W. sehr schwer lösl.; prakt. unlöslich. Kann infolge seiner Schwerlöslichkeit zur La-Best. wie zur Trennung des La von anderen Ionen verwendet werden.

7. *Neodymäthylendiamintetraacetat* NdH(C₁₀H₁₂N₂O₈) (VIII): Zu 4 g Neodymchlorid in etwa 800 ccm sd. H₂O wird soviel II gegeben, als sich gerade löst. Heiß filtrieren, längere Zeit eindampfen. Feinpulveriger, schwach rosafarbener Nd., Absaugen, aus W. umkrystallisieren, an Luft trocknen. Wss. Lsg. gibt mit Oxalsäure feinkrystallinen weißen Nd.

8. *Thoriumäthylendiamintetraacetat* Th(C₁₀H₁₂N₂O₈) · 2 H₂O (IX): Sd. Lsg. von 5,3 g von II in etwa 700 ccm W., 10 g Thoriumnitrat zugeben, filtrieren, etwas einengen. Feine, weiße, schillernde Blättchen. In W. ziemlich schwer löslich. Verliert bei 140° 1½ Mol Krystallwasser, bei 214° den Rest. Wss. Lsg. gibt mit NaOH weißen flockigen, mit Oxalsäure weißen feinkrystallinen Niederschlag.

9. *Uran(IV)-äthylendiamintetraacetat*, U(C₁₀H₁₂N₂O₈) · 2 H₂O (X). Sd. Lsg. von 5 g II. in 700 ccm W. mit 8,6 g U(IV)-Sulfat versetzen. Grasgrüne Lsg., filtrieren, einengen. Schwach grüne, feine Blättchen. Verlieren bei 135° 2 Mol W. Wss. Lsg. gibt mit NaOH braunen, flockigen mit (NH₄)₂S in der Hitze ebensolchen Nd., mit K-Cyanoferrat rotbraune Färbung, mit Oxalsäure grünen, krystallinen Niederschlag. (Z. anorg. allg. Chem. 251. 285—94. 4/5. 1943. Jena, Friedrich-Schiller-Univ., Inst. f. techn. Chemie.)

ERNA HOFFMANN

D. Organische Chemie.

D₁. Allgemeine und theoretische organische Chemie.

H. Staudinger, *Über die Formbeständigkeit der Makromoleküle*. 313. Mitt. über makromolekulare Verbindungen. (312. vgl. C. 1944. II. 104.) Vf. führt die Argumente auf, die dafür sprechen, daß die organ. Makromoll. im festen u. im gelösten Zustand formbeständig sind. Der Beweis hierfür wird bes. aus dem Viscositätsverh. der makromol. Stoffe erbracht. An der Aussprache beteiligten sich E. JENCKEL, G. KRÄNZLEIN, O. KRATKY, W. BUCHMANN, G. V. SCHULZ, F. H. MÜLLER, A. SCHOB u. P. THIESSEN (vgl. im Original). (Kunststoffe Kunststoff-Techn. u. Anwend. 33. 197—204. Aug. 1943. Freiburg i. Br., Univ., Forsch.-Abtlg. für makromol. Chemie.)

LANTZSCH

E. Husemann, *Übermikroskopische Untersuchungen an hydrolytisch abgebauten Fasern*. Die Fasern werden auf Polymerisationsgrade unter 200 abgebaut, zerquetscht u. mikroskop. u. ultramkr. auf ihre Struktur untersucht. Ramie u. Baumwolle spalten in Fibrillen verschied. Länge u. Dicke auf bis zur Grenze des Auflösungsvermögens des Übermikroskops. Eine Hautsubstanz konnte nicht festgestellt werden. Die Fasern von Arundo donax- u. Holzcellulose spalten ähnlich auf wie Baumwolle u. Ramie. Mkr. unterscheiden sich Ramie u. Zellwollenkaum. Im Übermikroskop sind die Fibrillen der Zellwollen dicker u. gehen am Rand meist in eine homogene Schicht über. Bei längerem Abbau zerfallen sie vollständig in eine strukturlose Masse. — Seide zerfällt nach kurzer Säurebehandlung in feine Fibrillen, die kontrastreicher sind als Cellulosefasern. Bei weitergehendem Abbau resultieren viele kleine, häufig verbogene kurze Stäbchen. — Die Mikroaufnahmen von hydrolysierter Wolle zeigen die Aufspaltung in Spindeln. Im übermkr. Bild fallen dicke, durchscheinende Faserstränge auf, die eine möglicherweise lamellenartige Struktur erkennen lassen. — Polyamidfasern zerfallen nach kurzem hydrolyt. Abbau leicht in Fibrillen, die bei übermkr. Betrachtung der Wolle ähneln. Die Neigung zur Feinaufspaltung ist gering. (J. makromol. Chem. [3] 1. 16—27. 12/8. 1943. Freiburg i. Br., Univ., Forschungsabtlg. f. makromol. Chemie.)

LANTZSCH

Lars Gunnar Sillén, *Über die Zerfallsgesetze beim Abbau hochpolymerer Ketten*. Beim Abbau langer Polymerenketten AR kann der jeweilige Zustand im entstehenden Polymerengemisch durch die Mengen z_n der verschied. Polymeren A_n , durch den Spaltungsgrad α (= beim Abbau aufgelöste Bindungen : anfangs vorhandene Bindungen) u. durch den chem. oder aus der Viscosität gemessenen Polymerisationsgrad P_c bzw. P_v gekennzeichnet werden. Es werden die folgenden Fälle betrachtet: 1. Alle Bindungen zerfallen mit derselben Geschwindigkeitskonstanten k . 2. Gewisse „ausgezeichnete“ Bindungen zerfallen mit $k(1+p)$, alle übrigen mit k , also 2 Zerfallskonstanten. Ausgezeichnet können sein a) Endbindungen einer Art, b) Endbindungen beider Arten, c) Bindungen am 2. Glied, d) Bindungen am 2. u. 3. Glied. 3. Drei Zerfallskonstanten, die Bindungen am 2. Glied zerfallen mit $k(1+p+q)$, alle anderen Endbindungen mit im Mittel $k(1+p/2)$, alle übrigen Bindungen mit k . Die Differentialgleichungen für die z für diese Fälle werden abgeleitet; sie sind immer grundsätzlich lösbar, wenn R endlich ist. Wenn die exakten Lsgg. für Berechnungen zu verwickelt werden, empfehlen sich zwei Näherungen: Bei geringem Zerfall: alle Bindungen zerfallen gleich schnell; bei weiterem Zerfall: die anfänglichen Ketten waren = ∞ . Ausdrücke für z_n , α , P_c u. P_v werden angegeben, ein vorkommendes Integral $\int_x^1 e^{-px} x^s dx$ wird auf eine auswert-

bare Reihe zurückgeführt. Frühere Arbeiten anderer Autoren über die gleichen Probleme werden erörtert. Einige der hier gefundenen Formeln wurden bereits von anderen Vff., bes. von W. KUHN (C. 1932. II. 2140) auf anderem Wege abgeleitet. (Svensk kem. Tidskr. 55. 221—38. Aug. 1943. Stockholm, Univ., Inst. f. allgem. u. anorgan. Chem.)

REITZ

Lars Gunnar Sillén, *Über Berechnungen am Abbau hochpolymerer Ketten*. An Beispielen aus der Literatur (Abbau von Filtrierpapier in Phosphorsäure, von Baumwolle u. Cellulose in Schwefelsäure) wird erläutert, wie die in der vorst. ref. Mitt. abgeleiteten Formeln zur numer. Berechnung der Zerfallskonstanten aus der experimentell bestimmten zeitlichen Änderung des viscosimetr. ermittelten Polymerisationsgrades P_v verwendet werden können. Die Formeln gelten zunächst nur für Lsgg. von Moll. mit einer definierten Anfangskettenlänge (monodisperse Lsgg.) u. sind bei einem nur schmalen Band von Kettenlängen ebenfalls verwendbar. Für unendliche Kettenlänge vereinfachen sie sich. Wenn bereits am Anfang des Vers. ein polydisperses Polymerengemisch vorlag, ist es zweckmäßiger, die Formeln für ursprünglich unendliche Kettenlänge zu verwenden u. für den anfänglichen Verteilungszustand eine zeitliche Korrektur einzuführen. In dem durchgerechneten Fall der Cellulose scheint dieses Verf. der Polymerenverteilung tatsächlich Rechnung zu tragen. Auch die Auswertung des chem. (z. B. osmot.) gemessenen Polymerisationsgrades P_c wird besprochen, wobei für eine Hilfsfunktion eine Tabelle aufgestellt wird. (Svensk kem. Tidskr. 55. 266—79. Sept. 1943. Stockholm, Univ., Inst. f. allg. u. anorgan. Chem.)

REITZ

H. A. Krebs, *Die Einwirkung anorganischer Salze auf die Ketonspaltung von Oxalessigsäure*. Wie KRAMPITZ u. WERKMANN (vgl. Biochemic. J. 35. [1941]. 595) fanden, wird die Zers. von *Oxalessigsäure* (I) durch Mg-Ionen beschleunigt. Vf. untersucht nun die Einw. verschied. anorgan. Salze auf die Zers. der I. Hierzu wurden 0,02 Moll. I, die nach WOHL u. Mitarbeitern (Ber. dtsh. chem. Ges. 40. [1907]. 2308) hergestellt u. nach FENTON u. JONES (J. chem. Soc. [London] 77. [1900]. 77) umkrystallisiert wurde, in 3 ml 0,3-mol. Acetatpuffer ($p_H = 5,0$) bei 40° mit einem anorgan. Salz versetzt u. die CO_2 -Entw. manometr. bestimmt. Die katalyt. Aktivität ist den Kationen zuzuschreiben; Anionen sind nicht wirksam. Ferner sind alle einwertige Kationen (Na, K, Ag) unwirksam. Von den mehrwertigen Kationen sind Cu- u. Al-Ionen am aktivsten. Für den Effekt der H^+ -Ionen wurde gefunden, daß ein Zersetzungs-Optimum bei $p_H = 4,0$ vorhanden ist. — Die Stabilität von *Acetessigsäure*, *Mesoxalsäure*, α -*Ketoglutarsäure* u. *Brenztraubensäure* (II) kann durch den Zusatz von Al-Ionen nicht beeinflusst werden, während *Acetondicarbonsäure* (III) eine schnelle Spaltung durch den Zusatz von $Al_2(SO_4)_3$ u. Anilincitrat erfährt. Der katalyt. Effekt ist damit auf β -Ketodicarbonsäuren beschränkt. — I u. III liefern mit $HgNO_3$ einen weißen oder grauen Nd.; die anderen Säuren zeigen diese Erscheinung nicht. Die Rk. kann benutzt werden, um I in kleinen Mengen neben II nachzuweisen. — Vorr., stabile Lsgg. von I durch wiederholtes Umkrystallisieren oder durch Behandeln mit metallbindenden Reagenzien (z. B. Dithizon) zu erhalten, waren erfolglos. (Biochemic. J. 36. 303—05. April 1942. Sheffield, Univ.)

GOLD

P. M. Heertjes, R. Bakker und J. C. van Kerkhof, *Über die Farbe und die Konstitution einiger Aminobenzolderivate*. I. Es werden die Absorptionsspektren zwischen 2200—6800 Å folgender Substanzen untersucht: *N-Dimethylanilin* (I), *N-Diäthyl-*

anilin (II), *N*-Dipropylanilin (III), *p,p'*-Tetramethyldiaminotriphenylmethan (Leukomalachitgrün) (IV) *p,p'*-Tetraäthyldiaminotriphenylmethan (Leukobrightgrün) (V), *p,p'*-Tetrapropyldiaminotriphenylmethan (VI), *p,p'*-Tetramethyldiaminotriphenylcarbinol (VII) (Carbinolbase des Malachitgrüns). Die Carbinolbasen von V u. VI konnten nicht genügend rein erhalten werden. Die Spektren von Anilin (VIII), I, II u. III wurden in Hexan aufgenommen. Es zeigt sich, daß beim Ersatz der H-Atome der NH₂-Gruppe von VIII durch Alkylgruppen der Charakter des Absorptionsspektr. unverändert bleibt, aber daß die Kurve nach längeren Wellen verschoben wird u. daß die Absorptionskoeff. sehr stark zunehmen. Der Ersatz des H durch CH₃ übt den größten Einfl. aus. Je größer die Alkylgruppen werden, um so geringer wird die Verschiebung, während die Höhe der Absorptionskurve der Dialkylaniline fast gleich bleibt. Man kann noch nicht entscheiden, ob bei weiterer Vergrößerung der Substituenten die Verschiebung an Größe abnimmt, oder ob sie einem konstanten Endwert zustreben wird. Die Spektren von IV, V u. VI zeigen dasselbe Verhalten. Ein Vgl. von VII u. IV zeigt, daß sich die Spektren nur wenig voneinander unterscheiden. Es folgt daraus, daß die OH-Gruppe in der Carbinolbase nur einen geringen opt. Einfl. besitzt, was in Analogie zu dem Verh. der aliph. Alkohole zu dem Schluß führt, daß die OH-Gruppe am gesätt. C-Atom sitzt. Dies ist in Übereinstimmung mit der Formel für VII. Setzt man der wss. Lsg. von IV 3—5 Mol HCl pro Mol IV zu, so erfüllen die Lsgg. nicht mehr das LAMBERT-BEERSche Gesetz, u. die Absorptionskurve ist nach kürzeren Wellen verschoben, während die Absorptionskoeff. abgenommen haben. Dies kann durch die Bldg. eines Aminochlorhydrates erklärt werden, das dissoziiert u. dessen Spektr. dem des KW-stoffs, von dem sich das Amin ableitet, ähnlich ist. Es ist möglich, für jede Verdünnung durch Änderung des Verhältnisses Säure zu Base die Dissoziation völlig zurückzudrängen. Versetzt man die wss. Lsg. von VII mit HCl im Verhältnis 1:3, so folgen die Lsgg. dem LAMBERT-BEERSchen Gesetz, u. ihre Absorption ist nach langen Wellen bis ins Sichtbare verschoben. Fügt man nun noch mehr Säure zu, so scheint die erste Rk., die zu der Verschiebung nach langen Wellen geführt hat, durch eine zweite überlagert zu werden, die eine Salzbildung bewirkt. Es treten jetzt ebenfalls die Erscheinungen der Dissoziation auf. Die Abhängigkeit der Absorption von dem Verhältnis Säure zu Base wird untersucht. Die Farbstoffbildung durch die Hinzufügung einer geringen Säuremenge zu VII bewirkt eine solche Änderung im Mol., daß man es nicht mehr als ein einfaches arom. Amin ansehen kann. Das Spektr. des Malachitgrüns (IX) hat im Sichtbaren zwei Maxima bei 425 μ u. 615—620 μ . Das letztere Maximum ist viel höher als das erste u. da die Komplementärfarben Gelb u. Blau Grün ergeben, erklärt sich so die blaugrüne Farbe einer Lsg. von IX. Wird zu dieser Lsg. etwas Säure hinzugegeben, so wird sie grün, da sich das Maximum bei 615—620 μ schneller erniedrigt als das bei 425 μ . Für die grüne Lsg. besitzen sie beide dieselbe Höhe. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 62. 737—44. 1943. Delft, Labor f. angew. Chemie.)

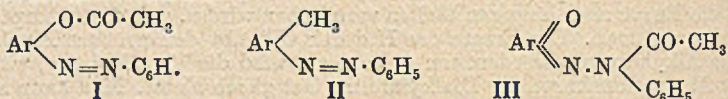
LINKE

P. M. Heertjes, J. C. van Kerkhof und K. A. de Vries, *Über die Farbe und die Konstitution einiger Aminozonderivate*. II. (I. vgl. Vorst. Ref.) Es werden die Absorptionsspektren von 2200—6800 Å gemessen von *p*-Dimethylaminotriphenylmethan (I), *p*-Trimethylaminotriphenylcarbinol (II), *p,p',p''*-Hexamethyltriaminotriphenylmethan (IV), (Leukokristallviolett), u. *p,p',p''*-Hexamethyltriaminotriphenylcarbinol (V) (Carbinolbase des Kristallviolettis). Die Reinigung von V wurde durch Ausfällen aus der Lsg. in Aceton durch portionsweises Zugeben von verd. wss. NaOH vorgenommen. Die Spektren zeigen, daß auch bei diesen Verbb. der Ersatz eines H-Atoms durch eine OH-Gruppe opt. nur einen geringen Einfl. ausübt. Die Kurven der Verbb. zeigen eine auffällige Übereinstimmung in der Form, jedoch sind sie in ihrer Feinstruktur verschieden. Das erste Maximum liegt konstant bei 2640 Å, während die Substitution eines H durch OH einen schwachen hypsochromen Effekt auf das zweite bei 3040 Å gelegene Maximum ausübt. Dieser Effekt wird geringer in dem Maße wie Dimethylaminogruppen in *p*-Stellung in das Mol. eingeführt werden. Die vertikale Verschiebung der Spektren ist viel größer als die horizontale. Jede neue Einführung einer Dimethylaminogruppe in *p*-Stellung zum zentralen C-Atom in die Monoaminverbb. erhöht die Absorption. Die zweite Gruppe wirkt jedoch schwächer als die erste usf. Das Verh. in HCl-Lsg. ist dasselbe wie beim Malachitgrün usw. Es wird vorgeschlagen, die *p*-chinoide Formel zu benutzen, da sie trotz ihrer Mängel die Verhältnisse am besten wiedergäbe. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 62. 745—52. 1943. Delft, Labor. für angew. Chem.)

LINKE

P. Ramart-Lucas, *Über die Struktur der acetylierten Derivate der Oxyazofarbstoffe gemäß ihren Absorptionsspektren*. I. Allgemeines. (Vgl. C. 1943. II. 1618, 1701). Nach einer ausführlichen Schilderung der bisherigen chem. u. physikal. Unterss. werden die Absorptionskurven im Gebiet zwischen 6000—3000 Å wiedergegeben von Acetoxyazo-

benzol, *N*-Acetylchinonhydrazon, Azobenzol, Benzolazo-*p*-kresol, 2-Acetoxy-4-oxiazobenzol, 4-Oxiazobenzol, Acetylbenzolato- α -naphthol u. α -Benzolazonaphthalin. Nach bisher nicht veröffentlichten Experimenten ist das Absorptionsspektr. eines acetylierten einfachen Phenols Ar-O-CO-CH₃ dem des entsprechenden KW-stoffs Ar-CH₃ sehr ähnlich. Infolgedessen sollte bei der gleichen Lage der Dinge bei den Azokörpern folgender Fall vorliegen. Das Spektr. von I sollte dem von II sehr ähnlich sein u. sich grundlegend von dem des III unterscheiden.



Aus den Kurven geht hervor, daß die Acetylderivate eine Absorption besitzen, die der des Azo-KW-stoffes derselben Serie sehr ähnlich ist. Noch besser wäre die Übereinstimmung, wenn wirklich die Acetylgruppe durch die Methylgruppe ersetzt würde. Man kann also den Acetylderivv. die Struktur von Azophenolestern geben. Es wird darauf hingewiesen, daß hieraus kein Schluß auf die Konst. der freien Verb. gezogen werden darf. Diese können in Lsg. im Gleichgewicht beider Formen vorhanden sein oder bei der Acetylierung innermol. Umwandlungen erleiden. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 11. 75—61. Jan./Febr. 1944.)

LINKE

Pauline Ramart-Lucas, *Die Struktur der Oxiazofarbstoffe gemäß ihren Absorptionsspektren. Spektralanalyse der acylierten Oxiazoverbindungen.* Kurze Mitt. zu der vorst. referierten Arbeit. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 215. 468—70. 3.—30/11. 1942.)

LINKE

Marie-Louise Delwaille, *Beitrag zum Studium der Ramanspektren von Dihalogenmethanderivaten. Identifizierung der neun Grundschwingungen von Methylendibromid.* Um die 9 Grundschwingungen des Methylendibromids mit Sicherheit festzulegen, wurden die RAMAN-Spektren mit Depolarisationsgraden von CH₂Br₂, CH₂BrCl u. CH₂BrF aufgenommen. Mit Ausnahme von zwei Deformationsfrequenzen wurde eine einwandfreie Zuordnung erreicht. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 217. 172—74. 2/30. 8. 1943.)

GOUBEAU

R. Fonteyne, *Beitrag zur Kenntnis des „A-Effektes“. Das Ramanspektrum und die Potentialfunktion des leichten und schweren Formiat-Ions.* Vor allem in den Berechnungen ausführlichere Darst. der bereits C. 1944. I. 536 referierten Arbeit. (Naturw. wetensch. Tijdschr. 25. 173—85. 20/8. 1943. Gent, Univ., Labor. v. Alg. Scheikunde.)

GOUBEAU

Everett J. Hoffman, G. E. Boyd und A. W. Ralston, *Untersuchungen über hochmolekulare Amine und ihre Salze. V. Lösliche und unlösliche Filme der Aminhydrochloride.* (IV. vgl. RALSTON, HOERR u. HOFFMAN, J. Amer. chem. Soc. 64. [1942. 97.] In der vorliegenden Mitt. werden langkettige kation. koll. Elektrolyte auf ihr Oberflächenverh. hin untersucht; aus der Temp.- u. Zeit-Abhängigkeit der Oberflächenspannung bei wss. Lsgg. von Dodecylaminchlorhydrat (I) hoffen Vff. einen besseren Einblick in die genannten Vorgänge zu bekommen (vgl. auch ALEXANDER C. 1941. II. 1129).—Verschied. konz. Lsgg. von I in über Phosphorsäure u. KMnO₄ dest. W., von bekannter D., werden zwischen 25 u. 50° in einem von HARKINS u. JORDAN (J. Amer. chem. Soc. 52 [1930]. 1751) benutzten App. nach der Ringmethode gemessen. In 3 Figg. ist die Abhängigkeit der Oberflächenspannung, bzw. der Filmdrucke $\pi = \gamma_0 - \gamma$ (γ_0 = Oberflächenspannung von W.) von der Konz. u. von der Zeit graph. dargestellt. Aus den Ergebnissen geht hervor, daß innerhalb des gewählten Temp. Bereiches von der Temp. im wesentlichen unabhängig ist. π nimmt für eine bestimmte Konz. mit steigender Temp. ab, — $\Delta\pi / \Delta T$ ist dabei konstant, so daß bei höherer Temp. die Adsorption in der Oberfläche geringer ist. Ebenso hat die Temp. auf die Geschwindigkeit der Bldg. eines Gleichgewichtes in der Zeitabhängigkeit bei einer 5 · 10⁻³-n. Lsg. nur geringen Einfl. (vgl. ADAM u. SHUTE, C. 1939. II. 3271), was auf eine niedrige Aktivierungsenergie der Adsorption schließen läßt. Die Ladung der Paraffinkettensalze ist ohne Effekte (vgl. auch Mc BAIN u. MILLS, C. 1939. II. 2899).—Die Isothermen für Filme von Octadecylaminchlorhydrat (II) auf 10⁻²-n. HCl, HBr u. H₂ bei 19,9, 25,1 u. 30,3° werden nach der von NUTTING u. HARKINS (C. 1939. II. 832) beschriebenen Meth. bestimmt; in den beiden letzten Fällen entsprechen die Filme der Hydrobromid bzw. Hydrojodid. Ferner werden HClO₄, HNO₃, H₂SO₄, H₂CrO₄, H₃PO₄ in einer Konz. von 10⁻²-n. benutzt. Für die Tatsache, daß bei größeren Schichten die Hydrojodidfilme einen geringeren Druck ausüben als die Hydrobromide u. Hydrochloride, sind nach Ansicht der Vff. die VAN DER WAALSschen Anziehungskräfte, die in der Reihenfolge J⁻ > Br⁻ > Cl⁻ abnehmen, verantwortlich zu machen. Bei g

ringeren Schichten ist die Größe der anion. Gruppe der bestimmende Faktor; alle Filme brechen bei ≈ 30 dyn/cm. Bei den genannten Sauerstoffsäuren werden mit zunehmender Wertigkeit der Anionen die Filme zu enger begrenzten Mol.-Schichten bei hohen Film-Drucken zusammengedrängt. Nach den gefundenen Werten scheinen jedoch spezif. Effekte von größerer Bedeutung zu sein als einfache stereochem. Einflüsse. (J. Amer. chem. Soc. 64. 498—503. 6/3. 1942. Chicago, Ill., Univ. Res. Labor. Armour and Co.)

GOLD

A. W. Ralston und C. W. Hoerr, *Untersuchungen über hochmolekulare aliphatische Amine und ihre Salze*. VI. *Elektrische Leitfähigkeiten wässriger Lösungen der Hydrochloride von Octyl-, Decyl-, Tetradecyl- und Hexadecylamin*. (V. vgl. vorst. Ref.) In Fortsetzung der früher mitgeteilten Unterss. werden die Leitfähigkeiten der Lsgg. von Octyl- (I), Decyl- (II), Tetradecyl- (III) u. Hexadecylaminchlorhydrat (IV) gemessen. Die Amine konnten nach bekannten Verff. aus Nitrilen u. Dest. im Vakuum erhalten werden; die Zugabe der äquivalenten Menge HCl liefert die gewünschten Hydrochloride, für die ein F. nicht bestimmt werden konnte. Die Äquivalentfähigkeit wird bei 20, 40 u. 60° bestimmt (4 Tabellen vgl. Original), $\sqrt{N_v}$ gegen Δ aufgetragen (1 Figur vgl. Original) u. die erhaltenen Kurven mit denen von Dodecyl- (V) u. Octadecylaminchlorhydrat verglichen (vgl. IV. Mitt. RALSTON, HOERR u. HOFFMAN, J. Amer. chem. Soc. 64. [1942]. 97.) Hierbei verhält sich I einem starken Elektrolyten ähnlich, während die höheren Glieder II—IV das typ. Verh. koll. Elektrolyte zeigen; die starke Zunahme der Leitfähigkeit in verd. Lsgg. ist auf die Bldg. kleiner stark leitender Micellen zurückzuführen (vgl. Mc BAIN, DYE u. JOHNSTON, C. 1940. I. 2144). Der scharfe Knick der Kurven u. der folgende starke Abfall bei 0,04 N_v (C_{10}), 0,013 N_v (C_{12}), 0,004 N_v (C_{14}), 0,0008 N_v (C_{16}) u. 0,0003 N_v (C_{18}) entspricht dem der Alkylsulfonate mit den entsprechenden Paraffinketten. Die bei 30° gemessenen Viscositäten von V-Lsgg. zeigen, daß die scharfe Viscositätsänderung bei 0,7 mol. Lsgg. nicht mit der Leitfähigkeitsänderung zusammenfällt. Die Ergebnisse werden eingehend diskutiert. (J. Amer. chem. Soc. 64. 772—76. April 1942. Chicago, Ill., Res. Labor. of Armour and Comp.)

GOLD

A. W. Ralston, C. W. Hoerr und W. O. Pool, *Löslichkeit einiger normaler aliphatischer Amide, Anilide und N,N-Diphenylamide*. Die Löslichkeiten der Amide, Anilide u. N,N-Diphenylamide von Capron-, Laurin-, Palmitin- u. Stearinsäure sowie der Amide von Capryl- u. Myristinsäure werden in folgenden Lösungsmitteln zwischen 10° u. dem Kp. der Lösungsmittel bestimmt: In Bzl., Cyclohexan, CCl_4 , Äthyl- u. Butylacetat, Aceton, 2-Butanon, Methanol, 95%igem A., Isopropanol, n-Butanol, Nitroäthan, Acetonitril. Die FF. der sorgfältig gereinigten Amide u. substituierten Amide werden angegeben. (J. org. Chemistry 8. 473—88. Sept. 1943. Chicago, Ill., Armour u. Co., Res. Labor.)

REITZ

D₂. Präparative organische Chemie. Naturstoffe.

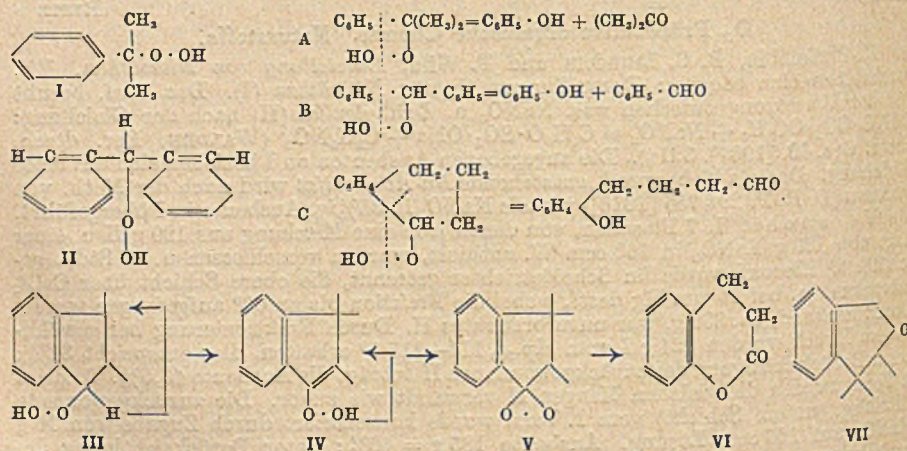
H. McCombie, B. C. Saunders und F. Wild, *Darstellung von Nitroäthan*. Vff. beschreiben eine bequeme Darstellungsmeth. für Nitroäthan (I). Das Verf. beruht auf der Umsetzung zwischen wss. $NaNO_2$ u. Diäthylsulfat (II) nach der Gleichung: $C_2H_5 \cdot O \cdot SO_2 \cdot OC_2H_5 + NaNO_2 = C_2H_5 \cdot O \cdot SO_2 \cdot ONa + C_2H_5NO_2$ (WALDEN, Ber. dtsh. chem. Ges. 40. [1907]. 3214). Die angegebenen Ausbeuten an I beziehen sich auf diese Gleichung. Das als Nebenprod. entstehende Na-Äthylsulfat wird nach der Meth. von KRAUSE (D. R. P. 294 755 [1916]) mittels $NaNO_2$ in 35%ig. Ausbeute in I übergeführt.

Versuche. 1. 7 Flaschen, von denen jede eine Mischung aus 120 g II u. einer Lsg. von 120 g $NaNO_2$ in 160 ccm W. enthielt, wurden verschlossen u. 20 Stdn. geschüttelt. Hierauf wurde im Scheidetrichter getrennt, die obere Schicht über $CaCl_2$ getrocknet u. bei 14 mm Hg dest., wobei die Fraktion bis zu 60° aufgefangen wurde. Der Rückstand, ca. 230 g, war unverbrauchtes II. Durch Fraktionierung bei gewöhnlichem Druck wurden 124 g I vom Kp.₇₆₀ 114—115,5° erhalten, dies entspricht 31%; unter Berücksichtigung des zurückgewonnenen II beträgt die Ausbeute 43,5%. 2. Beim 2. Vers. wurden die gleichen Mengen II verwandt wie zuvor. Die zurückgewonnene Nitritlsg. (untere Schicht) vom 1. Vers. wurde konzentriert durch Zugabe von 16 g $NaNO_2$ auf 160 ccm Lösung. Ausbeute 185 g = 46%; unter Berücksichtigung des zurückgewonnenen II beträgt sie 65% der Theorie. Für jeden weiteren Vers. wurden 16 g $NaNO_2$ auf 160 ccm der benützten Nitritlsg. zugefügt; Versuchsübersicht siehe im Original. (J. chem. Soc. [London] 1944. 24—25. Jan. Cambridge, Univ., Chem. Labor.)

PLEISTEINER

Heinrich Hock und Shon Lang, *Autoxydation von Kohlenwasserstoffen*. IX. Mitt. *Über Peroxyde von Benzolderivaten*. (VIII. vgl. C. 1944. I. 1282.) Die Autoxydation des Isopropylbenzols verläuft bei erhöhter Temp. u. kurzweiliger Belichtung vergleichs-

weise recht rasch. Wahrscheinlich wird das bewegliche H-Atom der Isopropylgruppe, außer durch die aromat. Doppelbindung, zusätzlich insofern gelockert, als sich dieser H an tert. gebundenem C befindet. — *Isopropylbenzylperoxyd* (I) ist eine gegen Wärme verhältnismäßig beständige Flüssigkeit. Die Peroxydred. liefert in hoher Ausbeute *Dimethylphenylcarbinol*. — Das feste Peroxyd II ergibt bei der Red. fast quantitativ Benzylaldehyd. — Bemerkenswert für die beiden Peroxyde ist der Verlauf der Aufspaltung des Mol. bei Einw. von verd. Säuren (vgl. Schema A u. B). — *Diphenylmethanperoxyd* ist auch nach etwa 6wöchigem Aufbewahren des ganz reinen Prod. unter Luft- u. Lichtabschluß weitgehend in Phenol u. Benzaldehyd zerfallen; beim Erwärmen des Peroxyds mit 10%ig. H₂SO₄ auf 100° ist die Spaltung bereits nach 15 Min. so weit fortgeschritten, daß sich etwa 40% des beim völligen Zerfall entstehenden Aldehyds als Semicarbazon isolieren lassen; bei gleichzeitigem Nachw. des Phenols als Benzoat. Bei längerer Einw. der Säure vollzieht sich dann die sek. Kondensation zwischen Benzaldehyd u. Phenol. — Isopropylbenzylperoxyd spaltet langsamer u. ist nach 1½ Stdn. zu etwa 75% zerfallen, daneben entsteht wahrscheinlich auch etwas Dimethylphenylcarbinol. — Auf Peroxyde mit olefin. Doppelbindung übertragen, würden bei dieser Spaltung sinngemäß Aldehyd bzw. Keton u. prim. Enol entstehen, das durch Umlagerung ebenfalls Aldehyd bildet. — HOCK u. SCHRADER (Brennstoff-Chem. 17. [1936]. 312) wiesen auf die untergeordnete Entstehung von *γ-o-Oxyphenylbuttersäure* bei der Darst. des *Tetralinperoxyds* hin, eine Rk., die sich auch bei mäßigem, längerem Erwärmen einer alkohol. Lsg. von Tetralinperoxyd mit etwas konz. H₂SO₄ in allerdings viel geringerem Umfang abspielt, u. die offenbar analog verläuft (vgl. Schema C). — *Inden* nimmt schon bei gewöhnlicher, bes. bei erhöhter Temp. sehr schnell O₂ auf; der aufgenommene O₂ läßt sich als Peroxyd zumeist nicht nachweisen; ebensowenig gelingt es, ein Peroxyd zu isolieren. Auch unter sehr milden Bedingungen ist die Beständigkeit offenbar so gering, daß alsbald Umlagerung unter Bldg. des *Lactons der Melilotsäure* (VI) stattfindet. Über die prim. vorübergehende Peroxydbldg. aus 1 Mol. KW-stoff u. 1 Mol. O₂, dessen Aufnahme an der durch 2 Doppelbindungen aktivierten Methylengruppe unter Entstehung einer Hydroperoxydgruppe erfolgt (III), herrscht jedoch kein Zweifel. — Das prim. Peroxyd III geht unter H-Wanderung u. Verschiebung der Doppelbindung zunächst in IV über. Die nunmehr am C mit Doppelbindung befindliche Hydroperoxydgruppe verhält sich analog einem Enol, was die Absättigung der Doppelbindung auslöst. Wahrscheinlich geht dem unter vorübergehender Ringöffnung erfolgenden Übergang in das stabile Endprod. VI noch die Reaktionsstufe V voran. Während sich, neben gleichzeitigen Harzbildungen, mindestens etwa 25% des prim. Peroxyds in dieser Weise umlagern, wird untergeordnet unangegriffener KW-stoff zu *2,3-Dihydroindenoxyd* (VII) bzw. -diol oxydiert.



Versuche. *Isopropylbenzylhydroperoxyd*, C₉H₁₂O₂; aus Isopropylbenzol (Kp.₇₆₀ 147—148°); bei 85° unter Belichtung mittels Hg-Dampf Lampe mit O₂, Kp._{0,1} 53°; Kp._{0,2} 60°; D₂₀ 1,06189; n_D²⁰ 1,52424; gefunden für C₉H₁₂O₂ M_D 44,418, für Isopropylbenzol M_D 40,390; das für die Peroxydgruppe gefundene Inkrement, das bei etwa 3,8—3,9 liegen dürfte, befriedigt nicht ganz; ist ein nach H₂O₂ riechendes Öl, das Glas nicht benetzt; reagiert mit Eisenpentacarbonyl sowie saurer KJ-Lsg.; Ein-

atmen der Dämpfe verursacht Atembeklemmung; entwickelt bei 165—170° langsam Gas. — *Na-Salz*, $C_9H_{11}O_2Na + 4 H_2O$; Nadeln, aus peroxydhaltigem Isopropylbenzol + konz. NaOH; auch aus mit 25%ig. NaOH versetztem Isopropylbenzol scheiden sich nach etwa 3 wöchigem Stehenlassen an der Luft Krystalle ab. — Isopropylbenzoperoxyd (I) gibt mit 20%ig. wss. Na_2SO_3 -Lsg. *Dimethylphenylcarbinol*, Kp.₁₀ 90°. — I gibt mit 10%ig. H_2SO_4 am Rückfluß u. nach Behandlung mit NaOH vermutlich *Dimethylphenylcarbinol*; aus dem Filtrat wurde mit Benzoylchlorid *Phenylbenzoat* abgeschieden. — *Diphenylmethanhydroperoxyd*, $C_{13}H_{12}O_2$ (II); aus Diphenylmethan bei 65° unter Belichtung mit Hg-Dampflampe u. O_2 u. Behandeln in Bzn. mit 25%ig. NaOH; Nadeln oder Säulen, aus Bzn. (Kp. 70—90°) u. Essigester (9 : 1), F. 51°; zers. sich beim Erhitzen auf 135° u. verpufft bei raschem Erhitzen oberhalb 170°. — Der Destillationsrückstand der Bzn.-Lsg. vom noch nicht umgesetzten Diphenylmethan gibt eine *Verb.* $C_{18}H_{12}O_7$; gelbe Nadeln, F. 278—280° (Zers.); ist wohl ein bis jetzt noch unbekanntes Triphenylmethanderivat. — Das Diphenylmethanperoxyd gibt bei Red. mit 20%ig. Na_2SO_3 -Lsg. *Benzhydrol*; Nadeln, aus Bzn. (Kp. 70—90°), F. 68°. — Über die Säurespaltung von II vgl. die Einleitung. — Bei der Säurespaltung von *Tetralinperoxyd* in A. mit konz. H_2SO_4 bei 80° wurde *γ-o-Oxyphenylbuttersäure* isoliert; Nadeln, F. 68°. — Bei der Autoxydation von *Inden* unter Belichtung mittels Glühlampe bei 40—45° mit O_2 entsteht ein in Lauge unlösl. Harz der Zus. $C_{18}H_{16}O = [(C_9H_8)_2O]_n$. — Der Laugeauszug wurde mit W.-Dampf abgeblasen, filtriert u. mit verd. H_2SO_4 neutralisiert; es verblieb ein nach Zimt riechendes, dunkelbraunes Harz; aus dem Filtrat wurde *Melilotsäure* erhalten; Krystalle, F. 83°. Die Säure geht bei 30—40° im Hochvakuum in das Lacton, *2-Oxochroman*, $C_8H_8O_2$ über. Aus dem Filtrat von der Melilotsäure ließ sich *trans-Hydrindenglykol* isolieren; F. 158°. (Ber. dtsh. chem. Ges. 77. 257—64. 26/4. 1944. Clausthal, Bergakad. Inst. für Kohlechemie.)

BUSCH

Herbert H. Hodgson und Ewart Marsden, *Ersatz der Diazonium- durch die Nitrogruppe. Eine allgemeine Methode, beruhend auf der Zersetzung von Aryldiazoniumkobaltinitriten*. Vff. stellten eine Reihe bisher unbekannter Diazoniumkobaltinitrite her von der allg. Formel $(R \cdot N_2)_3 \cdot Co(NO_2)_6$. Diese werden bereits in der Kälte durch wss. $NaNO_2$ in Ggw. von CuO u. $CuSO_4$, manche sogar ohne $CuSO_4$ sofort zers. unter Bldg. von Arylnitroverb., die in ausgezeichnete Ausbeute entstehen. Nach Ansicht der Autoren spricht diese Rk. für die Anwesenheit einiger Nitritgruppen im Kobaltinitritanion; die Gründe hierfür werden erörtert.

Versuche. *Darst. u. Analyse der arom. Diazoniumkobaltinitrite*: 0,1 Mol. Amin wird in HCl oder schwefelsaurer Lsg. mit 7 g $NaNO_2$ diazotiert, wobei das Flüssigkeitsvol. so klein wie möglich gehalten wird. Die Diazolsg. neutralisiert man, filtriert u. rührt 15 g fein gepulvertes Na-Kobaltinitrit in das Filtrat ein. Das kristallisierte *Aryldiazoniumkobaltinitrit* scheidet sich rasch ab, wird an der Luft getrocknet u. durch Kupplung mit β -Naphthol analysiert. Die entstehende Azoverb. wird abfiltriert, mit kaltem A. u. W. auf dem Filter zur Befreiung von β -Naphthol, dann mit heißer, verd. HCl zur Entfernung der Kobaltsalze u. schließlich mit W. gewaschen. Nach dem Trocknen wird gewogen. In einer Tabelle sind die Ausbeuten an *Arylazo-β-naphthol* angegeben u. zwar in % der erwarteten Menge entsprechend folgender Gleichung: $(R \cdot N_2)_3 \cdot Co \cdot (NO_2)_6 \rightarrow 3 R \cdot N_2 \cdot C_{10}H_7 \cdot OH$. — *Ersatz der Diazonium- durch die Nitrogruppe*: 10 g fein gepulvertes Kobaltinitrit werden portionsweise bei Zimmertemp. in eine gerührte Lsg. von 10 g $NaNO_2$ u. 10 g $CuSO_4$ in W., in dem 4 g CuO suspendiert sind, eingetragen. Nach Beendigung der N_2 -Entw. wird die Nitroverb. entweder durch Dampfdest. oder durch Extraktion mit einem geeigneten Lösungsm. entfernt. In 2 Tabellen sind die Ausbeuten an Aryldiazoniumkobaltinitrit bzw. Arylazo-β-naphthol, sowie die Ausbeuten an Nitroverb. angegeben; letztere betragen durchschnittlich 70—75% der Theorie. (J. chem. Soc. [London] 1944. 22—24. Jan. Huddersfield, Techn. Coll.)

PLEISTEINER

Herbert G. Beard und Herbert H. Hodgson, *Darstellung von p-Aminobenzaldehyd und der Mechanismus der Reaktion von Natriumpolysulfiden mit p-Nitrotoluol*. Bei dem Verf. von GEIGY (D. R. P. 86 874), bei dem *p-Nitrotoluol* (I) mit einer wss.-alkohol. NaOH-Lsg. von S gekocht wird, u. bei dem in annähernd gleichen Mengen nebeneinander *p-Aminobenzaldehyd* (II) u. *p-Toluidin* (III) (Ausbeute rund 45%) entstehen, spielt der S die doppelte Rolle eines Oxydations- u. Reduktionsmittels. Als Oxydationsmittel dehydriert er in Form von Polysulfiden die Methylseitenkette unter Mitwrkg. des W. zur CHO-Gruppe. Als Reduktionsmittel wirkt er dann in Form von H_2S bzw. Na_2S auf die Nitrogruppe ein, die in eine Aminogruppe verwandelt wird. Daß bei der Oxydation der Methylgruppe der locker gebundene S der Polysulfide eine wesentliche Rolle spielt, ergibt sich aus folgenden Befunden: 1. Wenn die Rk. mit verschied.

Polysulfiden Na_2S_x ($x = 1-5$) durchgeführt wurde, stieg die Ausbeute von 40% mit Na_2S bis auf 75% mit Na_2S_4 ; bei noch höherem S-Geh. entstanden S-haltige Nebenprodukte. 2. Die Polysulfidbildung in Reaktionsansätzen war durch Geruch u. Farbe erkennbar; nach Beendigung der Rk. waren Polysulfide neben $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, Na_2S u. einer Spur Na_2SO_4 nachweisbar. 3. Ein Zusatz von Pyrogallol zu den verschied. Ansätzen, der die Polysulfide beseitigte, verhinderte auch jede Bldg. von II, u. es entstand nur III. — Wichtig für die Aldehydausbeute war ferner die Art des verwendeten Alkohols (die höchsten Ausbeuten mit A., geringere mit Methanol u. n-Propylalkohol u. die kleinsten ohne Alkoholzusatz), aber bes. die Anwesenheit freien Alkalis, da bei seiner Abwesenheit oder bei kleinen Konz. die Ausbeuten unter 10% II lagen. — Für die GEIGYsche Rk. wird folgende verbesserte Vorschrift gegeben: Die sd. Lsg. von 0,5 Mol. I (bzw. *o*-Chlor-*p*-nitrotoluol) tropfenweise während 1 Stde. mit der sd. Lsg. von S (41 g) in 17%ig. wss. NaOH (500 g) versetzen u. 2 Std. weiter erhitzen; nach dem Abkühlen auf 20°, Filtrieren, Waschen u. Umkrystallisieren aus 50%ig. Essigsäure Ausbeute 52% II (bzw. 46% *o*-Chlor-*p*-aminobenzaldehyd). (J. chem. Soc. [London] 1944. 4-5. Jan. Huddersfield, Technical Coll.)

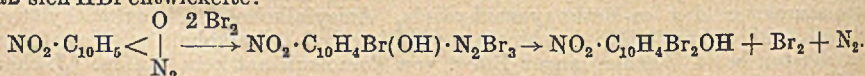
NAFZIGER

Michael P. Balfe, Mark A. Doughty, Joseph Kenyon und Reginald Poplett, *Alkyl-Sauerstoffspaltung bei Carbonsäureestern*. II. *Derivate des p-Methoxybenzhydrols*. (I. vgl. J. chem. Soc. [London] 1942. 556.) Die Hydrolyse des sauren (+)-*p*-Methoxybenzhydrylphthalats (I), welche nur bei Verwendung Äthylalkohol. NaOH mit einem W.-Geh. von höchstens 2% ein opt. reines (+)-*p*-Methoxybenzhydrol (II) liefert, verläuft in stärker wasserhaltiger alkohol. oder in rein wss. NaOH-Lsg. unter weitgehender oder vollständiger Racemisierung. Die Leichtigkeit, mit welcher die in der Racemisierung erkennbare Lsg. der Alkyl-O-Bindung vollzogen wird, findet sich bei der Bldg. des *p*-Methoxybenzhydrylchlorids (III) wieder. Außer bei der Behandlung des II u. seiner Deriv. [z. B. des *d,l*-Acetats (IV), des Benzoats (V) u. des Methyläthers (VI)] mit kalter konz. HCl entsteht rac. III auch bei der Einw. von Acetylchlorid auf (+)-II, *d,l*-IV oder den *d,l*-*p*-Methoxybenzhydryläther (VII) bei Zimmertemp. oder bei gelindem Erwärmen. Während II im letzteren Falle unter Alkyl-O-Spaltung reagiert, wird es in Ggw. von Pyridin unter dessen Protonen lockern dem Einfl. durch Acetylchlorid acetyliert (Acyl-O-Spaltung). Das Chlorid setzt sich ungewöhnlich leicht mit verschied. Substanzen um. Es liefert mit H_2O VII u. II, mit NaOH II, mit KH-Phthalat I, mit II + Pyridin VII. Opt.-akt. III kann nicht, auch nicht mit Thionylchlorid, erhalten werden. Auch die Ester u. Äther des II lassen sich bequem durch einen Überschuss an Reagens ineinander überführen. So setzt sich *d,l*- u. (—)-I mit Methanol zu rac. VI um, VI u. V liefern beim Erwärmen mit Essigsäure IV. VII jedoch reagiert weder mit Essigsäure noch mit Essigsäureanhydrid u. ist beständig gegen Br, sd. W. u. sd. Methanol. Opt.-akt. II wird durch Kochen in W. ohne weitere Veränderungen racemisiert, was ebenfalls für das Vorliegen einer Alkyl-O-Spaltung spricht. Die Veresterung mit Phthalsäure, die nur in Ggw. von Pyridin stattfindet, u. bei der die opt. Aktivität erhalten bleibt, verläuft dagegen im Sinne einer Acyl-O-Spaltung. I wird ferner von verschied. Lösungsmitteln racemisiert, auch von solchen, mit denen es sich umsetzt (Nitromethan Bzl.). Weitere Rkk. des angeführten Typs sind die Umsetzung des Na-Salzes von (—)-I mit *p*-toluolsulfinsaurem Na zum opt.-inakt. Sulfon (welche Rk. auch mit anderen in gleicher Weise aufspaltenden sauren Phthalsäureestern gelingt), sowie die Bldg. des neutralen Phthalsäureesters von II aus (+)-I durch die äquimol. Menge wss. NaOH-Lsg., wobei (+)-*d,l*-Di-*p*-methoxybenzhydrylphthalat (VIII) entsteht, dessen I-Reste zur Hälfte racemisiert sind. Als prim. Zwischenprod. wird bei diesen Rkk. die Entstehung eines rac. *p*-Methoxybenzhydrylkations angenommen, welches mit dem Toluolsulfonsäureion bzw. dem Ion des sauren Esters I weiterreagiert. Der Mechanismus der Bldg. des VIII ist auf diese Weise jedoch nicht befriedigend zu erklären. Denn einerseits beteiligt sich weder zugesetztes Benzoat noch saures Octylphthalat an den Umsetzungen, u. andererseits werden die sauren Phthalsäureester des Phenylmethylcarbinols, des γ -Phenyl- α -methylallylalkohols u. des Benzhydrols, bei denen ebenfalls die Alkyl-O-Bindung sehr locker ist, von kaltem wss. Alkali nicht verändert u. durch warmes nur verseift.

Versuche. *Saures d,l-p-Methoxybenzhydrylphthalat* (I), $\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_5$, durch 4-5-st. Erwärmen von *d,l*-II mit Phthalsäureanhydrid u. Pyridin auf 55-60°, Verdünnen mit Aceton u. Zerlegen mit verd. HCl, kurze Nadeln (aus CS_2 , F. 102-103° (Zers.). — *Saures (+)-p-Methoxybenzhydrylphthalat* [(+)-I], durch Zerlegen des in Aceton schwer lösl. Cinchonidinsalzes (aus Äthylacetat dichte Büschel kurzer Nadeln, F. 143 bis 144°, Zers.) mit verd. HCl in Aceton u. Fällen mit W., aus CS_2 dichte Büschel kurzer Nadeln, F. 103-103,5° (Zers.); in CS_2 ($c = 0,340\%$): $[\alpha]_{6438}^{19} = +62,7^\circ$, $[\alpha]_{5893}^{19} = +71,2^\circ$, in Methanol ($c = 2,500\%$): $[\alpha]_{5893}^{17} = +28,0^\circ$; in Chlf. ($c = 2,055\%$):

$C_{12}H_8O_3N_2Br_2$ farblose Rhomben vom F. 202° aus Essigsäure. — *1,3-Dibrom-2-nitronaphthalin*, $C_{10}H_5O_2NBr_2$, aus II in Eisessig gelöst, durch Diazotierung mit $NaNO_2$ in H_2SO_4 (D. 1,84) unter 20°. Nach 30 Min. wurde die Diazolsg. in eine Suspension in 1 g CuO in 50 cem A. eingerührt u. in Eiswasser gegossen; fast farblose Parallelepiped aus A. vom F. 130,5°. — *1,3-Dibrom-2-naphthylamin*, $C_{10}H_7NBr_2$, durch Red. vorst. Nitroverb. mit $Na_2S_2O_4$ in verd. A. 1 Std. auf dem siedenden W.-Bad, lange, farblose Nadeln vom F. 119,5°. — *1,3,4-Tribrom-2-nitronaphthalin*, $C_{10}H_4O_2NBr_3$, aus 3,5 g II durch Diazotierung nach Hodgson u. Walker (J. chem. Soc. [London] 1933. 1620) u. Behandlung der Diazolsg. unter 20° mit einer Lsg. von 1,5 g $CuBr_2$ in 10 cem HBr (D. 1,7); cremefarbene Parallelepiped vom F. 218° aus Alkohol. — *1,3,4-Tribrom-2-naphthylamin*, $C_{10}H_6NBr_3$, aus vorst. Verb. durch Red. mit $Na_2S_2O_4$ in verd. A., strohgelbe Platten vom F. 163°. — *4-Chlor-1,3-dibrom-2-nitronaphthalin*, $C_{10}H_4O_2NClBr_2$, aus dem Diazoniumsulfat von II durch Behandlung mit einer Lsg. von $CuCl_2$ in HCl (D. 116), fast farblose Krystalle vom F. 198° aus Alkohol. Das entsprechende Amin, $C_{10}H_6NClBr_2$, erhalten durch Red. mit $Na_2S_2O_4$ im verd. A., stellt feine, weiße Nadeln dar vom F. 161° aus Alkohol. — *1,2,3,4-Tetrabromnaphthalin*, $C_{10}H_4Br_4$, durch Behandlung der Diazoniumsulfatlg. von 1,3,4-Tribrom-2-naphthylamin mit $CuBr_2$ -HBr-Mischung wie oben u. Gießen in W., aus A. kleine, ledrfarbene Platten vom F. 196°. (J. chem. Soc. [London] 1944. 21—22. Jan. Huddersfield, Techn. Coll.) PLEISTEINER

Herbert H. Hodgson und Harold Turner, *Darstellung von 6-Nitro-1-naphthol, verbesserte Methoden für die Zerlegung von Diazonaphtholen und neue Reaktionen von Nitronaphtholen*. Die reduktive N_2 -Abspaltung aus Diazonaphtholen verläuft schneller u. ergibt bessere Ausbeuten, wenn frisch gefälltes Cu oder Cu-Al-Gemisch an Stelle von Al allein verwendet wird. Eine weitere wesentliche Erleichterung der Rk. tritt ein, wenn nicht in alkohol. Lsg. am Rückfluß gekocht, sondern die Eisessig-Schwefelsäurelsg. der Diazoverb. in die A.-Suspension von frisch gefälltem CuO eingetropfelt wird, wie am 6-Nitro-2-diazo-1-naphthol (I) gezeigt wurde, aus dem das bisher nur schwer zugängliche 6-Nitro-1-naphthol (II) in guter Ausbeute entstand. Die gleiche Steigerung der Reaktionsfähigkeit des I durch die Überführung in die Diazoniumform zeigte sich bei der Einführung von Halogen, die z. B. beim J nur gelang, wenn die Lsg. von I in Eisessig- H_2SO_4 einer Cu-Pulver enthaltenden gesätt. KJ-Lsg. zugesetzt wurde. Bei der Einw. äquivalenter Mengen Br auf I entstand 2,4-Dibrom-6-nitro-1-naphthol, ohne daß sich HBr entwickelte:



Die 4-Monohalogenderivv. wurden entweder durch direkte Halogenierung oder vermittels Mercurisierung des II, welche beide in Stellung 4 stattfanden, erhalten. Nach verbesserten Methoden wurden ferner 4,5-Dinitro-2-naphthol u. 6-Brom-1-naphthol dargestellt.

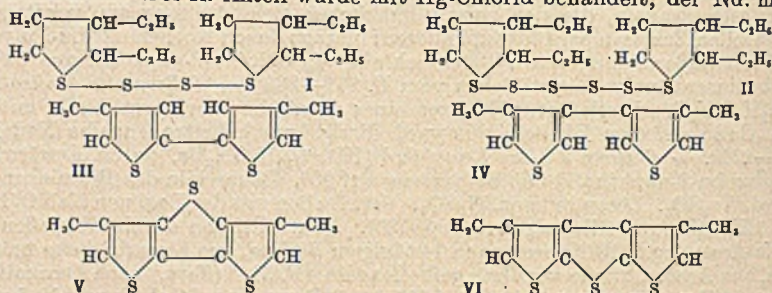
Versuche. *6-Nitro-2-diazo-1-naphthol* (I), durch Diazotieren von verseiftem 1,6-Dinitro-p-toluolsulfon-2-naphthalid, Ausbeute an Rohprod. 95,5%, aus Eisessig gelbbraune Nadeln, die bei 150—151° explodieren. — *6-Nitro-1-naphthol* (II), durch allmähliches Eintragen einer bei 20° hergestellten Lsg. von I in gleichen Voll. Eisessig u. konz. H_2SO_4 in A. mit frisch gefälltem CuO u. 30 Min. langes Weiterrühren, Ausbeute 60—70%, aus Eisessig gelbe längliche Platten vom F. 181—182°; *6-Nitro-1-naphthylacetat*, $C_{12}H_9O_4N$, aus verd. Essigsäure (+ Tierkohle) dünne cremefarbene Nadeln vom F. 121°; *6-Nitro-1-naphthylbenzoat*, $C_{17}H_{11}O_4N$, aus Dichloräthylen cremefarbene Nadeln vom F. 147,5—148°. — *2-Chlor-6-nitro-1-naphthol*, $C_{10}H_6O_3NCl$, durch Erhitzen einer Paste aus I, HCl, etwas W. u. CuCl auf dem W.-Bad bis zum Ende der N_2 -Entw., aus Eisessig chromgelbe Nadeln vom F. 179—180°; hieraus durch Erwärmen in Br-Eisessig auf 90° *2-Chlor-4-brom-6-nitro-1-naphthol*, $C_{10}H_5O_3NClBr$, aus Eisessig primelgelbe Nadeln vom F. 199°. — *2-Brom-6-nitro-1-naphthol*, $C_{10}H_5O_3NBr$, beim Eintragen von I in eine Lsg. von CuBr in 30%ig. HBr u. 4 std. Erhitzen auf dem W.-Bad, aus 70%ig. Essigsäure (+ Tierkohle) mostrichgelbe Nadeln vom F. 164,5—165,5°. — *4-Brom-6-nitro-1-naphthol*, $C_{10}H_5O_3NBr$, beim Schütteln von II in Br-Eisessig u. anschließendem 1 std. Erwärmen auf dem W.-Bad, aus 80%ig. Essigsäure orangefarbige Nadeln vom F. 238°. — *2,4-Dibrom-6-nitro-1-naphthol*, $C_{10}H_5O_3NBr_2$, 1. durch $\frac{1}{2}$ std. Erhitzen von II in Br-Eisessig auf dem W.-Bad, 2. durch Schütteln von I in Br-Eisessig bei 110°, aus Eisessig grünlichgelbe Nadeln vom F. 210°. — *2-Jod-6-nitro-1-naphthol*, $C_{10}H_5O_3NJ$, durch Eintragen der Eisessig-Schwefelsäurelsg. von I in wss. KJ-Lsg., in der Cu-Pulver suspendiert ist, unter Rühren bei 95° u. Ausziehen der abfiltrierten gewaschenen festen M. mit sd. Aceton, aus Eisessig (+ Tierkohle) messinggelbe längliche Platten vom F. 214—215° (oberhalb 200° Entfärbung, Zers. u. Entw. von J). — *6-Nitro-1-naphthol*

4-Mercuriacetat, $C_{12}H_9O_5NHg$, durch Kochen von II mit Mercuriacetat in Eisessig, aus Eisessig cremefarbene fast farblose fiederige Nadeln vom F. 360° , die bei 300° zu sintern beginnen. — 4-Jod-6-nitro-1-naphthol, $C_{10}H_6O_3NJ$, durch 5 Min. langes Erhitzen (90° , W.-Bad) des vorst. Mercuriacetats in J_2 -KJ-Lsg., aus Eisessig hell bräunlichgelbe Nadeln vom F. $214-216^\circ$ (Zers.). — 4,5-Dinitro-1-diazo-2-naphthol, $C_{10}H_4O_5N_4$, durch Lösen von 2,4,5-Trinitro-p-toluolsulfon-1-naphthalid in konz. H_2SO_4 , Vermischen mit einer Lsg. von $NaNO_2$ in konz. H_2SO_4 u. Einlaufenlassen in Eisessig unterhalb 20° , aus Eisessig gelbe Nadeln, die sich beim allmählichen Erhitzen langsam zersetzen, aber beim schnellen Erhitzen bei 160° explodieren; hieraus durch Kochen mit Cu-Pulver in A. (mit Al nur äußerst langsame N_2 -Entwicklung) 4,5-Dinitro-2-naphthol, aus 50%ig. A. sattgelbe linsenförmige Kryställchen vom F. $237-238^\circ$. — 1-Brom-4,5-dinitro-2-naphthol, $C_{10}H_5O_5N_2Br$, durch 2 std. Erhitzen eines Gemisches der vorst. Verb. mit 30%ig HBr u. CuBr auf dem W.-Bad, aus verd. Essigsäure hellcitronengelbe Nadeln vom F. $218-220^\circ$. — 6-Brom-2-diazo-1-naphthol (III), $C_{10}H_5ON_2Br$, durch Erwärmen von p-Toluolsulfon-2-naphthalid mit Br-Eisessig auf 90° , Behandeln des Bromierungsprod. mit verd. Na_2CO_3 , Lösen in konz. H_2SO_4 , Vermischen mit der Lsg. von $NaNO_2$ in konz. H_2SO_4 . Einrühren in Eisessig unterhalb 20° , Neutralisieren durch Eingießen in eiskalte Na-Acetatlg. u. Filtrieren nach 14 tägigem Stehen, aus Eisessig dicke bräunliche Nadeln, aus Aceton dünne verfilzte gelbe Nadeln, F. 214° (Zers.) nach Dunkelfärbung bei etwa 145° u. Sinterung bei etwa 160° . — 6-Brom-1-naphthol, durch 10,5 std. Erhitzen der A.-Lsg. von III mit Al-Pulver, Cu-Pulver u. DEVARDAscher Legierung (1:1:4), aus W. Nadeln vom F. $128,5-129,5^\circ$. — 1,6-Dinitronaphthalin-2-azob-naphthol, $C_{20}H_{12}O_5N_4$, durch Kuppeln der Diazolsg. von I mit β -Naphthol in etwa 10%ig. NaOH, aus Tetrachloräthan tiefrote prismat. Nadeln vom F. 310° . (J. chem. Soc. [London] 1944. 8—10. Jan. Huddersfield, Technical Coll.) NAFZIGER

Walter Friedmann, Über die Einwirkung von Schwefel auf Kohlenwasserstoffe unter hohem Druck. Um die Konst. der in den mexikan. Erdölen vorkommenden S-Verbb. festzulegen, wurden verschiedene KW-stoffe (n-Heptan, Isoctan, Isodecan, n-Octan) mit S unter bestimmten Bedingungen umgesetzt. In der Hauptsache wurden dabei 5-Ringe mit einem Brücken-S-Atom nach Art der „Thiophane“ (Tetrahydrothiophene) oder Thiophene erhalten, zum Teil konnten auch Polythiophane mit 2- oder 4-S-atomigen Brücken erhalten werden (Formel I u. II). Einfache S-Verbb. (Thioäther) wurden nur bei KW-stoffen mit verzweigten Ketten (Isoctan) beobachtet, wobei angenommen wird, daß das quaternäre C-Atom eine leichte Spaltung des Mol. zuläßt.

Versuche. I. n-Heptan. 100 g n-Heptan, D.²⁰ 0.6836, wurden mit 15 g S während 18—20 Stdn. in einem Autoklaven auf $275-285^\circ$ erhitzt. Der Druck stieg allmählich auf 40 at. Das entweichende Gas war in der Hauptsache H_2S , 15% des Einsatzgutes wurden verkokt, 5% weitere Verluste entstanden bei der Aufarbeitung des Umsetzerzeugnisses. Thiophenfraktion: ($145-153^\circ/590$ Torr.). Um aus diesem Siedeanteil eine möglichst einheitliche Verb. zu erhalten, wurde er 36 Stdn. unter Rückfluß mit fein gepulvertem Selen erhitzt. Es wurde ein Öl mit dem Kp.₅₈₈ $148-151^\circ$ erhalten. Deutliche Rk. auf Thiophen mit Isatin. Zur Gewinnung wohldefinierter Verb. aus diesem Siedeanteil wurde das Ganze mit Hg-Salzen behandelt, wobei ein alkohollösl. u. ein alkoholunlösl. Teil erhalten. Der alkohollösl. Anteil wurde mit HCl zersetzt. Es wurde 3-Isopropylthiophen, $C_7H_{10}S$, erhalten. Durch Bromieren Dibromderiv. $C_7H_8Br_2S$, Kp. $228-232^\circ$; mit Hydroxylaminchlorhydrat ein gelbes, nichtkrystallisierendes Öl; mit Acetylchlorid (+ $AlCl_3$) ein Acetothienon, Kp. $225-230^\circ$, mit typ. Fruchtäthergeruch, Hydraxon hiervon aus Äthylacetat, F. $166-167^\circ$. Mit $HgCl_2$ silberige Blättchen aus A./Acetongemisch, F. $137-138^\circ$. Der alkoholunlösl. Teil ergab Br-Additionsprod., F. $225-234^\circ$, durch Acetylieren (mit $AlCl_3$) zwei Verb., von denen eine bei $225-227^\circ$ schmilzt. Das Gemisch der beiden Verb. ergab zwei p-Nitrophenylhydrazone, aus Äthylacetat, F. $166-167^\circ$ u. $123-124^\circ$. Konst. nicht angegeben. — Methylthiophthen, $C_7H_8S_2$. Aus dem Siedeanteil von $150-230^\circ/590$ Torr. Pikrat, F. $110-111^\circ$. Daraus mit Na-Carbonat Fl., Kp.₅₉₀ $232-234^\circ$, D.²⁰ 1,1171, $n_D^{20} = 1,627$, F. -4° . Mit Br aus Bzl. Tribrommethylthiophthen, $C_7H_5Br_3S_2$, F. 154° . Acetylieren mit $AlCl_3$ farblose Krystalle aus A., Acetylverb. $C_9H_8OS_2$, F. 87° , 2,4-Dinitrophenylhydraxon, dunkelrote Krystalle, F. $253-254^\circ$, p-Nitrophenylhydraxon, F. 232 bis 233° . Styphnat, F. $98-99^\circ$. — Überführung der Thiophene $C_7H_{10}S$ in Methylthiophthen. Erhitzen von $C_7H_{10}S$ mit S unter Rückfluß während 6 Stdn. Stehenlassen über Nacht. Krystallisation von Methylthiophthen, nachgewiesen als Pikrat, F. $110-111^\circ$. — Fraktion n 240— $295^\circ/590$ Torr. Wohldefinierbare Verb. konnten nicht erhalten werden. Beim Erhitzen mit Selen während 4 Stdn. wurde eine Thiophthenfraktion vom Kp. $220-235^\circ$ erhalten, aus der Methylthiophthen als Pikrat (F. $110-111^\circ$) abgeschieden wurde. Erhitzen der Fraktion mit S zeigte den gleichen Erfolg. Zusam-

menstellung der verschied. Umsetzungen in einer Tafel. — II. *Isocctan* (2,2,4-Trimethylpentan). In einem Rührautoklaven wurden 24 g S mit 100 g Isocctan während 18 Stdn. auf 275—285° erhitzt. Zunächst Druckanstieg auf 45 at, dann Abfall auf 21 at. Beim Kühlen mit Kältesole wurde aus dem Rk.-Gemisch ein dunkelbrauner Krystallbrei erhalten, der abfiltriert wurde. Die Dest. des Filtrats ergab kein klares Bild. 80% gingen bis 100%₁ 590 Torr über. 15% Rückstand, 5% Verlust. Das 80% Destillat wurde einer zweiten Dest. unterworfen. Der fl. Anteil wurde mit Hg-Chlorid behandelt, der Nd. mit Per-



hydrol oxydiert. Es wurde *Dimethylsulfon*, $C_2H_6SO_2$, F. 108—109°, erhalten. — Aufarbeiten des Rückstandes im Hochvakuum. Fraktion 157 bis 160°. Mit Brfl. Additionsverb., die beim Stehen plötzlich HBr abspaltet; mit Pt-Chlorid rote Fl. der Zus. $(C_8H_{10}S)_2PtCl_4$; Oxydation mit Perhydrol im Überschuß in Eisessig ergab Sulfone: hellgelbes Öl mit einem geringen Anteil an freier Schwefelsäure. Beim Erhitzen mit Methyljodid auf dem W.-Bad hellgelb Nadeln aus Methanol: $C_8H_{16}SCH_2J$, Sublimation bei 95—96°. 10 g der Fraktion wurde 10 Stdn. mit 2 g S unter Rückfluß erhitzt: Durch Indopheninkr. Nachweis von Thiophen $C_8H_{12}S$, daraus wird der Schluß gezogen, daß Thiophane oder teilweise dehydrierte Thiophane vorhanden sind, u. daß aus dem Isocctan bei der Einw. des S Ringe mit S-Brücken entstanden sind. Der Rückstand des Schwefel-Rk.-Prod. ergab nach Lösen in wenig Bzl. u. Zusatz von etwas A. gelbe Krystalle vom F. 86°, ein Thiophan. Dehydrierung der Fraktion 157—160° mit Selen während 80 Stdn. unter Rückfluß: keine klaren Ergebnisse, die Bldg. eines Thiophens $C_8H_{12}S$, wahrscheinlich. Behandlung des Dehydrierungserzeugnisses mit Propionylchlorid ergab das *Propionylketon* $C_{11}H_{18}OS$, 2,4-Dinitrophenylhydrazon, $C_{17}H_{21}O_4N_2S$, F. 172—174°. — Fraktion 168—171° u. 176—179°. Gemisch aus drei Thiophanen der Formel $C_8H_{12}S$. — Fraktion D²⁰ = 1,0980. Ein Thiophan $(C_8H_{10})_2S_6$, F. 86°, ähnlich Formel II. — III. *Isodecan* (*Diisoamyl*). 15 g S u. 100 g Isodecan wurden 18—20 Stdn. im Rührautoklaven auf 275—280° erhitzt. 35% des Isodecans wurden verkocht. 4 Fraktionen u. Rückstand wurden erhalten. Fraktion 2 (190—210°): Thiophen der Formel $C_{10}H_{14}S$, D²⁰ 0,9482, n_D^{20} = 1,4842. Daraus Propionylketon, Kp. 266—270°, daraus 2,4-Dinitrophenylhydrazon, dunkelrote Krystalle. Fraktion 3 (210—260°): Keine bestimmten Ergebnisse. — Fraktion 4 (260—280°): Daraus Fraktion 260—265°, aus Methanol lange, farblose Nadeln, F. 73°: $C_{10}H_{10}S_2$. Entweder α - oder β -Dithienyl (III u. IV). Ergab mit Br aus Bzl. lange weiße Nadeln, $C_{10}H_8Br_4S_2$, F. 188—190°. Beim Erhitzen des Dithienyls mit S auf 200° unter Druck verkochten sie vollkommen. Beim Erhitzen auf 140° im offenen Rohr sublimierten sie zum Teil, zum Teil wurden sie verflüssigt. Ein Teil war unlösl. in Alkohol. Nach dem Abfiltrieren Kochen des Rückstandes in A. unter Rückfluß bis zur Lösung. Nach dem Erkalten feine silbrige Blättchen, F. 114. Keine Pikratbildung. Der alkohollösl. Teil ergab Kügelchen, wahrscheinlich Formel V oder VI. Zers. bei erneuter Umkrystallisation. — Wurden die Dithienyle in einer solchen Menge, entsprechend 0,1% S, einem Bzn. mit der Octanzahl 65 zugegeben, so wurde die Wrkg. von 3 cm Bleitetraäthyl je 4,5 l vollkommen aufgehoben, während bei der Zugabe von Thiophen (auch 0,1% S entsprechend) die Octanzahl nur um 3 Einheiten gesenkt wurde. (Refiner natur. Gasoline Manufacturer 20. 395—406. Okt. 1941. Mexico, Petroleos Mexicanos, Forsch.-Labor.) ROSENDAHL

A. Weißberger und H. D. Porter, *Untersuchung von Pyrazolverbindungen*. 1. Das Reaktionsprodukt aus Phenylhydrazin und Cyanessigest. Die von CONRAD u. ZART (Ber. dtsh. chem. Ges. 39. [1906]. 2282) durch Kondensation von Phenylhydrazin mit Cyanessigest erhaltene Verb. $C_8H_9ON_3$ (F. 219°) ist nicht, wie bisher angenommen wurde, 1-Phenyl-3-oxy-5-pyrazolonimid (I), sondern das isomere 1-Phenyl-3-amino-5-pyrazolon (II); denn das aus 1-Phenyl-3-carbäthoxy-5-pyrazolon über das Hydrazid u. Azid u. CURTIUSSchen Abbau hergestellte II ist mit der Verb. von CONRAD u. ZART

identisch. Eine gegenseitige Umwandlung von I u. II über tautomere Formen kommt nicht in Betracht. Einige Derivv. von II werden dargestellt.

Versuche. *1-Phenyl-3-amino-5-pyrazolon* (II) nach CONRAD u. ZART, aus A. Dioxan kleine Prismen, F. 218—220°. — *1-Phenyl-5-pyrazolon-3-carboxamid*, C₁₀H₁₀O₂N₃, aus *1-Phenyl-3-carbäthoxy-5-pyrazolon* (F. 185—186°) mit 28%ig. NH₃ (96 Stdn., Zimmertemp.), aus 95%ig. A. Krystalle, F. 233—235° (Zers.); Ausbeute 57%. — *1-Phenyl-5-pyrazolon-3-carboxyrazid*, C₁₀H₁₀O₂N₄, aus A. cremfarbene Nadeln, F. 235—237° (Zers.); Ausbeute 86%. — *1-Phenyl-5-pyrazolon-3-carboxazid*, orange-farbenes körniges Pulver, Entflammung bei 140°; Ausbeute 62%. — *1-Phenyl-3-carbäthoxyamino-5-pyrazolon* (III), C₁₂H₁₃O₃N₃, aus 95%ig. A. Nadeln, F. 198—199°, Ausbeute 63%; ident. mit der aus II mit Chlorkohlensäureäthylester hergestellten Verbindung. — II aus vorst. mit 10%ig. NaOH (1/2 Stde. auf dem Dampfbad), aus 95%ig. A. kleine Prismen, F. (u. Misch.-F. mit der nach CONRAD u. ZAHN hergestellten Verb.) 218—220° (Zers.). — *1-Phenyl-3-benzoylamino-5-pyrazolon*, C₁₆H₁₃O₂N₃, aus Dioxan, F. 220—221°. — Bei der Darst. von III aus II wird ein Nebenprod., F. 106—108° (aus 95%ig. A.) erhalten, wahrscheinlich das Dicarbäthoxyderiv.; beim halbst. Erhitzen mit Piperidin in A. entsteht III. — *1-Phenyl-3-acetylamino-5-pyrazolon*, C₁₁H₁₁O₂N₃, aus 95%ig. A. Nadeln, F. 218—220°, F.-Erniedrigung mit dem gleich schmelzenden II. — *1-Phenyl-3-acetylamino-5-acetoxypyrazol*, C₁₃H₁₃O₂N₃, aus Toluol cremfarbene Krystalle, F. 144—145°; daraus mit 2%ig. kalter NaOH vorst. Verb., F. u. Misch.-F. 218—220°. — *1-Phenyl-3-phenylcarbamyloamino-5-pyrazolon*, C₁₆H₁₄O₂N₄, aus II mit Phenylisocyanat (2 Stdn., Dampfbad), Mikrokrystalle, F. 235—236°. — *1-Phenyl-3-anilino-5-pyrazolon*, C₁₃H₁₃ON₃, aus II mit Anilin, aus 95%ig. A. fedrige Nadeln, F. 219—221°. (J. Amer. chem. Soc. 64. 2133—36. 11/9. 1942. Rochester, N. Y., Kodak Res. Labor.) ERBE

Walter Ciusa, *Über einige Benzoylderivate der Stärke*. I. Native Stärke bildet in verdünnten Alkalien einen in W. lösl. Kleister. Diese Lsgg. können nach Neutralisation in der Jodometrie wie die üblichen Stärkelsgg. verwandt werden. Die Benzoylierung nativer Stärke bei Anwesenheit von KOH führt zu einem in organ. Lösungsm. unlösl. Benzoylderiv., das nach Verseifung keine reduzierenden Eigg. besitzt, die Jodrk. ist positiv. Die Zus. ist ähnlich der eines *Tribenzoylderivates*. Die nach LEULLIER gereinigten Stärken geben unter gleichen Bedingungen Benzoylderivv., welche zum großen Teil in Aceton u. Chf. lösl. sind. Der chloroformlösl. Teil hat die Zus. eines *Dibenzoylderiv.* ([α]_D¹⁶ = +129,7°), nach Verseifung wird FEHLINGSche Lsg. nicht red., die Jodrk. ist negativ. Tabellen der Analysendaten vgl. Original. (Ann. Chim. applicata 33 127—32. Mai 1943. Bologna, Univ.) MITTENZWEI

K. Freudenberg, W. Lautsch und G. Piazzolo, *Die Nitrierung des Fichtenlignins*. Die aromatische Natur des Lignins im Holze. 55. Mitt. über Lignin. (54. vgl. C. 1943. II. 1802.) Vff. stellten ein Nitrolignin dar, das die grundlegenden Eigg. des Lignins noch besitzt. Es ist in W. u. Alkalicarbonatlsg. unlösl. u. enthält Methoxygruppen. Um die Oxydation des Lignins während der Nitrierung herabzusetzen, wird die Acetylverb. in einer Mischung von CHCl₃ u. N₂O₅ bei —20° nitriert. Hierdurch wird die Entw. nitrosen Gase vermieden. 5 g in Pyridin u. Essigsäureanhydrid bei 70° 5 Stdn. acetyllertes *Salzsäurelignin* aus Fichte (24% OCH₃) in 50 ccm CHCl₃ von —20° suspendiert u. bei dieser Temp. portionsweise mit einer auf —30° gekühlten Lsg. von 5 g N₂O₅ in 50 ccm CHCl₃ versetzt. Nach 45 Min. bei —20° abgesaugt u. mit CHCl₃ von —20°, dann bei Zimmertemp. mit A. u. W. gewaschen. N=4,7%, OCH₃=7,1%, COCH₃=20,3%. Das Prod. enthält 0,9 Nitrogruppe in der ursprünglichen Lignineinheit. Der COCH₃-Geh. bleibt erhalten, der OCH₃-Geh. sinkt auf 2/3 herab. Das Nitroacetylignin zeigt eine stärker gelbe Farbe als die nicht nitrierte Verb. u. wird in der zu erwartenden Ausbeute erhalten. In den gewöhnlichen organ. Lösungsm. u. in NaHCO₃-Lsg. ist es unlösl., in verd. NaOH spurenweise löslich. Wird es bei höherer Temp. bereitet, so nimmt die Löslichkeit in Lauge zu. Da die Carbinole des Lignins durch Acetylierung geschützt u. die Acetylgruppen nach der Nitrierung noch vorhanden sind, ist es sicher, daß kein HNO₃-Ester entstanden ist u. daß der arom. Kern nitriert ist. Das Lignin verhält sich bei der Nitrierung wie ein oxydationsfähiges Phenolderivat. Die Annahme, daß das Lignin keine arom. Substanz, sondern aus zuckerartiger Vorstufe gebildet sei, ist nicht zutreffend. So ist z. B. der Brechungsindex (1,61) des ursprünglichen u. des isolierten Lignins derselbe wie der von Jodbenzol, Vanillin, Guajacol oder Eugenol. Aus Fichtenlignin können ferner Vanillin u. Vanillinkörper mit mehr als 50% der theoret. Ausbeute gewonnen werden. Vff. sehen die Genese des Lignins in der biochem. Dehydrierung von Phenolen des Phenylpropanotypus. (Cellulosechemie 21. 95—96. Sept. 1943. Heidelberg, Univ., Chem. Inst. f. d. Chemie d. Holzes u. d. Polysaccharide.)

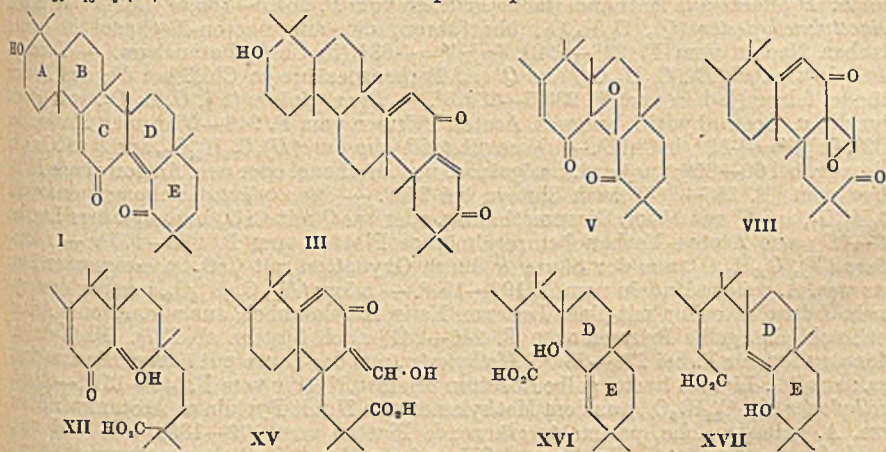
Karl Freudenberg und Hermann Richtzenhain, *Enzymatische Versuche zur Entstehung des Lignins*. 56. Mitt. über Lignin. (55. vgl. vorst. Ref.) Konstitutionschem. Unterlagen für die Entstehung von Lignin aus Zucker sind niemals beigebracht worden, wie auch der hohe Kohlenstoffgeh. dagegen spricht. Die gesamte Ligninchemie zeigt, daß Lignin schon im Holz aromatisiert. Natur u. fast ausschließlich aus Phenolen der Phenylpropangruppe aufgebaut ist, die Mehrzahl der Phenolgruppen ist dabei durch Ätherbindung abgedeckt. Wahrscheinlich ist die Kondensation auf biochem. Wege durch Phenoldehydrierung. PUMMERER u. Mitarbeiter (Ber. dtsh. chem. Ges. 52. [1919]. 1416 u. früher) haben die Bldg. von Chinoläthern durch Dehydrierung von Phenolen nachgewiesen. Die Bldg. von Thyroxin beruht auf solchen Vorgängen. Das von COURSY u. HÉRISSEY (Bull. Soc. chim. France, Mém. [4] 3. [1908]. 1070) aufgefundenene Dehydrodiisoeugenol wurde von ERDTMANN (C. 1935. II. 3649 u. früher) als solches erkannt. Eine weitere Stütze für diese Auffassung ist die Erscheinung, daß Lignin u. Dehydrodiisoeugenol trotz asymm. Kohlenstoffatome nicht opt.-akt. sind. Das kann dadurch erklärt werden, daß nur die erste Stufe, die Dehydrierung, unter Einw. von Fermenten steht. Die Verätherung u. Kondensation folgt dann, unabhängig vom Fermentensystem, nach. Es wurden von Vff. eine Reihe von Phenolen der Guajacyl- u. Syringareihe der Fermenteinw. unterworfen. Dieses war ein Trockenpräp., das aus dem Presssaft des Champignons (*Psalliota campestris*) durch Fraktionierung mit A. gewonnen wurde. Zunächst wurde die Sauerstoffaufnahme in der WARBURG-App. bei $pH=8,0$ (festgestelltes Optimum) geprüft. An Brenzcatechinderivv. wurden untersucht: Ferulasäure (I), α -Oxypropiovanillon, β -Acetoxypiovanillon, β -Methoxypropiovanillon, Propiovanillon, Vanillin, Coniferyalkohol, Guajacol, Vanillinsäure (II), Guajacylaceton (III), 5-Propylferulasäure (IV), Dihydroferulasäure (V), ferner Zimtsäure, 3,4-Dimethoxyzimsäure u. Tyrosin. An Pyrogallolderivv. wurden untersucht: Syringasäure (VI), Pyrogallol-1,3-dimethyläther, Syringaldehyd, Sinapinsäure, 3,5-Dimethoxy-4-oxyzimsäure u. 1-Methyl-3,5-dimethoxy-4-oxybenzol. Kurvenbilder s. Original. Einige Prodd. der Dehydrierung der vorgenannten Substanzen wurden untersucht. Dabei zeigt sich: Bei II u. VI weitgehende Decarboxylierung mit Bldg. vieler Ätherbindungen, bei I teilweise Decarboxylierung mit Bldg. einzelner Ätherbindungen bei gleichzeitigen Kondensationen neben dem Phenolhydroxyl, bei V umfangreiche Verätherung, offenbar unter Mitwrg. der Seitenkette, keine Decarboxylierung, bei III Polymerisation des Dehydroprod. ohne Ätherbindungen. Das Lignin paßt unter diese Modellsubstanzen. Weitere Unters. werden angekündigt. Präpp.: 3-Methoxy-4-oxy-5-propylbenzaldehyd (5-Propylvanillin), $C_{11}H_{14}O_3$, durch katalyt. Hydrierung von 5-Allylvanillin. Aus PAe. Prismen, F. 57°. — IV, $C_{13}H_{18}O_4$, aus 12 (Teilen) des vorst. durch Erhitzen auf dem W.-Bad mit 25 Malonsäure, 40 Pyridin, 2 Piperidin. Aus Bzl. Nadeln, F. 143—144°. — Acetylisoegenoloxyl, $C_{12}H_{14}O_4$, aus Acetylisoegenol in Chlf. mit Benzopersäure nach 56 Std. im Eisstrangk. Farbloses Öl. Kp._{0,2} 117°. — III, $C_{10}H_{12}O_3$, aus vorst. durch Umlagerung mit Säure. Gelbes Öl, Kp._{0,2} 115°. (Ber. dtsh. chem. Ges. 76. 997—1006. 6/10. 1943. Heidelberg, Univ., Chem. Inst., Inst. f. d. Chemie d. Holzes u. d. Polysaccharide.) WEISSBART

Anton v. Wacek, *Über die Synthese von Modellsubstanzen für die Ligninsulfonsäuren*. 3. Mitt. *Synthese von Veratrylaceton (3,4-Dimethoxyphenylaceton) und Guajacylaceton (4-Oxy-3-methoxyphenylaceton) und deren α -Sulfonsäuren*. (2. vgl. C. 1944. I. 158.) Veratrylaceton (I): Aus Isoeugenolmethyläther wird nach CRIGEE (Liebigs Ann. Chem. 481. [1930]. 302) mit Bleitetraacetat in Eisessig das acetylierte Glykol dargestellt, dieses ohne Isolierung durch Kochen mit 20%iger H_2SO_4 unter Verseifung der Acetylgruppe in das Keton umgelagert u. dieses über die Bisulfitverb. isoliert. Kp.₁₀ 159—163°, Ausbeute 37% d. Theorie. — Guajacylacetonacetat (II), $C_{12}H_{14}O_4$, aus Isoeugenol analog I, doch wird vor der Abtrennung mit Bisulfit acetyliert. Weiße Krystalle, F. 45—47° (aus A. oder viel PAe.) Kp.₁₂ 188—190°, Ausbeute 20%. — α -Veratryl- α -bromaceton (III), aus I durch Bromierung in Ae., weiße Krystalle, F. 84,5—86° (aus PAe. mit Tierkohle), verfärbt sich bald an der Luft. — α -Acetylguajacyl- α -bromaceton (IV), $C_{12}H_{13}O_4Br$, aus II durch Bromierung in Ae., Krystalle, F. 100—101° (aus A.), Ausbeute 85%. — Benzylthiuroniumverb. der α -Veratrylaceton- α -sulfonsäure, $C_{15}H_{21}O_6N_2S_2$, aus III mit Na-Sulfit u. Benzylthiuroniumhydrochlorid-Lsg., F. 165—167° (aus Alkohol). — Benzylthiuroniumverb. der α -Guajacylaceton- α -sulfonsäure, $C_{18}H_{22}O_6N_2S_2$, aus IV mit Na-Sulfit (dabei als Nebenprod. Guajacylaceton!) u. Benzylthiuroniumhydrochlorid-Lsg., F. 147—49°, aus A.+Aether. — Na-Salz der Veratrylaceton-sulfonsäure, $C_{11}H_{13}O_6SNa$, aus dem Benzylthiuroniumsalz mit der berechneten Menge NaOH. Weiße Krystalle, in A. prakt. unlösl., nicht hygroskop., Zersetzungspunkt: 230—232°. — Na-Salz der Guajacylaceton-sulfonsäure, $C_{10}H_{11}O_6SNa+1 H_2O$, aus dem entsprechenden Benzylthiuroniumsalz mit 1 Mol NaOH, weiße Krystalle in A. schwer lösl., Zersetzungspunkt: 230—32°. — α -Acetylguajacyl- α -acetoxyaceton, $C_{14}H_{16}O_6$, aus IV mit K-Acetat in A. u. Erwärmen,

feine Nadeln, F. 95—96°, Ausbeute quantitativ. (Ber. dtsh. chem. Ges. 77. 85—90. 15/3. 1944. Wien, I. Chem. Labor. d. Univ., Organ. Abtlg. u. Abtlg. f. Chemie d. Holzes.)

DEIMLER

J. C. E. Simpson und R. A. Morton, *Die Triterpengruppe. X. Eine Fortsetzung der Teile II und V.* (IX. vgl. C. 1942. II. 2795; II. siehe C. 1939. I. 134; V. vgl. C. 1939. II. 1879.) Für das von JACOBS u. FLECK (J. biol. Chemistry 88. [1930]. 137) aus β -Amyrin durch Dehydrierung u. Oxydation erhaltene Oxydion $C_{30}H_{44}O_3$ (F) haben Ruzicka u. Jeger (C. 1942. I. 1757) die Formel I, Kon u. Ross (J. chem. Soc. [London] 1942. 741) die Formel III vorgeschlagen. Auf der Basis dieser Formeln würden dann der Verb. $C_{32}H_{46}O$ (J), die bei der Oxydation des Acetats der Verb. F entstand, die Oxydformeln V oder VIII zugeschrieben werden müssen (vgl. Ruzicka u. Jeger, C. 1943. I. 1167). Aus J erhielten Vff. durch Hydrolyse mit 2,5%ig. Na-Amylatlsg. die Säure $C_{30}H_{46}O$ (N), deren Eigg. wie die ihres Acetylmethylesters $C_{33}H_{50}O_6$ (O) nach Ruzicka u. Jeger (l. c.) für die Formel XII sprechen. Diese Formel läßt sich jedoch schlecht mit der außerordentlich leichten Verseifbarkeit von O vereinbaren. Weitere Einwände gegen XII leiten Vff. aus den Eigg. der ungesätt., einbas. Dioxysäure $C_{30}H_{50}O_4$ (P) her, die durch Red. von J mit Na u. Amylalkohol erhalten wurde u. deren COOH-Gruppe wegeh der leichten Verseifbarkeit des zugehörigen Diacetylmethylesters $C_{35}H_{66}O_6$ (Q) nicht tert. sein kann. Bes. Bedeutung verdienen in diesem Zusammenhang die Beobachtungen, daß Q opt. transparent ist u. daß die durch CrO_3 -Oxydation von P erhaltene Diketonsäure $C_{30}H_{46}O_4$ (V) nur das schwache Absorptionsspektrum einer Verb. mit nicht kon-



jugierten CO-Gruppen besitzt. Denn wenn man wirklich annimmt, daß N u. P aus J durch verschieden geartete Aufspaltung des Ringes C hervorgehen, dann kämen für P nur die Formeln XVI u. XVII in Betracht, die beide bei der Oxydation (zu V) α , β -ungesätt. Ketone ergeben würden. Dieselben Argumente wie gegen XII sprechen nach Ansicht der Vff. auch gegen die Konsehe Formulierung für N (XV). Damit erscheinen auch die Formeln I u. III wenig wahrscheinlich. Der Diacetylmethylester Q ließ sich durch Perbenzoesäure in ein Oxyd $C_{35}H_{50}O_7$ (R) überführen, dessen Isomeres, der Diacetylmethylester (S), bei der Oxydation von Q mit CrO_3 u. aus P durch Acetylierung, Oxydation u. Methylierung entstand. Das hierbei neben der Diacetylsäure $C_{34}H_{54}O_6$ (T) als Zwischenprod. auftretende Oxydationsprod. $C_{34}H_{54}O_7$ (U) war durch etwa 20% eines α , β -ungesätt. Ketones verunreinigt, während S selbst seinem Spektrum nach eine isolierte Carbonylgruppe besitzt. Die Doppelbindung in P bzw. T kann also in zwei verschiedenen Richtungen oxydiert werden: $>C:CH \cdot CH_2 \rightarrow >CH \cdot CO \cdot CH_2$ u. $<C:CH-CO-$, wobei die erstere (zu S bzw. U) überwiegt. Auch dieses Ergebnis widerspricht nach Ansicht der Vff. letzten Endes den Formeln I u. III für F. Vermutlich ist die Lage des an sich von Ruzicka u. Jeger richtig erkannten Chromophors im Mol. von J als solche oder in bezug auf die angularen CH_3 -Gruppen eine andere. Weitere Schwierigkeiten ergeben sich, wenn man versucht, das Lacton $C_{28}H_{38}O_4$ (Y) (vgl. Teil V; l. c.), das durch Oxydation der bei der Hydrolyse von J mit KOH entstehenden Oxyverb. $C_{30}H_{44}O_3$ (K) erhalten wird, auf der Basis von I oder III zu formulieren. Y lieferte bei der Hydrolyse mit 12%ig. KOH oder 2,5%ig. Na-Amylatlsg. die Säure $C_{28}H_{40}O_5$ (Z), wobei sich im Gegensatz zu der Hydrolyse von J der Chromophor nicht ändert, wie ein Vgl. der Spektren des Methylesters von Z (AA) u. des Lactons (Y) zeigte. Die Ester

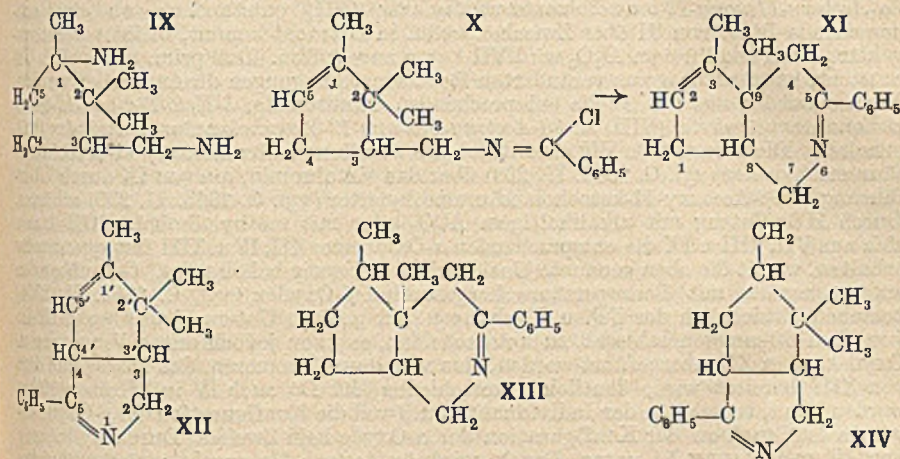
AA u. O ähneln einander in ihrer leichten Verseifbarkeit zu den Säuren. Weder AA noch Y reagierten mit Semicarbazid. AA ließ sich nicht acetylieren, Y nicht in ein Phenylhydrazon überführen. Es ist noch ungewiß, ob die bei der Hydrolyse von Y frei werdende COOH-Gruppe mit der in N u. P ident. ist, doch ist es sehr wahrscheinlich, daß bei der Bldg. von Y der Ring A über die Ketonstufe hinaus oxydiert wird. Dem durch Verestern der neben Y bei der Oxydation von K anfallenden sauren Fraktion erhaltenen Dimethylester (BB) muß nach den jetzigen Erkenntnissen die Bruttoformel $C_{32}H_{46}O_7$ zugeschrieben werden. Eine vergleichende Überprüfung der Tetranitromethanrkk. u. der Absorptionsspektra der besprochenen Verbb. ergab keine Widersprüche. Dagegen muß man hinsichtlich der LIEBERMANN-BURCHARDSchen Rk. folgende Annahmen machen: 1. In polycycl. hydroaromat. Verbb. reagieren konjugierte Systeme, wenn sie nicht aus einem Paar Äthylenbindungen bestehen, bei der LIEBERMANN-BURCHARDSchen Rk. negativ. 2. Triterpenderivv., die am C-Atom 2 eine Hydroxyl- oder Acetoxygruppe aufweisen, geben unabhängig von der übrigen Mol.-Struktur eine positive LIEBERMANN-BURCHARDSche Reaktion. Unterss. an den Nitroderivv. der Cholesterinreihe bestätigten diese Annahme.

Versuche. *Einbas. Dioxysäure (P)*, $C_{30}H_{50}O_4$, aus der Acetoxyverb. J durch Red. mit Na u. Amylalkohol neben einer neutralen Verb., die bei 135—150° aufschäumte, bei 210—220° eine klare Schmelze gab u. mit Pyridin-Acetanhydrid ein gegen Tetranitromethan stark ungesätt. *Acetylderiv.* der Zus. $C_{30}H_{48}O_3$ lieferte, das aus Aceton oder Aceton-Methanol in prismat. Nadeln vom F. 195—205° (klare Schmelze bei 250°) kristallisierte. P bildete aus Methanol flache Prismen vom F. 264,5—265,5° u. ließ sich in den *Diacetylmethylester (Q)*, $C_{35}H_{56}O_6$, überführen, der aus Aceton-Methanol in langen flachen Nadeln vom F. 228—229°, $[\alpha]_D^{16} = +63^\circ$ (in Chlf.) herauskam. — *Diacetylmethylesteroxyd (R)*, $C_{35}H_{56}O_7$, aus Q mit Perbenzoesäure in Chlf. bei 0°; aus Aceton Bündel feiner Nadeln vom F. 233,5—234,5°. — *Diacetylsäure (T)*, $C_{24}H_{54}O_5$, aus P mit Pyridin u. Acetanhydrid; aus wss. Aceton Prismen vom F. 249—251° nach Sintern bei 232°, $[\alpha]_D^{19} = +59^\circ$ (in Chlf.). — *Diacetylketodihydrosäure (U)*, $C_{34}H_{54}O_7$, aus T mit CrO_3 in Eisessig. bei 60—65°; aus verd. Essigsäure, wss. Methanol oder wss. Aceton dünne Blättchen vom F. 285—286° nach Sintern bei 253°. — *Diacetylketodihydromethylester (S)*, $C_{35}H_{56}O_7$, aus U mit äther. Diazomethanlsg. oder aus Q mit CrO_3 in essigsaurer Lsg. bei 70—72°; aus Aceton-Methanol unregelmäßige Platten vom F. 275—277°. — *Diketosäure (V)*, $C_{30}H_{46}O_4$, aus der Säure P durch Oxydation mit CrO_3 in essigsaurer Lsg.; aus wss. A. weiche Nadeln vom F. 192—194°. — *Säure (N)*, $C_{30}H_{46}O_5$, aus der Acetoxyverb. J durch Kochen mit einer Lsg. von Na in Amylalkohol; aus wss. A. oder Aceton zerbrechliche, gelbe Prismen vom F. 240—241° nach Sintern ab 237°. Nach einigen Monaten lag der F. bei 229—234°. *Methylester*, aus der Säure mit äther. Diazomethanlgs.; aus Bzl.-Ligroin harte, gelbe Rosetten prismat. Nadeln vom F. 149—151°. — *Acetylmethylester (O)*, $C_{35}H_{50}O_6$, aus dem Methylester von N mit Pyridin u. Acetanhydrid; aus wss. A. gelbe, weiche, perlmutterglänzende Platten vom 179—180,5°. — *Verb. (W)*, $C_{30}H_{42}O_3$, aus der durch Einw. von KOH auf die Verb. J erhaltenen Oxyverb. K mit PCl_5 in Ligroin, aus Aceton kurze Stäbe vom F. 295—297° (Zers.). — *Säure (Z)*, $C_{28}H_{40}O_5$, aus dem Lacton $C_{28}H_{38}O_4$ (Y) durch Kochen mit einer Lsg. von Na in Amylalkohol; aus wss. Essigsäure undurchsichtige Knoten winziger Nadeln vom F. 251—253°. *Methylester (AA)*, $C_{29}H_{42}O_5$, aus der Säure mit Diazomethan in Ä.-Aceton; aus wss. Methanol Platten vom F. 211,5—213°. (J. chem. Soc. [London] 1943. 477—86. Okt. Durham u. Liverpool, Univ.)

HEIMHOLD

Timotei Cosciug, *Synthetische Untersuchungen auf dem Gebiete der Naphthensäuren*. Vf. prüfte die Möglichkeit der Verwendung von Campher als Ausgangsmaterial für die *Synth. von Naphthensäuren* oder ihren Aufbauprodd.; der eingeschlagene Weg führte infolge Eintritts von Nebenrkk. nicht zum gesteckten Ziel, doch scheinen die neuen dargestellten Prodd. für zukünftige synthet. Unterss. bedeutungsvoll zu sein. — Der als Ausgangsmaterial verwendete japan. Campher wurde in Na-Campher, Oxymethylenecampher u. schließlich in Cyancampher übergeführt, aus dem die *Homocampher-säure (VIII)* dargestellt wurde, die mit $N_3H + konz. H_2SO_4$ in das *Homocampheramin (IX)* übergeführt wurde. — Die NH_2 -Gruppe am C_1 -Atom ist ziemlich fest gebunden, u. eine Loslösung von diesem bei gleichzeitiger Erhaltung der zweiten NH_2 -Gruppe kann auf einfachem Wege nicht erreicht werden. Deshalb wurde das Diamin benzyliert, mit PCl_5 oder $SOCl_2$ in das Diimidchlorid umgewandelt u. letzteres der Hochvakuumdest. unterworfen. Dabei wurden Benzonitril u. HCl abgespalten u. die Doppelbindung zwischen C_1 u. C_5 gebildet. Gleichzeitig fand auch an der zweiten Imidchloridgruppe eine Rk. statt, die jedoch nicht zur Bldg. der erwarteten weiteren Doppelbindung, sondern vielmehr eines neuen Ringes mit tert. gebundenem N führte. Die gleichen Reaktionsprodd. wurden auch beim Erwärmen des Diimidchlorids mit W. erhalten. —

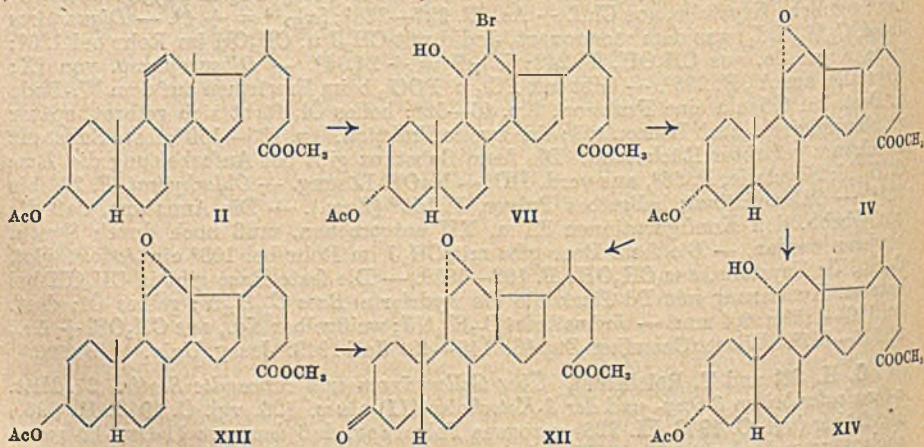
Aus dem Reaktionsprod. wurden 2 bas. Verbb. erhalten, von denen eine kryst. (F. 56°), während die zweite fl. war u. nicht weiter untersucht wurde. Aus der Bldg. dieser 2 Basen geht hervor, daß der Ringschluß nach zwei Richtungen erfolgen kann, wie das Formelbild X, XI u. XII zeigt. Die feste Base ließ sich katalyt. hydrieren, wobei nur 1 Mol. H₂ aufgenommenen wurde; das hydrierte Amin dürfte das 3,9-Dimethyl-5-phenylhexahydro-(2,3,4,7,8,9)-6-N-pyridin (XIII) oder das 3,4:4',3'-1'-2'-2'-Trimethylcyclopentan-3-phenylpyrrolin (XIV) sein.



Versuche. Die Darst. von *Cyanampher* nach BISHOP u. a. (Liebigs Ann. Chem. 281. [1894.] 331. 351) u. die von *Homocamphersäure* nach BREDT u. v. ROSENBERG (Liebigs Ann. Chem. 289. [1896.] 4) wurden verbessert. — 1,3'-Diamino-1,2,2,3-tetramethylcyclopentan (*Homocampheramin*), C₉H₂₀N₂ (IX); aus VIII mit konz. H₂SO₄ u. einer 11%ig. Lsg. von N₃H in Chlf. bei 45 bis 50°; gibt bei Dest. bei 20 mm 2 Fraktionen: 108—110° u. 110—112°; ölige Fl., riecht eigentümlich. — *Chlorhydrat*, C₉H₂₂N₂Cl₂; aus CH₃OH-Ae., F. 286—288°; [α]_D²⁰ = + 31,2° (in 10%ig. wss. Lsg.). — *Acetylverb.*, C₁₃H₂₁O₂N₂; Krystalle, aus W., F. 203°. — *Pikrat*, aus CH₃OH, F. 248° (Zers.). — *Monoquartäres Jodid des Homocampheramins*, C₁₁H₃₁N₂J; aus IX mit 20%ig. wss. Lsg. von NaOH u. (CH₃)₂SO₄ u. 50%ig. wss. KJ-Lsg.; gelbliche Krystalle, aus Chlf. + Ae., F. 227—228°; [α]_D²⁰ = + 4°. — *Diquartäres Jodid*, C₁₅H₃₁N₂J₂; aus dem monoquart. Jodid mit CH₃J u. CH₃OH im Rohr bei 125°; gelbe Krystalle, aus CH₃OH, F. 242; [α]_D²³ = + 24,94°. — *Dibenzoylverb.* von IX; Krystalle, aus A., F. 235°. — Gibt mit PCl₅ u. POCl₃ beim Erwärmen auf dem W.-Bade u. Dest. bei 0,5 mm eine Fraktion, Kp. 46—52°; helles Öl, färbt sich gelbrot, später grünbraun, riecht nach Benzotrinitril; eine zweite Fraktion, Kp. 135—150°; feste Substanz u. schwarz gefärbter Rückstand. Die feste Substanz gibt bei Aufarbeitung die Base C₁₄H₁₉N; Krystalle, F. 56°, aus verd. HCl + NaOH-Lösung. — *Chlorhydrat*, F. 222 bis 225°. — *Chloroplatinat*; hellgelbes Pulver, F. 155° (Zers.). — Die Annahme, daß die bas. Verbb. den Konfigurationen XI u. XII entsprechen, muß noch durch Synth. bewiesen werden. — Die feste Base gibt mit CH₃J im Rohr bei 100° ein *Jodmethylat*, C₁₁H₂₉NJ; Krystalle, aus CH₃OH; F. 192—193°. — Die feste Base gibt in CH₃OH bei katalyt. Hydrierung mit Pd-Tierkohle die hydrierte Base C₁₆H₂₁N; gelbes Öl; dest. bei 110—115° u. 0,4 mm. — *Jodmethylat* C₁₇H₂₄NJ; weißgelber Nd., aus CH₃OH + Ae., F. 166—167°. (Wiener Chemiker-Ztg. 46. 145—49. Juli 1943. Jassy, Univ. BUSCH)

G. H. Ott und T. Reichstein, *Über Gallensäuren und verwandte Stoffe*. 27. Mitt. *α-Oxyde der beiden 3-Oxy- und der 3-Ketocholen-(11)-säure*. (26. vgl. C. 1943. II. 826.) Die früher (vgl. C. 1943. II. 226) gezogene Folgerung, daß dem aus 11-Oxy-12-bromcholangensäuremethyl ester (l. c. = V) erhaltenen Oxyd (l. c. = X) u. dem daraus erhältlichen 11-Oxy ester (l. c. = XI) α-Konfiguration zukäme, ist noch mit Unsicherheit behaftet, weil V bisher nicht in reiner Form isoliert wurde, also an sich die Möglichkeit besteht, daß X aus einem anderen Bestandteil des Reaktionsgemisches entsteht u. nicht aus V u. ihm daher eine andere Konst. als die l. c. angenommene zukommen könnte. Es werden deshalb weitere Unterss. auf dem Gebiet vorgenommen. Die Umwandlung von 3-Ketocholen-(11)-säuremethyl ester (I) in 3α- u. 3β-Acetoxycholen-(11)-säuremethyl ester (II bzw. III) (vgl. C. 1942. II. 2149, 2904) gelingt auf vereinfachtem Wege

durch Hydrierung von I mit RANEY-Ni in alkal. Lsg.; die Doppelbindung wird dabei nicht angegriffen; statt der Trennung von II u. III mit Digitonin wird jetzt nach Reacetylierung chromatograph. getrennt. Bei der Umsetzung von II mit HOBr werden nach Chromatographie *3 α -Acetoxy-11,12-dibromcholansäuremethylester* (vgl. C. 1943. II. 226, 228), *3 α -Acetoxy-11 α ,12 α -oxidocholansäuremethylester* (IV) u. in geringer Menge *3 α -Acetoxy-12-ketocholen-(9)-säuremethylester* (VI) erhalten. Das IV ist dabei durch Einw. des merkliche Mengen Alkali enthaltenden Al₂O₃ aus dem prim. gebildeten *3 α -Acetoxy-11 α -oxy-12-bromcholansäuremethylester* (VII) entstanden; ob eine entsprechende Bldg. von VI über Zwischenprodd. in Betracht kommt, bleibt vorerst ungeklärt. Von alkalifreiem Al₂O₃ wird VII kaum angegriffen. Daß prim. tatsächlich VII entsteht, kann unter etwas veränderten Reaktionsbedingungen direkt gezeigt werden. Ebenso werden aus I u. II die entsprechenden Oxybromide, *3-Keto-11 α -oxy-12-bromcholansäuremethylester* (VIII) u. *3 β -Acetoxy-11 α -oxy-12-bromcholansäuremethylester* (IX), erhalten. Die Konst. von VII wird durch Umwandlung in *3 α -Acetoxy-11-ketocholansäuremethylester* (vgl. C. 1943. II. 228) über das Ketobromid, die von IX durch Überführung in *3 β -Acetoxy-11-ketocholansäuremethylester* (vgl. C. 1943. II. 230) erhärtet. Durch HBr-Entzug mit alkalihaltigem Al₂O₃ oder mit methylalkohol. KOH lassen sich aus VII, VIII u. IX die entsprechenden α -Oxidoester XII, IV u. XIII fast quantitativ erhalten, womit die oben genannte Unsicherheit eindeutig behoben ist. Gegenüber den entsprechenden mit Benzopersäure hergestellten β -Oxyden (vgl. C. 1942. II. 2904) bestehen hinsichtlich der FF. u. Drehungen nur geringe Unterschiede; bes. XIII ist von dem β -Isomeren schlecht zu unterscheiden, es kann jedoch durch Verseifung u. Oxydation in XII übergeführt werden, das von dem β -Isomeren, das analog aus dem von XIII bereitet wird, deutlich unterschieden ist. Da auch IV in XII übergeführt werden kann, besteht an der Individualität u. (weil die Konfiguration der β -Oxyde bewiesen ist) auch an der Konfiguration der α -Oxyde kein Zweifel. Durch Hydrierung von IV mit RANEY-Ni unter Druck wird *3 α -Acetoxy-11 α -oxycholansäuremethylester* (XIV) erhalten, der früher (vgl. C. 1943. II. 228) aus *3 α -Acetoxy-11-ketocholansäuremethylester* dargestellt wurde u. dessen Konfiguration somit ebenfalls bewiesen ist. Eine entsprechende Hydrierung von XIII gelingt nicht. Wegen der glatten α -Oxydbldg. aus allen drei Bromhydrinen ist für IX ebenfalls α -Konfiguration in 11 angenommen worden, während die räumliche Stellung des Br-Atoms an 12 ungeklärt ist; denn es kann bei der Oxybldg. an dieser Stelle WALDENSche Umkehrung eintreten. Ein Vers. der Prüfung durch direkte Entbromung von VII führte nicht zum Ziel, weil die Reduktionsverss. im allg. nur unverändertes VII zurückliefern. Nur unter sehr energ. Bedingungen wird etwas IV u. eine kleine Menge eines Stoffes erhalten, der wahrscheinlich mit II ident. ist.



Versuche (alle FF. korr. [KOFLE-Block]): I (250 mg) in methanol. NaOH mit H₂-RANEY-Ni schütteln (Stillstand bei Aufnahme von 1 Mol. H₂), nach Behandlung mit CH₂N₂ u. Reacetylierung mit Acetanhydrid-Pyridin (3 Stdn., 60°) über Al₂O₃ mit Bzl.-PAe. (1 : 9—1 : 1) *3 α -Acetoxycholen-(11)-säuremethylester* (II), F. 119—121° (114 mg), mit Bzl.-PAe. (8 : 2), Bzl. u. Bzl.-Ä. (9 : 1) *3 β -Acetoxycholen-(11)-säuremethylester* (III), F. 149—151° (55 mg). — Zu (1 g) II in sd. Aceton wss. Lsg. von Bromacetamid u. NaOOC·CH₃·3 H₂O_lgeben u. 24 Stdn. bei 18° lassen, über Al₂O₃ mit PAe.

Bzl. (1 : 1) u. PAe. (300 mg) 3 α -Acetoxy-11,12-dibromcholansäuremethylester, mit PAe. u. Bzl.-PAe. (1 : 9—1 : 1, dann 7 : 3) 3 α -Acetoxy-11 α ,12 α -oxidocholansäuremethylester (IV), C₂₇H₄₂O₅ (190 mg) aus Ä.-CH₃OH feine Nadeln, aus Aceton-Ä., F. 154 bis 155°, $[\alpha]_D^{12} = +62,0 \pm 2^{\circ}$ (c = 1,4191, Aceton); weitere 50 mg IV aus den Mutterlaugen nach Chromatographie neben (66 mg) 3 α -Acetoxy-12-ketocholen-(9)-säuremethylester (vgl. C. 1943. I. 2686), aus Bzl.-PAe., F. 146—148°; $[\alpha]_D^{14} = +100,0 \pm 2^{\circ}$ (c = 0,9894; Aceton); $\lambda_{\max} = 240 \text{ m}\mu$, log $\epsilon = 3,94$. — 3 α -Acetoxy-11 α -oxy-12-bromcholansäuremethylester (VII), C₂₇H₄₃O₅Br, aus II (6 g bzw. 0,3 g) in Aceton mit Bromacetamid + NaOOC·CH₃·3 H₂O in W. (12 Stdn.) bzw. in Pyridin-Bzl. mit Bromacetamid (16 Stdn., 18°), aus Chlf.-Ä. Blättchen, F. 201—203°, $[\alpha]_D^{17} = +70,5 \pm 2^{\circ}$ (c = 1,2885; Aceton) (Ausbeute 2 g bzw. 0,15 g). Behandlung in Bzl. mit reinem Al₂O₃ (1 $\frac{3}{4}$ Stdn., Zimmertemp.) liefert erst nach Zusatz von Pyridin IV, der auch mit käuflichem, alkalihaltigem Al₂O₃ erhalten wird. Entbromungsverst. mit Pyridin (5 Min.), Zn-Staub in Eisessig (5 Min.) oder mit verkupfertem Zn-Staub in Eisessig (3 $\frac{1}{2}$ Stdn.) liefern VII zurück. Bei Hydrierung mit RANEY-Ni in CH₃OH-Pyridin (4 $\frac{1}{2}$ Stdn., 50°, 100 bis 115 at) neben unverändertem VII Blättchen von IV, dessen Bldg. vielleicht auf geringen Alkaligeh. des Katalysators zurückzuführen ist. — 3 α -Acetoxy-11-keto-12-bromcholansäuremethylester, C₂₇H₄₁O₅Br, aus VII in Chlf.-Eisessig mit wss. CrO₃ (3 Stdn., Zimmertemp., dann 24 Stdn., 0°), aus Aceton-Ä. lange Nadeln, F. 183—185°, $[\alpha]_D^{15} = +13,0 \pm 2^{\circ}$ (c = 1,3021; Aceton). — 3 α -Acetoxy-11-ketocholansäuremethylester, aus vorst. mit Zn-Staub in Eisessig (20 Min. leicht erwärmen), aus Aceton-Ä. Blättchen, F. 131—133°. — IV aus VII mit 1%ig. methanol. KOH (24 Stdn., Zimmertemp.) oder mit Al₂O₃ (alkalisch) in Bzl.-PAe. (15 Min., Zimmertemp.), ident. mit dem IV. aus II. Mit Eisessig (5 Min. kochen) wird IV nicht verändert; bei längerer Einw. wird ein Teil in ein amorphes Prod. verwandelt. Oxydation von IV mit CrO₃-Eisessig (18 Stdn., Zimmertemp.) liefert ein farbloses Neutralprod. vom F. 131—138° (roh). Mit methanol. konz. H₂SO₄ (9 : 1; 2 $\frac{1}{2}$ Stdn.) wird nach Remethylieren u. Reacetylieren ein Prod. vom F. 131—133° (aus Ä.) erhalten; Misch-F. mit dem gleich schmelzenden 11-Ketoester (s. o.) 123—132°. — 3 α -Acetoxy-11 α -oxycholansäuremethylester (XIV), aus IV (97 mg) durch Hydrierung mit RANEY-Ni in CH₃OH (9 $\frac{1}{2}$ Stdn., 120—145°, ~150 at) nach Remethylierung u. Acetylierung, über Al₂O₃, lange Nadeln (13 mg), F. 147—148°. — 3-Keto-11 α -oxy-12-bromcholansäuremethylester (VIII), C₂₅H₃₉O₄Br, aus (0,5 g) I in Aceton mit wss. Bromacetamid-Na-Acetatlg. (15 Stdn., 18°), aus Ä.-PAe. Nadeln (0,16 g), aus Aceton-Ä., F. 166—167°, $[\alpha]_D^{18} = +48,9 \pm 2^{\circ}$ (c = 1,0217; Aceton). — 3-Keto-11 α ,12 α -oxidocholansäuremethylester (XII), C₂₅H₃₈O₄, aus VIII (0,2 g) in Bzl.-PAe. mit (alkalisch) Al₂O₃ (3 Stdn., Zimmertemp.), über Al₂O₃ mit Bzl. (50 mg), aus Ä.-PAe., F. 121—122°, $[\alpha]_D^{17} = +34,0 \pm 2^{\circ}$ (c = 1,0299; Aceton). — 3 β -Acetoxy-11 α -oxy-12-bromcholansäuremethylester (IX), C₂₇H₄₃O₅Br, analog VII aus III, aus Chlf.-Ä., F. 196 bis 195°, $[\alpha]_D^{18} = +50,4 \pm 2^{\circ}$ (c = 0,9727; Aceton). — 3 β -Acetoxy-11-keto-12-bromcholansäuremethylester, C₂₇H₄₁O₅Br, aus IX mit CrO₃-Essigsäure (4 Stdn., 18°), aus Aceton-Ä., F. 226—227°, $[\alpha]_D^{18} = +7,3 \pm 2^{\circ}$ (c = 0,9596; Aceton). — 3 β -Acetoxy-11-ketocholansäuremethylester, aus vorst. mit Zn-Staub in Eisessig, aus Ä. Blättchen, F. 174—175°. — 3 β -Acetoxy-11 α ,12 α -oxidocholansäuremethylester (XIII), C₂₇H₄₂O₅, aus IX in Bzl. mit (alkalisch) Al₂O₃ (24 Stdn., 18°), aus Aceton-PAe., F. 151—152°, $[\alpha]_D^{18} = +39,9 \pm 1^{\circ}$ (c = 2,2048; Aceton). XIII aus IX auch mit methylalkohol. KOH u. nachträglichem Methylieren u. Acetylieren. Aus XIII mit 4%ig. methylalkohol. KOH (1 $\frac{1}{2}$ Stde.) nach Behandlung mit CH₂N₂ u. anschließender Oxydation mit CrO₃-Eisessig (5 Stdn., 18°), über Al₂O₃ mit Bzl. XII, das auch auf analogem Wege aus IV erhalten wird. (Helv. chim. Acta 26. 1799—815. 15/10. 1943. Basel, Univ., Pharmazeut. Anstalt.)

ERBE

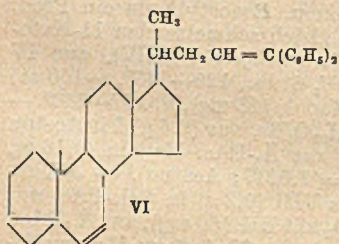
M. Sorkin und T. Reichstein, *Über Gallensäuren und verwandte Stoffe*. 28. Mitt. 12 α -Oxycholansäure. (27. vgl. vorst. Ref.) 12 α -Oxycholansäure (I) wird auf 2 Wegen hergestellt: a) durch Red. von 3-Keto-12 α -acetoxycholansäuremethylester (II) (vgl. C. 1942. II. 2906) nach WOLFF-KISHNER u. b) über ihren Ester (III) durch Hydrierung des 12-Ketocholansäuremethylesters mit RANEY-Ni, wobei außerdem der epimere Ester entsteht, von dem III durch Chromatographie u. weiter durch Kristallisation getrennt werden kann. Konstitutionsbeweisend ist die CrO₃-Oxydation von III zu 12-Ketocholansäuremethylester. Für die Gewinnung von 3 α ,12 α -Dioxycholansäure (IV) aus 3 α -Oxy-12-ketocholansäuremethylester (vgl. C. 1942. II. 2906) wird eine verbesserte Meth. angegeben (Hydrierung in methylalkohol. NaOH statt in reinem CH₃OH; Ausbeute an IV 50%).

Versuche. (Alle FF. korr. [KOFER-Block]): 12 α -Oxycholansäure (I), C₂₄H₄₀O₃: I. aus (1,7 g) 12-Ketocholansäuremethylester (vgl. C. 1943. I. 2298) in CH₃OH mit RANEY-Ni unter H₂ (14 Stdn., 20°), über Al₂O₃, nach Elution des β -Esters (0,4 g) mit

PAe., mit Bzl. u. Ä. nach Verseifen des III, aus Ä.-PAe. Prismen (0,8 g), F. 109—115°, Misch.-F. mit der β -Säure 70—103°; $[\alpha]_D^{12} = +37,9 \pm 2^\circ$ ($c = 1,844$; Aceton) [β -Säure: $[\alpha]_D^{12} = +43,5 \pm 2^\circ$ ($c = 1,472$; Aceton)]. 2. Aus (0,35 g) II mit Hydrazinhydrat u. alkohol. NaOC_2H_5 (16 Stdn., 180°), Ausbeute 0,23 g; die Krystallisation erfolgt auf Animpfen mit IV. Aus I, nach Veresterung mit CH_3N_2 , mit CrO_3 -Eisessig (2 Stdn., Zimmertemp.) 12-Ketocholensäuremethylester, F. u. Misch.-F. 106—108° (Helv. chim. Acta 26. 2097—2101. 1/12. 1943.)

ERBE

Byron Riegel, Melvin F. W. Dunker und McCalip J. Thomas, *Die Darstellung und Dehydratation von 6-Methoxyisonorcholonyldiphenylcarbinol*. Durch Umsetzung von Methyl-6(α)-methoxyisocholenat mit $\text{C}_6\text{H}_5\text{MgBr}$ wird 6(α)-Methoxyisonorcholonyldiphenylcarbinol (I) erhalten. Bei Dehydratationsverss. durch Vakuumsublimation, langsame Dest. der Lsg. in Bzl., Toluol oder Xylol u. beim 3 std. Erhitzen mit wasserfreiem K-Bisulfat auf 215° wird I unverändert zurückerhalten. Die Dehydratation insd. Eisessig führt unter Verlust der iso-Ätherkonfiguration zu 3-Acetoxy-24,24-diphenyl-5,23-choladien (II). Beim Vers. der jodkatalysierten Dehydratation in sd. Xylol wird 3-Jod-5-norcholonyldiphenylcarbinol erhalten. Behandlung mit aktiviertem Al_2O_3 in Xylol liefert ein Dehydratationsprod. (III) vom F. 161,8—163°, $[\alpha]_D = -39^\circ$. Obgleich alle anderen iso-Äther positiv drehen, ist für III iso-Konfiguration anzunehmen; wahrscheinlich hat Epimerisierung der 6-Methoxygruppe stattgefunden. Das auf unabhängigen Wege aus 3-Oxy-5-norcholonyldiphenylcarbinol über II, 3-Oxy-24,24-diphenyl-5,23-choladien u. dessen p-Toluolsulfonat dargestellte erwartete Dehydratationsprod. von I, 1,1-Diphenyl-2-[6(α)-methoxyisobisnorcholonyl]-äthylen (IV), ist mit III nicht ident.; es hat F. 109,1—110,1°, $[\alpha]_D = +67,8^\circ$. Beide Verb. zeigen das für iso-Methyläther charakterist. Verhalten: Beim Kochen der methanol. Lsgg. mit einigen Tropfen H_2SO_4 erfolgt Umlagerung zum n. Äther, u. zwar entsteht aus III u. IV ein u. dasselbe Prod., 3-Methoxy-24,24-diphenyl-5,23-choladien (V). Unabhängig davon synthetisiertes V ist mit dem Umlagerungsprod. aus III u. IV identisch. Beim Erhitzen mit Eisessig entsteht aus III u. IV Verb. II, allerdings aus IV leichter als aus III. Darst. u. Verh. der beiden Isomeren legen die Anwesenheit eines 3 Ringen gemeinsamen C-Atoms, von denen einer ein Cyclopropanring ist, nahe. Beim Vers. IV an Al_2O_3 zu III zu epimerisieren, wird ein KW-stoff der wahrscheinlichen Konst. VI erhalten, aus dem beim Erhitzen mit Eisessig überraschenderweise II entsteht. Für VI wird deshalb ein konjugiertes Syst. angenommen, in dem eine Doppelbindung dem



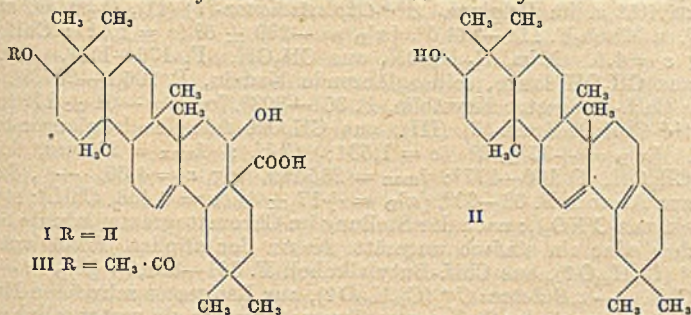
potentiell ungesätt. Cyclopropanring konjugiert ist; die Bldg. von II erfolgt dann möglicherweise nach 1,4- (oder 1,5-) Addition von Essigsäure.

Versuche. Methyl-6(α)-methoxyisocholenat, $\text{C}_{26}\text{H}_{42}\text{O}_2$, aus Methyl-3-p-toluolsulfonyl-5-cholenat mit geschmolzenem K-Acetat in CH_3OH (8 Stdn.) in fast quantitativer Ausbeute, $[\alpha]_D^{21} = +44,1^\circ$ (Chlf.). — 6(α)-Methoxyisonorcholonyldiphenylcarbinol (I), $\text{C}_{37}\text{H}_{50}\text{O}_2$, aus vorst. mit $\text{C}_6\text{H}_5\text{MgBr}$ in Ä. (1½ Stdn.), aus Aceton- CH_3OH , F. 139,0—140,2°, $[\alpha]_D^{27} = +43,9^\circ$ (Chlf.); Ausbeute 80%. — 3-Oxy-5-norcholonyldiphenylcarbinol, $\text{C}_{36}\text{H}_{48}\text{O}_2$, aus Methyl-3-oxy-5-cholenat mit $\text{C}_6\text{H}_5\text{MgBr}$, F. 169,4—172,2° nach Erweichen bei 95°, Schmelzen u. Wiedererstarren bei 108°. — 3-p-Toluolsulfonyl-5-norcholonyldiphenylcarbinol, $\text{C}_{43}\text{H}_{54}\text{O}_4\text{S}$, aus Aceton-PAc., F. 143,2—144,0°. Daraus mit K-Acetat in CH_3OH I, Ausbeute 75%. — 3-Acetoxy-5-norcholonyldiphenylcarbinol, $\text{C}_{38}\text{H}_{50}\text{O}_3$, aus der 3-Oxyverb. mit Acetanhydrid-Pyridin (24 Stdn., Zimmertemp.), aus Aceton große, flache Platten, F. 163,2—165,5°. — 3-Acetoxy-24,24-diphenyl-5,23-choladien (II), $\text{C}_{38}\text{H}_{48}\text{O}_2$, 1. aus vorst. mit Eisessig (3 Stdn.), 2. aus den 3-Oxy-carbinol durch Dehydratation u. Acetylierung mit Eisessig. — Acetanhydrid (2 Stdn.), 3. durch Dehydratation, Acetolyse u. Umlagerung von I mit Eisessig (2 Stdn.), aus Aceton glitzernde kleine Würfel, F. 166,6—167,4°; Ausbeute 95 bzw. 88 bzw. 80%. — 3-Oxy-24,24-diphenyl-5,23-choladien, $\text{C}_{36}\text{H}_{46}\text{O}_2$, aus II mit Na-n-Propylat (nach Verdünnen mit W. 2 Stdn. kochen) oder mit aktiviertem Al_2O_3 in Xylol, aus Aceton- CH_3OH , F. 173—174°. — 3-p-Toluolsulfonyl-24,24-diphenyl-5,23-choladien, $\text{C}_{43}\text{H}_{52}\text{O}_4\text{S}$, aus Aceton, F. 130,6—131,5°. — 1,1-Diphenyl-2-[6(α)-methoxyisobisnorcholonyl]-äthylen (IV), $\text{C}_{37}\text{H}_{46}\text{O}$, aus vorst. mit K-Acetat in CH_3OH (9 Stdn.), große, dicke Nadeln, F. 109,1—110,1°, $[\alpha]_D^{23} = +67,8^\circ$ (Chlf.). Daraus beim Kochen mit Eisessig-Acetanhydrid II. — 3-Jod-5-norcholonyldiphenylcarbinol (?), $\text{C}_{36}\text{H}_{45}\text{OJ}$, aus I mit Xylol in Ggw. von Jod (2 Stdn.), aus Aceton Prismen, F. 168,2—169,4°. — 1,1-Diphenyl-2-[6(β)-methoxyisobisnorcholonyl]-äthylen (?) (III), aus I mit aktiviertem Al_2O_3 in Xylol (3 Stdn.), aus Aceton- CH_3OH , F. 161,8—163°, $[\alpha]_D^{25} = -38,6 \pm 2^\circ$ (Chlf.). Daraus mit Acetanhydrid

u. Eisessig (2 $\frac{1}{2}$, Stdn.) II. — *Methyl-3-methoxy-5-cholenat*, C₂₉H₄₂O₃, aus dem *p*-Toluolsulfonat mit CH₃OH (7 Stdn.), aus CH₃OH, F. 109,2—109,6°, [α]_D²² = -44,6° (Chlf.). — *3-Methoxy-5-norcholenyldiphenylcarbinol*, C₃₇H₅₀O₂, aus vorst. mit C₆H₅MgBr, aus Aceton-Chlf., F. 164,8—165,9°. — *3-Methoxy-24,24-diphenyl-5,23-choladien* (V), C₃₇H₄₈O, 1. aus vorst. mit Eisessig (2 $\frac{1}{2}$, Stdn.), 2. aus III oder IV in CH₃OH mit ein paar Tropfen H₂SO₄, aus Aceton-CH₃OH, F. 114,5—115,3°, [α]_D²⁴ = -11,55 ± 0,66° (Chlf.). — *Kohlenwasserstoff* C₃₆H₄₄ (VI), aus IV mit Al₂O₃ in Xylol (3 Stdn.), aus Aceton-CH₃OH dicke Nadeln, F. 162,0—163,0°, [α]_D²⁵ = -18,5° (Chlf.), im UV-Licht Fluorescenz. Daraus mit Eisessig (5 Stdn.) Verb. II. (J. Amer. chem. Soc. 64. 2115—22. 11/9. 1942. Evanston, Ill., Northwestern Univ., Chem. Labor.)

ERBE

C. R. Noller und J. F. Carson, *Saponine und Sapogenine*. XIX. Die Decarboxylierung der *Echinocystinsäure*. (XVIII. vgl. J. Amer. chem. Soc. 63 [1941]. 2131.) *Echinocystinsäure* (I) spaltet bei der Dest. im Vakuum 1 Mol. CO₂ u. 1 Mol. H₂O unter Bldg. von *Norechinocystadienol* (II) ab. Da I-Monoacetat (III) unter denselben Bedingungen ebenfalls CO₂ u. H₂O abspaltet u. das Reaktionsprod. durch Verseifung in II übergeht, geht die W.-Abspaltung unter Austritt der zur Carboxylgruppe β -ständigen OH-Gruppe vor sich. Die Konjugation der beiden Doppelbindungen u. ihre Verteilung auf 2 Ringe folgt aus der UV-Absorption des II (Maximum bei 241 m μ), ferner daraus, daß II kein Maleinsäureanhydrid addiert u. sich nicht hydrieren läßt.



Versuche. *Norechinocystadienol* (II), C₂₉H₄₆O. 9 g I bei einem Vakuum von 10 mm Hg auf 280° Badtemp. erhitzen, bis die Gasentw. beendet ist, dann bei 300 bis 320° dest., Destillat in Ä. mit 2-n. wss. NaOH waschen u. Ä.-Rückstand aus Aceton-Methanol umkristallisieren, Nadeln vom F. 192—195°, [α]_D = +81,8° (in Dioxan), werden beim Stehen an der Luft gelb u. verharzen; II-Benzoat, C₃₆H₅₀O₂, F. 231—233°. Bei der Vakuumdest. des III wurde ein Prod. vom F. 169—180° erhalten, das bei der Verseifung in II übergeht. (J. Amer. chem. Soc. 63. 2238—39. Aug. 1941. Stanford Univ., Dep. of Chemistry.)

WOLZ

E. Hardegger, L. Ruzicka und E. Tagmann, *Untersuchungen über Organextrakte*. 3. Mitt. *Zur Kenntnis der unverseifbaren Lipide aus arteriosklerotischen Aorten*. (2. vgl. C. 1944. I. 759.) Im Hinblick auf die Zusammenhänge der Arteriosklerose mit einem gestörten allg. Sterin- oder Lipoidmetabolismus wird eine Unters. der Lipide der arteriosklerot. Aorta vorgenommen. Das zerkleinerte Material wird erschöpfend mit Aceton extrahiert. Nach Abtrennung der leicht in W. lösl. Verb. werden die lipiden Neutralkörper erhalten, die mit Ba(OH)₂ u. nachher mit KOH verseift werden. Die Anarbeitung des Unverseifbaren erfolgt ausschließlich durch Kristallisation u. chromatograph. Adsorption an Al₂O₃. Aus 370 arteriosklerot. Aorten, die als Ganzes verwendet werden, fallen 127 g unverseifbare Bestandteile an, aus denen 90 g nicht ganz reines, vermutlich 5—6% *Dihydrocholesterin* enthaltendes *Cholesterin* (I) erhalten werden, also ein Mehrfaches der aus n. Aorten zu erwartenden Menge (vgl. SCHÖNHEIMER, Z. physiol. Chem. 160. [1926]. 61, der jedoch nur die abgetrennte Intima der Aorten verwendete). Aus dem Restunverseifbaren (38 g) werden folgende Verb. isoliert: $\Delta^5,6$ -*Cholestadienon*-(7) (II) (1,485 g), $\Delta^{4,6}$ -*Cholestadienon*-(3) (III) (22 mg), *Cholestantriol*-(3 β ,5,6-trans) (IV) (19 mg), β -*Oxycholesterin* (V) (82 mg), *Batylalkohol* (285 mg), „Substanz A“ vom F. 301—303° (1,4 mg), „Substanz B“ vom F. 300—301,5° (5,2 mg), „Substanz C“ vom F. 79,5—80° (25 mg), „Substanz D“ vom F. 219—221° (5 mg) u. „Substanz E“ vom F. 68—69° (5,2 mg). Ebenfalls aufgefundenes *Fridelin* (vgl. auch C. 1944. I. 760) ist wahrscheinlich durch die Benutzung von Korkstopfen in das Material gelangt. Bzgl. II, III, IV u. V kann die Möglichkeit nicht ausgeschlossen werden, daß diese Verb. erst während der Verarbeitung aus I entstanden sind. Das in größerer Menge auftretende II könnte, wenn nicht nativ, so doch aus in der arteriosklerot. Aorta

vielleicht enthaltenem 7-Ketocholesterin entstanden sein; diese Verb. könnte der genuine Inhaltsstoff sein, der die von PAGE u. MENSCHIK (Naturwiss. 18. [1930]. 585) beobachtete selektive Absorption bei 238 μ in einer Cholesterinfraktion aus arteriosklerot. Aorten veranlaßt. Die Abwesenheit der C₁₈-, C₁₉- u. C₂₁-Steroide in denjenigen der bisher untersuchten Organextrakte, die nicht den typ. Steroidhormondrüsen bzw. Harnen entstammen muß nicht unbedingt einen prinzipiellen Unterschied bedeuten, sondern könnte durch das Mengenverhältnis zwischen den C₁₈—C₂₁-Steroiden zu denen der C₂₇-Reihe bedingt sein.

Versuche. Acetonextrakt aus 13,5 kg zerkleinertem Material in Ä. aufnehmen u. mit W. behandeln; das aus der Ä.-Lsg. erhaltene Öl (3700 g) in PAe. aufnehmen u. nach Waschen mit Alkali den verbleibenden Neutralkörper (3450 g) in CH₃OH mit Ba(OH)₂ (nach Zugabe des kryst. Ba(OH)₂ zur unter N₂ sd. Lsg. innerhalb 10 Stdn. noch 1½ Stdn. kochen, dann rasch auf 40—50° abkühlen) verseifen u. die unlösl. Bariumseifen durch Extraktion, nochmalige Verseifung u. „Umfällen“ reinigen (2240 g gereinigte Bariumseifen). Die vereinigten methanol. Fraktionen sowie die durch Extraktion der unlösl. Ba-Seifen mit Ä. u. PAe. erhaltenen Anteile im Verlaufe von 3 Stdn. mit wss. ~1 n-KOH-Lsg. versetzen u. noch 2 Stdn. kochen; es werden 127 g Unverseifbares gewonnen; aus dessen methanol. Lsg. 85 g I, F. 146,5—147,5°. — Chromatograph. Trennung des Restunverseifbaren (42,1 g) über Al₂O₃ vorwiegend mittlerer Aktivität s. im Original. $\Delta^{3,5}$ -Cholestadienon-(7) (II), C₂₇H₄₈O, aus Aceton Blättchen, F. u. Misch-F. 114—114,5°, $[\alpha]_D = -299 \pm 5^\circ$ (c = 1,114; Chlf.); $\lambda_{\max} = 280 \mu$, log $\epsilon = 4,4$. Oxim, C₂₇H₄₃ON, aus CH₃OH, F. 176—178°. Semicarbazon, C₂₈H₄₅ON₃, aus CH₃OH lange, seidenglänzende Nadeln, F. 206,5—207,5°. — „Substanz A“, aus Chlf.-Essigester Krystalle, F. 301—303°, $[\alpha]_D = -61 \pm 17^\circ$ (c = 0,115; Chlf.). — $\Delta^{4,6}$ -Cholestadienon-(3) (III), aus CH₃OH feine seidenglänzende Nadeln, F. 79,5—81°, $[\alpha]_D = +35 \pm 2^\circ$ (c = 1,534; Chlf.); $\lambda_{\max} = 285 \mu$, log $\epsilon = 4,4$. Oxim, aus CH₃OH, F. 176—177°; $\lambda_{\max} = 285 \mu$, log $\epsilon = 4,55$. — „Substanz E“ (C₂₀H₃₆O?), aus Aceton, F. 63—69°, $[\alpha]_D = +17 \pm 4^\circ$ (c = 0,468, Chlf.); starke gelbbraune Farbrk. mit C(NO₂)₄; nach der Stellung im Chromatogramm könnte ein doppelt ungesätt. Äther oder ein einfach ungesätt. Keton der aliphat. Reihe vorliegen. — „Substanz B“ (C₂₀H₃₄O?), aus Chlf.-Butylalkohol, F. 301—301,5°, $[\alpha]_D = +25,5 \pm 3^\circ$ (c = 0,354; Chlf.). — „Substanz C“ (C₃₀H₆₂O?), aus Essigester sehr feine Nadeln vom F. 79,5—80°, könnte nach der Stellung im Chromatogramm ein gesätt. aliphat. Alkohol sein; $[\alpha]_D = 0,0 \pm 1^\circ$ (c = 0,851; Chlf.). — Cholestantriol-(3 β ,5,6-trans) (IV), C₂₇H₄₈O₃, aus Bzn. feine Nadeln, F. 244—245° (Sintern ab 227°). Diacetat, C₃₁H₅₂O₅, aus CH₃OH, F. u. Misch-F. 165—167°. — „Substanz D“ (C₂₀H₃₄O₂?), aus CH₃OH feine Nadeln, F. 219—221°, $[\alpha]_D = -66 \pm 3^\circ$ (c = 0,379; Chlf.), keine C(NO₂)₄-Rk.; Rotfärbung mit SbCl₃ in Chlf., Blaufärbung mit Trichloressigsäure in CHCl₃. — 7 β -Oxycholesterin (V), C₂₇H₄₆O₂, aus CH₃OH oder Aceton lange, seidig glänzende Nadeln, F. 188—188,5°, $[\alpha]_D = -93 \pm 2^\circ$ (c = 0,904; Chlf.); keine Rk. mit C(NO₂)₄, Blaufärbung mit SbCl₃ in CHCl₃. Dibenzoat, C₄₁H₅₄O₄, über Al₂O₃ mit PAe.-Bzl., aus CH₃OH, F. 151,5—152,5°. — Batylalkohol, C₂₁H₄₄O₃, aus Essigester, F. u. Misch-F. 66,5—67,5°, $[\alpha]_D = +6,0 \pm 2^\circ$ (c = 1,005; Chlf.). Bisphenylurethan, C₃₅H₅₄O₅N₂, aus Bzn., F. u. Misch-F. 97—98,5° (Helv. chim. Acta 26. 2205—21. 1/12. 1943. Zürich, Eidgen. Techn. Hochsch., Organchem. Labor.)

V. Prelog, L. Ruzicka und P. Stein, Untersuchungen über Organextrakte. 4. Mitt. Zur Kenntnis der unverseifbaren Lipide aus Schweinemilz. (3. vgl. vorst. Ref.) Von einem Acetonextrakt aus 1500 kg frischer Schweinemilz wird ein Methanolextrakt bereitet, aus dem ein großer Teil des Cholesterins (I) abgetrennt werden kann. Der Rest wird mit methanol. NaOH verseift; nach Abtrennung des Hauptteiles der Fettsäuren als Bariumseifen wird das Restunverseifbare gewonnen, das mit GIRARD-Reagenz I behandelt wird. Die umgesetzten wie die nicht umgesetzten Teile werden chromatograph. weiter aufgearbeitet. Es werden folgende Verbb. isoliert: Δ^5 -Cholestendiol-(3 β ,7 α) (7 α -Oxycholesterin) (510 mg), Δ^4 -Cholestendiol-(3 β ,6) (120 mg), Cholestanol-(3 β)-on-(6) (7 mg), $\Delta^{3,5}$ -Cholestadienon-(7) (460 mg), $\Delta^{4,6}$ -Cholestadienon-(3) (II) (23 mg), Verb. C₂₇H₄₆O₂ (III) (230 mg), Batylalkohol (α -Octadecyl- α -glyceryläther) (IV) (85 mg), Palmitylsphingosin (?) (V) (16 mg); Verb. A (C₂₇H₄₆-₄₈O), F. 210—216°, (16 mg), Verb. B (C₂₇H₄₈O₂), F. 200—201°, (150 mg) u. Verb. C, F. 86—87°, (70 mg). Ein ebenfalls gefundener KW-stoff C_nH_{2n+2} vom F. 54° u. Fridelin (vgl. vorst. Ref.) werden als Verunreinigungen (aus Schmiermittel bzw. aus Korkstopfen) angesprochen. Die Konst. von III konnte nicht festgelegt werden; die Verb. verhielt sich wie ein „Oxycholesterin“ u. kann durch Oxydation mit Al-Phenolat u. Aceton in II übergeführt werden. III zeigt in alkohol. Lsg. keine UV-Absorption; möglicherweise handelt es sich um ein Stereoisomeres des Δ^6 -Cholestendiol-3,5, das dann aus 7 β -Oxycholesterin während der Be-

handlung mit GIRARD-Reagenz T entstanden sein könnte. Eine Diskussion der Frage, ob es sich bei den isolierten Cholesterinumwandlungsprodd. (worunter nur Verbb. mit unverändertem Kohlenstoffgerüst, die z. B. durch Oxydation, Red., W.-Abspaltung oder -Anlagerung entstanden sind, verstanden werden) um genuine Bestandteile des Organismus handelt, muß diese Möglichkeit offen lassen (vgl. auch vorst. Ref.). Das Auftreten von IV, das auch in arteriosklerot. Aorten (vgl. vorst. Ref.) gefunden wurde, deutet im Verein mit bekanntem Auftreten darauf hin, daß diese Verb. eine bei Säugtieren weit verbreitete Substanz ist. Das bisher nur künstlich hergestellte, hier noch fragliche V könnte bei der alkohol. Hydrolyse aus dem in der Milz vorhandenen Palmitylsphingomyelin entstanden sein. Die Verbb. A u. B sind möglicherweise Steroidderivate.

Versuche. (Alle FF. korr.) Aus dem aus 1500 kg Material erhaltenen (15,7 kg) Acetonextrakt werden durch Extraktion mit heißem CH₃OH die Fette (12 kg) abgetrennt. Nach Eindampfen des CH₃OH-Extraktes werden durch Krystallisation aus Aceton 1,45 kg rohes I (aus 1,35 kg davon 1,01 kg reines I) abgeschieden. Das aus dem rohen I mit PAe. extrahierte Material wird mit Ba(OH)₂ im CH₃OH verseift, die Mutterlaugen von der ersten I-Abscheidung mit methanol. NaOH; die dann mit BaCl₂ gefällten Bariumseifen werden mit Ä. extrahiert u. mit den Ba-Seifen aus der Ba(OH)₂ Verseifung vereinigt. Die beim Verseifen mit NaOH erhaltene Lsg. wird nach Abscheidung von 200 g rohem I erneut mit KOH verseift, wobei 22 g Restunverseifbares erhalten werden. Nach Zers. der Ba-Seifen mit HCl wird mit Ä. aufgenommen u. aus dem erhaltenen Neutralkörper durch Behandlung mit PAe. weitere 192 g I abgetrennt. Nach erneuter Verseifung der Mutterlaugen mit KOH werden aus Aceton neben nochmals 90 g I 64,2 g Restunverseifbares erhalten; dieses wird zusammen mit den 22 g aus der NaOH-Verseifung mit GIRARD-Reagenz T in 82,2 g nichtreagierende Anteile u. 1,37 g Ketone zerlegt. Beide Anteile werden der chromatograph. Analyse unterworfen (Einzelheiten s. im Original). — Δ^6 -Cholestendiol-(3 β , 7 α) (7 α -Oxycholesterin), C₂₇H₄₆O₂, nach Sublimation, F. 168—170°, $[\alpha]_D^{21} = -12,3 \pm 3^0$ (c = 1,035; Chlf.); keine Rk. mit C(NO₂)₄, positive Rkk. mit SbCl₃, Trichloressigsäure- u. LIFSCHÜTZ-Reagenz; mit Digitonin Fällung. Dibenzoat, C₃₁H₅₄O₄, aus A., F. u. Misch.-F. 170,5°, $[\alpha]_D^{21} = +97 \pm 5^0$ (c = 0,176; Chlf.). — Δ^4 -Cholestendiol-(3 β , 6), aus Dioxan, F. u. Misch.-F. 254° (Vakuumröhrchen), $[\alpha]_D^{20} = +8,4 \pm 4^0$ (c = 0,474, Pyridin). Diacetat C₃₁H₅₀O₄, aus CH₃OH, F. u. Misch.-F. 132—133°, $[\alpha]_D^{20} = -12,0 \pm 3^0$ (c = 0,751; Chlf.). Dibenzoat, aus Chlf.-CH₃OH, F. 181°, $[\alpha]_D^{20} = -73,0 \pm 2,5^0$ (c = 0,795; Chlf.). — Cholestanol-(3 β -on-(6)), als Acetat, C₂₉H₄₈O₃, (aus verd. Aceton, F. u. Misch.-F. 128—129°, $[\alpha]_D^{18} = -13,6 \pm 3^0$ [c = 0,66; Chlf.]) isoliert. — $\Delta^{3,5}$ -Cholestadienon-(7), C₂₇H₄₂O, aus Aceton, F. u. Misch.-F. 114°, $[\alpha]_D^{14} = -305 \pm 4^0$ (c = 0,735; Chlf.); $\lambda_{\max} = 280 \mu$ (A.). — $\Delta^{4,6}$ -Cholestadienon-(3) (II), aus verd. Aceton, F. u. Misch.-F. 79—80°, $[\alpha]_D^{13} = +65 \pm 1^0$ (c = 1,99; Chlf.); $\lambda_{\max} = 285 \mu$, 245 μ (A.), log $\epsilon = 4,2$ bzw. 4,1. Oxim, C₂₇H₄₃ON, aus Chlf.-CH₃OH, F. u. Misch.-F. 173,5—175°. — Δ^6 -Cholestendiol-(3,5) (?) (III), C₂₇H₄₆O₂, nach Reinigung über das Digitonid über Al₂O₃ mit Bzl. Krystalle, F. 155,5—156°, $[\alpha]_D^{19} = -132 \pm 4^0$ (c = 0,59; Chlf.); keine UV-Absorption; positive Rkk. mit SbCl₃, Trichloressigsäure- u. LIFSCHÜTZ-Reagenz; keine Rk. mit C(NO₂)₄. Monoacetat, C₂₉H₄₈O₃, aus CH₃OH, F. 110—111°, $[\alpha]_D^{20} = -118 \pm 4^0$ (c = 0,561; Chlf.). Monobenzoat, aus Ä.-CH₃OH, F. 134—135°, $[\alpha]_D^{20} = -79 \pm 3^0$ (c = 0,682; Chlf.). Aus III in Bzl. mit Al-Phenolat u. Aceton (3 Stdn., W.-Bad) II (als Oxim). — Batylalkohol (IV), C₂₁H₄₁O₃, aus PAe., F. 64,5—65,5°, $[\alpha]_D^{18} = +5,3 \pm 1,5^0$ (c = 1,31; Chlf.), ident. mit dem Präp. aus der vorst. ref. Arbeit. — Palmitylsphingosin (?) (V), C₃₄H₆₇O₃N, aus Chlf.-A. u. aus Aceton, F. 90—91°, $[\alpha]_D^{11} = 0 \pm 3^0$ (c = 0,73; Chlf.). — Verb. A, C₂₇H₄₆O oder C₂₇H₄₈O, aus Chlf.-CH₃OH, F. 210—216°, $[\alpha]_D^{17} = -74,8 \pm 2^0$ (c = 0,722; Chlf.); keine Gelbfärbung mit C(NO₂)₄. — Verb. B, C₂₇H₄₈O₃, aus Essigester Platten, F. 200—201,5°, $[\alpha]_D^{19} = -5,7 \pm 3^0$ (c = 0,87; Chlf.), $[\alpha]_D^{18} = -19,8 \pm 2^0$ (c = 0,91; Pyridin); keine „Oxycholesterin“-Farbrkk., keine Gelbfärbung mit C(NO₂)₄, keine Digitoninfällung. — Verb. C, aus CH₃OH, F. 86—87°, keine Gelbfärbung mit C(NO₂)₄, enthält keinen N; $[\alpha]_D = 0 \pm 2^0$ (c = 0,93; Chlf.); C = 81,32, H = 11,67. — KW-stoff C_nH_{2n+2}, C₂₅H₅₂, aus Essigester, F. 53,5—54° (Helv. chim. Acta 26. 2222—42. 1/12. 1943.)

ERBE

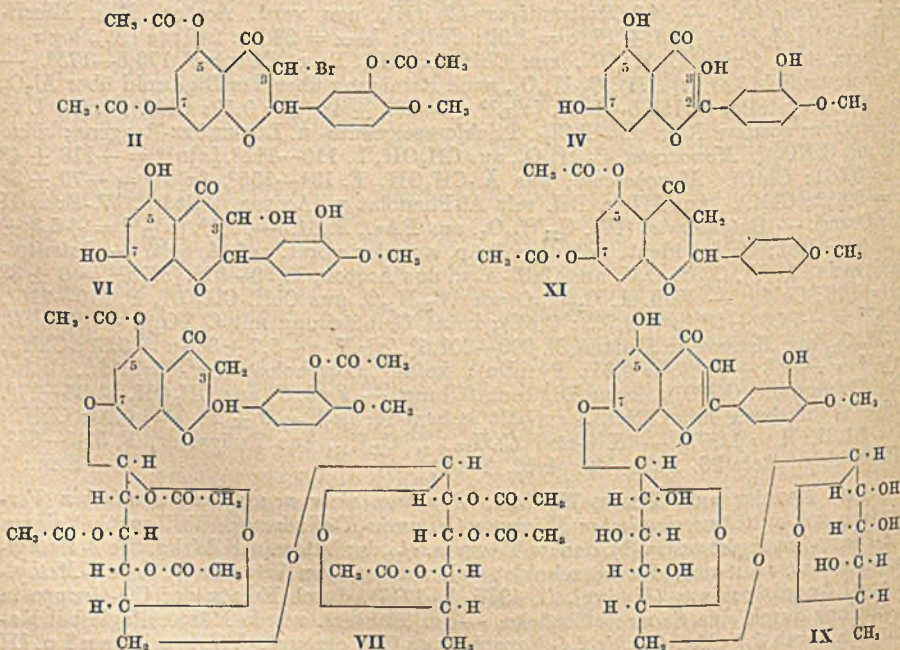
Paul Meunier und Charles Mentzer, *Synthese einer neuen heterocyclischen Verbindung mit antihämorrhagischer Wirkung (Vitamin-K-Wirkung)*. Vff. synthetisieren 2,4-Dioxy-3-methylchroman (I), das im Tiervers. $\frac{1}{10}$ der Vitamin-K-Wrkg. des 2-Methylnaphthochinons aufwies. I unterscheidet sich vom nativen Vitamin K, dem 2-Methyl-3-oxyl-4-naphthochinon (II) (vgl. C. 1935. I. 1717), durch Ersatz der CO-Gruppe in 4-Stellung durch eine Sauerstoffbrücke. — Im Tiervers. wurde Hämorrhagie bei Kaninchen durch 3,3'-Methylenbis-2,4-dioxychroman (III) erzeugt. Vff. bezeichnen I u. III

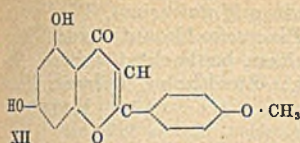
als Vitamin u. Antivitamin, wonach ein Antagonismus, wie zwischen p-Aminobenzoesäure u. p-Aminobenzolsulfonamid, vorliegt.

Versuche: *Propionylsalicylsäuremethylester*, C₁₁H₁₂O₄. Durch 48-std. Kochen von Salicylsäuremethylester mit Propionsäureanhydrid unter Rückfluß. Farblose Fl. vom Kp.₁₄ 154°. — *2,4-Dioxy-3-methylchroman*, C₁₀H₈O₃ (I). Durch Erhitzen des vorigen im Ölbad auf 165°. Eintragen von metall. Na in 25%ig. Ausbeute. Aus Tetralin u. absol. A. farblose Krystalle vom F. 229—230° (Zers.). Unlös. in W., lösl. in heißem Äthylalkohol. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 215. 259—61. 7.—28/9. 1942.) JÄGER

Hans Behringer, *Die Krötengifte*. Vgl. C. 1943. II. 423. (Forsch. u. Fortschr. 20. 58—60. März 1944. München, Univ.) HÜTTEL

Geza Zemplén und Rezső Bognár, *Umwandlung des Hesperetins in Diosmetin, des Hesperidins in Diosmin und des Isosakuranetins in Acacetin*. Anschließend an Unters. von v. KOSTANECKI (Ber. dtsh. chem. Ges. 37 [1904]. 2635), nach denen sich Flavanon durch Bromieren in Schwefelkohlenstoff zu 3-Bromflavanon umsetzen läßt, aus dem mit Alkali Flavon entsteht, wenden Vff. die Meth. auch auf Oxyflavonone an, wobei sie eine normalerweise hier stattfindende Kernbromierung des Bzl.-Ringes dadurch verhindern, daß sie *Oxyflavonone* u. auch deren *Glykoside* als Acetate in absol. Chlf.-Lsg. im Licht einer Quarzquecksilberlampe bromieren; aus den entsprechenden Bromverb. lassen sich sowohl *Flavonderiv.*, als auch *Flavanonole* erhalten. — Aus *Hesperetriacetat* (I) gewinnen Vff. so eine kryst. Bromverb., der sie die Formel II eines *3-Bromtriacetylhesperetins* geben. Beim Erwärmen von II in alkohol. Lsg. mit Natronlauge entsteht unter HBr-Abspaltung rohes *Diosmetin*, das durch Acetylieren *Triacetyldiosmetin* (III) u. anschließende Verseifung reines *Diosmetin* (IV) ergibt. Da *Hesperetin* schon synthet. dargestellt wurde (vgl. SHINODA u. KAWAGOE, C. 1929. I. 244; ZEMPLÉN u. BOGNAR, C. 1943. II. 2060), ist somit auch IV synthet. zugänglich geworden. Beim Kochen von II mit Silberacetat in Essigsäureanhydrid entsteht das *Tetraacetat* des *Hesperetinflavanonols*-(3) (V), dessen Verseifung zu freiem *Hesperetinflavanonol*-(3) (VI) führt. — *Hesperidin*, dessen Konst. als *Hesperetrinrutinosid*-(7) feststeht (vgl. ZEMPLÉN u. TETTAMANTI, C. 1939. I. 1368), ergibt beim Bromieren seines *Octaacetats* (VII) *3-Bromhesperidinooctacetat* (VIII), das bei der Verseifung mit alkohol. Natronlauge *Diosmin* (IX) liefert. — Die Behandlung von VIII mit Silberacetat führt zum kryst. *Hesperetinflavanonol*-(3)-*nonoacetat* (X). — Analog läßt sich *Isosakuranetindiacetat* (XI) über das *3-Bromisosakuranetindiacetat* in *Acacetin* (XII) überführen, dessen Synth. schon von ROBINSON u. VENKATARAMAN (C. 1926. II. 2910) ausgeführt wurde.





Versuche. 3-Bromtriacetylhesperetin (II), $C_{22}H_{18}O_9Br$, aus 6,0 g I, gelöst in 80 ccm absol. Chlf., durch Zugabe von 2,24 g Brom in 22,5 ccm absol. Chlf. unter Belichtung mit einer Quarzquecksilberlampe bei einer Temp. von $+5^\circ$ bis höchstens $+25^\circ$. Aus A. umgelöst. 4,0 g. Reinigung durch Lösen in Chlf. u. Fällen mit Äthylalkohol.

Farblose, wetzsteinförmige, stark glänzende Krystalle vom F. $190-191^\circ$. — *Diosmetriacetal* (III), $C_{22}H_{18}O_9$, aus 2,0 g II, gelöst in 40 ccm A. durch Erwärmen mit 10 ccm 15%ig. Natronlauge, Verdünnen mit W. u. Ansäuern mit 10%ig. Schwefelsäure unter Kühlung; das so gewonnene *Rohdiosmetin* wird durch Behandeln mit wasserfreiem Natriumacetat u. Essigsäureanhydrid acetyliert. Aus A. u. wenig Aceton umkryst. grünlich-hellgelbe, zentimeterlange feine Nadeln (0,5 g), F. $193-194^\circ$. — *Diosmetin* (IV), $C_{16}H_{12}O_6$, aus 0,25 g III beim Erwärmen mit 10 ccm 96%ig. A. u. Zugabe von 3 ccm 3%ig. Natronlauge; mit W. verd. u. mit 10%ig. Schwefelsäure angesäuert ($p_H=2$). Aus A. gelbliche glänzende Prismen, F. $252-253^\circ$ (1 Mol Krystalläthylalkohol, der im Vakuum bei 100° entweicht). — *Hesperetinflavanonol-(3)-tetraacetat* (V), $C_{24}H_{22}O_{11}$, aus 1,5 g II u. 2 g Silberacetat beim Erwärmen mit 20 ccm Essigsäureanhydrid (0,9 g). Hellgelbliche lange Nadelchen. Reinigung durch Umlösen aus A. u. wenig Aceton, F. $193-194^\circ$. — *Hesperetinflavanonol-(3)* (VI), $C_{16}H_{14}O_7$, durch Lösen von 0,3 g V in 15 ccm A. u. 5 Min. Erwärmen mit 2 ccm 3%ig. Natronlauge auf dem W.-Bad. Mit 15 ccm W. verd., mit 10%ig. HCl angesäuert. Gelbliche Nadelchen (0,15 g). Aus A. umkryst.: Erweichen in der Capillare bei 200° ; F. 202° unter geringer Rotfärbung. — 3-Bromhesperidinooctaacetat (VIII), $C_{44}H_{40}O_{23}Br$; 7 g VII, in 100 ccm absol. Chlf. suspendiert, werden unter Eiskühlung mit 1,2 g Brom in 40 ccm absol. Chlf. versetzt. Beim Belichten mit der Quarzquecksilberlampe (ohne Kühlung) nach 10 Min. HBr-Entwicklung. Maximaltemp. 30° . Nach 1 Stde. wird mit W. gewaschen, im Vakuum eingedampft. Reinigung durch Lösen in Chlf. u. Zugabe von heißem A.; farbloses Pulver; beim Erhitzen ab 140° in der Capillare glasig, F. zwischen 146 u. 148° . — *Diosmin* (IX), $C_{28}H_{22}O_{15}$, durch Erwärmen von VIII in alkohol. Lsg. mit 15%ig. Natronlauge, Verdünnen mit W., Neutralisieren mit 5%ig. Schwefelsäure ($p_H=6-7$). Die kugelig aggregierten mkr. Krystalle nach 24 Stdn. absaugen. Reinigung durch Aufkochen mit Pyridin u. Zusatz von heißem Äthylalkohol. F. $275-277^\circ$ (Zers.), ab $265-270^\circ$ Dunkelfärbung. — *Octaacetyldiosmin*, $C_{34}H_{48}O_{23}$, aus 0,40 g IX, 8 ccm Pyridin u. 8 ccm Acetanhydrid bei 1-std. Erwärmen auf dem W.-Bad. Eingießen in 70 ccm Wasser. 0,7 g. Umkrystallisieren aus A.: feine zu Büscheln vereinigte Nadelchen F. 152° , Sintern ab 135° . — *Nonoacetylhesperidinflavanonol-(3)* (X), $C_{46}H_{50}O_{25}$, aus 0,5 g VIII durch Erwärmen mit 1 g Silberacetat u. 10 ccm Acetanhydrid. Aus A. u. wenig Aceton mkr. Nadelchen. F. $162-164^\circ$, Erweichen ab 150° . — *Bromierung von XI* u. dessen Überführung in *Acacatin* (XII). Eine Lsg. von 0,5 g XI in 18 ccm absol. Chlf. wird unter Eiskühlung mit 0,216 g Brom in 7 ccm Chlf. versetzt u. ohne Kühlung 5 Stdn. mit der Quarzquecksilberlampe belichtet. Der nach Eindampfen erhaltene Rückstand in 10 ccm A. heiß gelöst, 1 ccm 30%ig. Natronlauge zugefügt u. 5 Min. erwärmt. Nach Verdünnen mit 10 ccm W. mit 5%ig. Schwefelsäure auf $p_H=3$ eingestellt. Gelblichbraune Flocken Rohacacatin (0,2 g). Aus A. u. wenig W. Krystalle; F. 248° . — *Acacindiaceat*, $C_{20}H_{18}O_7$, aus 0,2 g Rohacacatin, 5 ccm Pyridin u. 3 ccm Acetanhydrid. Eingießen in 32 ccm Wasser. Aus heißem A. (mit Kohle) farblose Krystalle, F. $200-201^\circ$, Erweichen ab 198° . (Ber. dtsh. chem. Ges. 76. 452-57. 12/5. 1943. Budapest, Techn. Univ., Organ.-chem. Inst.)

MATZKE

Holger Erdtman, Die Konstitution der Harzphenole und ihre biogenetischen Zusammenhänge VIII. Zur Kenntnis des Conidendrins (Sulfitlauge-lactons) und dessen Verbreitung unter verschiedenen Coniferen. (VII. vgl. C. 1939. I. 4052.) Vf. hat Unters. durchgeführt zur Feststellung, ob das Sulfitlauge-lacton oder Conidendrin (I) als solches im Fichtenholz vorkommt oder erst beim Sulfitaufschluß gebildet wird. I kommt sowohl in jungen wie in alten Fichten, im Splint wie im Kernholz vor. Ähnlich wie die fungiciden Phenole im Kiefern-kernholz ist I offensichtlich hinter ätherunlös., in Aceton u. A. aber lös. Membranen abgelagert. I kann deshalb aus Fichtenholz nicht mit Ä., aber leicht mit Aceton extrahiert werden. Sulfitaufschluß vom Holz verschied. Coniferen u. Unters. der Ablagen ergab Einblicke über die Verteilung von I in einigen Coniferenarten. 7 von 14 Arten der Gattung *Picea* (insgesamt 35) lieferten I. Von den etwa 11 *Tsuga*-Arten enthielten die 4 untersuchten ebenfalls I. Dagegen lieferten die Sulfitablagen von sieben untersuchten Arten der Gattung *Abies* kein I (ein scheinbar positiver Befund ist zweifelhaft), ebensowenig wie die untersuchten Proben der Gattungen *Pinus*, *Pseudotsuga* u. *Larix*. I ist aus den harzigen Exsudaten („Matai“) von

Podocarpus spicatus (II) zusammen mit dem nahe verwandten *Matairesinol*. Die Unters. des Holzes von II auf Vork. von I wäre sehr erwünscht. *Pinoresinol* konnte in den Überwallungsharzen einiger Kiefern u. Fichten, die I enthielten, beobachtet werden. Tabellen. (Svensk Papperstidn. 47. 155—59. 15/4. 1944. Stockholm, Schwed. Holzforschungsinstit., Abtlg. f. Holzchemie.) WULKOW

E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

E₁. Allgemeine Biologie und Biochemie.

Jean Lecomte, *Das Ultrarotspektrum und seine Anwendung in den Naturwissenschaften und auf Lebensvorgänge*. Zusammenfassung über die Anwendung der ultraroten Strahlen. Es wird behandelt: die Anwendung in der Medizin (Photographie durch die Haut, zur Beobachtung der Venen, Photographie des Auges, Feststellung von CO im Blut, die empfindlicher ist als die übliche), die Verwendung in der Gerichtsmedizin, Botanik, Paläontologie, Paläobotanik, Biologie, Chemie (Absorptionsspektren), die Einw. auf den menschlichen u. tier. Körper, auf Pflanzen u. Pflanzenteile. Es wird die Analyse des menschlichen Wärmestrahlungsspektr. gegeben u. festgestellt, daß es sich nur wenig von dem eines schwarzen Körpers bei derselben Temp. unterscheidet. (Bull. Soc. philomath. Paris 124. 68—123. 1942/43. Paris, Sorbonne.) LINKE

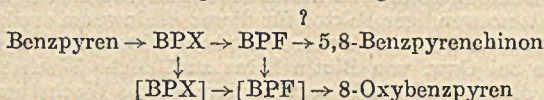
Hans Saetren, „*Lebende Moleküle*“. I. *Gene und Cytoplasma*. II. *Virus*. Vf. gibt eine Übersicht über die Forschungsergebnisse u. Bedeutung von Genen, Nucleinsäuren bzw. Nucleoproteiden u. Viren, sowie über die Anschauung über den Aufbau des Cytoplasmas. (Norges Apotekerforen. Tidsskr. 51. 416—25. 52. 10—15. Jan. 1944.) E. MAYER

Hans Lettré, *Hemmstoffe des Wachstums, insbesondere Mitosegifte*. (Chemiker-Ztg. 67. 52—53. 3/2. 1943. — C. 1943. I. 1174.) KLEVER

H. Lettré und M. Albrecht, *Narcotin, ein Mitosegift*. Unter gleichartig wie früher (C. 1941. II. 2824) geprüften Alkaloiden erwies sich das Isochinolinderiv. *Narcotin* (I) als schwacher Zellteilungshemmstoff. Mit einer unteren Wirksamkeitsgrenze von 25 γ /ccm ist I 2500mal schwächer wirksam als Colchicin u. 5—6mal schwächer als α -Phenyl- β -(*p*-methoxyphenyl)-äthylamin (II). Die Gruppierung Bzl.-Kern-Kohlenstoff-Kohlenstoff-Stickstoff ist in II 1mal, in I 2mal vorhanden. Da der Stickstoff in I als Ringglied fungiert, liegt ein neuer Typ von Mitosegiften vor. — Das Wirksamkeitsverhältnis Na-Kakodylat: Colchicin wird zu 1:1200 festgestellt. (Naturwiss. 30 184—85. 20/3. 1942. Berlin, Rudolf-Virchow-Krankenhaus, Allg. Inst. gegen die Geschwulstkrankheiten.) BIELIG

R. L. Driver, G. S. Dozier und H. C. Denham, *Über den Einfluß verschiedener chemischer Agentien, welche die Permeabilität der Mucosa beeinflussen, auf die Bildung von Geschwüren*. Vf. will mit dieser Arbeit untersuchen, wie weit verschied. Substanzen, von denen bekannt ist, daß sie die Oberflächenspannung erniedrigen oder eine Zunahme der Permeabilität der Mucosa gegenüber Insulin verursachen, das Auftreten u. die Ausdehnung von Ulcerationen beeinflussen, die durch Pepsin u. HCl ausgelöst worden sind. Die Methode bestand in Freilegung des Jejunums bei Hunden, Auswahl von 3—4 Abschnitten von etwa 8 cm Länge mit guter Durchblutung, die mit einer Kanüle versehen u. dann wieder in die Bauchhöhle versenkt wurden, worauf diese geschlossen wurde. Durch diese Schlingen flossen Lsgg. von 37° mit einer Geschwindigkeit von 3ccm in der Minute über 12 Stdn. oder bis in einer Schlinge ein Loch entstand. Danach wurden die Schlingen herausgenommen, geöffnet u. untersucht. Spontane Geschwüre wurden bei Hunden nie beobachtet. Es wurden folgende wäßrige Lösungen untersucht: 1. 2% Pepsin (I), 2. 0,1 n. HCl (II), 3. 0,1 n II+0,1% Hexylresorcin, 4. II+0,1% Methylsalicylat, 5. II+0,03% Calgon (Natriumhexametaphosphat), 6. II+0,05% Pinacol (Tetramethylglykol), 7. I+II, 8. I+II+0,1% Methylsalicylat, 9. I+II+0,1% Hexylresorcin, 10. I+II+0,03% Calgon, 11. I+II+0,05% Pinacol. Das pH der Lsgg. lag mit Ausnahme von 1. zwischen 0,9 u. 1,1. Die Lsgg. 2—6 verursachen nur eine teilweise Zerstörung der Darmzotten, während dagegen bei gleichzeitiger Gegenwart von Pepsin (Lsgg. 8—11) vollkommene Zerstörung der Submucosa eintritt u. zugleich ausgeprägte Geschwürsbildung stattfindet. Pepsin u. HCl allein (Lsg. 7) verursacht eine Zerstörung der Darmzotten u. häufiges Auftreten kleiner Geschwüre. Die Bildung der Geschwüre bei den Lsgg. 8—11 ist nicht durch das niedrige pH der Lsgg. bedingt, sondern beruht darauf, daß die zugesetzten Stoffe die Durchlässigkeit der Mucosa gegenüber Pepsin bewirken. (Science [New York] [N.S.] 98. 158—59. 13/8. 1943. Kentucky, Univ., Dep. of Anatomy and Physiology.) DANNENBERG

F. Weigert, *Eine mögliche Erklärung für die Wirkung von Benzpyren als typisch chemisch krebserzeugendes Mittel.* Vf. ist interessiert an physiko-chem. Unterss. über das Problem, ob eine carcinogene Verb. oder eines ihrer Stoffwechselprodd. in einem lebenden Tier über Zeiträume existieren kann, die vergleichbar sind mit der Latenzzeit, u. ob diese Verb. einer spontanen Umwandlung ausgesetzt ist, welche die Bildung bösartiger Zellen verursachen könnte. Aus Unterss. von PEACOCK, CHALMERS u. BERENBLUM folgt, daß nach Injektion von Benzpyren (BP) bei Mäusen oder Ratten etwa 1% wieder unverändert ausgeschieden wird, der größte Teil des BP in nichtfluoreszierende Derivate übergeführt wird, über die man noch nichts Näheres weiß, u. der Rest als blaufluoreszierendes BPX in der Galle erscheint u. in den Faeces als 5,8-Benzpyrenchinon u. als grünfluoreszierendes BPF, aus dem 8-Oxy-BP isoliert werden konnte, ausgeschieden wird. Vf. hat nun diesen Stoffwechsel durch Fluorescenz- u. Absorptions-Spektrographie u. durch Fluorescenz-Chromatographie in Einzelheiten untersucht u. kommt dabei zu folgendem vorläufigen Schema:



Das blau-fluoreszierende Spektrum von BPX wird gefunden in der Haut, Leber, Lunge, Nierenrinde u. Galle, das grünfluoreszierende BPF im Verdauungskanal u. im Blasenbarn. Aus den Extrakten von BPX bzw. BPF wurden durch Reinigung mittels Fluorescenz-Chromatographie [BPX] bzw. [BPF] erhalten. Sie unterscheiden sich in ihrem spektrograph. u. chromatograph. Verhalten. Das blaue Fluorescenzspektrum des [BPX] zeigt die gleiche Bandenstruktur als Adsorbat an Aluminiumoxyd u. als Eluat in Äthanol, es ist mit keinem Fluorescenzspektrum bekannter BP-Derivate identisch. Das grüne Fluorescenzspektrum von [BPF] als Adsorbat an Aluminiumoxyd zeigt keine Banden, aber das blaue Fluorescenzspektrum des mit Äthanol erhaltenen Eluates ist sehr ähnlich demjenigen des 8-Oxybenzpyrens. Sowohl [BPX] als auch [BPF] zeigen geringe Unterschiede, je nachdem von welchem Organ sie stammen. BPX u. [BPX] einerseits u. BPF u. [BPF] andererseits gehören zu zwei verschied. Gruppen, die zwei verschied. BP-Derivate als prothet. Gruppe kombiniert mit verschied. Zellbestandteilen enthalten. In der X-Gruppe ist bei der Chromatographie das Trägermolekül am Aluminiumoxyd adsorbiert, u. die BP-Gruppe wird daher nicht opt. durch die Adsorption beeinflusst. Bei der F-Gruppe wird dagegen die BP-Gruppe, wahrscheinlich 8-Oxy-BP, an der Säule adsorbiert. Alle Mitglieder der X-Gruppe sind metastabil u. können in vitro u. in vitro in Vertreter der F-Gruppe übergeführt werden. Ob 5,8-Benzpyrenchinon direkt aus BPX oder über BPF entsteht, ist noch unbekannt. Vf. hält es für möglich, daß die Metastabilität des BPX u. seine spontane Umwandlung in BPF nach den Gesetzen der Wahrscheinlichkeit der Grund sein kann für den Anreiz zur Umwandlung einer n. in eine bösartige Zelle. (Trans. Faraday Soc. 39. 418—19. Dez. 1943. Northwood, Middlesex, Mount Vernon Hosp., Physico-Chemical Dep.) DANNENBERG

R. W. Moneriff, *Gibt es eine Beziehung zwischen Duftstoffen und carcinogenen Verbindungen.* Vf. vergleicht die chem., physikal. u. biolog. Eigg. von Duftstoffen u. carcinogenen KW-stoffen miteinander u. kommt zu dem Schluß, daß beide Verbindungsklassen viele Eigg. gemeinsam haben. Bei beiden Verbindungsklassen ist eine bestimmte Größe u. Form des Mol. von größter Wichtigkeit. Geringe strukturelle Veränderungen verursachen bereits große Unterschiede in der Wirksamkeit, andererseits beeinflußt die Einführung eines heterocycl. N-Atoms die Aktivität nur wenig. In der Reihe homologer Verb. erreicht die Aktivität ein Maximum u. fällt dann wieder ab. Gemeinsame Eigg. sind ferner: leichte Bldg. von Additionsprodukten, leichte Oxydierbarkeit, Lipoidlöslichkeit u. Wasserunlöslichkeit, hohe biolog. Aktivität. Dem charakterist. Spektrum der cancerogenen KW-stoffe im UV entsprechen bei den Duftstoffen ausgeprägte Banden im Ramangebiet. Vf. weist ferner darauf hin, daß Therapeutika, welche die Tumorbldg. hemmen, kräftige Duftstoffe sind (Heptaldehyd, Citral). Vf. regt an, bei wirksamen cancerogenen KW-stoffen die Ramanspektren u. die Wirksamkeit bei stufenweiser Sättigung mit Wasserstoff zu untersuchen, ferner die Entstehung von Krebs im zum Geruch gehörigen Epithel. (Manufact. Chemist pharmac. fine chem. Trade J. 15. 44—47 u. 50. Febr. 1944.) DANNENBERG

Johannes Kretz, *Gegen die mißbräuchliche Verwendung krebgefährlicher Teerfarbstoffe [Azofarbstoffe] in den Lebensmitteln.* Vf. weist darauf hin, daß viele Azofarbstoffe cancerogene Eigg. verschied. Stärke besitzen. Die ständige Verbreitung u. die zunehmende Verwendung der Azofarbstoffe in den Lebensmitteln verdient daher

bes. Beachtung. Die dauernde Zufuhr cancerogener Azofarbstoffe, selbst in kleinsten Mengen, ist vom Standpunkt der Krebsprophylaxe keinesfalls bedeutungslos. Eine radikale Einschränkung des Färbens unserer Lebensmittel würde eine Gefahr für unseren Gesundheitszustand beseitigen. (Hippokrates 15. 127—28. 15. 3. 1944. Stadt Linz a. d. Donau, Allg. Krankenhaus, Medizin. Abtlg.) DANNENBERG

Florence, Précis de chimie biologique médicale. Paris: Maloine. (1.200 S.) br. 440 fr.; cart. 480 fr.
H. G. K. Westenbrink Physiologische Chemie. 's-Gravenhage: Servire. (112 S.) 8°. fl. 1,00.

E₃. Mikrobiologie. Bakteriologie. Immunologie.

Vincent du Vigneaud, Karl Dittmer, Eleanor Hague und Barbara Long, *Die wachstumsanregende Wirkung von Biotin für den Diphtheriebacillus in Abwesenheit von Pimelinsäure*. Bei Verss. über Auswertung dieser Wachstumswrkg. zur biol. Best. von Pimelinsäure wurde insofern eine Beziehung zu Biotin beobachtet, als sich Biotin in Abwesenheit von Pimelinsäure als notwendiger Faktor für dieses Kleinwesen erwies, während dieser Bedarf (bei Ggw. von Pimelinsäure) bisher nicht beobachtet worden war. Andererseits zeigte Pimelinsäure bei Ggw. von Biotin keine zusätzliche Wachstumswirkung. Bei Ggw. von 1,5 γ eines dieser Stoffe in 10 ccm Medium ist das Wachstum (maximal) gleich groß. Bei kleineren Konz. ist Biotin wirksamer als Pimelinsäure. Letztere scheint von diesem u. vielleicht auch anderen Kleinwesen zur Bldg. von Biotin benötigt zu werden. (Science [New York] [N. S.] 96. 186—87. 21/8. 1942. Cornell Univ. Med. Coll., Dep. Biochem.) SCHWAIBOLD

Robert E. Eakin und Esther A. Eakin, *Eine Biosynthese von Biotin*. Zur Prüfung der Frage, ob Biotin durch Kleinwesen gebildet u. diese Bldg. durch Pimelinsäure entscheidend gefördert wird, wurden Verss. in einem biotinfreien Medium mit *Aspergillus niger* durchgeführt, dessen Wachstum weder durch Biotin noch durch Pimelinsäure gefördert wird. Während nach 72 Stdn. ohne Zusatz etwa 0,006 γ Biotin im Filtrat der Kulturen enthalten waren, fanden sich bei Zusatz von Pimelinsäure etwa 0,1 γ vor, wobei diese maximale Menge schon durch einen Zusatz von 20 γ Pimelinsäure je 12 ccm Medium erzielt wurde. Durch gleichzeitigen Zusatz von Cystin oder Cystein wird die Wrkg. der Pimelinsäure noch gesteigert. Die niedrigeren Homologen der Pimelinsäure sind ohne Wrkg., die höheren (Suberinsäure, Azelainsäure) wirken ähnlich wie diese. Pimelinsäure erscheint demnach für die Bldg. von Biotin notwendig. (Science [New York] [N. S.] 96. 187—88. 21./8. 1942. Birmingham, Ala., Hillman Hosp. and Univ. of Texas.) SCHWAIBOLD

Anker Jul Overby, *Über die Zusammensetzung der bei einigen anaeroben Gärungen entwickelten Luft*. Das in Reinkulturen von anaeroben Bakterien oder in Dosen gebildete Gas wurde mit Hilfe des App. von CHRISTIANSEN u. HOFFMANN mikroanalyt. hauptsächlich auf CO₂, O₂, H₂ u. Methan untersucht. Die in einigen Fällen gebildete Menge H₂S kann durch NaNO₂ herabgesetzt werden. Da ein Teil des Gases absorbiert bleibt, wird erst durch Auskochen die Gesamtmenge erhalten. Zusatz von 1% Glucose bewirkt Steigerung, von Ca bzw. Na-Ionen, Aktivierung des Bakterienwachstums, von NaCl, NaNO₃ bzw. NaNO₂ verändert die Zus., indem CO₂ fällt u. H₂ steigt, wobei NaNO₂ stark hemmend auf die Gesamtmenge wirkt. Ca-Lactat vergärt langsamer als Glucose. Luftanalysen von bombierten Konservendosen erwiesen sich als zuverlässiges Mittel, festzustellen, welche Ursachen zugrunde liegen (bei Clostridium sporogenes hoher CO₂-Geh., bei Clostridium welchii hoher N₂-Geh. u. bei chem. Ursachen hoher H₂-Geh.), die sonst nur schwer z. B. wegen mangelnden Wachstums der verursachenden Bakterien festgestellt werden können. Schließlich wurde festgestellt, daß von Konservendosen die kleinsten hohe Drucke (6—17 at) am besten aushalten, bevor sie gesprengt werden. (Kong. veterin.-og landsbohøjskole, Aarskr. 1944. 1—32. Kopenhagen, Meierei- u. Schlächtereilabor.) E. MAYER

Giacomo Bionda, *Sorbose aus Sorbit auf biologischem Wege*. In submerser, bewegter Kultur u. unter starker Belüftung läßt sich mit *Acetobacter suboxydans* Sorbit mit etwa 60% Ausbeute in 5—6 Tagen zu Sorbose oxydieren. Die gute Ausbeute ist von einer Reihe von bes. Maßnahmen abhängig, die im einzelnen beschrieben werden, wie techn. App., Züchtung der Impfkulturen, Verhinderung des Schäumens usw. Tabelle der einzelnen Verss. vgl. Original. (Ann. Chim. applicata 33. 148—58. Mai 1943. Turin, Univ.) MITTENZWEI

Lionel Ernest Howard Whitby, Medical bacteriology. New edn. London: Churchill. 1944. (352 S.) 8°. 14 s.
Ergebnisse der Hygiene, Bakteriologie, Immunitätsforschung und experimentellen Therapie. Forts. d. Jahresberichts über die Ergebnisse der Immunitätsforschung. Unter Mitw. hervorrag. Fachleute hrsg. v. Wolfgang Weichardt. Bd. 25. Berlin: Springer-Verl. 1943. (IV, 718 S.) 4°. RM 120,—.

E₄. Pflanzenchemie u. -physiologie.

G. Montouliac, *Verteilung der verschiedenen Phosphorverbindungen im Mais im Laufe der Vegetationsperiode*. Es wurde bestimmt: der Phosphor der Phospholipoide, der Mineralphosphate, der organ. Phosphorverb., die in 2%iger Salzsäure lösl. sind, u. der in 2% Salzsäure unlösl. organ. Phosphorverbindungen. Es bestätigte sich der höhere Phosphorgeh. der jungen Blätter u. die relative Abnahme mit dem Alter. Einzelheiten im Original. (C. R. hebdom. Séances Acad. Agric. France 27. 778—96. 2.—9/7. 1941. Paris. Labor. de Chimie Agricole du Conservatoire National des Arts et Métiers.)

JACOB

L. H. Lampitt, J. H. Bushill, H. S. Rooke und E. M. Jackson, *Solanin, das Glucosid der Kartoffel*. II. *Seine Verteilung in der Kartoffelpflanze*. Mit Hilfe der von ROOKE u. Mitarbeitern (vgl. J. Soc. chem. Ind. 62. [1943] 20) mitgeteilten Meth. wird der Solanin- (u. Solanidin-)Geh. in allen Teilen der Kartoffelknolle (auch nach verschied. Lagerungsbedingungen) u. der Pflanze bestimmt. Die Schale enthält (pro 100 g Frischgewicht) 30—64 (mg) Solanin (I), die äußere Schicht 15, die inneren Teile 1,2—10, die Triebe (während der UV-Bestrahlung gebildet) 420—730, Blüten 215—415, Laub 55—60, Stamm 2,3—3,3 mg. Der Geh. der „Augen“ an I ist immer größer. Im Dunkeln austreibende Knollen verarmen an I zugunsten der Triebe. Belichtete oder UV-bestrahlte Knollen werden grün u. erhöhen dabei ihren I-Gehalt. I, aber nicht auch Solanidin, ist in allen Teilen der Kartoffelpflanze anzutreffen. Unterschiede bei verschied. Sorten. (J. Soc. chem. Ind. 62. 48—51. April 1943.)

KEIL

Simone Lemoyne, *Cellulosemembrane mit hohem Uronsäuregehalt*. Das Mark von *Helianthus annuus*, welches unverholzt ist, weist einen bes. hohen Uronsäuregeh. auf (40 oder 46% in der entmineralisierten Markmasse). Der Nachweis des Gesamturonsäuregeh. erfolgte über die Best. des CO₂, das (beim Kochen) nach Versetzen der uronsäurehaltigen Substanz mit 12—18%ig. HCl u. Verdrängung im Luftstrom prakt. quantitativ entweicht. Das Ausgangsprod. enthält dabei auffallend wenig Methylalkohol; damit weicht es erheblich von der n. Zus. des Pektins ab, bei dem mindestens die Hälfte der Carboxylgruppen mit Methylalkohol verestert ist. — Die Uronsäuren liegen im Mark, dessen Aschegeh. während der Entw. ziemlich konstant 15—20% ausmacht, als Salze, in der Hauptsache als Ca-Salze vor. Die Salze lassen sich nicht durch W., wohl aber schon durch schwache Säuren (z. B. 0,5% HCl) prakt. restlos herauslösen. So behandeltes u. gründlich gewaschenes Sonnenblumenmark hat keine Wrkg. auf *Helianthin*, entwickelt jedoch unter Auflösung u. Zerfall der Uronsäuren reichlich CO₂, wenn es in verd. Na₂CO₃-Lsg. gebracht wird. In einer Ca-Acetatlg. bindet die Substanz das Ca, wobei die Essigsäure in einem aus dem CO₂ errechneten Uronsäurewert annähernd äquivalenten Verhältnis frei gemacht wird. — Die so aus dem Mark gewonnenen u. gereinigten uronsäureartigen Körper ähneln demnach in ihren Eigg. bes. der Polygalakturonsäure des Pektins (unlösl. in W. u. A., leichtlösl. in verd. Laugen u. Alkalicarbonatlgg.; dicke, gallertige Ndd. mit Schwermetallen u. Erdalkalien; ihre in W. lösl. Alkalisalze sind stark rechtsdrehend u. red. FEHLINGSche Lsgg. nicht; sie sind schon mit verd. A. fällbar u. gelieren nach Zusatz starker Säuren). — Die Polyuronsäure scheint die intercellulare Kittsubstanz zu sein; das Auflösen dieser Substanz führt nämlich zum Auseinanderfallen der Markzellen. — Die Membrane der Markzellen zeigen alle Celluloseerkk.; ihre Hydrolyse führt zu Glucose. — Einen ähnlichen chem. Aufbau hat das Mark von *Cosmos*, nicht aber das von *Helianthus tuberosum*, welches letzteres nur 23% Uronsäure, 6% Asche, aber 12% Pentosen u. relativ viel Methylalkohol hat u. leicht verholzt ist (typ. Pektin wie etwa bei *Beta*). (Bull. Assoc. Chimistes 49. 12—52. Jan./Febr. 1943.)

KEIL

T. A. Bennet-Clark und D. Bexon, *Über den Wasserhaushalt pflanzlicher Zellen*. 3. *Die Atmung plasmolyzierter Gewebe*. (2. vgl. BENNET-CLARK u. BEXON, New Phytologist 29. [1940]. 337.) Aus roten Rüben frisch bereitete Scheiben zeigen eine Atmung, deren Intensität innerhalb 300 Stdn. von 30 μ l/Std./g Frischgewicht auf etwa 130 μ l ansteigt ($Q_{10} = 0,38—1,65$). In 0,05 mol. KCl oder CaCl₂-Lsg., an Stelle von W., wird die respirator. Aktivität mit der Einwirkungsdauer immer größer; die Intensitätssteigerung übersteigt jedoch nicht 1% pro Stunde. Eintauchen in Rübenpreßsaft erhöht die respiratorische Rate augenblicklich um 80—120% der W.-Kontrolle; die beschleunigende Wrkg. zeigt der Saft noch in einer Verdünnung von 1 : 300. Die für diese Wrkg. verantwortl. zu machenden Faktoren sind hitzebeständig. Äpfel-, Citronen- u. veränderte Säuren wirken in ähnlicher Richtung. 0,05 u. 0,005 Äpfel-, Bernstein- u. Citronensäure sind atmungsbeschleunigend. Andere Saftbestandteile (Zucker usw.) beeinflussen nicht so markant die Atmung. Der respirator. Quotient, der bei den mit W. oder Kohlehydratlg. behandelten Scheiben gleich 1 ist, erhöht sich in 0,05 n. Äpfel-

Bernstein- u. Citronensäure auf 1,5—2,3, wobei allerdings die auf diesen Stoffen beruhende Extrarespiration relativ niedriger liegt als die n. Atmung der Rübenscheiben.— Plasmolysierung (durch Glucose-, KCl-, NaCl- oder CaCl₂-Lsg.) führt in jedem Fall zu einer unmittelbaren Erhöhung der Atmungsintensität (15—45 Min. lang); danach fällt die Respirationsrate auf 80% der Norm ab.— Es wird die Auffassung vertreten, daß die Äpfelsäure über *Oxalessigsäure* zu CO₂ + C₃-Verb. abgebaut u. letztere zum Kohlehydrat resynthetisiert wird (Vgl. den hohen R. Q. u. die Tatsache, daß ungefähr pro mol. Äpfelsäure 1 mol. CO₂ in Freiheit gesetzt wird). Die Aufspaltung soll sich in der Vakuole, der Wiederaufbau im Cytoplasma vollziehen, dabei diffundieren Elektrolyte nach außen, Nichtelektrolyte nach innen. (New Phytologist 42. 65—92. Nov. 1943. Nottingham, Univ. Coll.) KEIL

R. Forbes Jones, *Die Wirkung von Salzen und anderen Stoffen auf die Atmung von Elodea canadensis Michx.* Beschreibung eines einfachen App. zur Messung der Respiration von *Elodeazweigen*.— Mineralsalze erhöhen allg. die Atmungsintensität, wenn auch nur gewisse Zeit. Bei längerer Verdunkelung vermögen auch geeignete Dosen von Kohlehydraten nicht das Absinken der Respirationsrate aufzuhalten. Asparagin (als N-Quelle) kann in W. u. in nicht zu hochkonzentrierten Salzlsgg. den Abfall der Atmungsintensität verhindern.— Es wird angenommen, daß die Wrkg. der Salze u. einer längeren Dunkelheit in einer Begünstigung des Eiweißbaues gegenüber seiner Synth. beruht, was ein Absinken der Vitalität zur Folge hätte. Asparaginzusatz fördert die Eiweißsynth. u. erhöht schließlich wieder die Respirationsrate. (New Phytologist 42. 127—38. Nov. 1943. Glasgow, Univ., Dep. of Bot.) KEIL

S. González de Haro, *Fabrik- und Industrierauche und ihre schädigenden Wirkungen auf den Pflanzenwuchs.* Übersicht über die bei Nutzpflanzen beobachteten Schädigungen durch Rauch u. ihren Nachweis. (Ion [Madrid] 3. 621—27. Okt. 1943.) HOTZEL

R. Chodat, *La biologie des plantes.* Paris: Baillière. (312 S.) fr. 125,—.

E₅. Tierchemie und -physiologie.

F. C. Macintosh, *Die Verteilung von Acetylcholin im peripheren und im Zentralnervensystem.* Im peripheren Nervensyst. (Unterss. an der Katze) war in cholinerg. Nervenfibern in ihrem ganzen Verlauf Acetylcholin (I) nachzuweisen, während die anderen Nervenfibern prakt. frei von I sind. Jene Teile des Zentralnervensyst. (Unters. am Hunde), die efferente Fibern besitzen, enthalten auch I, solche mit afferenten Fibern sind I-frei. In Teilen des Zentralnervensyst., in denen die Anordnung der Fibern u. Zellen eine kompliziertere ist, wird I in wechselnden Beträgen gefunden. Allg. kann nicht gesagt werden, daß die Ggw. von I ein Nachw. für die Anwesenheit cholinerg. Nerven sei, wohl aber, daß die Anwesenheit von I die Anwesenheit cholinerg. Neuronen anzeigt.— Der Geh. einer großen Anzahl von peripheren Nerven u. Teilen des Zentralnervensyst. wird zahlenmäßig angegeben. (J. Physiology 99. 436—42. 30/6. 1941. London, National Inst. for Med. Res.) WADEEN

Gerhard A. Fleischer, *Über die Alkohollöslichkeit von Prolactin.* Bei Verss. zur Reinigung des Prolactins wurde gefunden, daß die Unlöslichkeit dieses Stoffes in organ. Lösungsm. bei seinem isoelekt. Punkt (p_H=5,7) in hohe Löslichkeit übergeht, wenn der p_H-Wert auf drei herabgesetzt wird; die Lsg. erfolgt dann in 99,8%ig. Methanol u. in 95%ig. Äthanol. Bei p_H-Werten von <1 tritt reversible Unlöslichkeit ein. Zur Verringerung des p_H-wertes sind auch Säuren wie Sulfosalicyl- u. Trichloressigsäure geeignet, durch die Prolactin aus wss. Lsg. ausgefällt wird. Die Gewinnung des Prolactins aus solcher Lsg. geschieht am besten mit 2 Voll. Ä. oder 4 Voll. Aceton, oder auch durch Erhöhung des p_H-wertes oder Eindampfen bei niedriger Temperatur. Die Löslichkeit des Hormons in Methanol u. Äthanol wurde unter Verwendung zweier reiner Präpp. von Schaf u. Rind bestimmt (maximale Löslichkeit 21,9%). Verss. zur Extraktion des Hormons aus der Hypophyse ergaben, daß ein erheblicher Teil der Organproteine unter diesen Bedingungen ebenfalls in diesen Lösungsm. lösl. sind, so daß das Hormon nur einen kleinen Anteil der 20% lösl. Organproteine ausmacht. Zur weiteren Reinigung wird eine Fällung mit Ä. oder mit NaOH vorgenommen, sodann wird die Hauptmenge der Fremdproteine entfernt, indem mit 2%ig. NaCl aus wss. Lsg. gefällt u. aus dem Nd. das Hormon mit angesäuertem Methanol extrahiert wird. So erhaltene Präpp. enthielten 13—16 i. E. je mg gegenüber 30 i. E. bei den bisher reinsten Präparaten. Etwa 1/3—1/2 der wirksamen Substanz des Organs bleibt bei dieser Extraktionsmeth. im Rückstand zurück. (J. biol. Chemistry 147. 525—33. März 1943. Bloomfield, New Jersey, Schering Corp., Chem. Res. Comp.) SCHWAIBOLD

Erwin Schwenk, Gerhard A. Fleischer und Sibylle Tolksdorf, *Eine neue Methode für die Gewinnung von Prolactin* (vgl. vorst. Ref.). Frische, gefrorene, unzerteilte Hypophysen werden gründlich zermahlen u. nach Zusatz von 1 l W. zu 1 kg Material bei $pH=8-9$ (Zusatz von NaOH) 4 Stdn. in der Kälte gerührt, eine weitere Stde. nach Zusatz von 2 l W., 2 l $CHCl_3$ u. Eisessig bis zu einem pH -Wert zwischen 5 u. 6. Durch Zentrifugieren werden 2 Schichten erhalten, von denen die wss. nach Eingabe in das $5\frac{1}{2}$ -fache Vol. Aceton einen Nd. mit den gonadotropen u. thyreotropen Hormonen liefert. Die mittlere Schicht, ein die Hauptmenge der Gewebsproteine, Prolactin u. adrenotropes Hormon enthaltendes Gel, wird mit Aceton gewaschen u. getrocknet (Ausbeute etwa 180 g aus 1 kg Hypophyse vom Schaf, Rind oder Schwein). Das gepulverte Material wird durch Rühren mit Methanol extrahiert (40 g Pulver, 600 ccm Methanol, 4 ccm HCl); nach Zentrifugieren wird mit 400 u. 200 ccm Methanol nachextrahiert. Die verbleibenden Auszüge werden mit NaOH auf $pH=3$ gebracht u. in 2 Voll. Ä. eingegossen; nach Zentrifugieren wird der Nd. mit Ä. gewaschen u. getrocknet (Ausbeute 3—4 g). Durch wiederholte Auflsg. in W., Ausfällung mit NaCl, Extraktion mit Methanol u. Ausfällung mit Ä. bzw. mit NaOH wird eine weitgehende Reinigung erzielt. Bei Schaforganen beträgt die Ausbeute etwa 2 g je kg Material mit einer Wirksamkeit von 30 i. E. je mg Substanz. Bei Rinder- u. Schweineorganen ist die Ausbeute u. Wirksamkeit etwas geringer. Etwa 50—60% der gesamten Wirksamkeit des Ausgangsmaterials ist in der isolierten Substanz enthalten. Physikal.-chem. Angaben über die Reinheit dieser Präpp. liegen noch nicht vor. (J. biol. Chemistry 147. 535—40. März 1943.) SCHWAIBOLD

Domokos Boda, *Der Ketonkörperverbrauch der Nebenniere*. Es wurde die Gesamtketonkörperkonz. des arteriellen u. des venösen Blutes der Nebenniere von Hunden in Pernoctonnarkose bestimmt. Es wurde in allen Fällen im venösen Blut der Nebenniere weniger Gesamtketon als in dem arteriellen Blute derselben gefunden. Die Nebenniere nimmt 30% des Gesamtketongeh. des sie passierenden arteriellen Blutes auf. Der Gesamtketonkörperverbrauch der Nebenniere beträgt 83 mg/kg/Minute; dieser Konsum ist ein Vielfaches des durchschnittlichen Gesamtketonverbrauchs des Körpers. (Magyar Orvosi Arch. [Ung. mod. Arch.] 44. 321—26. 1943. Budapest, Univ., Physiol. Inst. [Orig.: ung.; Ausz.: dtsh. u. engl.] SAILER

S. A. Westra, *Kolloid-osmotischer Druck und Zirkulation*. Vf. bespricht die physikal. u. physiolog. Grundlagen des Austauschs von W. u. gelösten Stoffen zwischen Blut- u. Gewebeflüssigkeit. Störungen in diesem Stoffwechsel durch Zunahme der Permeabilität der Capillarwände, durch Abnahme des Eiweißgeh., bes. des Albumingeh. des Plasmas oder durch Zunahme des capillaren Druckes werden beschrieben. Der kolloid-osmot., d. h. der durch gelöstes Eiweiß bedingte Druck u. der capillare Druck wirken im wesentlichen antagonist. regelnd. Bei langsamer Abnahme des kolloid-osmot. Druckes zeigen sich Oedemerscheinungen in Form von Flüssigkeitsansammlungen außerhalb der Blutbahn. Bei plötzlichen Störungen (z. B. Blutverdünnung als Folge eines Blutverlustes) sind Kollaps u. sekundärer Schock die beherrschenden Krankheitsbilder. (Nederl. Tijdschr. Geneeskunde 88. 50—52. 22/1. 1944. Rotterdam.) G. GÜNTHER

R. E. Rewell, *Die Steigerung der Kaliumkonzentration im Blutstrom nach Ischämie von Muskelmassen*. Bei einer Reihe von Patienten, bei denen im Verlaufe von orthopäid. Operationen eine Abbindung der Blutzufuhr zum Bein während 35—100 Min. vorgenommen wurde, wurden Blutproben vor u. nach Beendigung der Blutstauung entnommen. Es wurde nach dieser ein deutlicher Anstieg des Serumkaliumspiegels beobachtet. Es wird angenommen, daß dieses zusätzliche K entweder aus den Muskeln des ischäm. Gebietes stammt oder aus der Leber infolge der Wrkg. einer aus dem betreffenden Körperteil abgegebenen hypothet. Substanz. Auch wurde eine Zunahme des Serumphosphatpiegels beobachtet. (Brit. med. J. 1943. II. 483—84. 16/10. 1943. Guy's Hosp. Med. School, Dep. Pathol.) SCHWAIBOLD

Georg Barkan und Burnham S. Walker, *Sulfhämoglobinbildung und labiles Eisen in vitro und in vivo*. Im Gegensatz zu früher konnte nun die Bldg. von Sulfhämoglobin u. die Zunahme des labilen Fe in vitro durch Behandlung mit H_2S in Ggw. von O_2 bei verschied. Blutarten auch bei einer Versuchsdauer von nur wenigen Min. nachgewiesen werden; dabei wurde auch gelegentlich eine Hemmung der Vorgänge durch CO beobachtet. In vergleichenden Verss. in vitro wurde festgestellt, daß die vorhandene Menge an labilem Fe nur etwa $\frac{1}{3}$ der als Sulfhämoglobin vorhandenen Fe-Menge entspricht. Bei Blut von Kaninchen mit Sulfhämoglobinämie durch Eingabe von fein verteiltem S in den Magen war keine Zunahme des labilen Fe feststellbar, obwohl das Blut meist 0,3 g Sulfhämoglobin enthielt. Auf Grund dieser u. anderweitiger Befunde wird angenommen, daß das Sulfhämoglobin in seiner endgültigen stabilen Form (bei den Verhältnissen in vivo) eine Substanz mit geschlossenem Ring ist; wenn der Ring bei der ersten

Reaktionsstufe geöffnet wird, so erfolgt die Wiederschließung wahrscheinlich durch eine S-haltige Gruppe. (Science [New York] [N. S.] 96. 66—68. 17/7. 1942. Boston, Univ., School Med., Mass. Mem. Hosp. and Dep. Biochem.) SCHWAIBOLD

P. A. Bott, *Quantitative Untersuchungen der Zusammensetzung des glomerulären Harns*. XV. Die Konzentration des Natriums im glomerulären Harn von *Necturi*. Vf. beschreibt eine colorimetr. Ultramikrometh. zur Best. von Na, die darauf beruht, daß Na als Na-Zink-Uranylacetat gefällt wird; die Fällung wird in einem bes. Capillarfilter, dessen Anfertigung beschrieben wird (Abb.), mit einer gesätt. Lsg. von Mg-Uranylacetat gewaschen, wodurch das noch vorhandene Zn des Reagens ausgewaschen wird. Nach Waschen mit A. u. Ä. wird der Nd. mit W. gelöst u. der Zn-Geh. colorimetr. mittels Diphenylthiocarbazon bestimmt. Die Arbeitsweise wird im einzelnen ausführlich beschrieben. Bei Proben mit 0,2—0,7 γ Na wurde ein mittlerer Fehler von 4,6 u. ein maximaler von 13% festgestellt. Bestimmungen mit dieser Meth. ergaben bei Serum (verwendete Menge 0,4 cmm) gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen der gravimetr. Methode. Bei 9 von 15 Verss. mit *Necturus* war der Na-Geh. der glomerulären Fl. innerhalb 5% ident. mit dem des Serums; im übrigen waren die größten Abweichungen mit —14 u. +9% wahrscheinlich innerhalb der Fehlergrenze der Methode. Die glomeruläre Fl. ist demnach auch nach diesen Befunden als ein Ultrafiltrat des Serums anzusehen. (J. biol. Chemistry 147. 653—61. März 1943. Philadelphia, Univ., Labor. Pharmacol.) SCHWAIBOLD

D. L. Turner und F. R. Miller, *Die Darstellung von Konzentratn spezifischer Stoffe aus Harn und Faeces bei Leukämie*. Der Harn von Fällen mit chron. myeloider Leukämie wird bei $p_H=1-2$ mit HCl durch 5—10 Min. Kochen hydrolysiert u. mit $CHCl_3$ extrahiert. Der Rückstand nach Entfernung des $CHCl_3$ (von 360 l Harn) wird in 1 Liter 2-n NaOH gelöst u. mit Ä. extrahiert; nach Sättigung der extrahierten alkal. Fl. mit CO_2 wird mit Ä. extrahiert. Hierauf wird mit HCl angesäuert u. mit Ä. extrahiert. Nun ist der Extrakt (115 g) biolog. wirksam; er wird nach Entfernung des Ä. mit Pae. extrahiert, wodurch eine fast phenolfreie Säurefraktion erhalten wird, die biolog. wirksam ist. Die Pae.-Lsg. (21) wird 6mal mit 100 cem 90%ig. Methanol gereinigt, wodurch hauptsächlich Benzoesäure entfernt wird; der Rückstand der Pae.-Lsg. wird in 15 cem Ä. gelöst, mit 40%ig. NaOH neutralisiert u. mit einer gesätt. Lsg. von Pb-Acetat die Pb-Salze in der Kälte isoliert. Diese werden im Soxhlet-App. mit Ä. gereinigt. Die regenerierten Säuren (13 g) werden im 4fachen Vol. Aceton gelöst; unwirksame Stoffe werden bei —20° auskristallisiert. Nun wird mit Diazomethan esterifiziert, wobei ein Verlust an biolog. Wirksamkeit auftritt. Nach Auflösen von 7 g der Methylester in 50 cem Pyridin u. Erhitzen am W.-Bad während 3 Stdn. nach Zusatz von 12 g Bernsteinsäureanhydrid wird das Gemisch in üblicher Weise in Carbinole u. Nichtcarbinole getrennt. Die Carbinolkomplexe (80 mg) geben eine schwache lymphoide Rk. bei Meerschweinchen, die Nichtcarbinole eine starke myeloide Reaktion. Bei ähnlicher Aufarbeitung des Harns von Fällen mit chron. lymphoider Leukämie gibt die Fraktion der Nichtcarbinole eine schwache myeloide Rk., die der Carbinole (360 mg) eine starke lymphoide Reaktion. Die wirksamen Stoffe beider Art sind nahe verwandt; die myeloide Substanz kann durch Hydrogenierung in eine solche mit lymphoider Wrkg. übergeführt werden, letztere in erstere durch entsprechende Oxydation. Auch aus Faeces wurden derart wirksame Stoffe isoliert. Die biol. Bedeutung dieser Ergebnisse wird in einer weiteren Arbeit besprochen werden. (J. biol. Chemistry 147. 573—79. März 1943. Philadelphia, Jefferson Med. Coll., Cardeza Foundation.) SCHWAIBOLD

Kotsovsky, *Altersreaktion*. (*Neue Wege zur Erforschung der Altersdynamik*). (Vgl. C. 1943. II. 1889.) Unter Altersrk. (A. R.) versteht Vf. die Erscheinungen, die zwischen analogen organ. Komponenten der gleichen Art, aber verschied. Alters zu beobachten sind. Beobachtungen an Mischungen organ. Komponenten verschied. Alters ergeben ein kompliziertes Bild der Reaktionsabläufe (große Tabelle), u. Vf. schließt, daß in dem, gegenüber den Versuchsbedingungen, komplizierteren bio-koll. Milieu des Organismus kompliziertere Gegenwrkkg. zwischen Geweben in verschied. Altersstufenentw. bestehen müssen. (Schweiz. med. Wschr. 74. 193—95. 19/2. 1944. Inst. für Altersforschung u. Altersbekämpfung, Chisinau [Rumänien].) STUBBE

H. Chr. Greve, *Neuer Beitrag zum Cariesproblem*. Zusammenfassende krit. Besprechung neuerer Anschauungen über die Ursachen u. Entstehungsvorgänge der Caries, sowie Darlegung der Ergebnisse früherer Unterss. des Vf. über diese Frage. Es ergibt sich eine weitgehende Übereinstimmung der ersteren mit letzteren. Die auf Grund all dieser Erkenntnisse heute anzunehmenden Vorgänge bei der Cariesentstehung u. die noch durch entsprechende Forschung zu klärenden Fragen werden dargelegt. (Dtsch. zahnärztl. Wschr. 46. 427—33. 12/11. 1943. München-Pasing.) SCHWAIBOLD

Benedikt Spörlein, *Der Zahn-Gebißverfall unserer Generation, die Folge einer unbiologischen Ernährungsweise. (An den Zahn-Kieferverhältnissen der Bevölkerung Waischenfelds von einst und heute untersucht.)* Das Milieu dieses Ortes wird bes. hinsichtlich der Ernährungsart in früheren Zeiten u. in der Gegenwart eingehend beschrieben. An den Zähnen des örtlichen Ossariums (1300—1850) wurden sowohl für diese Zeit starke Abrasionserscheinungen am bleibenden Gebiß als auch schon merkliche Abnutzungen am Milchgebiß festgestellt. Diese Abkantung fand erst um die Jahrhundertwende durch Umstellung (Fleisch, Kartoffel usw.) u. Verfeinerung der Nahrung ihr Ende. In der Gegenwart ist das Verhältnis von Cariesvork. u. Abrasionserscheinungen gerade umgekehrt wie früher (Schulkinderunterss. u. Beobachtungen in der Praxis). Dieses Verhältnis wird durch die direkten u. indirekten Folgen der Intensität der Kauarbeit erklärt. Als weitere Ursache für den Gebißverfall seit etwa 1900 wird die Vitaminarmut der Kost durch Zerstörung der Vitamine bei der Zubereitung u. Verfeinerung der Lebensmittel angeführt. Die notwendige Umstellung der Ernährung zur Besserung dieser Verhältnisse wird gekennzeichnet. (Dtsch. zahnärztl. Wschr. 46. 438—42. 454—58. 12/11. 1943. Waischenfeld, Oberfranken.) SCHWAIBOLD

John Yudkin, *Ein Vitaminfütterungsversuch bei Schulkindern.* Bei etwa 1000 Kindern zwischen 4 u. 11 Jahren wurden während längerer Zeit täglich Vitamintabletten mit 5000 i. E. (Vitamin) A, 1 mg B₁, 25 mg C u. 500 i. E. D verabreicht, mit denen etwa die Hälfte des Gesamtbedarfs gedeckt wurde. Im Vgl. mit den Kontrollkindern wurden nach einem Jahr keine Unterschiede hinsichtlich Größe, Gewicht, Hämoglobin, Kraft u. bei einem Teil der Kinder auch hinsichtlich geistiger Leistungsfähigkeit u. Dunkeladaptation beobachtet. Nur die Versäumnisse wegen Infektionen waren bei den Versuchskindern günstiger. Es wird angenommen, daß das Fehlen von günstigen Wirkg. darauf zurückzuführen ist, daß der geringere Ernährungszustand dieser Kinder oder einzelner Gruppen davon durch andere Nahrungsbestandteile wie diese Vitamine bedingt war, oder daß diese nicht die hauptsächlich begrenzenden Faktoren darstellen. (Lancet 244. 755. 12/6. 1943. Cambridge, Dunn Nutrit. Labor.) SCHWAIBOLD

G. Kohn, E. H. M. Milligan und John F. Wilkinson, *Die Höhe der Vitamin-A- und -C-Versorgung mit der Nahrung bei Schulkindern in Glossop und die Wirkung von Mangelzuständen auf ihr körperliches Befinden.* (Vorl. Mitt.) Die vorliegenden Unterss. wurden bei 400 Kindern zwischen 9 u. 14 Jahren von Okt. 1941 bis Juli 1942 durchgeführt, wobei 200 als Kontrolle dienten u. die übrigen täglich 4000 i. E. Vitamin A, 350 i. E. Vitamin-B-Komplex, 1000 i. E. Vitamin C, 600 i. E. Vitamin D, 2 mg Riboflavin u. 20 mg Nicotinamid an 5 Tagen in der Woche erhielten. Die verwendeten Prüfungsmethoden (Sättigungsprobe für Vitamin C u. Best. im Blut, Feststellung der C-Aufnahme in der Nahrung, Dunkeladaptationsmessung usw.) werden gekennzeichnet. Bei der Vergleichsgruppe wurde bei 72% fehlende Vitamin-C-Sättigung festgestellt, wobei als ungünstigste Fälle 36 < 0,3 mg in 100 ccm Blut aufwiesen u. 5—7 Belastungsdosen zur Sättigung benötigten. Bei 40% der Fälle war die Vitamin-C-Zufuhr von April bis Juni < 15 mg täglich. Bei der Versuchsgruppe waren alle Kinder gesättigt. Der Wert der Dunkeladaptationsprobe wird auf Grund der gemachten Erfahrungen krit. besprochen, mit Angabe des anzunehmenden Schwellenwertes für den Mangelzustand. Von der Vergleichsgruppe erwiesen sich damit 16% als mangelhaft mit Vitamin A versorgt, 7% wahrscheinlich in einem solchen Zustand. Die einzige beobachtete bestimmte Beziehung war, daß die Fälle mit einer Schwellenlabilität von 0,5 log Einheiten oder darüber mit Ausnahme von 3 eine Aufnahme von < 30 i. E. Vitamin A je kg Körpergewicht aufwiesen. Als Mindestbedarf zur Verhinderung von Nachtblindheit bei Kindern von 9—14 Jahren sind demnach 30 i. E. Vitamin A anzusehen. Bei der Unterss. entsprechend zusammengefaßter Gruppen wurden keinerlei Unterschiede in der Körpergröße u. im Körpergewicht festgestellt. Bei der Ermüdungsprobe zeigten die Gruppen mit A- oder C- oder A- u. C-Mangel eine deutlich geringere Leistungsfähigkeit; in der Kraftleistung zeigten sich keine Unterschiede. Massive Sättigungsdosen zeigten bei den Mangelfällen keine unmittelbare Wirkung. Im Auftreten von Gingivitis zeigten sich keine Unterschiede. Bei den Gruppen mit Mangelfällen war das Auftreten von Infektionen stärker. Bei Beobachtungen des Hautzustandes wurde bei der Vitamingruppe allg. ein besserer Eindruck erhalten. Unterschiede im Phosphatasegeh. des Plasmas wurden bei den verschied. Gruppen nicht beobachtet. (Brit. med. J. 1943. II. 477—81. 16. Okt. 1943. Manchester, Royal Infirmary and Univ., Dep. Clin. Investigation.) SCHWAIBOLD

Paul György und Rudolph Tomarelli, *Antioxydative Wirksamkeit bei die B-Vitamine enthaltenden Materialien.* Die Prüfung der Wirksamkeit der zu untersuchenden Stoffe geschah in der Weise, daß z. B. im Grundvers. 8,4 g Maisstärke mit einem Linolsäure-

Buttergelbgemisch (N,N-Dimethylaminoazobenzol) vermengt wurde u. nach verschied. Zeiten (bis 21 Tage) Proben entnommen u. nach Extraktion der verbliebene Farbstoff colorimetr. bestimmt wurde. Seine ursprüngliche Konz. war 0,6 mg je g des Gemenges. Bei der Prüfung von Cerealien wurde das Material statt der Maisstärke zugesetzt, bei anderen (Konzentrate oder reine Verbb.) entsprechend kleinere Mengen. Die gekoppelte Oxydation des Farbstoffes war in Ggw. von Methyllinolat etwas langsamer als bei Linolsäure, bei der am 5. Tag 85% des Farbstoffes zerstört u. die JZ. von 180 auf 67,4 gesunken war. Vollkornmehl von Hafer, Weizen u. Mais u. das Haferpräp. *Avenex* waren stark antioxydativ wirksam, wss. Reiskleieextrakt sehr stark. Wirksam waren auch Quellen des Vitamin-B-Komplexes wie Hefe, Hefeeextrakt, Leberextrakt, Melassen u. Milchwückerrückstand. In Reis, Reiskleieextrakt, *Avenex* u. Hefe waren die Antioxydantion hitzelabil, Hefe- u. Reiskleieextrakt zeigten bei Behandlung im Autoklav bei $pH = 10$ keine veränderte Wirkung. Die in Reiskleie enthaltenen Antioxydantien sind in Linolsäure teilweise lösl. u. dialysabel. Von allen bekannten B-Vitaminen zeigte unter diesen Versuchsbedingungen nur p-Aminobenzoesäure eine deutliche antioxydative Wirkung. Die in Reiskleieextrakt oder in wirksamen Leberfraktionen enthaltenen wirksamen Stoffe sind aber jedenfalls nicht mit p-Aminobenzoesäure identisch. Für das bei diesen Unterss. verwendete Syst. besitzen Vitamin E u. Hydrochinon nur eine mäßige antioxydative Wirksamkeit. (J. biol. Chemistry 147. 515—24. März 1943. Cleveland, Univ., School Med., Babies and Childrens Hosp. and Dep. Ped.) SCHWAIBOLD

A. G. Clarke und F. Prescott, *Vitamin-B-Mangelzustand*. Gegenüber einer Kritik über frühere Ausführungen der Vff. wird festgestellt, daß Diarrhoe nur ein Symptom des akuten B-Mangelzustandes (Pellagra) darstellt, nicht aber des gewöhnlich vorkommenden leichten oder chron. Mangelzustandes, bei dem eher Verstopfung vorzuliegen scheint. Es wird bestätigt, daß die Mangelkrankheit durch andere Faktoren neben einer mangelhaften Nahrung zum Ausbruch gebracht werden kann (Belastung des Organismus, mangelhafte Resorptionsverhältnisse usw.), wobei unter gleichen äußeren Bedingungen die einen Personen anscheinend gesund bleiben, andere aber erkranken. Weiter wird festgestellt, daß bei Fällen mit mäßigem B-Mangelzustand bis jetzt Beobachtungen über histopatholog. Veränderungen im Gehirn nicht bekannt geworden sind u. auch sonst keine ernstlichen Nervenstörungen auftreten. (Brit. med. J. 1943. II. 689—90. 27/11. 1943. London, W. I., Wellcome Res. Inst.)

SCHWAIBOLD

Michel Polonovski, René-Guy Busnel und Marcel Pesson, *Das Fluorescyanin, ein Pigment mit blauer Fluorescenz aus den Schuppen der Cypriniden*. Die Schuppenextrakte des Karpfens mit 10%ig. Essigsäure enthalten gelbgefärbte Proteinstoffe, die durch Ultrafiltration abgetrennt wurden. Das Ultrafiltrat ist gelbgefärbt u. enthält Riboflavin. Durch Chromatographie mit einer Frankonitsäure wird fast die ganze Menge der Pigmente fixiert. Nach Waschen mit Essigsäure wird der farblose Teil der Säule mit einem Gemisch von W., Methanol u. Pyridin eluiert. Durch Umkrystallisieren wird das reine Fluorescyanin erhalten. Eine Reihe von Eigg. dieser Verb. werden mitgeteilt. Sie wurde auch in anderen Organen des Karpfens u. sogar bei anderen Arten (Reptilien usw.) gefunden, nicht jedoch bei Warmblütern. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 217. 163—64. 2.—30./8. 1943.)

SCHWAIBOLD

René-Guy Busnel, Paul Chauchard, Henriette Mazoué, Marcel Pesson und Michel Polonovski, *Die bivalente Vitamin-B₁- und -B₂-Wirkung des Fluorescyanin*. (Vgl. vorst. Ref.) Bei Verss. mit B₂-avitaminot. Ratten zeigte das Fluorescyanin eine Wachstumswrgk. wie Vitamin B₂. Auch bei chronaximetr. Verss. wurde eine derartige Übereinstimmung der Wrgk. beobachtet. Überraschenderweise zeigte diese Verb. aber auch bei B₁-Mangelratten eine Wachstumswrgk. wie Vitamin B₁; auch wurde die nervöse Erregbarkeit derartiger Mangeltiere bei B₁-Mangel durch Behandlung mit Fluorescyanin normalisiert. Es scheint damit zum erstenmal ein Stoff gefunden worden zu sein, der bei der Ratte die Wrgk. zweier Vitamine (B₁ u. B₂) auszuüben vermag. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 217. 185—86. 2.—30./8. 1943.)

SCHWAIBOLD

H. Spector, A. R. Maass, L. Michaud, C. A. Elvehjem und E. B. Hart, *Die Rolle des Riboflavins bei der Blutregeneration*. Bei Fütterungsverss. an Hunden mit einer gereinigten synthet. Nahrung aus Saccharose 66, Casein 19, Baumwollsamendöl 8, Lebertran 3, Salzgemisch 4 mit Zusatz von $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ u. täglich 100 γ Thiamin, 60 γ Pyridoxin, 500 γ Ba-Pantothanat, 2 mg Niacin u. 50 mg Cholin je kg Körpergewicht wurde festgestellt, daß die bei Riboflavinmangel auftretende mangelhafte Nahrungsaufnahme u. die sonstigen Mangelsymptome bei jungen Tieren durch tägliche Zulage von 30 γ Riboflavin je kg Körpergewicht verhindert werden. Bei ausgewachsenen Tieren genügen 15 γ zur Gewichtserhaltung. Bei der Mangelernährung entwickelte

sich eine leichte Anämie, bei gleichzeitigem Blutentzug eine schwere. Bei Zulagen von $< 15 \gamma$ Riboflavin ist die Hämoglobinbildung nur schwach u. wechselnd (wachsende Tiere); bei solchen von 30γ tritt dagegen rasche Wiederherst. u. gute Hämoglobinbildung ein. Bei älteren Tieren genügen 15γ . Bei gleichzeitigem Blutentzug genügt eine Zulage von 30γ Riboflavin bei jungen Tieren nicht zur ausreichenden Anregung der Blutbildung; bei älteren Tieren genügen auch in diesem Falle 15γ . Die Blutbilder bei diesen Zuständen werden gekennzeichnet. (J. biol. Chemistry 150. 75—87. Sept. 1943. Madison, Univ., Coll. Agric., Dep. Biochem.)

SCHWAIBOLD

Robert R. Williams und Vernon H. Cheldelin, *Die Zerstörung von Riboflavin durch Licht*. Durch vergleichende Verss. mit reinen Riboflavinlsgg. wurde festgestellt, daß diese Zerstörung (in offenem Gefäß bei hellem Tageslicht) durch Erwärmen u. durch Erhöhung des pH-Wertes (3—6,5) stark gefördert wird. So ist die Zerstörung in einer Lsg. von $0,1 \gamma/\text{ccm}$ bei 100° u. $\text{pH} = 3$ nach 1 Stde. fast vollständig, während bei 32° erst 16% zerstört sind. Unter gleichen sonstigen Bedingungen war die Zerstörung bei Lichtausschluß nur geringfügig. Bei Milch u. Eiern war die Zerstörung etwas langsamer, wahrscheinlich wegen der geringeren Lichtdurchlässigkeit des Materials. (Science [New York] [N. S.] 96. 22—23. 3/7. 1942. Summit, N. J. Private Labor.)

SCHWAIBOLD

B. Gottlieb, *Akuter Nicotinsäuremangelzustand (Aniacinosis)*. Vf. beschreibt 3 derartige Fälle, sowie zwei nicht akute. Als Symptome sind vor allem Verwirrungs Zustände, Halluzinationen, Stupor, man. Erregung usw. vorhanden, die meist durch parenterale Glucose-Salz-Behandlung u. Beruhigungsmittel verschlimmert werden. Der Tod pflegt nach 4—5 Tagen einzutreten, mit Bronchopneumonie als Endursache. Wichtige Punkte für die Diagnose sind die Ernährungsgeschichte, vorhandener chron. Alkoholismus u. n. Verh. gegen Behandlung mit Nicotinsäure (Besserung in 1—2 Tagen). Die Ätiologie u. die Behandlung mit Nicotinsäureamid, Hefextrakt, Thiamin u. baldmöglichst mit gemischter Nahrung werden gekennzeichnet. Nicotinsäuremangelzustand scheint in England häufiger vorzukommen als Pellagra. (Brit. med. J. 1944. I. 392—93. 18/3. 1944.)

SCHWAIBOLD

Philip Handler und Henry I. Kohn, *Der Mechanismus der Cozymasesynthese in den menschlichen Erythrocyten: Ein Vergleich der Rolle von Nicotinsäure und von Nicotinamid*. (Vgl. C. 1943. I. 974 u. früher.) Die Best. des V-Faktors (Coenzym I u. II) wurde mit der Meth. der Wachstumsmessung (Trübungsmessung) bei *Haemophilus parainfluenzae* durchgeführt, bei Berechnung als Diphosphopyridinnucleotid (γ je ccm Erythrocyten) u. für gebundene Nicotinsäure als Bestandteil des V-Faktors. Bei mehreren gesunden Versuchspersonen wurden während 3 Tagen insgesamt 3 g Nicotinsäure bzw. Nicotinamid eingegeben. Durch Unters. der Blutproben von diesen Personen wurde festgestellt, daß Nicotinamid nur etwa $\frac{1}{3}$ der Wirksamkeit der Nicotinsäure zur Anregung der Cozymasesynthese besitzt; das Ergebnis war das gleiche bei Verss. in vitro. Durch Eingabe einer einmaligen großen Dosis einer der beiden Verbb. wurde festgestellt, daß die menschlichen Erythrocyten für beide Verbb. leicht durchlässig sind. Bei der enzymat. Zers. von Cozymase nach Hämolyse wird Nicotinamid u. nicht Nicotinsäure freigesetzt. Die Synth. der Cozymase aus Nicotinsäure wird durch Nicotinamid nicht gehemmt, wohl aber die enzymat. Zers. des Enzyms. Vff. schließen aus diesen Befunden, daß die Synth. der Cozymase durch menschliche Erythrocyten nicht auf einer Umkehrung des Abbauweges erfolgt. (J. biol. Chemistry 150. 447—52. Okt. 1943. Durham, Univ., School Med., Dep. Physiol. and Pharmacol.)

SCHWAIBOLD

Jesse W. Huff und William A. Perlzweig, *N¹-Methylnicotinamid, ein Stoffwechselprodukt der Nicotinsäure im Harn*. Zur Isolierung des von anderen Autoren beschriebenen fluoreszierenden Stoffes F₂ wurden 81 Harn von 3 n. Personen, die in 3 Tagen 3 g Nicotinamid aufgenommen hatten, mit Essigsäure angesäuert, ev. mit Kohle geklärt u. am W.-Bad im Luftstrom auf 400 ccm eingengt. Nach Extraktion mit 1 l redest. 80%ig. Äthanol u. Eindampfen des Extraktes wurde mit 80%ig. Äthanol extrahiert. Nach Eindampfen wurde der Rückstand in 2 l W. aufgenommen u. die Lsg. nach Einstellen mit Essigsäure u. Na-Acetat auf $\text{pH} = 4$ langsam durch 2 Säulen (42 · 2,5 cm) mit 100 g Decalso (Zeolith), das vorher mit Essigsäure, KCl-Lsg. u. W. gewaschen wurde, filtriert. Nach Elution mit 275 ccm 25%ig. KCl-Lsg. u. Waschen mit W. wurde der Vorgang zweimal wiederholt, wodurch insgesamt 650 mg der ursprünglich vorhandenen 900 mg F₂ isoliert wurden. Die vereinigten Eluate (700 ccm) wurden am W.-Bad im Luftstrom eingedampft, der Rückstand wurde mit 90%ig. A. extrahiert, eingedampft u. dies so oft wiederholt, bis der schließliche Extrakt in 20 ccm 95% ig. Äthanol KCl-frei war. Zu diesem Extrakt wurde ein berechneter Überschuß von μ krinsäure in gesätt. alkohol. Lsg. zugesetzt; nach Erwärmen auf 60° wurde langsam abgekühlt, schließlich

in einem Eis-Salzgemisch. Die kalte kryst. M. wurde rasch abgesaugt u. mit 95%ig. A. u. kaltem Ä. pikrinsäurefrei gewaschen. Nach Umkrystallisieren aus A. (F. = 189,5°) wurde das Pikrat in 4 ccm W. mit leichtem HCl-Überschuß zers., die Färbung mit Ä. extrahiert, die wss. Lsg. im N₂-Strom eingetrocknet u. der Rückstand aus A. umkryst. (Ausbeute 120 mg). Dieser Stoff war hinsichtlich des Geh. an N, Cl u. Nicotinsäure, der Absorptionsspektren, Fluorescenz u. F. der Pikrate mit synthet. N¹-Methylnicotinamid identisch. Eine Modifikation der fluorometr. Meth. zur Best. von F₂ (Adsorption in Permutitsäulen, Elution mit 25%ig. KCl-Lsg., Extraktion mit Butanol unter bestimmten Vol.-Bedingungen, Best. im elektr. Fluorophotometer) wird beschrieben. (J. biol. Chemistry 150. 395—400. Okt. 1943. Durham, Univ., School Med., Dep. Biochem.)

SCHWAIBOLD

William A. Perlzweig, Mary L. C. Bernheim und Frederick Bernheim, *Die Methylierung von Nicotinamid durch Rattenleber in vitro.* (Vgl. vorst. Ref.) Leberschnitte von Ratten, 0,2—0,5 mm dick in einer Menge von 150—450 mg je Ansatz, wurden in 4 ccm RINGER-Bicarbonatlsg. mit den entsprechenden Substraten in 95% O₂ u. 5% CO₂ oder 95% N₂ u. 5% CO₂ verschied. lange Zeit zusammengebracht. Darauf wurde die überstehende Fl. mit CCl₄ COOH proteinfrei gemacht. Die sich ergebende klare Fl. konnte ohne Adsorption unmittelbar fluorometr. oder colorimetr. geprüft werden. Durch Auflösen von 1,8 g wasserfreiem Na₂SO₄ in 5 ccm der Probelsg. wurde ein verstärkter Übergang von F₂ in Butanol erzielt (bei Temp. über 25°). Diese Vers. ergaben das Bestehen eines weiteren Methylierungssyst. in der Rattenleber, die Überführung von Nicotinamid in N¹-Methylnicotinamid, ähnlich im Verh. dem Kreatininsyst. (streng aerob, in Ggw. vollständiger Zellen, durch Zusatz von Methionin gewöhnlich gesteigert, Nicotinsäure wird nicht methyliert. Nieren- u. Muskelgewebe der Ratte besitzt diese Fähigkeit in vitro nicht. Die beobachteten individuellen Schwankungen in dem Ausmaß der Ausscheidung von N¹-Methylnicotinamid im Harn der Ratte sind nach den vorliegenden Befunden (Unters. der Leber von verschied. Mengen dieser Verb. ausscheidenden Ratten in vitro) offenbar auf Unterschiede in der Aktivität der Leber zur Methylierung von Nicotinamid zurückzuführen. (J. biol. Chemistry 150. 401—06. Okt. 1943.)

SCHWAIBOLD

Jesse W. Huff und William A. Perlzweig, *Eine rasche Methode zur Bestimmung von N¹-Methylnicotinamid im Harn.* (Vgl. vorst. Ref.) Es wurde festgestellt, daß bei der fluorometr. Best. dieser Verb. bei Harn die Adsorption an Zeolith unterbleiben kann u. die Best. der fluoreszierenden Substanz unmittelbar in den Butanolextrakten von Harn durchführbar ist, bes. bei Sättigungs- u. Belastungsversuchen. Zu 10 ccm eines am besten mit 10 Teilen 25%ig. KCl-Lsg. verd. Harns werden nach Alkalisieren mit 2—3 Tropfen 10-n. NaOH-Lsg. 0,5 g LLOYD's-Reagens zugesetzt; nach 1 Min. Mischen wird 2—3 Min. zentrifugiert. Dadurch wird die Fluorescenz des N¹-Methylnicotinamids zerstört, ohne die anderen Pigmente zu beeinflussen, u. es werden so die besten Blindwerte erhalten. In 1—5 ccm des verd. Harns u. der vorbehandelten Fl. wird durch Extraktion mit n-Butanol der Geh. bestimmt. Diese Meth. ergab bei Harn von Personen mit Nicotinamidbelastung Ergebnisse, die mit denen der Adsorptionsmeth. gut übereinstimmen. Es wurde festgestellt, daß im menschlichen Harn prakt. alle enthaltene methylierte Nicotinsäure (Trigonellin) aus N¹-Methylnicotinamid besteht. Bei n. Personen wurden im Harn 6—10 γ/ccm der Verb. gefunden. (J. biol. Chemistry 150. 483—84. Okt. 1943.)

SCHWAIBOLD

—, *Vitamine und graues Haar beim Menschen.* Auf (in Hinsicht auf die experimentellen Befunde bei Ratten) bei 19 älteren Personen mit grauem oder weißem Haar von BRANDALONE, MAIN u. STEELE durchgeführte Verss. von längerer Dauer (8 Monate) wird hingewiesen. Bei diesen wurde in zwei Fällen durch Behandlung mit 100 mg Ca-Pantothenat, 200 mg p-Aminobenzoesäure u. 50 g Hefe täglich nach 2—3 Monaten eine deutliche Wiederkehr der früheren braunen Haarfarbe beobachtet. Bei den übrigen Versuchspersonen traten nur geringere oder keine Veränderungen der Haarfarbe bei dieser Behandlung auf; ein Teil davon erhielt nur Pantothenat oder nur p-Aminobenzoesäure mit Hefe. (Perfum. essent. Oil Rec. 35. 21. Jan. 1944.)

SCHWAIBOLD

G. R. Hill und J. D. Smyth, *Die Lokalisation des Vitamin C bei Belascaris marginata.* Mit der AgNO₃-CH₃COOH-Meth. wurde festgestellt, daß das Vitamin bei Exemplaren dieser Art, die von Hunden mit einer n. Ernährung erhalten worden waren, bes. stark in der Darmwand angehäuft ist, während die Muskelgewebe u. Fortpflanzungsorgane nur wenig enthalten. In den Zellen treten die dunklen Granula der Rk. nahe dem Zellkern gegen den Pol nächst dem Darmlumen anreicherter auf (Abb.). Der Parasit vermag offenbar beträchtliche Vitamin-C-Mengen aus dem Darminhalt des Wirtstieres zu entziehen u. so möglicherweise dessen Vitamin-C-Stoffwechsel zu stören. (Nature [London] 153. 21—22. 1/1. 1944. Leicester, Univ. Coll., Dep. Zool.)

SCHWAIBOLD

Maurice Donnelly, *Vitamin C in Nadeln immergrüner Bäume*. Im Zusammenhang mit einer Mitt. von SHISKIN über die Gewinnung von Vitamin C aus Fichtennadeln in großem Maßstab in Rußland weist Vf. auf eine Stelle in dem Buch von PARKMAN „Pioniere aus Frankreich in der neuen Welt“ hin. Dort wird berichtet, daß bei einem schweren Ausbruch von Skorbut nach dem Vorgehen eines Indianers Heilung durch ein Dekokt aus den Blättern eines *Ameda* genannten Baumes eintrat, wobei der Autor annimmt, daß es sich um die Rottanne gehandelt hat. (Science [New York] [N. S.] 98. 132. 6/8. 1943. Riverside, Calif.) SCHWAIBOLD

F. T. G. Prunty und C. C. N. Vass, *Vitamin-C-Ernährung in einem Krankenhaus mit Beobachtungen über einen Fall von Skorbut*. Durch Best. des Vitamin C im Blutserum u. durch Belastungsverss. bei einer Reihe von Krankenhauspatienten in verschied. Jahreszeiten wurde gefunden, daß im Vgl. zu n. ernährten Personen bei ersteren eine weniger als optimale Vitamin-C-Versorgung unter den gegenwärtigen Verhältnissen vorlag, bes. in den ersten Monaten des Jahres. Weiter wird ein Fall von Skorbut ausführlich beschrieben, bei dem bestätigt wurde, daß Skorbut nicht durch Best. des Plasma-C-Spiegels oder den Sättigungsverss. allein diagnostiziert werden kann, wenn durch diese Prüfung auch ein Hinweis auf die Gefahr des Ausbruches von Skorbut u. eine Bestätigung des klin. Befundes erhalten wird. Die Latenzperiode war bei diesem Fall bis zum Auftreten der Skorbutsymptome etwa 180 Tage bei einer täglichen C-Zufuhr von wahrscheinlich nicht mehr als 5 mg täglich. (Lancet 246. 180—82. 5/2. 1944. London, St. Thomas's Hosp. Med. School, Dep. Pathol.) SCHWAIBOLD

E. Lührs, *Vitaminprophylaxe bei Tieren*. Hinweis auf die Bedeutung einer ausreichenden Vitaminversorgung bei der gegenwärtigen Futtermittelversorgung mit bes. Hinsicht auf das Vitamin D u. die allg. Vitaminprophylaxe vorerst bei den Schweinebeständen mit einem anerkannten Präparat. (Dtsch. Apotheker-Ztg. 59. 74—75. 5/3. 1944. Landesbauernschaft Weser-Ems, Tiergesundheitsamt.) SCHWAIBOLD

L. S. Fosdick, O. E. Fanher und J. C. Calandra, *Die Wirkung von synthetischem Vitamin K auf die Geschwindigkeit der Säurebildung im Mund*. Auf der Suche nach einer nicht tox. Substanz, durch die der Reaktionsablauf der Säurebdg. im Mund u. daher auch Caries gehemmt wird, wurde gefunden, daß Vitamin K (2-Methyl-1,4-naphthochinon) in dieser Weise wirkt. Durch 1 mg dieser Verb. in 100 ccm Speichel wird die Säurebdg. in Ggw. von Glucose verhindert. Durch diese Konz. wird das Bakterienwachstum nicht verändert. Die Umwandlung von Phosphoglycerinsäure in Brenztraubensäure oder die Red. der letzteren zu Milchsäure wird nicht beeinflusst, die Bldg. von Phosphoglycerinsäure aus Hexosephosphaten wird jedoch verhindert. Auf die sich daraus ergebende Bedeutung eines Zusatzes von Vitamin K bei bestimmten Lebensmitteln (Zuckerwaren) zur Verhinderung der Caries wird hingewiesen. (Science [New York] [N. S.] 96. 45. 10/7. 1942.) SCHWAIBOLD

Erich Gasser, *Beitrag zur Vitamin K-Prophylaxe der Hypoprothrombinaemia neonatorum*. (Vgl. C. 1943. II. 1893.) (Wiener klin. Wschr. 57. 29—32. 28/1. 1944. Wien, Stadt. Frauenklinik „Gersthof“.) SCHWAIBOLD

S. M. Laird, *Vitamin P und Arsenbenzoltherapie*. Vf. stellt fest, daß die Zitierung verschied. Arbeiten über diese Frage in summar. Weise erfolgt ist, ohne damit die Ergebnisse der verschied. Autoren im einzelnen festzulegen. (Brit. med. J. 1942. I. 538. 25/4. 1942.) SCHWAIBOLD

Harold Scarborough, *Vitamin P und Arsenbenzolbehandlung*. Vf. stellt gegenüber der Zitierung eigener Ausführungen durch einen anderen Autor fest, daß es wohl richtig ist, daß Vitamin P in engerem Zusammenhang mit der Erhaltung u. Widerstandsfähigkeit der Capillaren steht als Vitamin C, daß ersteres aber nicht als hauptsächliches Heilmittel gegen durch Arsen verursachte Purpura anzusehen ist, sondern nur als Prophylaktikum u. zusätzliches Heilmittel. (Brit. med. J. 1942. I. 538. 25/4. 1942. Edinburgh Royal Infirmary, Clin. Laborr.) SCHWAIBOLD

Nathan Kaplan und David M. Greenberg, *Beobachtungen mittels ³²P über die Veränderungen bei den säurelöslichen Phosphaten in der Leber, gleichzeitig mit Veränderungen im Kohlenhydratstoffwechsel*. Bei Ratten wurde nach 12 Stdn. Hungern ohne weitere Vorbehandlung oder nach einer solchen mit Glucose oder Insulin oder beidem zugleich eine intraperitoneale Injektion von Na₂H³²PO₄ vorgenommen; nach bestimmter Zeit wurden die Tiere getötet, worauf die Verteilung des radioakt. P in den verschied. säurelös. Fraktionen der Leber bestimmt wurde. Die höchste ³²P-Konz. der säurelös. Phosphate wurde gewöhnlich nach 110—120 Min. erreicht. Bei Tieren mit Glucosezufuhr trat der Höhepunkt der Radioaktivität des labilen P von Adenosintriphosphat nach 110 Min. auf, bei den Kontrolltieren erst nach 200 Min.; der Höhepunkt des nicht

labilen P trat ebenfalls früher ein (110 statt 250 Min.), der Höhepunkt der durch A. fällbaren Fraktion u. des restlichen P dagegen wurde von 110 auf 210 u. 245 Min. verzögert. Durch Glucose u. durch Insulin wird die Menge des Adenosintriphosphat-³²P erhöht u. die der beiden anderen Fraktionen vermindert. Aus diesen u. weiteren Befunden ergibt sich die Bedeutung der Rolle der organ. Phosphate im Stoffwechsel der Leber in vivo. (J. biol. Chemistry 150. 479—80. Okt. 1943. Berkeley, Univ., Med. School, Div. Biochem.)

SCHWAIBOLD

John M. Buchanan, A. Baird Hastings und Frances B. Nesbitt, *Die Rolle von an der Carboxylgruppe gekennzeichnete Essigsäure, Propionsäure und Buttersäure bei der Leberglykogenbildung.* (Vgl. VENNESLAND, C. 1942. II. 2713.) Die bei den vorliegenden Verss. verwendeten radioakt. Verbb., deren Darst. mit ¹⁴C beschrieben wird, wurden in verschied. Mengen zusammen mit 400 mg Glucose (zur Förderung der Glykogen-bldg.) jungen Ratten nach 24 Stdn. Hungern eingegeben. Die Tiere wurden in Stoffwechsellammern gehalten, das ausgeatmete CO₂ wurde während 2 Stdn. in $\frac{1}{2}$ std. Perioden gesammelt. Nach Beendigung des Verss. wurden die Tiere getötet u. die Lebern zur Best. des Glykogengeh. u. der Radioaktivität des Glykogens entnommen. Es wurde gefunden, daß alle 3 Verbb. sehr rasch umgesetzt werden; in der Versuchszeit wurden 51,5, 54,8 u. 55,9% der jeweils resorbierten Menge der einzelnen Säure (in obiger Reihenfolge) als radioakt. CO₂ wieder ausgeatmet. Unter Berücksichtigung der (früher festgestellten) Intensität der Einlagerung von C aus dem CO₂-Geh. der Körperfl. ergab die Berechnung, daß Propionsäure u. Buttersäure in Leberglykogen übergeführt werden, Essigsäure dagegen nicht. Durch Isolierung u. Unters. des Leberfettes der Versuchstiere wurde festgestellt, daß in der Versuchszeit keine ¹⁴C-haltigen Fettsäuren entstanden sind. Da nach Zufuhr von Buttersäure das Ausmaß der Radioaktivität des Glykogens wesentlich geringer ist als nach Zufuhr von Propionsäure, muß angenommen werden, daß erstere teilweise auf andere Weise wie die Kohlenhydrate oxydiert wird; bei Essigsäure scheint letzteres überhaupt nicht der Fall zu sein. (J. biol. Chemistry 150. 413 bis 25. Okt. 1943. Boston, Harvard Med. School, Dep. Biol. Chem.)

SCHWAIBOLD

Irene E. Stark und Michael Somogyi, *Die Wirkung von Glucosefütterung auf die quantitative Beziehung zwischen β -Oxybuttersäure und Acetessigsäure in Blut und Harn.* Als Beitrag zur Aufklärung des Ortes der gegenseitigen Umwandlung von Acetessigsäure u. β -Oxybuttersäure (Niere?) wurden die Veränderungen des Verhältnisses der letzteren zu den gesamten Ketonkörpern (β -Verhältnis) auch im Blut untersucht; in Hinsicht auf Beobachtungen über ungleichmäßige u. unterschiedliche Verteilung dieser Verbb. zwischen Blutzellen u. Plasma wurden alle diese Verhältnisse während des Rückganges der Ketose nach Glucosezufuhr untersucht. Im Blut n. Personen mit Hungerketose nimmt nach Glucosezufuhr die Konz. der Ketonkörper im Plasma rascher ab als in den Zellen, so daß sie von über 1 auf erheblich unter 1 sinkt. Das β -Verhältnis sinkt u. erreicht in der 3. u. 4. Stde. den 0-Wert (schneller im Plasma als in den Zellen). Im Harn solcher Personen nimmt das β -Verhältnis rascher ab als im Blut, u. die β -Oxybuttersäure verschwindet daraus etwa 1 Stde. früher, im Gegensatz zum Blut tritt sie darin jedoch während der 3. u. 4. Stde. in verstärktem Maße wieder auf. Bei diabet. Patienten mit noch erheblicher Fähigkeit der Leber zur Kohlenhydratausnutzung ist das Verh. gegenüber Glucosezufuhr wie bei n. Personen, es besteht nur ein Unterschied in der Geschwindigkeit der Vorgänge. Bei diabet. Personen, bei denen diese Leberwirksamkeit nahezu fehlt u. daher der Blutketonkörperspiegel nach Glucosezufuhr nicht sinkt, zeigen sich keine deutlichen Veränderungen dieser Verhältnisse im Blut; dies trifft in der Regel auch für den Harn zu, jedoch mit Ausnahmen. Die häufige Abweichung zwischen den Veränderungen im Blut u. im Harn infolge der Oxydationsreduktionsvorgänge in der Niere erfordert, daß Unters. des Ketonkörperstoffwechsels die Prüfung des Blutes u. anderer Gewebe umfassen sollten, da Ergebnisse der Unters. des Harns allein irreführend sein können (J. biol. Chemistry 147. 721—30. März 1943. St. Louis, Labor. of the Jew. Hosp.)

SCHWAIBOLD

Irene E. Stark und Michael Somogyi, *Die Wirkung von Insulin auf die quantitative Beziehung zwischen β -Oxybuttersäure und Acetessigsäure in Blut und Harn.* (Vgl. vorst. Ref.) Bei diabet. Personen mit schwerer Ketose, bei denen das quantitative Verhältnis der Ketonkörper in Blut u. Harn durch Glucosezufuhr nicht beeinflusst wird, zeigen die Ketonkörper nach Glucosezufuhr Veränderungen der gleichen allg. Art wie die bei n. Personen, wenn die Kohlenhydratausnutzung durch Injektion ausreichender Insulinmengen auf ein entsprechendes Ausmaß gebracht wird. Auch das β -Verhältnis im Harn nimmt zuerst ab u. dann zu, wie bei nicht diabet. Personen; bei längerer Versuchsdauer (8—12 Stdn.) wurde jedoch festgestellt, daß danach erneut ein Anstieg u. ein

Wiederabfall auftritt u. dieser Vorgang sich wellenartig weiter wiederholt, unabhängig davon, daß die Ausscheidung der gesamten Ketonkörper abnimmt. (J. biol. Chemistry 147. 731—36. März 1943.)

SCHWAIBOLD

Allan G. Gornall und Andrew Hunter, *Die Synthese von Harnstoff in der Leber, mit besonderer Hinsicht auf Citrullin als ein Zwischenprodukt im Ornithinkreislauf.* In vergleichenden Verss. mit Rattenleber in vitro (Schnitte) wurde die Wrkg. von Ornithin u. Citrullin auf die Harnstoffsynth. untersucht, ferner die Bldg. u. Anhäufung von Citrullin während der durch Ornithin katalysierten Harnstoffsynth., sowie die Beziehung zwischen Harnstoffbldg. u. NH₃-Verbrauch. Die Unterss. wurden ohne eingehendere Nachprüfung in Hinsicht auf das Vorhandensein anderer Wege der Harnstoffbldg. als dem des Ornithinkreislaufs u. nur mit Lactat als Respirationssubstrat u. NH₃ in genügendem Überschuß als N-Quelle durchgeführt. Als direkter Beweis für die Hypothese des Ornithinkreislaufs werden die Befunde angesehen, daß Citrullin auf die Harnstoffbldg. die gleiche Art von katalyt. Wrkg. ausübt wie Ornithin, u. daß Citrullin gebildet wird, wenn Ornithin als „Katalysator“ wirkt. Der letztere Befund zeigt, daß der begrenzende Faktor bei diesem Kreislauf die beschränkte Fähigkeit des Lebergewebes zur Umwandlung von Citrullin in Arginin ist. Damit stehen die Befunde in Übereinstimmung, daß bei optimalen mol. Konz. (20—100 mg je 100 cm) von Ornithin u. Citrullin gleiche Wrkng. auf die Harnstoffbldg. ausgeübt werden, daß mit Citrullin wie auch mit niedrigen Konz. von Ornithin das Verhältnis von verbrauchtem NH₃-N zu gebildetem Harnstoff-N 1 ist, u. daß die höheren Werte des Verhältnisses bei hohen Konz. von Ornithin vollständig durch die Anhäufung von Citrullin bedingt sind. Bei den vorliegenden Versuchsbedingungen sind demnach (mit einer Ausnahme, die erörtert wird) alle Erscheinungen der Harnstoffbldg. unmittelbar durch den hypothet. Ornithinkreislauf nach KREBS u. HENSELEIT erklärbar, mit dem Zusatz, daß von den dabei beteiligten 3 Rkk. die Umwandlung von Citrullin in Arginin die langsamste ist. (J. biol. Chemistry 147. 593—615. März 1943. Toronto, Univ., Dep. Pathol. Chem.)

SCHWAIBOLD

Phillip Handler und Mary L. C. Bernheim, *Die Spezifität von l(-)-Methionin bei der Kreatinsynthese.* Durch Verss. in vitro mit Rattenleberschnitten nach bekannter Meth. mit Guanidinsäure wurde festgestellt, daß d(+)-Methionin etwa 50% so wirksam für die Bldg. von Kreatin ist wie l(-)-Methionin. Dieser Vorgang wird im Gegensatz zu dem bei letzterem Substrat durch Benzoesäure gehemmt, durch die auch d-Aminosäureoxydase gehemmt wird. Das Sulfoxyd u. das Sulfon des d,l-Methionin sind für die Kreatinbldg. unwirksam, dagegen ist das Methylsulfoniumchlorid, dessen Darst. beschrieben wird, u. das α -Keto-Analogue des Methionins ebenso wirksam wie Methionin selbst. Eine Oxydation des S-Atoms des Methionins scheint bei der Transmethylierung nicht einzutreten; die Ausnutzung des Methioninsulfoxyds in vivo scheint demnach auf der Ggw. eines unabhängigen Transmethylierungssyst. zu beruhen. Kreatin wurde nach der Meth. von BORSOOK u. DUBNOFF mit dem photoelektr. Colorimeter bestimmt u. durch Verss. mit *Corynebacterium creatinovorans* bestätigt. (J. biol. Chemistry 150. 335—38. Okt. 1943. Durham, Univ., School Med., Dep. Physiol. and Pharmacol.)

SCHWAIBOLD

Peter Holtz und Karl Credner, *Histaminausscheidung nach Belastung mit Histidin.* (vgl. C. 1942. II. 2289). Nach Verabreichen von Histidin an Meerschweinchen wird Histamin in direkt nachweisbarer Form u. Menge im Harn ausgeschieden. — Die Ausscheidung von Histamin nach parenteraler Zufuhr von Histidin beweist, daß das Amin nicht etwa bakteriell, sondern im intermediären Stoffwechsel durch die Histidindecarboxylase der Organe (u. zwar hauptsächlich, wenn nicht ausschließlich, durch die Niere) gebildet wird. — Für die Speicherung des fermentativ gebildeten Histamins in der Lunge fanden sich keine Anhaltspunkte. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 280. 1—9. 3/4. 1944. Bostock, Univ.)

HESSE

Peter Holtz und Karl Credner, *Dopahyperglykämie.* (Unter Mitarbeit von Christel Strübing.) Die nach Injektion von Dopa (Dioxyphenylalanin) beim Kaninchen auftretende Hyperglykämie wird nicht von der Aminosäure direkt, sondern durch Oxytyramin verursacht, welches durch Dopadecarboxylase im Organismus gebildet wird. Hierfür sprechen der verschiedenartige Verlauf der Blutzuckerkurve nach Injektion von Dopa bzw. Oxytyramin sowie die hyperglykäm. Unwirksamkeit der d-Form des Dioxyphenylalanins, die der opt. spezif. Wrkg. der Dopadecarboxylase nicht zugänglich ist. Aus der Unwirksamkeit von d-Dioxyphenylalanin wird gefolgert, daß eine ster. Umlagerung der d-Aminosäure in die fermentativ allein angreifbare l-Form im Organismus der Versuchstiere nicht in größerem Umfang stattgefunden haben kann. Hierauf weisen auch Verss. mit Meerschweinchen, bei denen aus racem. d,l-Dioxypheny-

alanin nur die der d-Komponente entsprechende Menge Oxytyramin im Harn ausgeschieden wurde. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 280. 9—15. 3/4. 1944.) HESSE

Peter Holtz und Karl Credner, *Über die Konfigurationsänderung des d-Dioxyphenylalanins im Tierkörper*. (Vgl. auch vorst. Ref.). Die opt.-spezif. auf l-Dopa eingestellte Wrkg. der Dopadecarboxylase u. die Ausscheidung des hierbei entstehenden Oxytyramins in den Harn wird als meth. Grundlage zum Nachweis der Konfigurationsänderung von d-Dopa im Tierkörper benutzt. Es ergab sich: 1. Ratten u. Meerschweinchen scheiden nach intramuskulärer Injektion von l-Dopa die genau entsprechende Menge Oxytyramin aus. 2. Injiziert man Ratten d,l-Dopa, so erscheint auch der auf die d-Komponente entfallende Anteil der Aminosäure als Oxytyramin im Harn. Es wird also die d-Komponente im Organismus quantitativ in l-Dopa umgewandelt u. wird dadurch decarboxylierbar. 3. Injiziert man Meerschweinchen d,l-Dopa, so erscheint meistens nur der auf die l-Komponente entfallende Anteil der Aminosäure als Oxytyramin im Harn. In einigen Verss. war auch ein Teil der d-Komponente umgewandelt. Anscheinend ist also bei Meerschweinchen eine stereochem. Umlagerung von d-Dopa nur beschränkt möglich. — Für den Mechanismus der Konfigurationsänderung der d-Aminosäure ist Ggw. von *d-Aminosäureoxydase* von Bedeutung. Das unterschiedliche Verh. von Ratten u. Meerschweinchen kann auf verschied. Fermentgeh. bei diesen Tieren zurückgeführt werden. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 280. 39—48. 3/4. 1944.) HESSE

Peter Holtz, Karl Credner und Dorothea Holtz, *Zur Frage der Konfigurationsänderung von d-Histidin im Tierkörper*. (Vgl. auch vorst. Ref.). Meerschweinchen scheiden d-Histidin im Gegensatz zu l-Histidin nach parenteraler Zufuhr zu fast 100% unverändert in den Harn aus. Für die Verwertung der unnatürlichen Aminosäure im Stoffwechsel ist mehr Zeit erforderlich als für diejenige des natürlichen Antipodens, da für diesen wirksamere Fermente zur Verfügung stehen. Setzt man die hohe Diurese von Grünfüttertieren durch Ernährung mit Körnerfutter herab oder verabfolgt man d-Histidin peroral, so liegen die Ausscheidungswerte 50% tiefer. — Ratten verwerten auch bei parenteraler Zufuhr ungefähr 50% von injiziertem d-Histidin. Nach peroraler Verabreichung kann bis zu 80% retiniert werden. Die Ursache für die bessere Verwertbarkeit von d-Histidin durch Ratten erblickten Vf. in der besseren enzymat. Ausrüstung (*d-Aminosäureoxydase*; *d,l-Histidinoxidase*) dieser Tierart. — Ein Teil des im Stoffwechsel verwerteten Histidins erfährt wahrscheinlich eine Konfigurationsänderung, was sich aber noch nicht direkt beweisen läßt. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 280. 49—54. 3/4. 1944. Rostock, Univ.) HESSE

A. Becart, *Hématologie clinique*. Paris: Maloine. (192 S.) 125 fr.

E₆. Pharmakologie. Therapie. Toxikologie. Hygiene.

Jens Bjerneboe, *Leber- und Ventrikelpräparate*. Übersicht über die therapeut. Fortschritte der letzten 10 Jahre bei der Behandlung der perniziösen Anämie mit kurzen Angaben über wichtige Präparate. (Norges Apotekerforen. Tidsskr. 52. 3—10. Jan. 1944.) E. MAYER

A. J. R. E. van Schoonhoven van Beurden, *Überempfindlichkeit gegenüber intramuskulär injizierten Leberpräparaten*. Vf. beschreibt einen Fall von Idiosynkrasie gegenüber intramuskulärer Injektion von Leberpräparaten (*Campolon*, *Pernaemon* u. *Prehepar*) bei perniziöser Anaemie. Der Vers., den Patienten nach BESREDKA zu desensibilisieren, mißlang. Hingegen gelang Desensibilisierung durch Verabreichung steigender *Pernaemongaben* u. danach auch Besserung bzw. Heilung des Leidens. (Nederl. Tijdschr. Geneeskunde 88. 72—73. 22/1. 1944. Sittard.) G. GÜNTHER

P. From Hansen, *Sucht für Amphetamin (Benzedrin, Mecodrin) und Pervitin (Euphodrin)*. An der Hand von 4 Fällen bespricht Vf. die Wrkg. von Benzedrin (I) u. Pervitin (II), die sich von Morphinpräpp. durch erethisierenden, von Schlafmitteln durch euphorisierenden, hemmungsaufhebenden Effekt unterscheiden. I u. II zeigen eine schnell einsetzende Gewöhnung mit Dosissteigerung. Übermäßiger Gebrauch führt zu chron. Vergiftung (Appetitlosigkeit, Gewichtsverlust u. erhöhte Diurese) u. ev. zu Psychosen. Die Entwöhnungserscheinungen sind langer Schlaf mit folgender Depression u. Müdigkeit mit großer Rezidivgefahr. Eine Behandlung mit I oder II ist nur bei psych. Normalen bei vorübergehenden Müdigkeitsperioden, Überanstrengung, Reconvalescenz oder dgl. angebracht. (Ugeskr. Laeger 106. 95—99. 3/2. 1944. Kopenhagen, Univ.) E. MAYER

P. R. Baarsma, *Örtliche Chemotherapie in der Hals-, Nasen- und Ohrenheilkunde*. Mitteilungen über die Behandlung von Nasen- u. Ohrenfurunkeln, chron. Ohrenausfluß,

Nasennebenhöhlenentzündung u. Entzündungen der tieferen Luftwege mit *Sulfathiazol*-Präparaten in Form von Lsgg., Salben u. Pudern. (Nederl. Tijdschr. Geneeskunde 88. 157—60. 19/2. 1944. Groningen, Akadem. Krankenhaus, Hals-, Nasen- u. Ohrenklinik) G. GÜNTHER

J. van Lookeren Campagne und F. J. Westenberg, *Chemotherapie bei Diphtherie*. Vf. untersuchten den Einfl. von *Sulfathiazol*-(*Cibazol*-) Verabreichungen an diphtherie-krankte Kinder im Alter bis zu 10 Jahren bei gleichzeitiger Antitoxininjektion in den üblichen Dosen. Ein günstiger Einfl. des *Cibazols* konnte nicht festgestellt werden, obgleich dieses in vitro auf Diphtheriebacillen wirkt. Vf. halten deshalb *Cibazol*verabreichung nur für angebracht, wenn die Diagnose noch unsicher ist, z. B. bei Verdacht auf Angina oder Laryngitis, oder bei Vorliegen von Mischinfektion. (Nederl. Tijdschr. Geneeskunde 88. 14—15. 8/1. 1944. Groningen.) G. GÜNTHER

D. Herderschee und A. P. van der Wey, *Die Behandlung der Bacillenruhr*. Vorschriften für die diätet. u. therapeut. Behandlung von Bacillenruhr. Zur Beruhigung der Darmperistaltik ist *Tannalbin* zu verabreichen. Von einer Darmreinigung vor der Behandlung durch Na_2SO_4 -Lsgg. oder ähnliche Mittel wird abgesehen. Zur therapeut. Behandlung sind sehr hohe Dosierungen *Cibazol* oder *Dagenan* erforderlich; jedoch soll eine solche Behandlung wegen der Möglichkeit erheblicher Komplikationen nur bei Versagen anderer Behandlungsmethoden oder bei akuter Gefahr angewandt werden. (Nederl. Tijdschr. Geneeskunde 88. 166—68. 19/2. 1944. Amsterdam, Wester Gasthuis, Abt. für Infektionskrankheiten.) G. GÜNTHER

H. Jessen, *Über Phyxex Leo*. Vf. berichtet kurz über negative Wrkg. bei sexueller Impotenz, jedoch über eine gute bei Neurasthenikern, bes. männlichen, im Übergangsalter. (Ugeskr. Laeger 106. 99—101. 3/2. 1944. Aarhus, St. Josefs Hosp.) E. MAYER

H. Feriz, *Versuche mit obliterierenden Flüssigkeiten zur Behandlung von Krampfadern*. Vf. führte Verss. mit drei Gruppen von Lsgg. an künstlichen Krampfadern bei Kaninchen durch. Die Versuchstechnik wird nur kurz angedeutet. Folgende wss. Versuchslsgg. wurden verwandt: Gruppe I: J/NaJ ; *Na-Salicylat*. Gruppe II: *hyperton. NaCl*- u. *Zuckerlsgg.* Gruppe III: Lsgg. von *Na-Salzen höherer Fettsäuren*, z. B. *Varicocid*, *Kainon* u. *Varidiol* (*Na-Salze isomerer Octadecadiensäuren*). Die Lsgg. der Gruppe I wirken bes. chem., die der Gruppe II rein physikal. (Hypertonie), die der Gruppe III vermutlich gemischt chem.-hypertonisch. Als Nebenerscheinungen können bei der Behandlung auftreten: Gewebnekrose, Pigmentierungen u. Hämolyseerscheinungen. Thrombose u. Embolie treten jedoch in Folge der Art des Verwachsungsprozesses bei sachgemäßer Ausführung der Injektion nicht ein. Bei Vorliegen von infektiösen Erkrankungen (Ekzeme, Geschwulste) ist wegen der Gefahr der Entstehung von Komplikationen von der Injektion abzusehen. Hinsichtlich Erfolg der Behandlung, tox. Wrkg. u. Eintreten von Nebenerscheinungen machte Vf. die besten Erfahrungen mit *Varidiol*. (Nederl. Tijdschr. Geneeskunde 88. 153—56. 19/2. 1944. Amsterdam.) G. GÜNTHER

A. Piney, *Die Giftigkeit von Methylacetamid*. Im Zusammenhang mit der Erwähnung der Möglichkeit der Hervorrufung von Leukocytose durch 25% p-Chlorxylenol in Methylacetamid in einem Leitartikel dieser Zeitschrift wird auf frühere Befunde verschied. Autoren hingewiesen, die in Tierverss. eine erhebliche Giftigkeit dieser Verb. beobachtet haben. (Brit. med. J. 1943. II. 495. 16. Okt. 1943. London, W. I.) SCHWAIBOLD

—, *Vergiftung durch Haarfärbemittel*. Nach einem Hinweis auf frühere Beobachtungen von Störungen bes. durch p-Phenylendiamin, die allerg. Erscheinungen darstellten, werden kurz die Unterrs. einiger neuerer Autoren besprochen, aus denen die eigentliche tox. Wrkg. dieser Verb. u. anderer derartiger Mittel bes. auf das Nervensyst. zu erkennen ist. Die dabei beobachteten Erscheinungen u. die vermutliche Wirkungsweise werden kurz gekennzeichnet. (Brit. med. J. 1943. II. 490. 16. Okt. 1943.) SCHWAIBOLD

Nils Hagström, *Gewerbeekzeme in der Textilindustrie, Wege und Mittel zur Verhinderung derselben*. Vf. bespricht im allg. die Bldg. von Ekzemen, wobei auch allerg. sensible Fälle berücksichtigt werden. Die in der Farbenküche eines Appreturwerkes durchgeführten Empfindlichkeitsverss. an Arbeitern zeigten, daß 1%ig. NaOH -Lsg. das Maximum darstellen, das die Haut verträgt, daß bereits 0,5%ig. Lsg. zuweilen Ekzeme hervorruft, daß Hypochloritlsg. oder Naphthol AS allein nicht reizen, fertig gekuppelte Farbstoffe indifferent sind u. daß Nitrosamine (Rapidechtorange RG, auch RH) heftige Reizerscheinungen hervorrufen. Vf. findet aber, daß Chlorkalkbrei zur Händereinigung nur unter Zusatz von Soda mit nachfolgender Behandlung mit 10%ig. NaHSO_3 -Lsg. u. Spülen mit W. oder schwacher Seifenlsg. gebraucht werden soll. Vf. empfiehlt,

die von HEINZE aufgestellten Tabellen über funktionelle Hautproben genau zu beachten. (Färgeritekn. 19. 242—45; 20. 5—6. Jan. 1944.) E. MAYER

G. Bickel, La sulfanilamide et ses dérivés en thérapeutique. Paris; Baillière. (156 S.) fr. 60.—
R. J. Minnitt, Gas and air analgesia. 2nd edn. London; Baillière, T. & C. 1944. (74, VII S.). 8°. 5 s.
A. Simonart, Éléments de pharmacodynamie et de thérapeutique. 3e éd., revue et mise au point. Turnhout: Etablissements Brepols. 1943. (506 S.) 8°. 178 fr.

F. Pharmazie. Desinfektion.

E. Steinegger, *Notiz über das Vorkommen von Calciumoxalatkrystallen in Folium Boldo*. Entgegen anders lautenden Literaturangaben wurde in Boldoblättern Calciumoxalat mkr. festgestellt. (Pharmac. Acta Helvetiae 19. 124—26. 25/3. 1944. Bern, Univ.) HOTZEL

R. Jaretsky, *Untersuchungen heimischer Pflanzen auf ihre Eignung als Laxantien*. IV. *Cassia Marylandica L. und Colutea arborescens L.* (I. vgl. C. 1943. II. 1562.) *Cassia Marylandica L.* erwies sich bei Verabreichung mittels Schlundsonde an der Ratte als unwirksam. Die Blätter von *Colutea arborescens L.* ergaben Dekokte u. Extrakte, die erst in hohen Dosen Durchfälle erzeugten. Wirksamer waren äther. Extrakte, jedoch ist die Ausbeute gering. Die Rinde u. die Hülsen von *Colutea* waren unwirksam. (Dtsch. Heilpflanze 9. 110—13. Nov. 1943. Braunschweig. Techn. Hochschule, Pharmakognost. u. Botan. Inst.) HOTZEL

R. Jaretsky, *Untersuchungen heimischer Pflanzen auf ihre Eignung als Laxantien*. V. *Fraxinus excelsior L. und andere Fraxinus-Arten*. (IV. vgl. vorst. Ref.) Die Blätter von *Fraxinus excelsior L.* erwiesen sich im Tiervers. als schwaches Abführmittel, das als Dekokt verabreicht etwa 15mal schwächer wirkt als Senneblätter. Die Anwendung in Teemischungen kann empfohlen werden. (Dtsch. Heilpflanze 10. 3—4. Jan. 1944. Braunschweig, Techn. Hochschule, Pharmakognost. u. Botan. Inst.) HOTZEL

W. Peyer, *Galenische und analytische Beobachtungen. Acetum Veratri* eignet sich als Ersatz für *Acetum Sabadillae*. — *Aqua Quassiae*: die Vorschrift ist unbefriedigend. — *Aqua Strychni*: das Präp. ist überflüssig. — *Sirup Papaver. Erg. B.* neigt zur Krystallisation; man nehme auf 400 g Filtrat 600 g Zucker. — Es werden Kennzahlen gegeben für *Extractum Castaneae vescae*, *Extractum Coto fluidum*, *Extractum Uvae Ursi fluidum*, *Tinctura Simarubae*, *Tinctura Cascariillae*, *Tinctura Angosturae*, *Tinctura Aesculi hippocastani*, *Belladonna-Vollauszug*. Untersucht wurden einige Drogen. Zur Best. des Hg in der grauen Salbe löst man das Fett mit Chlf. heraus u. wägt das Hg. (Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 85. 5—8. Febr. 1944. Leobschütz.) HOTZEL

D. R. Matthews, *Natriumhexametaphosphat*. Übersicht über die Verwendung als Mittel zum Binden des Calciums im W. (Photographie, Ent härten von W., als Zusatz zu Wasch- u. Reinigungsmitteln). (Pharmac. J. 151. ([4] 97). 153. 23/10. 1943.) HOTZEL

E. A. Roff, *Natriumhexametaphosphat*. Im Anschluß an die Ausführungen von MATTHEWS (vgl. vorst. Ref.) warnt Vf. vor dem Zusatz der Verb. zu innerlichen Arzneimitteln, da sie als Eiweißfällungsmittel giftig ist. (Pharmac. J. 151. ([4] 97) 188. 13/11. 1943.) HOTZEL

—, *Ersatz für Adetaminpräparate*. Vorschriften zur Herst. eines schwächeren u. eines stärkeren Präp. („Mitadin“ bzw. „Fortadin“) mit dem käuflichen Carotinkonzentrat *Guttae carotini conc.* als Quelle für Vitamin A u. *Calciferolum solutum* für Vitamin D. (Arch. Pharmac. og Chem. 51. (101). 34—36. 5/2. 1944.) E. MAYER

K. Borgen, *Argyrol und Argyrolersatzmittel*. Analyt. Unters. hatten den Zweck, auf Grund der Zus. eine Herstellungsmeth. auszuarbeiten. Die vielen darauf gerichteten Verss. geben die besten Resultate, wenn das in NH_3 gelöste Silberoxyd entweder mit Protalbinsäure oder einem Gemisch von Protalbin- u. Lysalbinsäure behandelt wurde. Zur Prüfung wird empfohlen, die Probe mit NH_4 -Sulfat zu koagulieren, das Filtrat mit KJ zu versetzen, wobei kein Nd. entstehen darf; wohl aber soll es mit Na_2S eine braune Färbung geben. Eine 1%ig. Lsg. von Argyrol (I) soll durch Zusatz von einigen Tropfen Ferrichlorid entfärbt werden, wobei gleichzeitig eine weiße Trübung entsteht. Der Trockenverlust von I soll nicht mehr als 5%, die Asche nicht 30% übersteigen u. der Ag-Geh. 19—21% betragen. Nach Fällung einer 10%ig. Lsg. von I mit CaCl_2 darf das Filtrat mit Phenolphthalein nicht gefärbt werden. (Dansk Tidsskr. Farmac. 18. 53—78. März 1944. Apoth. Rosen.) E. MAYER

Teodor Canbäck, *Colorimetrische Bestimmung von Phenthiazin*. Vf. zeigt, daß die bekannte Oxydation von *Phenthiazin* (= Thiodiphenylamin) (I) mit Br-W. in alkohol.

Lsg. dazu benutzt werden kann, durch Best. des Extinktionskoeffizienten auch in Tablettenpulver, wobei für die Analyse 0,05 g I entsprechende Pulvermenge vorher mit kochendem A. zweimal extrahiert wird, I-Werte zu erhalten, die gut mit denen der gravimet. Meth. übereinstimmen. (Svensk farmac. Tidskr. 48. 77—81. 20/2. 1944. Stockholm, Staatl. pharmazeut. Labor.)

E. MAYER

D. Vincent und A. Maugein, *Biochemische Bestimmung des Eserins durch Messung der Cholinesterase-hemmenden Wirkung. Anwendung in der Medizin und Pharmazie*. 2. Teil. (1. vgl. C. 1943. I. 754.) Die Bestimmungsmeth. eignet sich für galen. Präpp. u. die Droge (Calabarbohne), jedoch erhält man im letzteren Fall Überwerte. Da auch andere Alkaloide (Geneserin, Dioxykodeinon, Morphin, Heroin) die Cholinesterase hemmen, ist die Meth. allgemeiner Anwendung fähig. (Bull. Sci. pharmacol. 49. [44]. 165—67. Aug./Sept. 1942. Toulouse.)

HOTZEL

György Kedvessy und Béla Fürstner, *Wertbestimmung Bitterstoffe enthaltender Tinkturen in Gegenwart von ätherischen Ölen und Gerbstoffen*. Die Ergebnisse der Methode von WASICKY werden von äther. Ölen u. Gerbstoffen stark beeinflusst, weil der bittere oder adstringierende bzw. arom. Geschmack in großen Verdünnungen schwer zu unterscheiden ist. Vff. empfehlen in solchen Fällen folgende Modifizierung: 5 g Tinktur mit 0,25 g vorher mit Ae. entfetteten Caseinpulvers 10 Min. schütteln, dann die Tinktur auf dem W.-Bad eindampfen, den Rückstand in W. lösen u. filtrieren; das Filter mit W. mehrmals waschen u. die Fl. auf 50 ccm ergänzen. Führt man mit dieser Stamm-lsg. die Bestimmungen durch, so kann der Bitterwert genau bestimmt werden, da die Fl. von äther. Ölen u. Gerbstoffen beinahe frei ist. (Magyar Gyógyszerész tudományi Társaság Értesítője [Ber. ung. pharmaz. Ges.] 19. 492—95. 15/11. 1943. Budapest, Univ. Pharmazeut. Inst. [Orig.: ung.; Ausz.: dtsh.])

SAILER

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., γ,γ -Diarylpropylamine. Man setzt Propiophenone, die in β -Stellung bas. substituiert sind, mit arom. Organometallverb. um, spaltet aus dem gebildeten tert. Carbinol W. ab u. hydriert das entstandene ungesätt. Amin. Z. B. kocht man β -Piperidinopropiophenon in äther. Lsg. 4 Stdn. mit Phenyl-MgBr u. gießt auf ein Gemisch von Eis u. konz. HCl. Es entsteht 1,1-Diphenyl-3-piperidinopropanol-1 (Hydrochlorid, F. 216—217°), das bei 1std. Erhitzen mit 85% ig. H_3PO_4 auf 130° in 1,1-Diphenylallylpiperidin (Hydrochlorid, F. 204—206°) übergeht. Aus diesem erhält man beim Hydrieren in Ggw. von Pd u. A. das 1,1-Diphenyl-3-piperidinopropan (Hydrochlorid, F. 215—216°). In ähnlicher Weise werden 1,1-Diphenyl-3-methylaminopropan (Hydrochlorid, F. 178°) u. 1-Phenyl-1-p-tolyl-3-dimethylaminopropan (Hydrochlorid, F. 156°) hergestellt. Als Zwischenprodd. sind folgende Verb. erhältlich: 1-Phenyl-1-(3',4'-dimethoxyphenyl)-3-piperidinopropanol-1 (Oxalat, F. 190°), 1,1-Diphenyl-3-methylbenzylaminopropanol-1 (F. 110°), 1-Phenyl-1-p-tolyl-3-dimethylaminopropanol-1 (Hydrochlorid, F. 185°), 1-Phenyl-1-p-methoxyphenyl-3-dimethylaminopropanol-1 (F. 118—119°) u. 1-Phenyl-1-(2',5'-dimethoxyphenyl)-3-dimethylaminopropanol-1 (F. 146°). *Therapeutica*. (F. P. 890 633 vom 11/8. 1942, ausg. 14/2. 1944. D. Prior. 12/8. 1941.)

NOUVEL

Schering A.-G., Berlin, *Wasserlösliche Sulfonamidabkömmlinge*. Verb. der Formel $HO_2S \cdot N(R') \cdot R \cdot SO_2 \cdot NH \cdot X$ ($R' = H, Alkyl, Aryl$ oder Aralkyl; $R = arom., heterocycl.$ oder arom. heterocycl. Rest; $X = heterocycl.$ Rest) werden in üblicher Weise hergestellt. Z. B. läßt man SO_2HCl in Ggw. von Pyridin auf Verb. der Formel $HN(R') \cdot R \cdot SO_2 \cdot NH \cdot X$ einwirken, wodurch die *N-Sulfonsäuren* von 2-(Sulfanilamido)-pyrimidin, -dimethylpyrimidin, -thiazol, -5-äthylthiodiazol u. -pyridin erhältlich sind. Man kann auch *N-Sulfonsäuren* von Sulfanilsäurehalogeniden mit Aminen von heterocycl. Verb. zusammensetzen oder die gewünschten Sulfone durch Oxydation der entsprechenden Sulfide bzw. Sulfoxyde herstellen oder den heterocycl. Rest durch Ringschluß eines aliph. Restes erzeugen. Die in W. lösl. Salze der Sulfonsäuren sind zu *Injektionszwecken* geeignet. Hierzu vgl. Belg. P. 445 991; C. 1944. I. 110.) (F. P. 883 356 vom 17/6. 1942, ausg. 2/7. 1943. D. Prior. 18/6. 1941.)

NOUVEL

Schering A. G., Berlin, *Sulfonamidabkömmlinge*. Benzolsulfonsäureamide, die in *p*-Stellung eine Aminogruppe oder eine in diese überführbare Gruppe enthalten, werden mit Mitteln behandelt, durch die in die Säureamidgruppe ein aliph. Rest eingeführt wird, der sich zu einem heterocycl. Ring schließen läßt. Z. B. wird *p*-Acetylamino-benzolsulfonsäurechlorid mit Formyl-, Acetyl- bzw. Propionylthiosemicarbazid behandelt. Als Endprodd. der Aufarbeitung erhält man 2-(*p*-Aminobenzolsulfonamido)-1,3,4-thiodiazol (F. 220°), -5-methyl-1,3,4-thiodiazol (F. 202°; Carbäthoxyverb., F. 236°) bzw. -5-äthyl-1,3,4-thiodiazol (F. 184°; Acetylverb., F. 203—204°; Carbäthoxyverb., F. 205°). Zu den gleichen Prodd. gelangt man, wenn man von *p*-Nitrobenzolsulfon-

bzw. -sulfinsäurechlorid ausgeht, wobei z. B. 2-(*p*-Nitrobenzolsulfon- bzw. -sulfinamido)-5-äthyl-1,3,4-thiodiazol (F. 205° bzw. 141°) als Zwischenprodd. entstehen. Aus *p*-Acetylaminobenzolsulfonylguanidin (F. 305°) u. dem Diäthylacetal des β -Äthoxyacroleins wird 2-(*p*-Aminobenzolsulfonamido)-pyrimidin (F. 258°) erhalten. Geht man von Nitroverb. aus, so entstehen als Zwischenprodd. 2-(*p*-Nitrobenzolsulfon- bzw. -sulfinamido)-pyrimidin (F. 220° bzw. 189—190°). Heilmittel. Hierzu vgl. Belg. P. 445 672; C. 1944. I. 699. (F. P. 883 537 vom 20/5. 1942, ausg. 7/7. 1943. D. Prior. 23/5. 1941.) NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Haltbare Lösungen*. Barbitursäuren oder Thiobarbitursäuren werden in Form ihrer Tetraalkylammoniumsalze in wasserfreien mehrwertigen Alkoholen gelöst. (Belg. P. 445 295 vom 21/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 30/4. 1941.) NOUVEL

C. F. Boehringer & Söhne G. m. b. H., Deutschland, *Herstellung therapeutisch wirksamer Derivate der Chinarindenalkaloide*. Man diazotiert 6-Aminodihydrocinchonin oder 6-Aminodihydrocinchonidin (I) in üblicher Weise u. verbindet die erhaltenen Diazoniumverb. mit geeigneten Stoffen. Beispiel: Man löst 1,7 g I in 5 ccn etwa 5 n-HCl u. diazotiert mit einer etwa 10% ig. NaNO₂-Lsg. unter Rühren u. Kühlen. Bis zur Färbung von Jodstärkepapier werden etwa 3,5 ccn Nitritlsg. verbraucht. Die freie HCl wird dann mit der berechneten Menge Na-Acetat neutralisiert. Darauf fügt man eine eisgekühlte Lsg. von 0,75 g β -Naphthol in 5 ccn Eisessig zu. Nach kurzem Stehen kann man mit NaCl einen roten Nd. abscheiden, der mit gesätt. NaCl-Lsg. gewaschen wird. In analoger Weise wie dieses Hydrocinchonidin-6-azo (II)- β -naphthol können auch erhalten werden: II- α -naphthol, II-hydrocuprein, Hydrocinchonin-6-azohydrocuprein, II-*m*-phenylendiamin, II-anilin, II-*N*-dimethylanilin, II-*N*-methyläthylanilin, II-*N*-diäthylanilin, II-*N*-dipropylanilin, II-*N*-dibenzylanilin, II-*N*-äthylbenzylanilin, II-*N*-dioxypropyläthylanilin, II-*N*-diäthyl-*o*-toluidin, II-diäthylaminomonoxypropyläthylanilin, II-diäthyl-*o*-anisidin, II- α -naphthylamin, II- β -naphthylamin, II-tetrahydro- α -naphthylamin, II-*N*-dimethyl-*ar*-tetrahydro- α -naphthylamin, II-2,6-diaminopyridin, II-*N*-methyltetrahydrochinolin, II-*N*-phenylpiperidin, II-julolidin u. II-phenylisoidolin. Diese Verb. sollen gegen Malaria weit wirksamer sein als Chinin. (F. P. 888 935 vom 22/7. 1942, ausg. 27/12. 1943. D. Prior. 1/8. 1941.) GRÄGER

T. Reichstein, Basel, *Herstellung von neuen Verbindungen der Cyclopentanopolyhydrophenanthrenreihe*. Die Ausgangsverb. sind wenigstens in dem A-Ring substituiert u. tragen im C-Ring in 12-Stellung eine Hydroxyl- oder freie oder substituierte Aminogruppe als Substituenten. Sie werden mit Mitteln behandelt, die befähigt sind, die Substituenten unter Bldg. einer Doppelbindung abzuspalten. (Belg. P. 444 924 vom 21/3. 1942, Auszug veröff. 8/2. 1943. Schwz. Priorr. 21/3. 1941 u. 28/1. 1942.) M. F. MÜLLER

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Lactone der Cyclopentanopolyhydrophenanthrenreihe*. Verb. der Cyclopentanopolyhydrophenanthrenreihe mit einem Substituenten der Formel $\cdot C(CH_3)_2 \cdot CH \cdot (CH_2)_n \cdot COOH$ (wobei H durch Alkyl ersetzt sein kann u. n für 0, 1 oder 2 steht) werden mit Oxydationsmitteln behandelt, die befähigt sind, in α -Stellung zur Doppelbindung eine Oxy- oder Oxogruppe einzuführen. Gegebenenfalls werden die Reaktionsprodd. verseift, red. oder lactonisiert. Z. B. versetzt man eine sd. Lsg. von $\Delta^{20,22}$ -3-Acetoxy-*allo*-cholester (F. 154 bis 156°) in Essigsäureanhydrid tropfenweise mit einer Lsg. von SeO₂ in W., erhitzt mehrere Stdn. unter Rückfluß, dampft im Vakuum ein, entfernt das ausgeschiedene Se u. kocht das Filtrat einige Zeit mit Wasser. Beim Aufarbeiten erhält man $\Delta^{20,22}$ -3-Acetoxy-21-oxymorolcholesterlacton (F. 193°) u. daraus durch Verseifen $\Delta^{20,22}$ -3,21-Dioxy-*allo*-cholesterlacton (F. 248—250°). In ähnlicher Weise werden die Lactone von $\Delta^{5,6}$, $\Delta^{20,22}$ -3-Acetoxy-21-methyl-21-oxo- oder -21,22-dimethyl-21-oxymorolcholesterlacton, von $\Delta^{20,22}$ -3,12-Diacetoxy-21-oxo- oder -3,7,12-Triacetoxy-21-oxymorolcholesterlacton u. von $\Delta^{5,6}$, $\Delta^{25,26}$ -3-Acetoxy-26-methyl-24-oxo- oder -26-methyl-27-oxocholestadien-26-carbonsäure aus den entsprechenden Verb. ohne Oxygruppe erhalten, wobei als Oxydationsmittel CrO₃, Pb-Tetraacetat oder Br geeignet sind. (F. P. 882 219 vom 20/5. 1942, ausg. 21/5. 1943. Schwz. Priorr. 12/6. 1941, 27/2. u. 17/3. 1942.) NOUVEL

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Herstellung von Lactonen der ungesättigten Cyclopentanopolyhydrophenanthrenreihe* durch Abspalten der Gruppe HX aus Lactonen dieser Reihe, die im Lactonring gesätt. sind u. die in α, γ, δ -Stellung zur Carbonylgruppe oder zum C-Atom, das den Lactonring trägt, einen Substituenten X aufweisen, wobei X eine OH-, eine Thiol- oder Aminogruppe bedeutet. Man behandelt z. B. ein Lacton der 3-Acetoxy-17-oxymorolcholesterlacton mit 2 Mol. Br₂ u. spaltet aus 3 (Teilen) des so erhaltenen Bromlactons HBr in 5,6-Stellung durch Erhitzen mit Alkalijodid u. anschließend mit 20 Diäthylanilin ab. Nach dem Aufarbeiten reinigt

man das Prod. durch *Acetylieren* u. Chromatographieren durch Al_2O_3 , wobei man den größten Teil des *Lactons* der $\Delta^{5,6,20,22}$ -3-acetoxy-17-oxynorcholadiensäure in der mit Bzn.-A. eluierten Schicht vorfindet. Durch Dest. von γ -[Δ^5 -3-Acetoxyätiocolenyl-17]-acetoxybutyrolacton im Vakuum oder durch Erhitzen mit Essigsäureanhydrid entsteht ein Gemisch von γ -[Δ^5 -3-Acetoxyätiocolenyl-17]- $\Delta^{\beta,\gamma}$ -butenolid u. γ '-[Δ^5 -3-Acetoxyätiocolenyl-17]- $\Delta^{\alpha',\beta'}$ -butenolid, das man durch Chromatographieren trennen kann. (F. P. 883 678 vom 30/6. 1942, ausg. 12/7. 1943. Schwz. Prior. 11/7. 1941 u. 31/3. 1942.)

JÜRGENS

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Amine der Cyclopentanopolyhydrophenanthrenreihe*. Nitroverb. der Cyclopentanopolyhydrophenanthrenreihe werden in Ggw. von Edelmetallen der Einw. von H_2 unterworfen. Dabei erhält man Oxyamine, ungesätt. u. gesätt. Amine. Z. B. entsteht bei der Behandlung von Nitrocholesterylacetat (F. 104—105°) in Ggw. von Pd-Schwarz u. Eisessig mit H_2 ein Gemisch, das ein Oxyamin der Formel $C_{29}H_{51}O_3N$ (F. 202°), ein ungesätt. Amin der Formel $C_{29}H_{49}O_2N$ u. ein gesätt. Amin der Formel $C_{29}H_{51}O_2N$ (F. 122°) enthält. Arbeitet man unter Druck (40 at) u. bei höherer Temp. (100—180°), so bildet sich nur das gesätt. Amin bzw. dessen Acetylderivat. Die Verb. dienen zur Herst. von *Hormonen*. (F. P. 885 439 vom 22/8. 1942, ausg. 14/9. 1943. D. Prior. 23/8. 1941.)

NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Pregnandiol-3,20*. Man führt 3-Acetoxybisorcholansäure zunächst mit $SOCl_2$ in das Säurechlorid u. dieses mit NaN_3 in das Acetoxybisorcholansäureazid über, aus dem sich beim Kochen unter N_2 -Entw. Acetoxyternorcholanyliscyanat bildet. Aus diesem erhält man sodann mit H_2SO_4 unter CO_2 -Abspaltung Acetoxyternorcholanylamin-sulfat, welches man mit $NaNO_2$ in die Diazoverb. u. letztere durch Verkochen in die Oxyverb. umwandelt. Nach Abspaltung der Acetylgruppe mit alkohol. KOH entsteht *Pregnandiol-3,20*, das zur Herst. von *Sexualhormonen* verwendet wird. (Schwz. P. 225 781 vom 22/9. 1941, ausg. 1/6. 1943.)

NOUVEL

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, $\Delta^{4,5}$ -Pregnen-3,20-dion (I). Man behandelt $\Delta^{4,5}$ -21-Dichlorpregnen-3,20-dion mit Reduktionsmitteln. Z. B. löst man den Ausgangsstoff in Eisessig, versetzt mit Zn-Staub u. etwas W. oder mit NaJ u. erwärmt auf dem W.-Bade. Beim Aufarbeiten erhält man I vom F. 129°. *Therapeuticum*. (Schwz. P. 224 833 vom 30/5. 1941, ausg. 16/3. 1943. **Zus. zu Schwz. P. 215 139; C. 1942. I. 3300.**)

NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *3,12-Dioxypregnanon-20*. Man führt 3,12-Diacetoxybisorcholansäure zunächst mit $SOCl_2$ in das Säurechlorid u. dieses mit NaN_3 in das entsprechende Azid über, aus dem sich beim Kochen das Isocyanat bildet. Aus diesem erhält man sodann mit H_2SO_4 3,12-Diacetoxyternorcholanylamin-sulfat, welches man mit $HClO$ in die Chlorylaminverb. u. letztere mit Na-Äthylat unter HCl -Abspaltung u. gleichzeitiger Verseifung in die Iminoverb. umwandelt. Durch Hydrolyse mit verd. H_2SO_4 entsteht daraus *3,12-Dioxypregnanon-20* (F. 172°), das zur Herst. von *Sexualhormonen* verwendet wird. (Schwz. P. 226 006 vom 22/9. 1941, ausg. 1/6. 1943.)

NOUVEL

„Degewop“ Gesellschaft wissenschaftlicher Organ- und Hormonpräparate m. b. H., Berlin (Erfinder: Tadeus Reichstein, Basel, Schweiz), *Pregn-4-en-3,20-dionderivate*, die in 21-Stellung mit Sauerstoff substituiert sind. Gesätt. Derivv. des Pregnan-3,20-dions, die in 21-Stellung mit Halogen oder Sauerstoff in einwertiger Bindung substituiert sind u. im Ringsystem noch evtl. weitere Substituenten tragen, werden halogeniert u. hierauf mit halogenabspaltenden Mitteln behandelt. Als solche werden z. B. Pyridin oder die Salze von organ. Carbonsäuren (K-Acetat oder Na-Formiat), im Falle von 21-Halogenderivv. ausschließlich die letzteren, verwendet, welche außer der Abspaltung von Halogenwasserstoff gleichzeitig den Austausch des 21-Halogens gegen OH oder O-Acyl bewirken. In der angegebenen Weise lassen sich 21-Acetoxy- oder 21-Chlorpregnan-3,20-dion in 21-Acetoxypregn-4-en-3,20-dion (F. 160°) bzw. in 21-Oxypregn-4-en-3,20-dion (F. 138°) überführen. Die Verb. zeigen die Eigg. des *Nebennierenrindenhormons*. (D. R. P. 737 539 Kl. 12 o vom 23/3. 1938, ausg. 17/7. 1943. Schwz. Prior. 29/3. 1937.)

NOUVEL

Schering A. G., Berlin, *Pregnenolon*. Man behandelt 3-Acetoxybisorcholansäure mit einem acylierend wirkenden Oxydationsmittel (Pb-Tetraacetat), verseift das Reaktionsprod. mit methylalkohol. KOH u. oxydiert die gebildete Oxycarbonsäure mit Pb-Tetraacetat. Unter CO_2 -Abspaltung entsteht dabei *Pregnenolon* (F. 192°). *Therapeuticum*. (Schwz. P. 226 686 vom 14/11. 1939, ausg. 2/8. 1943. D. Prior. 24/12. 1938 u. 31/3. 1939.)

NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung eines Substanzgemisches von der Wirksamkeit der Nebennierenrindenhormone. Progesteron wird mit Pb-Tetraacrylat behandelt u. das Reaktionsprod. verseift. Z. B. löst man Progesteron in Eisessig, fügt Pb-Tetraacetat hinzu u. hält 7 Stdn. bei 75—85°. Das Oxydationsprod. wird gereinigt u. in wss. A. mit HCl verseift, worauf im Hochvakuum dest. wird. Nach dem Umkrystallisieren aus Ä. erhält man ein Gemisch von der Wirksamkeit der Nebennierenrindenhormone. Andere geeignete Pb-Salze sind Pb-Tetrapropionat, -butyrat, -palmitat u. -benzoat. (Schwz. P. 225 258 vom 5/7. 1938, ausg. 16/4. 1943. D. Prior. 5/7. 1937.)

NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von gegen Seborrhoe wirksamen Produkten. Man mischt Vitamin H mit Pantothenensäure. Z. B. werden 100 000 subcutane Ratteneinheiten Vitamin H von einem Reinheitsgrad von 25 γ je Ratteneinheit in 200 ccm W. gelöst u. 4 g synthet. d,l-Pantothenensäure zugesetzt. Die Prodd. sind wirksamer als Vitamin H oder Pantothenensäure jedes für sich injiziert. (N. P. 66 435 vom 22/11. 1941, ausg. 5/7. 1943. D. Prior. 23/12. 1940.) J. SCHMIDT

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, Hygienisches Präparat, bes. für die Zahnpflege, enthaltend die sulfonsauren Salze von am Stickstoff nicht alkylierten Benzimidazolen, die in m-Stellung mit einem Substituenten mit 9—16 C-Atomen substituiert sind. (Belg. P. 445 055 vom 2/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. Schwz. Prior. 3/11. 1941.)

M. F. MÜLLER

Dr. A. Wander G. m. b. H., Deutschland, Farblose bzw. helle Desinfektionsmittel. Watte, Zellstoff oder dgl. wird mit einer Lsg. von Al- u./oder Cd-Salzen imprägniert. Die Salze werden dann in Hydroxyde übergeführt u. der Faserstoff mit einer AgNO₃-Lsg. getränkt. Anschließend wird der Überschuß an Salzen ausgewaschen. Beispiel: Verbandmaterial wird kurz in einer 15%ig. Al-Sulfat-(I)-Lsg. getränkt, es kann auch eine Lsg. von 10% I u. 5% Alann verwendet werden; dann wird mit einer NH₃-Lsg. oder Alkalilauge behandelt u. in 1%ig. AgNO₃-Lsg. getaucht, ausgewaschen u. getrocknet. (F. P. 889 957 vom 25/7. 1941, ausg. 25/1. 1944. D. Prior. 5/8. 1940.)

HEINZE

Dr. Hammer u. Co. G. m. b. H., Deutschland, Catgutsterilisation. Die Nähfäden werden bei Temp. von 35—70°, vorzugsweise von 50—60° mit Halogen-KW-stoffen (I) behandelt, die in 2—3 Stellung eine Doppelbindung aufweisen. Es können Lsgg. von sek. oder tert. I verwendet werden, aber auch prim. Bromide oder Jodide. Z. B. Catgut mit Mesentericussporen (Dampfresistenz 4 Stdn.) werden in einer Lsg. von 15% Äthyljodid in A. 24 Stdn. bei 56° gehalten. Es kann auch eine 2%ig. Lsg. von Allylbromid in A. verwendet werden. (F. P. 887 015 vom 20/10. 1942, ausg. 2/11. 1943. D. Prior. 5/11. 1943.)

HEINZE

R. Graf u. Co., Süddeutsche Catgutfabrik, Nürnberg, Sterilisation von Catgut durch Waschen in Lsgg. von H₂O₂ in A. oder Bzl. Der H₂O₂-Lsg. können während oder nach der Sterilisation Stoffe zugesetzt werden, die eine Zers. des H₂O₂ bewirken, wie z. B. Fermente (Katalase, Peroxydase), Katalysatoren oder Aktivkohle oder Chromsäure oder Übermangansäure. (Belg. P. 446 867 vom 18/8. 1942, Auszug veröff. 29/5. 1943. D. Prior. 13/6. 1939.)

HEINZE

Kurt Leitzke, Dentale Kunststoffarbeiten. 2. völlig Neubearb. Aufl. Heidelberg: Hüthig. 1943. (196 S.) 8°. RM 14,—.

G. Analyse. Laboratorium.

H. C. Stephenson, Ein tragbarer Saugapparat für Gasproben. An zwei umkehrbaren, miteinander verbundenen MARIOTTESCHEN Flaschen kann nach Absorption des Gases der Flüssigkeitsstand u. damit die Menge des Gases abgelesen werden. Jede der Flaschen faßt 175 ml u. enthält Glasrohre, die bis zum Boden der Flasche reichen, damit ein konstanter W.-Druck gesichert ist. Bevor die Luft in die Saugflasche kommt, passiert sie mehrere Waschflaschen, welche die Strömung der Luft in einer Richtung regeln. Die Waschflaschen sind leicht abzutrennen, daher ist die App. leicht transportierbar. (Chem. and Ind. 1944. 3—4. 1/1. 1944.)

WULF

Lothar Leinert, Ein einfaches Interferenzgerät zum Messen hochwertiger Oberflächen. Beschreibung der Grundlagen eines Verf. der Oberflächengütemessung, das die Interferenz des Lichtes zur Rauigkeitsbest. benutzt. Das Verf. hat sich bei feinstbearbeiteten Flächen durch seine Einfachheit u. Zuverlässigkeit bestens bewährt. (Werkstatt u. Betrieb 37/22. 279—80. Juli 1943. Stuttgart.)

KLEVER

H. Keller und H. v. Halban, Zur Methodik der lichtelektrischen Extinktionsmessung. II. (I. vgl. KORTÜM, C. 1935. I. 1741.) Ausführliche Beschreibung einer mit Alkaliphoto-

zellen arbeitenden lichtelekt. Meßanordnung. Es wird auf ein Netzanschlußgerät hingewiesen, daß die erforderlichen Gleichstromspannungen in der gewünschten Stabilität zu liefern imstande ist. Der Unterschied von den Sperrschichtzellen liegt in der geringeren Empfindlichkeit der letzteren im UV u. an anderen Nachteilen. (Helv. chim. Acta 27. 702—12. 1944. Zürich, Univ., Physikal.-chem. Inst.) LINKE

Richard S. Hunter, *Ein photoelektrisches Mehrzweckreflektometer*. Inhaltlich ident. mit der C. 1938. I. 3240 referierten Arbeit. (Amer. Dyestuff Reporter 30. 525. 13/10. 1941.) WULFF

Maurice E. Stansby und John A. Dassow, *Die Feststellung der Farbe von undurchsichtigen Objekten*. Es wird eine Meth. angegeben, die Farbe undurchsichtiger Stoffe aufzuzeichnen. Sie beruht auf der Messung der Intensitätsverteilung des reflektierten Lichtes. Da es sich um die Aufgabe handelte, die Farbe von Fischkonserven über die Zeit von einem Jahr zu verfolgen, werden die einzelnen Schritte der Unters. wie die App. bes. genau beschrieben. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 14. 13—15. Jan. 1942. Seattle Wa. U. S. Fish and Wildlife Service, Techn. Labor.) LINKE

David L. Masters, *Der Polarograph. II. Industrielle Anwendung der analytischen Technik*. Vf. bespricht die industriellen Anwendungsbereiche u. die Vorteile der polarograph. Methoden, bes. in Verb. mit vorhergehender qualitativer Spektralanalyse. (Chem. Age 46. 279—80. 6/6. 1942.) FISCHER

b) Organische Verbindungen.

Lennart Smith, *Titrimetrische und photometrische Mikrobestimmung von Alkohol*. Vf. hat früher (Svensk kem. Tidskr. 1932. 272) vorgeschlagen, daß bei A.-Bestimmungen nach WIDMARK das Oxydationsmittel (Bichromat) in W.-Lsg. benutzt wird, von welcher eine genau abgemessene Menge (1 ml) mit 2 ml konz. H_2SO_4 in bestimmter Weise vermischt wird. Durch zahlreiche Verss. wird gezeigt, daß der hierbei entstehende kleine Bichromatverlust sehr genau reproduziert werden kann u. auf die Titriergenauigkeit ($\pm 0,015\%$ Fehler der einzelnen Best.) keinen Einfl. hat. Das erwähnte Gemisch dient als Absorptions- u. Oxydationsgemisch im WIDMARK-Kolben. Nach Absorption des A. wird die übrigbleibende Chromsäure sogleich in der Wärme mit einem Überschuß an arseniger Säure versetzt u. der Überschuß an letzterer mit Bromat in der Wärme bestimmt. Die Vorteile der Meth. liegen darin, daß sämtliche Titerlsgg. in gewünschter Stärke genau bereitete werden können u. sehr gut haltbar sind (Bichromat u. Bromat unbegrenzt, arsenige Säure monatelang). Die arsenige Säure kann aus einer Bürette zugesetzt werden (Bürettenmeth.), aber schneller u. genauer aus einer Pipette (Pipettenmethode). Bei der A.-Best. betragen die Fehler für mittlere Mengen (0,2 mg oder mehr) nach der Pipettenmeth. $\pm 1\%$, bei der Bürettenmeth. $\pm 2\frac{1}{2}\%$, bei kleinen Mengen (0,04—0,10 mg) für letztere $\pm 3\frac{1}{2}\%$, bei der Pipettenmeth. etwa die Hälfte dieses Fehlers. Die im Absorptionskolben zurückgebliebene Chromsäure kann auch mit dem PULFRICH-Photometer bestimmt werden. Als Vergleichslösung wurde eine mit 2,00 ml 0,01 n-Arsenigsäurelsg. red. Bichromatschwefelsäurelsg. mit Lichtfilter 4700 Å. E. benutzt. Die Red. entspricht 0,2302 mg Alkohol. Eine Kurve für den Zusammenhang zwischen A.-Menge u. Ablesung auf der Photometerskala wird nebst zugehörigen Originalziffern mitgeteilt. Die Genauigkeit betrug für A.-Mengen von 0,06—0,12 mg $\pm 3,2\%$; 0,2—0,3 mg $\pm 1,6\%$; 0,3—0,7 mg $\pm 2\%$ u. liegt zwischen derjenigen der Pipetten- u. Bürettenmethode. Aus der Photometerablesung (a) kann auch die A.-Menge in mg nach folgenden Formeln berechnet werden: für Mengen bis zu 0,22 mg:

$$mg = \frac{\log a}{1,166} - 1,509; \text{ für Mengen von } 0,22 \text{ bis etwa } 0,5 \text{ mg: } mg = 1,955 - \frac{\log a}{1,156}.$$

Bei Mengen von 0,3—0,5 mg: $mg = 2,007 - \frac{\log a}{1,120}$. (Lunds Univ. Arsskr. 39. Nr. 11. 18 Seiten. 1943.) POETSCH

d) Medizinische und toxikologische Analyse.

Jacob Molland, *Die spezifischen Immunreaktionen*. Überblick über die neueren Forschungsergebnisse in der serolog. Chemie, bes. über eine Systematisierung der serolog. Rk. auslösenden Gruppen, die physikal.-chem. Erklärung der dabei stattfindenden Prozesse, die hauptsächlich auf der Wrkg. von intermoll. Kräften beruhen. (Medd. norak farmac. Selsk. 6. 17. Febr. 1944. Rikshospital, Bakteriolog. Inst.) E. MAYER

Olov Lindberg und Ake Örström, *Über eine colorimetrische Mikrobestimmung von Aceton in kleinen Mengen biologischer Flüssigkeiten*. Vf. beschreiben eine Meth., die eine direkte Best. von Aceton in biolog. Fl. u. im Blut gestattet, ohne vorher die Proteine fällen zu müssen oder zu destillieren. Das Verf. beruht auf der Diffusion des Ace-

tons aus der zu untersuchenden Fl. in eine alkal. *Salicylaldehyd-* oder *Vanillin-Lsg.*, u. zwar 2 Std. bei 65°. Die entstehende Farbe wird im Stufenphotometer in einer 1 cm Küvette mit Filter L 2 für *Salicylaldehyd* u. mit Filter S 50 für *Vanillin* gemessen. Die Meth. erfaßt 1—70 γ Aceton, die maximale Flüssigkeitsmenge ist 0,3 cm. Genauigkeit u. Zuverlässigkeit der Meth. werden besprochen. (Ark. Kem., Mineral. Geol., Ser. A 18. Nr. 3. 1—13. 17/2. 1944. Stockholm, Wenner-Grens-Institut, Abt. Stoffwechselforschung.) FRETZDORFF

Fred L. Humoller, *Ein titrimetrisches Verfahren zur Bestimmung kleiner Mengen Glucose*. Das Verf. gestattet, die Blutzuckerkonz. in 0,01 cm Blut festzustellen: Die Entfernung der Proteine erfolgt mit 2,5 cm verd. WO_4^{2-} -Lsg. nach REINECKE oder mit $\text{CuSO}_4 \cdot \text{Na}_2\text{WO}_4$ nach SOMOGYI. Die Zentrifugate werden mit 1 cm $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ -Lsg. (0,8231 g/500 cm) gut vermischt u. nebenher Blindverss. angesetzt. Die Proberöhrchen erhitzt man im W.-Bad, setzt 1 cm 15% ig. H_2SO_4 hinzu u. bringt die Lsg. in das Titriergefäß eines Potentiometers. Die Titration erfolgt mit genau eingestellter, etwa 0,0004 n. $\text{Ce}(\text{H}_2\text{SO}_4)_4$ -Lösung. — In WO_3 -haltigen Lsgg. erhält man etwas höhere Blutzuckerwerte als nach FOLIN-Wu; dagegen liefern die Verf. mit $\text{Zn}(\text{OH})_2$ oder $\text{CuSO}_4 \cdot \text{Na}_2\text{WO}_4$ dieselben Werte wie das FOLIN-Wu-Verfahren. — Die analyt. Erfassung der dem Blute zugesetzten Glucose beträgt 98,5%. (J. Biol. Chemistry 147. 281—90. Febr. 1943. Chicago, Loyola Univ. School of Medicine.) ECKSTEIN

Wilhelm Hurka, *Die Relationen einwertiger Ionen im Harn und Blut*. II. Mitt. *Die mikroanalytische Bestimmung der Summe Natrium und Kalium im Harn und Blut* (I. vgl. C. 1943. I. 1487). Vf. beschreibt die mikroanalyt. acidimetr. Best. der Summe Na u. K im Harn u. im Blut. (Biochem. Z. 313. 416—18. 12/1. 1943. Graz, Univ., Med.-chem. Inst.) BAERTICH

W. Hurka, *Eine neue acidimetrische Bestimmung des Natriums im Harn*. Zur Best. wird eine gesätt. K-Pyroantimoniatlsg. in einer bestimmten Weise „gealtert“ u. dann unter Verwendung eines Mischindicators (1 Teil Dimethylgelb, 1 Teil Methylblau, beide 0,1% in A. gelöst. — Umschlagfarben: Blauviolett \leftarrow 3,2 \rightarrow grün) mit 0,1 HCl titriert; man kann mit dem Mischindicator rasch bis zum Farbübergang titrieren u. bestimmt erst dann mit dem Ionometer den Bezugspunkt der Titration ($p_{\text{H}}=2,8$). Bei Anwesenheit von Na-Salzen wird eine bestimmte Menge Pyroantimoniat in Form des unlösl. Na-Pyroantimoniat entfernt u. bei der anschließenden Titration ein entsprechend geringerer HCl-Verbrauch gefunden. Aus der Differenz im HCl-Verbrauch läßt sich der Na-Geh. auf einer Eichkurve direkt ablesen. Aufstellung der Eichkurve vgl. Original. Die Meth. arbeitet im Serienvers. mit einem Fehler von $\pm 3\%$. Doch hat Vf. Werte erhalten, die in der Regel innerhalb $\pm 1\%$ lagen. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 276. 130—137. 28/10. 1942. Graz, Univ., Med.-chem. Inst.) BAERTICH

Valentin Perez Argiles, *Gerichtschemische Studie über die Urinflecken*. Übersicht über die verschied. Methoden zur Erkennung von Urinflecken. (An. Fisica Quim 40 [5] (6.) 112—18. Jan. 1944. Saragossa.) SCHIMKUS

M. W. Partridge, *Die gerichtschemische Untersuchung von seifenhaltigen Stoffen*. 2. *Die nephelometrische Bestimmung von Seifen*. (I. vgl. Quart. J. Pharmac. Pharmacol. 15. [1942] 21.) Zum Nachw. kleiner gelöster Seifenmengen, z. B. bei kriminellen Aborten, wurde ein nephelometr. Verf. herangezogen, bei dem die Lsg. mit HCl oder CaCl_2 gefällt u. die Trübung mit der Trübung einer Test-Lsg. verglichen wird. Bei einem Geh. von 0,05% wurden befriedigende Werte erhalten. (Quart. J. Pharmac. Pharmacol. 15. 119—26. April/Juni 1942. Birmingham, West Midland Forensic Science Labor.) HOTZEL

Auergesellschaft Akt.-Ges., Deutschland, *Trennen durch Diffusion*. Das zu trennende Gemisch, z. B. Isotope, wird gelöst u. die Lsg. in ein geschlossenes Syst. gebracht, in dem sie durch ein Diffusionsmittel unterteilt oder ganz aufgesaugt wird. Dad., daß an einem Ende des Systems kontinuierlich Lösungsm. zugegeben wird in dem Maße, in dem es am anderen Ende z. B. durch Verdunstung entzogen wird, entsteht ein Konzentrationsgefälle entgegen der Flußrichtung des Lösungsm., so daß sich die schwerere Komponente an der Verdunstungsseite, die leichtere an der Zugabeseite, anreichert. (F. P. 881 316 vom 16/4. 1942, ausg. 21/4. 1943. D. Prior. 21/9. 1940.) GRASSHOFF

H. Angewandte Chemie.

I. Allgemeine chemische Technologie.

Eugen Thyroff, „Honigmann“-Filter. Neuartiger Naßreiniger für Rauchgas-entstaubungsanlagen. Das in ein röhrenartiges Gehäuse eingebaute zylindr. Filter

besteht aus kastenförmigen Hohlsteinen aus Porzellan mit schlitzzelochten Öffnungen für den Durchgang der Rauchgase. Die Hohlräume der Filtersteine sind mit Raschirungen aus Porzellan gefüllt. Das Rauchgas tritt von unten in den Filterraum ein u. durchströmt in Richtung nach außen das zylindr. Filter. Durch eine Abspritzvorrichtung wird mit Hilfe eines durch Motor langsam gedrehten U-förmigen Spritzrohrs von innen W. gegen die Filterwände gespritzt. Die ablaufende Schlammbrühe wird auf Absitzgelände oder Klärgruben abgeleitet. Betriebskosten u. Leistung des Filters. Die Abscheidung der in den Rauchgasen enthaltenen schwefligen Säure mit Hilfe der Naßentstaubung ließ sich nicht erreichen. Es wurden nur 5—15% der in den Rauchgasen enthaltenen SO₂ absorbiert. Aus der abgeschiedenen Flugasche läßt sich vorteilhaft ein brauchbarer Porenbetonstein herstellen. (Papierfabrikant, Wbl. Papierfabrikat 1943. 168—72. Aug. Höllriegelskreuth.) WITT

Berkefeld-Filter Gesellschaft und Celler Filterwerke G. m. b. H., Deutschland, *Sedimentationsfilter*. Die in Suspension eingebrachte Filtermasse setzt sich auf mehreren übereinander angeordneten porösen Filterflächen ab, die nur die Fl. passieren lassen, u. die zentral von der als Ableitung für das Filtrat dienenden Achse durchsetzt sind. Die Filterflächen liegen auf Stützmitteln in schalenförmigen Behältern. Die Reinigung der Filtermasse erfolgt durch Rückspülung. (F. P. 889 027 vom 12/12. 1942, ausg. 29/12. 1943. D. Prior. 12/8. 1942.) GRASSHOFF

Berkefeld-Filter Gesellschaft und Celler Filterwerke G. m. b. H., Deutschland, *Sedimentationsfilter*. Der Filtermasse wird vor der Sedimentation frisch gefälltes Aluminiumhydroxydgel zugesetzt. Es können aber auch die Ausgangsmaterialien, die bei der Aufschlammung in W. das Hydroxyd bilden, zugesetzt werden. Z. B. 70—98% Kieselgur, 2—30% einer Mischung aus 75% Natriumaluminat u. 25% Aluminiumsulfat. (F. P. 889 305 vom 19/12. 1942, ausg. 6/1. 1944. D. Prior. 22/8. 1941.) GRASSHOFF

Elle Assié, Frankreich, *Filterkerze*. Der Abschluß des rohrförmigen Filterkörpers ist so ausgebildet, daß er zugleich zur Befestigung an einer Behälterwand dienen kann. Der Filterkörper kann auch mehrteilig sein unter Verb. der Einzelteile durch Nut u. Feder. Die Filterkerzen können batterieweise in einem Gehäuse angeordnet sein, so daß prakt. kontinuierlich filtriert werden kann. (F. P. 888 429 vom 30/7. 1942, ausg. 13/12. 1943.) GRASSHOFF

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Füllkörper für Kolonnen*, bestehend aus Bändern aus feinen Metallgeweben, die in mehrfachen Lagen zu widerstandsfähigen Zylindern aufgerollt sind. Kolonnen mit diesen Füllkörpern zeigen bes. hohe Trennwirkg., so daß z. B. eine Kolonne von 100 cm Höhe u. 4 cm Durchmesser eine Wirkg. von 15 theoret. Kolonnenböden hat, während die Trennwirkg. bei Füllung mit Porzellanringen nur halb so groß war. (F. P. 890 188 vom 16/1. 1943, ausg. 31/1. 1944. D. Prior. 22/12. 1941.) J. SCHMIDT

Johan Ernst Nyrop, Hellerup, Dänemark, *Konzentrieren oder Reinigen von Flüssigkeiten oder Gasen durch Kataphorese*. Man verwendet Elektroden, die in mehrere gegenseitig isolierte Teile aufgeteilt sind, u. bei denen die Teile mit gleicher Aufladung nicht einander gegenüber liegen, so daß das elektr. Feld nicht senkrecht zu den Elektrodenoberflächen verläuft, sondern mit diesen einen, vorzugsweise etwa 30—60° betragenden Winkel bildet. Hierdurch wird verhindert, daß durch die sich auf den Elektroden absetzenden Teilchen eine Umladung u. damit eine Herabsetzung der Wanderungsgeschwindigkeit der Teilchen erfolgt. (Dän. P. 61 762 vom 22/7. 1940, ausg. 3/1. 1944.) J. SCHMIDT

III. Elektrotechnik.

Oronzio de Nora, Italien, *Elektrolytzelle mit beweglicher Quecksilberkathode*. Die Zelle enthält eine nahezu gesätt. Alkalichloridlg., in der Na oder K u. Cl₂ abgeschieden werden. Das Alkali amalgam wird durch die Schwerkraft fortlaufend einer Regenerationszelle zugeführt, die mit einer Alkalihydratlg. gefüllt ist u. Graphit oder einen anderen leitenden Stoff als Füllstoff enthält, der die Zerteilung des Amalgams in kleine Tropfen zur Erleichterung der Regenerierung bewirkt. Aus dieser Zelle tritt das regenerierte Hg wieder in die Elektrolytzelle zurück. (F. P. 890 000 vom 15/6. 1942, ausg. 25/1. 1944. D. Prior. 19/6. 1941.) STREUBER

Fides Gesellschaft für die Verwaltung und Verwertung von gewerblichen Schutzrechten m. b. H., Deutschland, *Elektrischer Kondensator, in dem als Dielektrikum nichtleitende Umwandlungsprodukte der Armaturen dienen*. Auf der dielektr. Schicht wird eine gut haftende einschlußfreie leitende Schicht erzeugt, die so dünn ist, daß sie an Fehlerstellen verschwindet oder nichtleitend wird. Wenigstens zwei auf diese Weise gebildete

Kondensatorelemente sind in dem (Wickel- oder Stapel-) Kondensator derart vereinigt, daß die massiven mit dem Umwindungsprod. bedeckten Metallbänder die Armaturen bilden u. mit den äußeren Zuführungen in Verb. stehen. Vor dem Zusammenbau werden die Elemente einer Vorbelastung unterworfen, um die Fehlerstellen zu beseitigen. Zweckmäßig verwendet man Al-Bänder, deren Oberfläche in Al_2O_3 umgewandelt werden. (F. P. 889 136 vom 17/12. 1942, ausg. 31/12. 1943. D. Prior. 18/12. 1941.)

STREUBER

Comp. Electro-Mécanique, Frankreich, *Isolierung elektrischer Leiter*. Die Isolierteile bestehen aus gut leitendem Stoff (Metall), auf dessen Oberfläche eine dünne, fest haftende Isolierschicht erzeugt ist. Bes. geeignet ist Al mit einer Oxydschicht. (F. P. 888 900 vom 7/8. 1942, ausg. 24/12. 1943.)

STREUBER

Eduardo Llinas Alonso, Spanien, *Elektrisches Isolierrohr*. Das Rohr wird aus Isolierstoffbändern (Papierbändern, für deren Imprägnierung mehrere Bäder vorgesehen sind) gewickelt. Im Innern des Rohres sind mehrere aus Metallbändern gewickelte leitende Einlagen vorgesehen, die durchgehende Leitungen bilden. Außerdem kann eine starre Umhüllung aus Metallbändern oder eine biegsame Umhüllung, z. B. aus Kautschuk, vorgesehen sein. (F. P. 887 809 vom 29/11. 1941, ausg. 24/11. 1943. Span. Prior. 29/11. 1941.)

STREUBER

Soc. An. Metalleido, Genua, *Isoliermaterial*, bes. für elektr. Zwecke. Fasern aus Glas oder ähnlichen Materialien, lose, verfilzt oder verwebt, werden zunächst gereinigt u. entfettet, indem man sie mit Lösungsm. behandelt u. bzw. oder erhitzt, dann in üblicher Weise mit Kunstharzen getränkt, getrocknet u. heiß zu Platten, Röhren, Stangen oder anderen Formkörpern verpreßt. Man kann auch pulvriges Kunstharz in Glaswolle gleichmäßig verteilen u. dann heiß verpressen. (It. P. 394 727 vom 19/11. 1941.)

SARRE

Felten & Guilleaume Carlswerk Akt.-Ges., Deutschland, *Umhüllung für Kabelmuffen für elektrische (Druck-) Kabel mit Kunststoffmantel*. Die Umhüllung wird aus einem Kunststoffband („Guttasine“, „Igelit“ od. dgl.) gewickelt. Die Kanten der Bänder werden durch Aufschmelzen miteinander verschweißt. Unter der Bandwicklung kann unmittelbar auf der Isolierung im Metallband oder ein Band aus metallisiertem Papier, über der Bandwicklung kann eine Bewehrung aus Metalldrähten oder -bändern vorgesehen werden. (F. P. 887 602 vom 10/11. 1942, ausg. 18/11. 1943. D. Prior. 17/11. 1941.)

STREUBER

Telefonaktiebolaget L. M. Ericsson, Stockholm, *Elektrisches Kabel*. Elektr. Kabel mit einem Pb-Mantel, die frei hängen u. durch Luft- oder W.-Strömungen in Schwingungen geraten, neigen zur Rekristallisation, wodurch der Pb-Mantel brüchig wird. Dieser Übelstand wird vermieden, wenn man über den Pb-Mantel, der gegebenenfalls mit einem etwa 0,13 mm starkem Asphaltpapier überzogen ist, ein dünnes Fe-Blech, bes. verbleites, von unter 0,5 mm Stärke derart wickelt, daß die einzelnen Bandwindungen etwa einen Abstand von 2 mm haben. Darüber kommt eine Jutewicklung u. dann eine Wicklung aus etwa 3 mm starkem Fe-Draht. (Dän. P. 61 831 vom 22/10. 1941, ausg. 24/1. 1944. Schwed. Prior. 1/11. 1940.)

J. SCHMIDT

Soc. Française des Munitions de Chasse, de Tir et de Guerre, Frankreich, *Isolierter elektrischer Leiter*. Die Isolierung besteht aus 50—60(%) Vinylharzemulsion, 15—12 Trikresylphosphat, 18—14 Methylcellulose, 17—14 Papierfaser. Sie kann warm oder kalt aufgebracht werden, ist plast., elast. u. feuchtigkeitsbeständig u. mechan. widerstandsfähig. (F. P. 887 833 vom 31/10. 1941, ausg. 24/11. 1943.)

STREUBER

Le Matériel Téléphonique, Frankreich, *Elektrischer Widerstand*, bestehend aus einer Kombination von Oxyden von Mn, Ni u. Cu. Der Zusatz von NiO zu Mn_2O_3 verringert den elektr. Widerstand bis zu einem Minimum bei einem Geh. von 20% NiO. Viel stärker ist die Verringerung des Widerstandes bei Zugabe von CuO. Ein Widerstandskörper aus Mn_2O_3 hat den 10000fachen Widerstand wie ein gleicher mit einem Geh. von 25% CuO. (F. P. 887 795 vom 25/10. 1941, ausg. 23/11. 1943. A. Prior. 3/8. 1941.)

STREUBER

Fides Gesellschaft für die Verwaltung und Verwertung von gewerblichen Schutzrechten m. b. H., Deutschland, *Elektrischer Widerstand für hohe Temperaturen (über 300°)*, bestehend aus einem keram. Körper, der mit einem durch Luft nicht oxydierbaren Metall imprägniert ist. Verwendet werden Metalle, deren Oxyde einen Sauerstoffdissoziationsdruck von wenigstens $\frac{1}{5}$ at besitzen, wie Ag, Au, Pt, Pd. Der keram. Körper wird (unter vermindertem Druck) mit einem Metallsalz imprägniert, das durch Erhitzung oder durch red. Gase reduziert wird. Bes. geeignet ist $AgNO_3$. (F. P. 887 597 vom 10/11. 1942, ausg. 17/11. 1943. D. Prior. 23/5. 1941.)

STREUBER

Fides Gesellschaft für die Verwaltung und Verwertung von gewerblichen Schutzrechten m. b. H., Deutschland, *Elektrischer Widerstand für höhere Temperaturen (über 300°) (für Verbrennungsmotore und Zündkerzen)*. Der Widerstandskörper wird aus einer Mischung von keram. M. u. Kohleteilchen (Ruß) geformt u. in oxydierender (mit Sauerstoff angereicherter) Atmosphäre gebrannt. Die Erhitzung wird so weit getrieben, bis der Widerstandskörper inert geworden ist u. der Widerstandswert konstant bleibt. (F. P. 887 392 vom 3/11. 1942, ausg. 11/11. 1943. D. Prior. 22/5. 1941.) STREUBER

Allmänna Svenska Elektriska Aktiebolaget, Västerås, Schweden (Erfinder C. H. O. Lübeck), *Akkumulatorenbatterie*. Die Batterie ist gekennzeichnet durch metall. Zellenbehälter, die von außen durch eine Kühlfl., bes. Öle, gekühlt werden. Um die Batterien möglichst wenig bewegen zu müssen, sind die einzelnen Kühlbehälter durch Leitungen an einen gemeinsamen Ölvorratsbehälter angeschlossen, der an gut zugänglicher Stelle angeordnet ist u. von dem aus die Kühlung kontrolliert wird. (Schwed. P. 110 085 vom 26/4. 1933, ausg. 21/3. 1944.) J. SCHMIDT

Allmänna Svenska Elektriska Aktiebolaget, Västerås (Erfinder: H. Lübeck), *Alkalische Akkumulatorbatterie*. Die einzelnen Akkumulatorzellen sind mit nachgebenden Metallbehältern umgeben. Die einzelnen Behälter sind voneinander durch Isolierplatten isoliert u. in einem gemeinsamen Rahmen zusammengepreßt untergebracht, das Ganze wird dann in ein Ölbad eingebaut. Der Ölbehälter wiederum ist so gebaut, daß er den erforderlichen Druck auf die einzelnen Zellbehälter ausübt, um deren Deformierung durch Quellungsvorgänge zu verhindern. (Schwed. P. 108 649 vom 30/7. 1932, ausg. 5/10. 1943.) J. SCHMIDT

A/S Elektrisk Bureau, Oslo, *Trockenakkumulator*. Als Aufsaugmasse für den Elektrolyten wird ein Gemisch aus etwa 3 Vol.-Teilen Holzmehl u. 1 Vol.-Teil gebrannter Gips verwendet. Das Holzmehl, bes. Espenholzmehl, wird vorher zweckmäßig mit W. ausgekocht, filtriert, getrocknet u. erst dann mit dem Gips vermischt. Der Gips erhärtet durch Entziehung von W. aus der Elektrolytfl., die dadurch konz. u. somit wirksamer wird. Nach oben hin wird die M. mit Öl gegen Luftzutritt abgeschlossen. (N. P. 67107 vom 30/4. 1941, ausg. 29/11. 1943.) J. SCHMIDT

Allgemeine Glühlampenfabrik Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Doppelwendel-Glühdrähten aus Wolfram*. Zur Unterdrückung der inneren Spannungen erhitzt man die Glühdrähte mehrere Stdn. auf 900° zusammen mit dem Kern, auf den sie gewickelt sind. Beide Kerne können aus Fe bestehen. Es kann aber auch der primäre Wickelkern aus Mo u. der sekundäre aus Fe bestehen. (F. P. 888 720 vom 2/12. 1942, ausg. 21/12. 1943. D. Prior. 11/12. 1941.) STREUBER

Egyesült Izzólámpa és Villamossági Részvénytársaság, Ungarn, *Gasgefüllte Glühlampe mit verringerter Neigung zur Lichtbogenzündung*. Als Getter wird ein in W. unl. Oxyd verwendet, das eine Säure bilden kann, bes. Kieselsäure. Außerdem können andere Getter (oder Phosphor) zugegen sein. Die Anordnung ist bes. geeignet für Glühlampen mit einer Spannung über 30 Volt mit Edelgasfüllung, die keinen Stickstoff enthält. (F. P. 888 262 vom 20/2. 1942, ausg. 8/12. 1943. Ung. Prior. 28/2. 1941.) STREUBER

Henri-Gaston-Georges Desmarest, Frankreich, *Entladungsröhre mit phosphoreszierendem Überzug*. Der Überzug wird auf der Glasinnenwand mit Hilfe einer koll. Kautschuklsg. aufgebracht u. durch Erhitzen fixiert. Danach wird das Gefäß mit einer Wasserglaslsg. gefüllt, die man dann wieder zum Ausfließen bringt. Der an der Wandung anhaftende Überzug wird bei 100—120° getrocknet; er bildet eine durchscheinende unveränderliche Schutzschicht für den phosphoreszierenden Überzug. (F. P. 888 141 vom 16/7. 1942, ausg. 3/12. 1943.) STREUBER

Fides Gesellschaft für die Verwaltung und Verwertung von gewerblichen Schutzrechten m. b. H., Deutschland, *Verlängerung der Lebensdauer von Schichten höher Sekundäremissionsfähigkeit, für Elektronenvervielfacher*. Während des Betriebes der Röhre wird der Alkali- oder Erdalkalioxyde u. kleine Mengen Alkali- oder Erdalkalimetall enthaltenden sekundäremittlernden Schicht ununterbrochen oder in Abständen Alkali- oder Erdalkalimetall in kleinen Mengen (durch Aufdampfen) zugeführt. (F. P. 887 956 vom 17/11. 1942, ausg. 29/11. 1943. D. Prior. 2/5. 1941.) STREUBER

Steatit Magnesia Akt.-Ges., Deutschland, *Magnetischer Massekern*. Der Kern wird unter Verwendung von härtbaren Harzen als Bindemittel in der Form gepreßt u. gehärtet. Um eine gleichmäßige Verteilung des Bindemittels im fertigen Kern zu sichern, werden außer dem Bindemittel Stoffe zugesetzt, die das Bindemittel absorbieren. Vorteilhaft sind paramagnet. Stoffe, bes. Magnetite, die wenigstens 1/2% des Kern-

gewichtetes ausmachen sollen. (F. P. 890 827 vom 9/2. 1943, ausg. 18/2. 1944. D. Prior. 16/2. 1942.)
STREUBER

Licentia Patent-Verwaltungs-G. m. b. H., Deutschland, *Magnetischer Massekern, besonders für Hochfrequenzspulen*, bestehend aus (100 Teilen) Fe-Pulver, (4—5 Teilen) härtbarem Harz (Resorcinharz) u. (1—2 Teilen) trocknendem Öl (Leinöl). (F. P. 890 392 vom 27/1. 1943, ausg. 7/2. 1944. D. Prior. 9/2. 1942.)
STREUBER

Westinghouse Electric & Manufacturing Co., East Pittsburgh, Pa., V. St. A. (Erfinder: J. G. Ford), *Magnetisches Material in Lamellenform*. Die einzelnen Lamellen werden mittels eines Gemisches aus etwa 42,5% Polyvinylacetat u. Polyvinylacetal u. etwa 15% Harzkondensationsprodd. aus Kresol u. Formaldehyd auf therm. Wege vereinigt. Das Verhältnis von Polyvinylacetal:Polyvinylacetat kann in weiteren Grenzen schwanken, während nicht mehr als 20% Phenolformaldehydkondensat vorhanden sein sollen. Die Lamellenpakete weisen nur geringe Wirbelstromverluste auf. (Schwed. P. 109 605 vom 25/4. 1941, ausg. 25/1. 1944. A. Prior. 26/4. 1940.)
J. SCHMIDT

IV. Wasser. Abwasser.

E. Pfeleiderer, *Neuzeitliche Wasserreinigung für Höchstdruckkessel in Industriekraftwerken*. Erläuterung der Anforderungen u. Mitt. von Betriebsergebnissen einer Speisewasseraufbereitung für Höchstdruckkessel durch Vorkalkung, Entkieselung mit MgO, Zugabe von SO₂, Nachenthärtung mit Wofatit u. Zugabe von Ammonsalzen. Das Anbacken abwaschbarer Salze in Turbinen kann prakt. verhindert werden, wenn die Alkalitätszahl auf 10—20 gesenkt wird. (Chemiker-Ztg. 68. 56—59. 12/4. 1944. Ludwigshafen a. Rh.)
MANZ

W. D. Vint, *Verbesserte Speisewasserreinigung*. Die durch p_H-Messung gesteuerte Chemikalienzugabe ist anwendbar, wenn nur Soda als überschüssiges Alkali vorhanden ist, wie bei Vorententhärtung von Speisewasser durch Kesselwasser. Besteht der Alkaliüberschuß, wie bei Kalk-Soda-Reinigung, aus NaOH u. Na₂CO₃, so ist aus der p_H-Anzeige allein Überschuß oder Mangel an Lauge bzw. Carbonat nicht erkenntlich. Die Steuerung der Zusätze ist dann nur bei gleichmäßiger Zus. des Rohwassers möglich. (Iron Steel Ind. 17. 211—13. Jan. 1944.)
MANZ

K. R. Mortimer, *Die Enthärtung, Pflege und Überwachung von Kesselspeise- und Abschlammwasser*. Erläuterung der üblichen Enthärtungsverff. u. der Kontrolle unter Berücksichtigung der Verhältnisse in Gaswerken. (Gas Wld. 119. 558—64. 27/1. 1943.)
MANZ

Friedrich Reinhold, *Die Grenzbelastung eines Gewässers durch Abwasser*. Vorschlag einer vereinfachten Berechnung für die Beurteilung der Zulässigkeit von Abwasserleitungen aus Siedlungsgebieten bzw. der erforderlichen Behandlung auf Grundlage der Berechnung von FAIR-IMHOFF. (Techn. Gemeindebl. 47. 1—12. Jan. 1944. Darmstadt.)
MANZ

F. Meinck, *Die Aufbereitung und Beseitigung der Abwässer von Verchromungsanstalten*. Überblick über Schädlichkeit u. Giftwrkg. Cr-haltiger Abwässer auf Pflanzen u. niedere Organismen u. die bekannten Verff. der Beseitigung. Ableitung in die Kanalisation ist nur unter günstigen Verhältnissen, bei Vorhandensein von Schlammablagerungen u. reduzierenden Stoffen zulässig; da diese von selbst eintretende Entgiftung chromathaltiger Abwässer unsicher ist, sollen die Abwässer im Betriebe durch Ausfällung mit Ba-Salzen oder Red. mit NaHSO₃ oder FeSO₄·7 H₂O entgiftet u. geklärt werden. Versenkung in den Untergrund ist zu vermeiden. (Metallwaren-Ind. Galvano-Techn. 42. (25.) 37—40. 10/2. 1944. Berlin-Dahlem, Reichsanstalt für Wasser- u. Luftgüte.)
MANZ

Josef Lindner und Gertrud Zienert, *Über die Eignung des Zimtsäurechlorids zur maßanalytischen Wasserbestimmung*. Zimtsäurechlorid ist für W.-Best. wegen der höheren Flüchtigkeit, der höheren Blindwerte u. der früher eintretenden Erschöpfung weniger geeignet als Naphthylxychlorphosphin. Die durch eine gegebene Menge Zimtsäurechlorid quantitativ umsetzbare W.-Menge schwankt stark. Der auftretende HCl muß mit Phenolphthalein titriert, die Störung durch CO₂ also mit berücksichtigt werden. (Mikrochem. 31. 254—62. 1943. Innsbruck.)
MANZ

Heinz Hoek, *Die Verwendung der Venüle zur Bestimmung des Bact. coli-Titers*. Die durch Verwendung steriler Spritzen zur Einführung der Wasserprobe in die Ampulle nach KOSCHUCHAROFF geminderte Brauchbarkeit der Probenahme durch ungesaltes Personal läßt sich mit evakuierten, mit Nährlösung beschickten Entnahmefläßen entsprechend der BEHRING-Venüle beheben. (Gas- u. Wasserfach 87. 81—83. März 1944. Celle.)
MANZ

Jan Walther Frydenberg und Ruthi Poul Frydenberg, Kopenhagen, *Kontaktstück zum Auslösen eines Alarmsignales beim Eindringen von Wasser*, bestehend aus einem beiderseitig verschlossenen Rohrstück, in das getrennt voneinander 2 Leitungsenden hineinragen u. in dem ein wasserlös. Salz angeordnet ist. Sobald W. eindringt, bildet sich eine Salzlsg., die dann den Stromschluß herbeiführt. Das Salz ist notwendig, um dem eindringenden W., z. B. Regenwasser, die erforderliche Leitfähigkeit zu erteilen. (Dän. P. 61 850 vom 10/6. 1942, ausg. 31/1. 1944.) J. SCHMIDT

F. Fries, Essen-Bredeneu, *Kreisförmiger Absitz- und Dekantierbehälter für schlammhaltige Abwässer*. (Belg. P. 445 330 vom 24/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 12/9. 1940.) M. F. MÜLLER

Deals Dickinson, Chemical analysis of waters: boiler and feed waters; sewage and effluents. London: Blackie 1944. (140 S.) 8°. 6 s.

Dansk Ingeniørforening. Moderne Kloakteknik. Foredrag og Diskussioner fra Kursus i Dansk Ingeniørforening 8.—11. November 1943. Udg. af Dansk Ingeniørforening Bygningsingeniørgruppe. Kopenhagen: Dansk Ingeniørforening, Vester Farimagsg. 29. (314 S.) Kr. 9,—.

V. Anorganische Industrie.

W. Stockmeyer, *Kunstkohle, Herstellung, Eigenschaften, Anwendung*. Herst., Eig. u. Anwendung der Kunstkohle (Kohlebürsten, Stromabnehmer, Schallkontakte, Widerstände, Anoden, Gitter, Kohlelager, Kohledichtungsringe). Abb. Schrifttum. (Feinmech. u. Präzis. 51. 205—10. 241—47. Oktober 1943. Gießen.) SCHEIFELE

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Ammoniakverbrennung*. Diejenigen Wandungen der Verbrennungselemente, die zwischen dem Katalysator u. dem nachgeschalteten Dampferzeuger liegen, sind durch von W. durchflossene Rohre, die zu dem Dampferzeugersystem gehören, gegen die Einw. der hohen Temp. abgedeckt. (F. P. 889 026 vom 11/12. 1942, ausg. 29/12. 1943. D. Prior. 24/12. 1941, 28/7. 1942.) GRASSHOFF

Deutsche Gold- und Silberscheideanstalt vormals Roessler, Deutschland, *Katalysator für die Ammoniakverbrennung*. Der Draht besteht aus einem Kern aus Nichtplatinmetall, z. B. Nickel-Chrom oder Eisen-Chrom, gegebenenfalls mit geringem Molybdän- oder Wolframgeh., während die Mantelschicht aus reinem Platin oder einer Platinlegierung besteht. Zwischen beiden befindet sich eine dünne Trennschicht vorzugsweise aus einem Metalloxyd, welche die gegenseitige Diffusion bei den Verbrennungstemp. des Ammoniaks verhindert. Die Trennschicht kann z. B. auch aus Platinoxyd bestehen, das aus porösem Platin, das auf den Kerndraht aufgebracht wurde, gebildet wird, bevor die Mantelschicht etwa auf galvan. Wege aufgebracht wird. (F. P. 888 537 vom 24/11. 1942, ausg. 15/12. 1943. D. Prior. 10/12. 1941.) GRASSHOFF

Deutsche Gold- und Silberscheideanstalt vormals Roessler, Deutschland, *Katalysator für die Ammoniakverbrennung*. Der Draht besteht aus einem Kern, der aus schwer verarbeitbaren Zusatzmetallen oder deren Legierungen besteht, z. B. 90—95% Ni + 10% Pt, während die Ummantelung aus Platin oder einer platinreichen Legierung besteht, z. B. 10% Ni, 90% Pt oder 8% Mo, 92% Pt. Durch Diffusion bei hohen Temp. bildet sich die endgültige Legierung. Die Mantelschicht kann auch noch andere, die Katalyt. Wirksamkeit fördernde Bestandteile wie Rhodium oder Antimon enthalten. (F. P. 889 112 vom 16/12. 1942, ausg. 31/12. 1943. D. Prior. 2/1. 1942.) GRASSHOFF

Willi Büsching, Deutschland, *Mehrstufige Konzentrationskolonnen, bes. für die Konzentrierung von Salpetersäure*. Die Kolonnen sind aus Fe mit hohem Si-Geh., bes. aus Si-Guß gefertigt. Die einzelnen Schüsse sind aufeinandergesetzt, wobei die Dichtung lediglich durch angeschliffene ebene Metallflächen an den sich berührenden Stellen erfolgt. Die Flächen verlaufen vorzugsweise waagrecht, können aber auch schräg verlaufen u. gegebenenfalls mit einem erhöhten Kamm, bzw. einer entsprechenden Vertiefung in der Mitte versehen sein. (F. P. 889 784 vom 12/1. 1943, ausg. 19/1. 1944. D. Prior. 19/3. 1940.) J. SCHMIDT

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Salzen der Amidomonosäure*. Nicht gealterte Metallhydroxyde werden bei 20—60° mit der wss. Amidomonosäure behandelt u. das Reaktionsprod., gegebenenfalls im Vakuum, eingedampft. Die Salze ergeben klare Lösungen. Die Umsetzung erfolgt unter dauernder Zerkleinerung der Hydroxyde, z. B. in einer Kugelmühle. (F. P. 887 289 vom 28/10. 1942, ausg. 9/11. 1943. D. Prior. 15/11. 1941.) GRASSHOFF

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Walter Knoblauch und Georg Schiller), *Umsetzung von Kohlendioxyd zu Kohlenoxyd*. Man verwendet für die Umsetzung von Kohlendioxyd mit H₂ zu CO Katalysatoren, die Erdalkalioxyde

oder MgO enthalten. Diese Kontakte zerfallen bei den erforderlichen hohen Temp. (1000—1200°) nicht, sondern bleiben lange wirksam. Man kann auch natürliche Oxide oder Gemische der Oxide, z. B. gebrannten Kalkstein, Magnesit oder Dolomit, verwenden. (N. P. 67 028 vom 21/3. 1942, ausg. 8/11. 1943.) J. SCHMIDT

Bata A. S., Böhmen und Mähren, *Herstellung von Kupferchlorid*. Kupfer wird in einem Schachtofen unter Ausschluß von Sauerstoff z. B. durch indirekte Heizung auf 400—500° erhitzt u. oben Chlor eingeleitet, während unten das geschmolzene Chlorid abfließt, das in einer mit Sand ausgekleideten Vorlage aufgefangen wird. (F. P. 889 295 vom 19/12. 1942, ausg. 5/1. 1944. D. Prior. 20/12. 1941.) GRASSHOFF

VI. Silicatchemie. Baustoffe.

A. Dietzel, L. Arnold und E. Bamessel, *Untersuchungen an emaillierten Kesselblechen*. (Fortsetzung der C. 1944. I. 1030 referierten Arbeit.) An allen aus der Praxis stammenden fehlerhaften Proben konnte festgestellt werden, daß fast stets die Fehlerursache im Eisen, in der Schweißnaht, liegt. Das Email bzw. der Emailliervorgang ist unbeteiligt. Stücke mit fehlerhafter Emaillierung wiesen schlecht u. unsachgemäß gefertigte Schweißnähte auf. *Blasen- u. Porenbildg.* ist auf die Rk. zwischen den vorhandenen oxydischen (Schlacken-) Einschlüssen u. dem C des Kesselblechs zurückzuführen. Die beobachteten furchenartigen Risse im *Deckemail* sind nicht durch Abkühlung entstandene Haarrisse. Vielmehr handelt es sich um ein Aufreißen des Deckemailauftrages infolge von Zugspannungen, die sich beim langsameren Aufheizen des Eisens u. Emails an stärkeren Eisenstellen einstellen. Gleichmäßige elektr. Zusatzheizung an Stellen größerer Wandstärke wird empfohlen. — Nähere Ausführungen u. Abb. im Original. (Sprechsaal Keram., Glas, Email 77. 28—31. 20/2. 1944. Kaiser-Wilhelm-Inst. f. Silicatiforsch.) FREYTAG

Rudolf Lehmann, *Die Standzeit der Häfen in Abhängigkeit von der Zusammensetzung, Herstellung, Temperung, Behandlung und Glasschmelze*. Zusammenstellung der prakt. Erfahrungen bzgl. Abhängigkeit der Standzeit der Häfen. Angaben der auftretenden Fehler, Aufzählung ihrer Ursachen u. der Mittel zu ihrer Vermeidung oder Beseitigung. (Sprechsaal Keram., Glas, Email 77. 51—55. 20/3. 1944. Ilmenau.) FREYTAG

I. Peyches, *Industrielle Verfahren des elektrischen Glasschmelzens*. Die Grundlagen bes. vom wärmetech. Standpunkt, werden erläutert u. der Strahlungssofen ausführlich behandelt. Die Widerstände aus seltenen Metallen, aus Kohle, Siliciumcarbid sowie aus keram. u. geschmolzenen feuerfesten Massen werden in ihren Eigg. u. ihrem Verh. besprochen. (Glaces et Verres 17. Nr. 74. 5—11. März 1944.) FREYTAG

—, *Über neuere Verfahren zur Herstellung, Bearbeitung, Verwendung und Prüfung von Glasfasern und Glasgespinsten*. Wiedergabe zahlreicher in- u. ausl. Patente sowie einschlägiger Untersuchungen. (Sprechsaal Keram., Glas, Email 76. 104. 129—30. 151—55. 20/5. 1943.) FREYTAG

Günther Satlow, *Die Bedeutung der Glasfäden als textiler Rohstoff für die Gesamttechnik*. Gedrängte Übersicht über den Stand der Forschung u. die Anwendung der Glasfäden unter Berücksichtigung zahlreichen Schrifttums. (Allg. Text. Z. 2. 40—42. 12/2. 1944. Dresden, Lehrst. f. Faserstoffkunde.) FREYTAG

L. Springer, *Das Glas bei der chemischen Analyse. Welche Bestandteile hat der Chemiker bei der Analyse eines modernen Glases zu beachten?* Überblick über die mögliche chem. Zus. verschied. Gläser u. die Bedeutung der Analysen-Ergebnisse für die Unterscheidung. Glassätze-Berechnung. (Chemiker-Ztg. 68. 50—51. 15/3. 1944. Zwiesel.) FREYTAG

H. N. Wilson, *Arsen-Schnellbestimmung im Glase*. Nach dem empfohlenen Verf. wird die Glasprobe mit NaOH geschmolzen, die Schmelze in HCl gelöst u. mit einem Überschuß konz. HCl nach Red. mit Hydrazin u. KBr zweimal destilliert. Die Destillate werden nach der Meth. von ANDREWS mit KJO₃ titriert. Sb stört nicht. Die Best. ist genau, auch bei Blei- u. Borosilicatgläsern mit abnorm hohem As₂O₃-Gehalt. Die Analyse ist binnen 2 Stdn. beendet. — Ausführung: Bei mehr als 2% vermutlichem As₂O₃-Geh. werden 0,5 g des Glases mit 3 g vorgeschmolzenem u. zerkleinertem NaOH vermischt u. vorsichtig klargeschmolzen. Nach Abkühlung wird der Schmelzkuchen in 30—40 ml W. gelöst, die Lsg. in einem Destillationskolben mit 20 ml konz. HCl u. 30 ml W. vermenget. Dem Gemisch wird eine HCl-angesäuerte Hydrazinlsg. zugefügt (0,5 bis 1,0 ml einer 50%ig. Hydrazinhydratlsg. verd. auf 10 ml) sowie mit 0,25 g KBr versetzt. Gesamtinhalt des Kolbens 120 ml. Es werden rasch 60 ml abdest., zum Rest wird solange konz. HCl zugegeben, bis eine Temp. von 110° erreicht ist. Unter Vermeidung

jeglichen Luftzutritts werden erneut 50 ml konz. HCl zugesetzt. Die Temp. fällt auf etwa 105°. Erneute Dest. bis auf etwa 50 ml. Zugabe von 50 ml konz. HCl u. neue Destillation. Kann im 2. Destillat noch As₂O₃ bestimmt werden, so wird eine 3. Dest. angeschlossen. Das Destillat wird in einem 500 ml-Meßkolben mit langem Hals auf 20—25° abgekühlt, mit 5—10 ml CCl₄ u. — aus einer Mikrobürette — mit 2,0 ml einer n/50 As₂O₃-Lsg. versetzt, was bei As₂O₃-Gehh. von über 2 mg As₂O₃ unnötig ist, u. mit M/200 KJO₃-Lsg. bis zur Entfärbung titriert. Starkes Schütteln ist erforderlich. Ohne As₂O₃-Zusatz wird das 2. Destillat titriert. In 1 g Probe sind dann (ml verbrauchtes M/200 KJO₃)/10 = % As₂O₃. (Analyst 68. 361—64. Dez. 1943. Billingham, Imp. Chem. Industr., Ltd.)

FREYTAG

O Feldspathic Research Corp., New York, übert. von: Blandford C. Burgess und John E. Boyd jr., Spruce Pine, N. C., V. St. A., *Keramisches Flußmittel*, das weniger glasartig ist, bestehend aus einer Mischung von K₂CO₃ enthaltenden Al-Silicatmineralien u. 10—60% Spodumen. — Schemat. Zeichnung. (A. P. 2 260 000 vom 16/4. 1938, ausg. 21/10. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 21/10. 1941.)

M. F. MÜLLER

Louis-Amédée Marchal, Frankreich, *Verfahren zur Herstellung von Erzeugnissen mit porösem Gefüge*. Aus einem Zement-, Kalk- oder Gipsmörtel, dem Seife u. fl. Kunstharz — z. B. Phenolaldehydharz — beigegeben ist, wird durch Einleiten von Luft eine schaumartige M. hergestellt. Nach einiger Vermischung ist der Mörtel von Luftblasen durchsetzt, die mit einem Film von Harz umhüllt sind. Aus dieser M. gefertigte Erzeugnisse sind unempfindlich gegenüber einer Hitze von 300°, werden durch O₂ u. verd. Säuren nicht angegriffen, sind dauerhaft, schlechte Wärme- u. Elektrizitätsleiter u. undurchdringlich für Gase. (F. P. 875 782 vom 7/7. 1942, ausg. 2/10. 1942.)

BEWERSDORF

Magnesital G. m. b. H., Köln-Mülheim, *Herstellung von Magnesitsteinen*. Dem Magnesit werden Chromerze oder Chromoxyd zugesetzt, u. die Menge an CaO, SiO₂ u. Al₂O₃ wird derart bemessen, daß sie dem sich aus dem Kurvendiagramm ergebenden Geh. entspricht. — Diagrammzeichnung. (Belg. P. 445 264 vom 18/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 3/1. 1940.)

M. F. MÜLLER

M. H. G. Hieguet, Paris, *Herstellung von Ziegeln oder Bausteinen aus gebranntem Dolomit*. Dieser wird zerkleinert u. bei 1500—1800° gebrannt. (Belg. P. 445 178 vom 11/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. F. Prior. 24/5. 1941.)

M. F. MÜLLER

S. Schless, Berlin-Wilmersdorf, *Herstellung von Platten und Rohren auf einer Faserstoffgrundlage durch Aufbringen von Zwischenschichten aus Zement u. einem dichtmachenden Pulver*. (Belg. P. 445 113 vom 7/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 3/9. 1938 u. Dän. Prior. 2/7. 1941.)

M. F. MÜLLER

Deutsche Eisenwerke A. G., Mülheim-Ruhr, *Umhülltes Rohr*. Die Hülle des Rohres besteht aus einem Gemisch von hydraul. Bindemitteln mit Faserstoffen, z. B. Schlackenpulver, Asbest oder Glaswolle. (Belg. P. 445 342 vom 25/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 4/7. 1939.)

M. F. MÜLLER

Svend Aaage Arthur Lindeschou Friis, Kopenhagen, *Wärmeisolerplatte*, bestehend aus Torffasern mit einer Füllung aus zerkleinertem aufgeweichten altem Schreibpapier oder ähnlichen Papierabfällen. Außerdem können noch anorgan. Füllstoffe, wie Wasser- oder Gips zugeführt werden, um die Brennbarkeit herabzusetzen, u. um die Platten zu härten. (Dän. P. 61 912 vom 14/8. 1941, ausg. 14/2. 1944.)

J. SCHMIDT

Ernst Aron Isodor Ormell, Kremfors, Schweden, *Herstellung von porösen Faserstoffplatten*. Man verschäumt Faserstoffaufschlämmungen mit Celluloseablagen, bes. Sulfitablage, unter Zuführung von Luft, überführt den Schaum in ein Absatzbecken, in dem sich die Schaumschicht über einer wss. Schicht absetzt, trennt die wss. Schicht ab u. verarbeitet den Schaum in üblicher Weise zu porösen Platten. (N. P. 67 349 vom 11/8. 1941, ausg. 24/1. 1944.)

J. SCHMIDT

Viggo Hermansen, Moss, Norwegen, *Herstellung von Korkplatten*. Das zerkleinerte Korkmaterial wird gegebenenfalls unter Zusatz von Binde- u. Härtungsmitteln unter schwachem Druck in Fe-Formen verpreßt u. in den Formen in einem Autoklaven auf etwa 150—200° während 3—10 Stdn. erhitzt, wobei ein Druck von etwa 5—6 at auftreten soll. Dann entspannt man u. legt ein Vakuum an, um letzte Dämpfereste aus den Platten zu entfernen. Man kann auch stufenweise die Dämpfe absaugen. Das Abkühlen muß langsam erfolgen, damit die gebildeten fl. Harze Zeit haben, richtig

zu erstarren. Die Platten dienen als Bau- oder Isoliermaterial. (N. P. 67 160 vom 30/10. 1941, ausg. 6/12. 1943.) J. SCHMIDT

Anton Wilhelm Riek, Chemischer Bautenschutz. 2. erw. u. verb. Aufl. Dresden, Leipzig: Steinkopf. 1943. (138 S.) 8^o 2/3 Technische Fortschrittsberichte. 46. RM 6,50; geb. RM 7,—.

VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung.

F. W. Parker, *Ammoniumnitrat als Düngemittel. Behebung der Schwierigkeit des Zusammenbackens.* Um das Zusammenbacken beim Lagern zu verhüten, ist Granulieren das beste Mittel, wobei die einzelnen Körner mit Stoffen überzogen werden, wie Kaolin, Kieselgur, die das Zusammenbacken verhüten. Zu hohe Temp. beim Lagern sind zu vermeiden. (Chem. Trade J. chem. Engr. 114. 128—29. 4/2. 1944.) JACOB

F. Steenbjerg, *Ammoniakverlust aus stickstoffhaltigen Handelsdüngern bei Ausbringung auf Ackerboden.* Die Verss. wurden 1942/43 im Labor. bei Raumtemp. an mehreren Bodensorten ausgeführt. In der Einleitung sind einige chem. u. bakteriolog. theoret. Betrachtungen ausgeführt, die später mitgeteilten Versuchsergebnisse stehen damit in Übereinstimmung. Der pH-Wert (I) des Bodens ist für den Ammoniakverlust von ausschlaggebender Bedeutung. Ammonsulfat (II), 150 oder 450 kg/ha, ließ einen Verlust in den ersten 4—8 Tagen von 0—15% finden, wenn das Düngemittel auf der Oberfläche des Ackers ausgebreitet wurde. Der Verlust war prakt. 0 bei I = 6 oder geringer. Je höher I, um so höher der Verlust, bei steigendem I mit sehr schnellem Anstieg. Bei verlängerter Versuchsdauer (z. B. 24 oder 28 Tage) fand Vf., daß sogar nach dieser Zeit noch ein Verlust— wenn auch sehr gering— zu beobachten war. Bei I = ungefähr 8 betrug der Ammoniakverlust in vier Wochen ungefähr 50—60%, während bei I = 6 ungefähr nur 5% in der gleichen Zeit verloren gingen. Der Ammoniakverlust war stets außerordentlich hoch, wenn der Boden CaCO₃ in beträchtlichen Mengen aufwies. Bei 1—2% CaCO₃ kann der Verlust bis zu 25% steigen, bei noch höheren Gehh., z. B. 5—10% CaCO₃ wurden sogar 50% Verlust gemessen, vier Tage, nachdem das Düngemittel auf der Oberfläche ausgebreitet war. Neben dem ausschlaggebenden Einfl. von I des Bodens, des Geh. an CaCO₃ (Pufferkapazität gegen Wasserstoffionen) u. der Zeit fand Vf. auch die Bodentiefe von Bedeutung, in die II untergearbeitet wird. Vf. konnte zeigen, daß bei Bedeckung des Düngemittels mit ungefähr 1 cm Boden der Ammoniakverlust abnahm im Vgl. zur Ausbreitung auf der Oberfläche des Ackers. Ohne Berücksichtigung von I u. Geh. an CaCO₃ wird der Ammoniakverlust 0, wenn das Düngemittel mit einer Erdschicht von 6 cm bedeckt wurde. Vermutlich hat der Regen die gleiche Wrkg. wie eine dünne Erdschicht. Laboratoriumsverss. konnten hierzu nicht durchgeführt werden. Unter den dän. Bodenbedingungen hat die Bodentypen mit Ausnahme der kalkhaltigen Böden, wenn überhaupt, nur geringen Einfl. auf den Ammoniakverlust. Allgemein sind die ausschlaggebenden Faktoren neben der Zeit usw. I des Bodens u. seine Pufferkapazität gegen Wasserstoffionen. Selbstverständlich wird der Ammoniakverlust von Ammonnitrat u. dgl. Düngemitteln von denselben Faktoren geregelt, die den Verlust aus II bestimmen. Vf. bespricht weiterhin die Möglichkeiten der Verlustbest. im Feldversuch. Vf. weisen darauf hin, daß mehrere sich widersprechende Literaturangaben bzgl. der wirtschaftlichen Bedeutung des Ammoniakverlustes sehr wahrscheinlich durch die bekannte Tatsache der indirekten Mangan- u. Borwrkg. des II zu erklären ist, die die Auswrkg. dieses Verlustes oft beseitigt oder verschleiert, bes. auf leicht sandigen Böden mit hohem I. Zweifelsohne wurden verschied. ältere Feldverss. auf Böden mit niedrigem I durchgeführt, wo kein Ammoniakverlust eintritt. In dem Zusammenhang erinnert Vf. daran, daß die Größenordnung der Ammoniakverluste in gewissem Grade auf die bei den Verss. herrschende Raumtemp. zurückzuführen ist, andererseits können solche Temp. auf der Oberfläche des Bodens sogar in den Monaten April u. Mai gefunden werden. Laboratoriumsverss. haben gezeigt, daß der Ammoniakverlust von Calciumcyanamid (Handelsform) bei Ausbreitung auf der Bodenoberfläche sehr beträchtlich ist, z. B. 50% des N als Ammoniak in 24 Tagen. Vf. führt diese Verss. weiter. Tabellen. (Tidsskr. Planteavl 48. 516—43. 1944.) WULKOW

Karsten Iversen und K. Dorph-Petersen, *Versuche mit verschiedenen Stickstoffdüngemitteln.* (Vgl. C. 1942. II. 1280; 1943. I. 556.) Die Verss. mit verschied. Stickstoffdüngemitteln (I) wurden von 1930—1942 an 13 verschied. Orten auf staatlichen Versuchsgütern durchgeführt. Die Verss. erfolgten in wechselnder Folge, auf jeder Versuchsstelle wurden alle Pflanzen jedes Jahr angebaut. Versuchsplan: a) ohne Stickstoff, b) ½ N als Chilesalpeter (II), c) ½ N als Ammonsulfat (III), d) 1 N als II, e) 1 N als III, f) 1,5 N als II, g) 1 N als Ca(NO₃)₂ (IV), h) 1 N als Kalkstickstoff (V), 1938 als Calciumcyanamid (VI), i) 1 N als verschied. I für verschied. Pflanzen. Zwecks Überprüfung des Einfl. des verschied. I auf die Rk. des Bodens erhielt jeder Acker in den Reihen b)—h) Jahr für

Jahr dasselbe I ohne Rücksicht auf die Pflanzen, Acker i) in den verschied. Jahren verschied. I. Beim Anbau von Mangold oder Zuckerrüben wurden die Äcker mit II, von Kartoffeln, Gras u. Hafer mit III u. von Weizen, Roggen, Gerste u. swedes mit IV gedüngt. Durch diese Versuchsanordnung sollte — in Übereinstimmung mit den Ergebnissen früherer Verss. — jede Frucht mit dem geeignetsten I gedüngt werden, in Reihe i) sollte die landwirtschaftliche Praxis mehr berücksichtigt werden als in den Reihen b)–h). Es werden die hauptsächlichsten Ergebnisse als Durchschnitt der 13 Versuchstellen mitgeteilt, ber. als „Wertzahl“ für N der verschied. I. Vff. verstehen unter der „Wertzahl“ den Preis, den man für die N-Einheit bezahlen kann, wenn der Preis für die N-Einheit in II gleich 100 gesetzt wird. N in Form von II u. IV hatte für alle Cerealien sowie Timothygras fast den gleichen u. auch den höchsten, N in VI den geringsten Wert. Grundsätzliche Unterschiede zwischen den Wertzahlen der Reihen b)–h) (stets gleiche I) u. Reihe i) (verschied. I) wurden nicht beobachtet. II ist das wertvollste I für Mangold u. Zuckerrüben. N in III, V u. VI zeigte weniger als die halbe Wertzahl. N in II, IV u. III besaß für swedes nahezu die gleiche Wertzahl, für Kartoffeln erwies sich III, bes. bei fortgesetzter Anwendung, als bestes I. Bei Mangold wurde die Wertzahl von II entsprechend den Ergebnissen der Reihe i) um 9% geringer gefunden als in den Reihen b)–h). Ebenso war die Wertzahl von III bei Kartoffeln geringer. Diese Ergebnisse ließen sich nicht erklären u. gehen vermutlich auf Begleitsubstanzen in den I zurück. — Chem. Analyse der Früchte ließ feststellen, daß mit III gedüngte Früchte einen geringeren %-Satz N enthielten als Früchte, die mit dem gleichen N-Geh. in Form von Nitraten behandelt waren. Auch die von den Früchten aufgenommene N-Menge (Gewicht/Bodenfläche) war bei Düngung mit III am geringsten. Zwischen II u. IV wurde kein Unterschied gefunden. Wenn nur die halbe N-Menge gegeben wurde, war die N-Assimilation (verhältnismäßig) schwächer im Vgl. zur vollen Menge. Bei allen Verss. ließ sich dies für III deutlicher beobachten als für II. — Bodenuntersuchungen. In Bodenproben aus dem Winter 1941/42 — nach 11 Jahren Verss. — wurde ein geringer Unterschied in der Acidität (pH) gefunden. In mit II oder IV gedüngten Äckern war die Acidität 0,15–0,12 höher, mit III 0,20 geringer als in Äckern ohne Stickstoff.

33 Seiten Tabellen. (Tidsskr. Planteavl 48. 418–515. 1944.) WULKOW

S. Gericke, *Die Düngewirkung der Phosphorsäure bei verschiedener Stickstoffernährung der Pflanze. 2. Der Einfluß gleichzeitiger Kalk- und Magnesiadünger.* (1. vgl. C. 1941. I. 2441.) Phosphorsäuremangel tritt bei Düngung mit Nitrat stärker hervor als bei gleichzeitiger Ammoniakdüngung. Bei ausreichender Phosphorsäureversorgung der Pflanzen wird im allg. durch Nitratdüngung der höchste Ertrag erreicht. Die Phosphorsäureaufnahme durch die Pflanzen ist im allg. bei Nitraternährung höher als bei Ammoniakdüngung. Magnesiasalze üben bei Ggw. von Nitrat eine ungünstige Wrkg. auf den Ertrag aus. Bes. bei der Kartoffel wirkt in Ggw. von Magnesia die Ammoniakernährung besser. (Bodenkunde u. Pflanzenernähr. 32 (77). 223–43. 1943. Dahleml. Landw. Versuchsanstalt der Thomasphosphatfabriken.) JACOB

V. Vincent, *Verwertung der Phosphorsäurereserven des Bodens.* Um die großen Phosphorsäurereserven des Bodens, die den Pflanzen unzugänglich sind, zu mobilisieren, wird die Anwendung von Kalk empfohlen, der durch Förderung der Oxydation der organ. Substanz deren Phosphorsäure aufnehmbar macht u. außerdem die Phosphate von Eisen u. Aluminium umwandelt. (C. R. hebdom. Séances Acad. Agric. France. 30. 181–83. 29/3. 1944.) JACOB

J. Bordas und A. Lidoyne, *Beziehungen zwischen dem Humusgehalt und der Aufnehmbarkeit der Phosphorsäure in den Böden des unteren Rhônegebietes.* Humus erhöht die Aufnehmbarkeit der Phosphorsäure, wahrscheinlich durch Bldg. von Phosphor-Humus-Komplexen. (C. R. hebdom. Séances Acad. Agric. France 29. 542–44. 8. 15. 22. Dez. 1943.) JACOB

G. Barbier, *Das Humusproblem in Wirtschaften, welche die Viehzucht aufgegeben haben.* In den viehlosen Wirtschaften, die sich seit einigen Jahrzehnten ausgebreitet haben, muß man zu künstlichem Mist durch Kompostierung von Stroh Zuflucht nehmen. Gründüngung läßt sich nur schwer in die Fruchtfolge einschalten, da sie nicht als Futter durch das Vieh ausgenutzt wird. (C. R. hebdom. Séances Acad. Agric. France 29. 536–30. 8., 15., 22./12. 1943.) JACOB

S. Hénin, *Mechanismus der Erhaltung der Bodenstruktur durch organische Substanz, Ruhe unter künstlicher Wiese oder Kalkung.* Die Verbesserung der Stabilität der Bodenkrümel durch Zufuhr von organ. Substanz wird auf eine Herabsetzung der Anfechtbarkeit der Böden durch das W. zurückgeführt. Die Zunahme der Stabilität gekalkter Böden läßt sich auf diese Weise aber nicht erklären, sondern muß auf eine Wrkg. des Calcium-Ions auf die Bodenkoll. zurückgeführt werden. (C. R. hebdom. Séances Acad. Agric. France 30. 26–28. 5/1. 1944.) JACOB

W. S. Martin, *Grasnarben in ihrer Beziehung zur Bodenstruktur*. In Uganda wurde ein 10jähriger Vers. durchgeführt, um den Einfl. festzustellen, den die mehrjährige Einschaltung von Gräsern auf die Bodenstruktur hat. Der Boden wurde 3 bzw. 4 Jahre unter Gras gelassen u. 3 bzw. 2 Jahre mit Ackerfrüchten bebaut. Die Gräser verbesserten die Bodenstruktur; es bestehen aber beträchtliche Unterschiede zwischen den verschied. Arten. Die Krümelbdg. hängt ab von dem Tongeh. des Bodens, die Einschaltung von Gras in die Fruchtfolge wirkt daher nicht auf Böden mit einem niedrigen Koll.-Gehalt. Organ. Düngemittel erzeugten keine Verbesserung der wasserbeständigen Krümel, wahrscheinlich weil infolge zu rascher Zers. der organ. Substanz sich nicht genügend Humus bildete. Kalk wirkt unter den örtlichen Verhältnissen nicht auf die Krümelbdg. ein. (Emp. J. exp. Agric. 12. 21—32. Jan. 1944. Uganda Protectorate. Dep. of Agric.)

JACOB

Aktien-Gesellschaft der Chemischen Produkten-Fabriken Pommerensdorf-Milch, Stettin, *Feinkristallines Superphosphat*. Zum Aufschluß der Rohphosphate wird ein Mischer benutzt, unter dem sich ein Ansatzstutzen mit einem Zwischenbehälter befindet. (Belg. P. 449 099 vom 8/2. 1943, Auszug veröff. 2/11. 1943. D. Prior. 7/4. 1942. Zus. zu Belg. P. 448 205; G. 1944. II. 259.)

KARST

Silesia Verein Chemischer Fabriken, Deutschland, *Granulierung von Superphosphaten*. Das unter Anwendung von Druck plastifizierte Superphosphat wird in eine beheizte Drehtrommel mit Zerkleinerungsvorr. gefüllt u. dort unter Bewegung gekörnt. Vorr. u. Zeichnung. (F. P. 52 225 vom 11/7. 1942, ausg. 5/10. 1943. D. Prior. 24/9. 1941. Zus. zu F. P. 858 669; G. 1941. I. 2850.)

KARST

„S. A. C. I.“ Società Anonima Concimi Italiani, Bologna, *Düngemittel*. Gasreinigungsmasse wird mit H_2SO_4 von 50° Bé behandelt, worauf das erhaltene Prod. mit $CaCO_3$ neutralisiert u. mit $(NH_4)_2SO_4$ u. Superphosphat vermischt wird. Auch organ. N-haltige Stoffe, z. B. Fleisch- u. Fischmehl u. dgl., können als Zusatzstoffe verwendet werden. (It. P. 396 231 vom 9/7. 1941.)

KARST

Georges Truffaut und Pierre Hampe, Frankreich, *Düngung von Kulturpflanzen*. Man vermischt verschied. Pflanzennährsalze, die in W. lösl. sind, z. B. KNO_3 , Kaliumphosphate, $MgSO_4$, NH_4NO_3 , $MgCl_2$, $MnSO_4$, Eisencitrat, Zinksulfat u. dgl., miteinander u. fügt dem Gemisch solche Mengen H_3PO_4 , HNO_3 oder Citronensäure zu, daß die wss. Lsg. desselben einen pH-Wert von 2—4 aufweist. Der M. können noch hygroskop. Stoffe, wie Chloride, Nitrate, Zuckerarten, Glycerin, Glykol u. dgl., Netzmittel, Insekticide u. Fungicide zugesetzt werden. Man löst etwa 5—30 g des Gemisches auf 1 l W. u. zerstäubt die Lsg. auf die Blätter der zu düngenden Pflanzenkulturen. Das Gemisch ist bes. zur Düngung von Gemüsearten, Obstbäumen, Weinreben, Rüben u. dgl. geeignet. Man vermischt z. B. 60 (Teile) KNO_3 , 10 Monokaliumphosphat, 1 $MgSO_4$, 2 Eisencitrat, 0,1 $MnSO_4$ u. 10 Citronensäure. Man erreicht eine Ersparnis an Düngemitteln u. kann gleichzeitig eine Bekämpfung der Pflanzenschädlinge durchführen. (F. P. 882 824 vom 1/6. 1942, ausg. 16/6. 1943.)

KARST

Georges Truffaut und Pierre Hampe, Frankreich, *Behandlung von Pflanzenkulturen*. Auf die zu behandelnden Pflanzen wird ein Gemisch von weißer oder heller Farbe gespritzt, das z. B. 1 kg Titanweiß, 1 kg Bariumcarbonat, 0,2 kg gelöschten Kalk, 0,5 kg Casein u. 100 l W. enthält. Schädlingsbekämpfungsmittel, z. B. S, $CuSO_4$ u. dgl., Zink-, Aluminium- u. Magnesiumsulfate, Netz- u. Haftmittel u. dgl. können der M. noch zugesetzt werden. Die Pflanzen werden durch den Überzug vor zu starker Sonnenbestrahlung geschützt. (F. P. 882 825 vom 1/6. 1942, ausg. 16/6. 1943.)

KARST

○ Louis F. Lambert, übert. von: Benjamin B. Stoller, Coatesville, Pa., V. St. A., *Kompost für Champignonkulturen*. 1 t faserstoffhaltiges Material wird mit 12—20 (Pfund) N-, 3—6 P_2O_5 - u. 9—16 K_2O -Verb. innig vermischt, worauf die M. 15—25 Tage unter Erhitzung u. Kühlung kompostiert u. mit Champignonkulturen geimpft wird. Der Feuchtigkeitsgeh. des Fasermaterials beträgt 65—75%. (A. P. 2 260 201 vom 8/6. 1939, ausg. 21/10. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 21/10. 1941.)

KARST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Förderung des Pflanzenwachstums*. Die Stecklinge oder abgeschnittenen Zweige werden an der Oberfläche der Wunde in der Rindenzone vollständig glatt gemacht u. gleich nach dem Schnitt mit den die Wurzelbdg. anregenden Stoffen bestrichen, worauf sie in warmen, luftdurchlässigen u. die Feuchtigkeit haltenden Stoffen, wie z. B. Kompost, Sand, Torfstaub u. dgl., aufbewahrt werden. (F. P. 884 867 vom 31/3. 1942, ausg. 30/8. 1943. D. Prior. 1/4. 1941 u. 21/2. 1942.)

KARST

Joseph Fülep, Ungarn, *Förderung des Pflanzenwachstums*. Die zu behandelnden Pflanzen werden durch Auslese stimuliert in Verb. mit einer hypervegetativen Förderung der beschleunigten Entw. u./oder einer Erhöhung der Aktivität der Mutation in bezug auf die zu entwickelnden Eigg. oder einer Beschleunigung der Entwicklung. So kann die Gesundheit der Pflanzen gefördert oder die Winterfestigkeit bzw. die Festigkeit gegen Trockenheit erhöht werden. Auch die Ertragsfähigkeit kann gesteigert werden. (F. P. 889 073 vom 14/12. 1942, ausg. 30/12. 1943.) KARST

Pierre Thebault, Frankreich, *Förderung des Pflanzenwachstums*. Durch Einw. von kosm. u. radioakt. Strahlen, die in einer App. aufgefangen u. den Pflanzen bzw. Pflanzenwurzeln zugeleitet werden, wird eine Aktivierung des Pflanzenwachstums erreicht. Das Saatgut oder die Pflanzen können vor dem Aussäen bzw. Auspflanzen mit Metallsalzen, bes. Fe-Salzen, behandelt werden. (F. P. 882 716 vom 23/8. 1941, ausg. 11/6. 1943.) KARST

Imperial Chemical Industries Ltd., London, *Fungicide Mittel*. Zur Bekämpfung von Pilzen u. anderer Pflanzenkrankheiten oder pflanzen-schädlicher Insekten im Acker- u. Gartenbau wird ein Gemisch aus S_2N_4 u. S_7NH verwendet, dem anorgan. Trägerstoffe, wie $CaSO_4$ u. Kalk, u. S zugesetzt werden können. Das Gemisch wird durch Auflösen von Schwefelchloriden in CCl_4 u. Einleiten von NH_3 in die Lsg. unter Einhaltung von Temp. von 20—50° hergestellt. (F. P. 882 652 vom 12/7. 1941, ausg. 10/6. 1943. E. Prior. 13/3. 1940.) KARST

Imperial Chemical Industries Ltd., London, *Fungicide Mittel*. Das Saatgut wird mit Schwefel-Stickstoff-Verbb., bes. S_7NH , behandelt. Die Körner werden in Drehtrommeln mit den genannten Verbb., denen mineral. Trägerstoffe, wie $CaSO_4$, Kalk, Bentonit u. dgl., S, NH_4Cl u. Haftmittel zugesetzt werden können, überzogen. Durch die Behandlung werden die dem Saatgut anhaftenden u. die im Boden befindlichen Pilze vernichtet, u. es wird gleichzeitig ein Schutz gegen Vogelfraß u. dgl. erzielt. (F. P. 882 653 vom 12/7. 1941, ausg. 10/6. 1943. E. Prior. 5/4. 1940.) KARST

Michelangelo de Domenico und Giovan Battista Riccardo de Domenico, Frankreich, *Fungicide und insekticide Mittel*. Den aus Nicotin, Pyrethrum, Anabasin, Derris, Naphthalin, Thiocyanaten od. dgl., Kohle, Sägemehl, Cellulose od. dgl. u. oxydierenden Stoffen, bes. KNO_3 , bestehenden Räuchermitteln werden Salze der aliphat. Di- u. Tricarbonensäuren, bes. die Calciumsalze der Oxal-, Äpfel-, Wein- u. Citronensäure, zugesetzt. Die Zusatzmengen an diesen Salzen betragen etwa 1—5%. (F. P. 889 685 vom 21/5. 1942, ausg. 17/1. 1944.) KARST

Prodotti Cano per l'Agricoltura, Bologna, *Antikryptogamisches Mittel*. Das Mittel besteht aus einem innigen Gemisch aus Zn- u. Al-Salzen, bes. den anhydr. oder kryst. Sulfaten, dem noch Verbb. des Cu, B, Ag, Cd, Os, der seltenen Erden u. Farbstoffe zugefügt werden können. (It. P. 395 166 vom 19/5. 1941.) KARST

Edmond Fabre, Frankreich, *Schädlingsbekämpfungsmittel*. Zur Bekämpfung von kryptogam. Rebschädlingen wird sehr fein gemahlener trockener koll. Ton bzw. ein Gemisch aus Ton u. Bentonit verwendet. Der Ton saugt die Feuchtigkeit auf u. nimmt den Schädlingen dadurch die Lebensmöglichkeit. (F. P. 882 660 vom 18/7. 1941, ausg. 10/6. 1943.) KARST

Paul-René-Emmanuel Dorr, Frankreich, *Schädlingsbekämpfungsmittel*. Auf experimentellem Wege werden die Pflanzenarten ermittelt, die von den zu bekämpfenden Insekten oder Parasiten verabscheut werden. Aus diesen Pflanzen werden auf chem. Wege durch Extraktion mit W., A. oder alkohol. Lsgg. oder durch physikal. Abtrennung die insektenabweisenden Stoffe gewonnen. Die erhaltenen Lsgg. werden in üblicher Weise auf die zu schützenden Pflanzen aufgesprüht. Man kann auch Lsgg. verwenden, die mit Hilfe von Tannin-, Oxalsäure- oder Ameisensäure-Lsgg. hergestellt worden sind. (F. P. 888 913 vom 27/5. 1941, ausg. 27/12. 1943.) KARST

Soc. L'Équipement Industriel Jad, Frankreich, *Schädlingsbekämpfungsmittel*. Holzleer, bes. Fichtenholzleer, wird mit Terpenen oder Terpenalkoholen, Methylenblau, Zinkfluorsilicat oder Zinkoxyd, Trägerstoffen u. insekticiden Pulvern, z. B. Rotenon oder Pyrethrum, innig vermischt. Das Gemisch wird in gleicher Weise verwendet wie die üblichen Kupferspritzbrühen. (F. P. 882 251 vom 22/5. 1942, ausg. 28/5. 1943.) KARST

Lieselotte Christlieb, Hamburg, *Schädlingsbekämpfung in Mühlen oder verwandten Betrieben* nach Pat. 727 924, dad. gek., daß statt der insekticid wirkenden KW-stoffe der aliphat. oder aromat. Reihe insekticide, chlorierte KW-stoffe verwendet werden. (D. P. P. 743 870 Kl. 451 vom 25/5. 1937, ausg. 4/1. 1944. Zus. zu D. R. P. 727 924; G. 1943. I. 774.) KARST

Pierre Schribaux, Frankreich, *Insektenvertilgungsmittel*. Akt. Tone werden als solche oder im Gemisch mit Trägerstoffen, wie z. B. gefälltes Calcium- oder Magnesiumcarbonat, Infusorienerde u. dgl., Duftstoffen u. Chlorbenzolen, bes. p-Dichlorbenzol, zur Insektenvertilgung verwendet. (F. P. 883 518 vom 17/2. 1942, ausg. 7/7. 1943.) KARST

Boris Guerbilsky, Frankreich, *Insektenvertilgungsmittel*. Absorptionserden, wie Tone, Kaolin u. dgl., werden mit Soda oder Ammoncarbonat vermischt, worauf das Gemisch auf die zu behandelnden Pflanzen in trockener Form aufgestäubt wird. Auf 50—99 (Teile) Absorptionsmittel werden 50—1 Soda bzw. Ammoncarbonat verwendet. Das Gemisch ist für Menschen u. Haustiere unschädlich. (F. P. 886 667 vom 10/6. 1942, ausg. 21/10. 1943.) KARST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Bekämpfung von Nagetieren*. Man verwendet Verb., welche die Gruppe Ar—N=N oder Ar—N=N enthalten, in welcher Ar ein Arylradikal bedeutet, welches gegebenenfalls durch eine Hydroxyl- oder Alkylaminogruppe substituiert sein kann. Bes. geeignet sind 1-dimethylaminophenyl-4-diazosulfonsaures Kalium oder 1-dimethylaminophenyl-4-diazosulfonsaures Natrium u. dgl., die mit Kartoffeln, Brot oder Getreide innig vermischt werden. (F. P. 884 345 vom 22/7. 1942, ausg. 10/8. 1943. D. Prior. 5/5. 1941.) KARST

Josef Krauss, Deutschland, *Bekämpfung von Ratten, Mäusen u. dgl.* Getreidekörner werden in Mischtrommeln mit einer Haftmittellsg. angefeuchtet, mit pulverförmigem Zinkphosphid innig vermischt u. überzogen, worauf sie mit einer Hülle aus Leinölfirnis, Zaponlack u. dgl. versehen werden. Durch Behandlung mit einem Luftstrom entfernt man das Lösungsm. für den Lack od. dgl. (F. P. 883 674 vom 30/6. 1942, ausg. 12/7. 1943. D. Prior. 6/4. 1939.) KARST

G. E. Miller and L. M. Turk, *Fundamentals of soil science*. London: Wiley, Chapman & H. 1944. (430 S.) 8^o 22 s. 0 d.

VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

Ernst Mickel, *Beanspruchung der Spritzgußformen im Betrieb*. Durch Messungen des Temp.-Ablaufs in Spritzgußformen wurde festgestellt, daß die Ribßldg. vor allem eine Folge von mechan. Dauerbeanspruchungen durch wechselnde Wärmeausdehnungen ist. Vorbeugungsmaßnahmen wären: die Auswahl von Werkstoffen mit niedriger Wärmeausdehnungszahl, geringer Korrosions- u. Oberflächenempfindlichkeit bei obiger Beanspruchung u. hohen Werten der Zug- bzw. Dauerwechselfestigkeit (bes. in der Wärme) u. Dämpfungsfähigkeit, ferner die zweckentsprechende Formenbauweise u. -kühlung bzw. Oberflächen-D. u. betriebliche Vorkehrungen, wie rasches, gleichmäßiges Gießen bei möglichst tiefen Temp., hohe Mitteltemp. der Form usw. Da einige dieser Maßnahmen sich gegenseitig ausschließen, ist eine völlige Verhütung der Ribßldg. unmöglich. (Z. Ver. dtsh. Ing. 87. 341—45. 12/6. 1943. Stuttgart, Bad Cannstatt.) POHL

—, *Gußeisen. Seine Rolle in der Elektrotechnik*. Übliches Gußeisen enthält 3,2% C, davon 0,5—0,8 in gebundener u. den Rest in graphit. Form. Die wichtigste Eig. ist die Endfestigkeit, die früher meist nur 8 t/sq. in. betrug, jetzt aber viel höher liegt; z. B. hat das unter Stahlschrottzusatz erschmolzene Gußeisen bei 2,2 bzw. 2,5% ig. C- bzw. Si-Geh. eine Festigkeit von 20—23 t/sq. in. In der Elektrotechnik sind ferner das magnet. Verh. u. der Wärme- bzw. Elektrowiderstand wichtig. Letzter nimmt in nachst. Reihenfolge der Sorten ab: ferrit., perlit., austenit., cementit. Guß. Grau- bzw. austenit. Guß haben einen Widerstand von 60—100 bzw. 150 mOhm/cm u. eine magnet. Durchlässigkeit von 240 bzw. 1,03. Als Legierungselemente sind Ni, Cr, Al u. Si bes. verbreitet; die dadurch erzielten Eigg. u. die Anwendungsgebiete solcher Sorten wird *Nomag, Silal, Nicrosilal, Niresist, Cralfter, Meehanite* in der Elektrotechnik sind aufgezählt. Die Vol.-Vergrößerung des Gußes in der Wärme läßt sich durch Verringerung des Si-Geh. bekämpfen. (Electr. Rev. 134. 63—64. 14/1. 1944.) POHL

Friedrich Körber, Anton Eichinger und Hermann Möller, *Verhalten gestauchter Metalle bei Zugbeanspruchung*. II. (I. vgl. C. 1942. I. 719). Ältere Unters. der Stahlversprödung durch Kaltstauchung wurden auf Stauchtemp. von 700° ausgedehnt u. ergaben, daß je nach Stauchtemp., -richtung u. -grad verschied. Versprödungserscheinungen auftreten. So z. B. nahm die Versprödung bei Blauwärme zu u. verschwand bei 700°, trotzdem vor dem Zerreißvers. auch hier eine Stauchtextur festgestellt wurde. Maßgebend hierfür ist also nicht nur der Grad der Texturausbldg., sondern auch die bes. temperaturabhängige Gitterstörung (dies wurde photometr. nachgewiesen), ferner die durch Beimengungen beeinflusste Alterungsempfindlichkeit u. die bes. an den Korngrenzen angereicherten Schwächestellen. (Mitt. Kaiser-Wilhelm-

Inst. Eisenforsch. Düsseldorf 26. 71—89. 1943. Düsseldorf, K.-W.-Inst. f. Eisenforschung.)

POHL

Jean R. Marechal, *Einfluß des Aluminiums auf Stähle und Guß (Untersuchung von Fe-Al- und Fe-Al-C-Legierungen)*. Überblick über bisherige Erfahrungen hinsichtlich des Einfl. von Al auf verschied. physikal. u. mechan. Eig. der Werkstoffe. Nach Beobachtungen des Vf. haben Stähle mit geringem Al-Geh. schwache magnet. Hysteresis u. sind als Werkstoff für Dynamoblech geeignet. Die Al-haltigen Gefügeeinschlüsse haben hohe Dispersität u. bedingen in größeren Mengen eine Abnahme der Dehnung u. Querkerbzähigkeit; Vf. hält sie aber für weniger schädlich als Mn-Oxyd- u. -Sulfideinschlüsse, die die Korrosionsfestigkeit gegen Atmosphärien, Säuren u. W. herabsetzen. Im Guß bewirkt Al die Bldg. eines Fe-Al-Doppelcarbids, dessen Zerfall in Graphit beim Glühen durch Steigerung des Al-Geh. beschleunigt wird; bei 18 bzw. 30% Al treten an Stelle des Carbids neue Phasen auf, die bei > 20% Al bzw. an feuchter Luft ihrerseits Graphit bzw. KW-stoffe ausscheiden. Bei sehr Al-reichen Legierungen entsteht die Verb. FeAl₃. Durchgeführte Korrosionsverss. zeigten, daß der Angriff von Al-Guß mit 3(%) C u. 2 Si bei 4 u. 8std. Erhitzen auf 900° in oxydierendem Mittel dem Al-Geh. umgekehrt proportional ist u. bei 7—8% Al prakt. ausbleibt. Der sich dabei bildende weiße Schutzfilm „heilt“ bei mechan. Beschädigung selbsttätig zu. Auch die sich in Ggw. von schwefelhaltigen Gasen bildenden Al₂S₃-Filme haben mit zunehmendem Al-Geh. steigende Schutzwirkg.; die gleichzeitige Ggw. von Ni ist trotz häufiger gegenteiliger Angaben wirksam. Der Gußangriff durch SiO₂ wird bei Si- oder Al-Geh. verhindert, wenn der C-Geh. 3% nicht übersteigt; bes. gut bewährt sich unter solchen Bedingungen ein Guß mit 6(%) Si, 3 Al u. 2,35 C. Als Nachteile des Al-Gußes werden die Schwierigkeiten der Abfallverwertung, die starke Oxydierbarkeit des Al (hohe Verluste) u. die gesteigerte Zähigkeit der Schmelzen genannt. (Mét. Corrosion Usure 18. (19.) 65—68. 82—96. Mai 1943. Lüttich, Univ.)

POHL

K. Bode, *Das Patentieren von Stahldraht*. Aus den besprochenen theoret. Grundlagen des Patentierens ergeben sich die Arbeitsanforderungen (der Draht muß oberhalb des Ac₁-Punktes erhitzt, einige Zeit bei dieser Temp. gehalten u. so abgeschreckt werden, damit im wesentlichen ein sorbit. Gefüge entsteht). Zwei Arbeitsweisen sind im Gebrauch: das Durchzieh- bzw. das Tauchverf. (der Draht wird durch Ofen u. Abschreckbad ununterbrochen durchgezogen bzw. im Muffelofen erhitzt u. ins Abschreckbad getaucht), wobei ersteres das meist benutzte u. für dünne Drähte einzig mögliche Verf. ist, während das 2. bes. für dicken Draht u. zum Vorpatentieren dient. Beschreibung der neueren Ausrüstung. Die Öfen werden jetzt meist mit Kohle-, Generator- oder Koks gas bzw. elektr. geheizt. Die Abschreckbäder bestanden bis vor kurzem ausschließlich aus Pb-Schmelzen, jedoch werden neuerdings auch mit Koks gas beheizte Salz bäder, nach Erfahrungen des Vf. unter der Voraussetzung der Vermeidung örtlicher Überhitzungen, mit gleich guten Ergebnissen benutzt. (Gas u. Elektrowärme 1943. 117—21. Sept. Gelsenkirchen.)

POHL

—, *Die Wirkung von Selen, Tellur u. Wismut auf die Verarbeitung von Handelskupfer*. Inhaltlich ident. mit der C. 1943. II. 2312 referierten Arbeit von BAILEY u. HALLOWES. (Metallurgia [Manchester] 27. 72—74. Dez. 1942.)

ENSSLIN

—, *Chemische Reaktionen des Aluminiums und Magnesiums in der Technik*. Übersicht über die techn. Verwendung von metall. Aluminium u. Magnesium zu aluminotherm. Rkk. u. anderen Reduktions-Rkk., zu Metallraffinationszwecken, bei der Zink-elektrolyse, in der Beleuchtungs- u. Feuerwerkerindustrie, zur Herst. funksicherer Werkzeuge u. in verschied. anderen Industrien. (Light Metals [London] 6. 598—613. Dez. 1943.)

G. GÜNTHER

Leslie P. Dudley, *Thermische Spannungen in Bauelementen*. Berechnung u. Vgl. von durch Temp.-Unterschieden bedingten Spannungszuständen in Bauelementen aus Duralumin, AZM-Legierung u. Stahl mit bes. Berücksichtigung des Verh. bimettall. Konstruktionen. (Light Metals [London] 6. 573—76. Dez. 1943.)

G. GÜNTHER

Pierre Chevenard, *Neue Apparate zur thermomechanischen und mikromechanischen Untersuchung der Metalle. I. Thermoelastische Untersuchung der Metalle*. (Vgl. hierzu C. 1943. II. 2001.) Besprechung der theoret. Grundlagen u. Beschreibung der App. zur thermoelast. Unters. der Metalle. (Rev. Métallurg. 38. 317—34. Dez. 1941.)

KLEVER

Jacques Bénard, *Über eine kürzlich erfolgte Verbesserung der Technik der Metalluntersuchung mit dem Elektronenmikroskop*. Das Verf. (vgl. DUFFEK u. MAHL C. 1943. I., 1321.) derelektronenmkr. Unters. von Proben, die mit einer Lsg. von Collodium in Amylacetat bedeckt waren (die Verflüchtigung des Films hinterläßt charakterist. Interferenz-

färbungen auf der Probenoberfläche) liefert, wie ein Vgl. der nach verschied. Verf. erzielten Mikrophotos lehrt, beste Ergebnisse. Es eignet sich auch z. B. zur unmittelbaren Unters. von Al-Oxydfilmen, wobei sich das Bild aus Unterschieden nicht, wie im 1. Fall, der Filmstärke, sondern der Orientierung der Textur ergibt. (Mét. Corrosion Usure 18. (19.) 48—49. März 1943.) POHL

K. Trott, *Elektromagnetische Messungen an aufgetragenen Deckschichten*. Kurze Erläuterung des elektromagnet. Verf. zur Schichtdickenbest. von Deckschichten auf Eisenunterlage. (Metallwaren-Ind. Galvano-Techn. 41. (24.) 338. 10/9. 1943.) HENTSCHEL

H. Vopel, *Metallöl und Metallölpumpenanlagen bei Rißprüfgeräten nach dem Magnetpulververfahren*. Besprechung der Voraussetzungen zur einwandfreien Rißanzeige, bes. der Anforderungen an das Metallöl u. an Metallölpumpenanlagen beim Magnetpulververfahren. (Werkstatt u. Betrieb 37/22. 281—82. Juli 1943. Mosigkau.) KLEVER

R. Saxton, *Reinigung von Metallen durch Säurebehandlung*. Schilderung der wirtschaftlichen Vorteile eines neuen Verf. bei dem die Beizsäure (H_2SO_4) durch die Verbrennungsgase eines mit Stadtgas u. Preßluft betriebenen Brenners geheizt u. gleichzeitig intensiv durchmischt wird. (Sheet Metal Ind. 18. 2094—95. Dez. 1943.) HENTSCHEL

Paul Bastien, *Eisensprödigkeit nach dem Beizen*. Bei C-Stählen (hochweichen bzw. harten 0,6%ig. C-Stählen) nahm die Biegecharakteristik nach 30 Min. langer Beizung in 10%ig. HCl von 42 bzw. 30 auf 11 bzw. 9 ab. Bei gleicher chem. Zus. hängt die Geschwindigkeit der H-Diffusion von der Graphitform (Blättchen- oder Kugelform) ab. Sie ist ferner der Blechdicke bzw. dem Drahtdurchmesser umgekehrt proportional u. in der Hitze stets viel größer als in der Kälte. Es scheint, daß gewisse Einschlüsse im Sinne einer Förderung der Rückumwandlung von atomarem H in molekularen wirken. Die Beizsprödigkeit ist unter sonst gleichen Bedingungen bei gereckten Metallen eine andere als bei den durch Glühen rekryst., wobei ihre anfänglich große Steigerung im allg. mit fortschreitender Beizdauer abnimmt. Man benutzt gegenwärtig am häufigsten 20—30%ig. H_2SO_4 -Bäder von 65° (Beizdauer bei frischen bzw. verbrauchten Lsgg. 15—20 Min. bzw. 1—2 Stdn.) u. 15—25%ig. HCl-Bäder bei kürzeren Beizdauern als die oben angeführten. (Mét. Corrosion-Usure 17. (18.) 177—81. Okt. 1942.) POHL

Thorbjørn Heilmann, Dänemark, *Herstellung oder Schmelzung von Metallen in einem Dreh- oder ähnlichen Ofen* in Ggw. einer nicht fl. Reinigungsschlacke, die getrennt von dem hergestellten oder erschmolzenen Metall aus dem Ofen abgezogen wird. Die Schlackenbildner u. im Falle der Herst. von Metall gegebenenfalls auch ein Teil oder das ganze zu red. Erz werden vor ihrer Aufgabe in den Drehofen bzw. vor Beginn der Herst. u./oder Erschmelzung des Metalls calciniert, um CO_2 u. das Hydratwasser auszutreiben. Das Beschickungsgut wird kontinuierlich in den Ofen aufgegeben. In gleicher Weise wird das fl. Metall u. die nicht fl. Schlacke aus dem Herstellungs- oder Schmelzofen entfernt. Die zu calcinierenden Schlackenbildner sind stark bas. u. enthalten u. a. $CaCO_3$ u. $MgCO_3$. Die Schlacke allein oder in Verb. mit der Gangart des Erzes wird während des Verf. in ein in W. oder Luft härthbares Bindemittel wie Zement, hydraul. Kalk oder einen ähnlichen Stoff umgewandelt. Die zu calcinierenden Schlackenbildner enthalten CaS. Die Calciniierung wird daher so geführt, daß der S, vorteilhaft als SO_2 ausgetrieben wird, das in bekannter Weise zur Herst. von H_2SO_3 verwendet wird. Das Erz enthält $FeCO_3$ u. kann gleichfalls mit der Schlacke zusammen calciniert werden. Das Calciniieren erfolgt in einem Drehtrommel- oder einem ähnlichen Ofen. Die aus dem Reduktions- oder Schmelzofen entweichenden CO_2 -haltigen Gase werden ganz oder teilweise zum Beheizen des Calciniierofens verwendet. Das calcinierte Gut wird unmittelbar ohne wesentliche Abkühlung in den Reduktions- oder Schmelzofen aufgegeben. Die Calciniierung kann in einem Vorwärmer stattfinden, der dem Reduktions- u./oder Schmelzofen vorgeschaltet ist u. dem die Abgase dieses Ofens ganz oder teilweise zugeführt werden. Das calcinierte Gut wird vor seiner wesentlichen Abkühlung mit dem übrigen Beschickungsgut des Reduktionsofens vermischt. Die Red. u. oder Schmelzung geht im Calciniierofen vor sich, wobei die Reduktionsmittel hinter der Zone eingeführt werden, in der die Calciniierung ganz oder im wesentlichen erfolgt ist. In den Ofen wird vor der Zone, in die die Reduktionsmittel eingeführt werden, oder zusammen mit diesen Luft zur Verbrennung der brennbaren Abgase eingeführt, wobei die Verbrennungswärme zum Calciniieren der am oberen Ende des Ofens eingeführten Stoffe verwendet wird. Gegebenenfalls wird ein Teil des brennbaren Gases aus dem Ofen bzw. der Reduktions-

u. oder Schmelzzone abgezogen u. kann anderweitig verwendet werden. (F. P. 883 137 vom 16/6. 1942, ausg. 24/6. 1943. Dän. Prior. 17/6. 1941.) WITSCHER

S. Erbsloh, Johannisberg, Rheingau, *Bindemittel* zur Herstellung von Modellen u. Kernen für die *Gießerei*, bestehend aus *Bentonit-Ton*, dem einige Prozente lösl. Alkali-verb. mehr zugesetzt wurden als notwendig sind, um das Höchstmaß der Quellung zu erreichen. (Belg. P. 445 250 vom 17/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 26/6. 1939.) M. F. MÜLLER

Röchling'sche Eisen- u. Stahlwerke G. m. b. H., Völklingen, *Herstellung von vanadinreichem Roheisen*. Thomasroheisen mit geringem V-Geh. wird im bas. Konverter unter Zusatz von Feinkalk u. gegebenenfalls Kühlschrott einige Min. vorgerührt. Die entstehende V-reiche Schlacke wird in einem Spezialhochofen zusammen mit sauren Fe-Erzen verhüttet. Das hierbei erhaltene V-reiche Roheisen, z. B. mit 1,5% V, wird ebenfalls vorgerührt u. liefert eine V-reiche Schlacke, z. B. mit 10% V, die zur Gewinnung von reinem V geeignet ist. Das restliche Thomasroheisen wird zu Thomasstahl verarbeitet. (Belg. P. 446 107 vom 24/6. 1942. Auszug veröff. 16/4. 1943. D. Prior. 7/7. 1941.) WITSCHER

Félix Thuaud, René-Jean Boulic und René Schnebelin, Frankreich, *Herstellung von Werkzeugstählen und anderen Stählen wie Schnellstählen*. Ein wirksamer u. genau dosierter Zusatz von V wird dadurch erzielt, daß das V in das Metallbad zuletzt zusammen mit stark wirkenden Desoxydationsmitteln aufgegeben wird. Die dem Metallbad zusammen mit V zuzusetzenden Desoxydationsmittel sind Si, Mn, wenig Ti u. sehr wenig Holzkohle, wobei das Ti durch Ta oder eine Mischung aus Ti u. Ta ersetzt sein kann. Ein nach der Erfindung hergestellter Schnellstahl hat z. B. folgende Zus.: Cr 18—21%; Mo 9,5—11%; C 1,10—1,20%; V 1,2—3%; Ti 0,3—0,4%, oder Ta 1%; Si 0,25—0,4%; Mn 0,4—0,8%. (F. P. 883 611 vom 26/6. 1942, ausg. 9/7. 1943.) WITSCHER

Friedrich Sierp, Ferdinand Fränzeleier und Wilhelm Schulz, Deutschland, *Ausfällung von Kupfer aus seinen Lösungen*. Um bei der Zementierung eine Oxydation durch Luftsauerstoff zu vermeiden u. doch eine Rührung mittels Gas zu bewerkstelligen, wird der gebildete Wasserstoff aufgefangen u. zurückgeführt. (F. P. 889 945 vom 13/1. 1943, ausg. 24/1. 1944. D. Prior. 28/11. 1941.) GRASSHOFF

Bernhard Berghaus (Erfinder: Gerhard Hagedorn), Berlin, *Elektrisches Widerstands-Ein- oder Doppelpunktschweißen (von Leichtmetallen)*. Die Elektroden bilden in bezug auf die von der sek. Stromschleife umschlossene Fläche einen überstumpfen Winkel u. sind in bezug auf eine Vergrößerung der Stromschleife nachgiebig ausgebildet. Die natürlichen, auf die Stromschleife erweiternd wirkenden Stromkräfte werden durch ein auf die stromführenden Teile der Elektrodenhalter bzw. die Elektroden einwirkendes elektromagnet. Wechselfeld oder dadurch, daß einem fest angeordneten Eisenkern ein an den Elektrodenhaltern oder den Elektroden befestigter Eisenkern gegenübersteht, die beide von dem sek. Schweißstrom im gleichen Sinne magnetisiert werden, verstärkt. (D. R. P. 741 007 Kl. 21h vom 14/11. 1940, ausg. 2/11. 1943.) STREUBER

Établissements L. Sauvageau & Cie., Frankreich, *Auftragen von harten (säurebeständigen) Metallen durch die elektrische Lichtbogenschweißung*. Die Schweißelektroden bestehen aus weichem Stahl u. besitzen eine Umhüllung, die desoxydierende Stoffe u. hoch schmelzende Metalle enthält, die nach dem Aufschmelzen durch den Lichtbogen Carbide dieser Metalle ergeben. Die hoch schmelzenden Metalle (bes. W u. Cr) können in der Umhüllung als Carbide oder als Mischungen von Ferrolegierungen der Metalle mit Graphit vorliegen, außerdem kann die Umhüllung Mo, V, Ti oder ihre Ferrolegierungen enthalten. Als desoxydierende Stoffe können Si, Eisenoxyd, Calciumcarbonat oder -fluorid od. dgl. zugegen sein. (F. P. 886 963 vom 19/6. 1942, ausg. 29/10. 1943.) STREUBER

E. Heyn, Metalografía. Iniciación al conocimiento de los metales y sus aleaciones, basada principalmente en las aplicaciones de la Micrografía por E. Heyn y O. Bauer. Traducción por Julio Martínez Borsó. Segunda edición. Barcelona; Editorial Labor. 1944. (266, I, XX S.) ptas. 22.—.

General Metallography. London; Wiley; Chapman & H. 1944. (292 S.) 19 s. 6 d.

IX. Organische Industrie.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Regenerierung von für die Umwandlung von Kohlenwasserstoffen gebrauchter Schwefelsäure*. Man verd. die H_2SO_4 , die zur Polymerisation von Olefinen oder zu Alkylierungsrrk. gedient hat, mit W. bis auf eine Konz. von 50—60%, gegebenenfalls unter gleichzeitigem oder anschließendem Erwärmen auf 60—100°, wobei sich die öligen Bestandteile als obere Schicht absetzen, die entfernt wird. Die noch in der verd. Säure verbliebenen Reste organ. Substanzen

werden mittels CARO'scher Säure, Perchlorsäure, Chlor, Perschwefelsäure, Salpetersäure oder dgl. oxydiert, wobei eine Aufhellung der H_2SO_4 stattfindet. Die verd. Säure wird dann konz., indem man sie z. B. durch mit Koks oder anderen Füllstoffen angefüllte Türme im Gegenstrom zu heißen Verbrennungsgasen rieseln läßt oder indem man Oleum oder Schwefelsäureanhydrid zugebt. (F. P. 887 959 vom 17/11. 1942, ausg. 29/11. 1943. D. Prior. 3. 12. 1941.)

BEIERSDORF

I. G. Farbenindustrie Akt. Ges., Frankfurt a. M., *Verzweigte Diolefine mit konjugierten Doppelbindungen*. In Ausbildung des Hauptpatents kommen als Ausgangsstoffe ein- oder mehrmals alkylierte 1,3-Dioxane zur Anwendung. Aus 4-Methyl-1,3-dioxan, dampfförmig im Gemisch mit W.-Dampf bei 250° über einen Phosphorsäure-Katalysator geleitet, erhält man Butadien mit 52% Ausbeute, aus 4,5-Dimethyl-1,3-dioxan neben etwas Buten-2 mit 49% Isopren, aus 4-Butyl-1,3-dioxan mit 43% Heptadien-1,3. (F. P. 51 937 vom 3/2. 1942, ausg. 25/5. 1943. D. Prior. 7/12. 1938. Zus. zu F. P. 858 798; C. 1941. I. 2722.)

GANZLIN

Consortium für Elektrochemische Industrie G. m. b. H., München, *Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Pentachlorbutadien (I)*. Man leitet in der Stde. 31 Trichloräthylen (II), dem pro 1 0,02 g Fe-Chlorid zugesetzt werden, bei 240° u. einem über dem Dampfdruck von II gehaltenen Druck durch ein 1 m langes mit Pb ausgekleidetes Rohr von 5 cm Durchmesser. Das erhaltene Prod. besteht zu 60% aus unverändertem II u. zu 40% aus hochsd. Chlor-KW-stoffen, die zu 90% aus I, zu 8% aus Hexachlorbutylen (III) u. zu 2% aus höhermol. Verbb. bestehen. Bei abnehmender Polymerisationsgeschwindigkeit wird der Fe-Chlorid-Zusatz vermindert, bei Absinken der III-Spaltung unter 90% vermehrt. (Holl. P. 54 574 vom 20/6. 1941, ausg. 15/5. 1943. D. Prior. 22/6. 1940.)

GANZLIN

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Otto Pesta, Ludwigshafen a. Rh., u. Friedrich Ebel, Mannheim-Feudenheim), *Methylbutin-(3)-ol-2 (I)* erhält man durch Einwirkenlassen von Acetylen (II) auf Aceton (III) in fl. Phase in Ggw. von Alkali- oder Erdalkalihydroxyden. — Ein Gemisch aus III u. 5% ig. wss. NaOH wird bei 95° unter 20—25 at. einem II-Stickstoffgemisch mit 80% II-Geh. ausgesetzt. Man läßt pro Stde. 5 l III u. 2,25 l NaOH frisch hinzutreten u. nimmt die gleiche Flüssigkeitsmenge an anderer Stelle des druckfesten Rührgefäßes von 150 l Inhalt laufend ab. II wird ständig ergänzt. Die entnommene Fl. wird entspannt u. unverbrauchtes III u. II im Kreislauf zurückgeführt. Aus der wss. Fl. treibt man nach Sättigen mit CO_2 ein bei 90° sd. Gemisch aus 74% I u. 26% W. ab. Kp. von I (wasserfrei): 103 bis 104°. (D. R. P. 744 081 Kl. 120 vom 21/7. 1938, ausg. 11/1. 1944.)

GANZLIN

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Nitrilen*. Die Schmelztemp. der Gemische der Ausgangsstoffe u. W. wird unterhalb derjenigen der Ausgangsstoffe gehalten, bes. unterhalb 100°. (Belg. P. 445 370 vom 28/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 14/12. 1940.)

M. F. MÜLLER

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von α , β -Dihalogenacrylnitrilen und -estern*. Man leitet α , β , β -Trihalogenpropionitrile (I), die man aus Acrylnitril oder aus β -Halogenpropionitril durch Einw. von Halogen erhalten kann, in Dampf- form bei Temp. zwischen 300 u. 450° über grobberflächige Stoffe oder über andere Stoffe, die geeignet sind, Halogenwasserstoffsäure zu eliminieren, z. B. Kupfer(I)-chlorid, Erdalkalichloride, wie $BaCl_2$, Al u. Kalk. Man kann die I auch in fl. Phase mit Mitteln erhitzen, die die Halogenwasserstoffsäure zu binden vermögen, z. B. Na-Acetat, K_2CO_3 , Anilin, Mono- u. Dimethylanilin, Chinolin, Pyridin, Methyläthylpyridin u. Methylpyrrolidin, u. die gebildeten α , β -Dihalogenacrylnitrile durch Vakuumdest. gewinnen. Sie eignen sich zur Herst. von plast. MM. u. sind ferner als Insektenvertilgungsmittel geeignet. — Die α , β -Dihalogenacrylester werden erhalten, indem man I unter Verseifung der Nitrilgruppe mit einem Alkohol verestert u. aus dem entstandenen Trihalogenpropionsäureester die Halogenwasserstoffsäure eliminiert oder auch indem man diese aus dem I eliminiert u. das entstandene Dihalogenacrylnitril unter Verseifung mit einem Alkohol verestert. Die Ester sind Ausgangsstoffe für neue chem. Reaktionen. Man erhitzt z. B. 400 (Teile) α , β -Dichlor- β -brompropionsäure u. 1 Cu zusammen auf 120° u. gibt hierzu 258 Chinolin mit solcher Geschwindigkeit, daß die Temp. nicht über 140° steigt. Nachdem das ganze Chinolin zugesetzt ist, erhitzt man noch weitere 10 Min. auf diese Temp. u. gewinnt schließlich das Rohprod. durch Dest., um daraus durch fraktionierte Dest. das α , β -Dichloracrylnitril zu erhalten. (F. P. 885 177 vom 14/8. 1942 ausg. 7/9. 1943. D. Prior. 29/8. u. 1/12. 1941.)

PROBST

The Distillers Co., Ltd., Edinburgh (Erfinder: Hanns Peter Staudinger, Ewell, und Karl Heinrich Walter Tuerck, Banstead, *Herstellung von ungesättigten Säuren und*

Estern, besonders von Acrylsäure bzw. ihren Estern. Man unterwirft eine Verb. der allg. Formel: $H-C(OR_3)=CR_1-COOR_2$, worin $R_1=H$ oder ein Alkylradikal, $R_2=$ ein Alkylradikal u. $R_3=H$ oder ein Säureradikal ist, der Hydrierung, um die Doppelbindung abzusättigen, u. beseitigt hierauf von dem Hydrierungsprod. die Gruppe R_3OH durch ein Dehydrierungsmittel oder durch Alkali. Die Hydrierung kann in neutraler Lsg. vorgenommen werden, sie kann unter Verwendung von Aluminiumamalgam in Ggw. von W. u. gegebenenfalls unter überatmosphär. Drucken erfolgen. Andere Katalysatoren sind Ni oder eine Ni-Verbindung. Die Temp. wird zweckmäßig nicht über 120° gesteigert, es kann auch in Abwesenheit von W. hydriert werden. Man löst z. B. 10 g Na-Verb. des Formylsäureäthylesters in 100 ccm W., säuert an u. extrahiert mit Äther, zu der noch feuchten äther. Lsg. setzt man 2 g Aluminiumamalgam. Nach 3 Stdn. wird filtriert u. das Aluminiumhydroxyd sorgfältig ausgewaschen. Hierauf wird der Äther abdest. u. der Rückstand mit 80% H_2SO_4 zum Zwecke der Dehydrierung destilliert. (E. P. 531 968 vom 13/7. 1939, ausg. 13/2. 1941.)

PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von in Wasser löslichen Acryl- bzw. Methacrylsäureestern und -amiden.* Man erhält solche Verbb., wenn man in W. lösl. Amide u. Ester der β -Chlorpropionsäure oder der β -Chlorisobuttersäure in wss. Medium mit alkal. reagierenden Stoffen erhitzt. Diese Ester u. Amide der Acrylsäure eignen sich zur Herst. von plast. MM. u. als Textilhilfsmittel. Aus N- β -Chlorpropionylanthranilsäure erhält man z. B. N-Acrylanthranilsäure (F. 147—148°), aus N- β -Chlorpropionyl-p-aminobenzoesäure die N-Acryl-p-aminobenzoesäure (F. 220° unter Zers.). Weitere Säuren sind z. B. N-Methacrylanthranilsäure (F. 170°), N-Methacryl-p-aminobenzoesäure (F. 204—205° unter Zers.), N-Acrylsulfanilsäure, N-Acrylaminoessigsäure, N-Acryltaurinsäure, Glykolsäureacrylester, 2-Acrylamino-5-naphthol-7-sulfonsäure, 2-Methacrylamino-5-naphthol-7-sulfonsäure. (F. P. 882 879 vom 4/6. 1942, ausg. 17/6. 1943. D. Prior. 8/7. 1940.)

PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Acrylsäureamiden und ihren Homologen.* Man behandelt β -Chlorpropionsäureamide der Formel $CICH_2 \cdot CHR \cdot CO \cdot N(R_1R_2)$, gegebenenfalls in Lsg. oder Suspension, mit Alkalien oder alkal. reagierenden Stoffen. In der Formel bedeuten R_1 u. R_2 einen Alkyl-, Aralkyl-, Aryl- oder cycloaliph. Rest oder auch einen heterocycl. Rest. R_1 kann auch ein H-Atom sein. R kann ein H-Atom oder ein Alkylrest sein. Auf diese Weise lassen sich z. B. umsetzen das [β -Chlorpropionyl]-n-butylamid, -benzylamid, -anilid, -N-methylanilid, -cyclohexylamid, - β -naphthylamid, -diäthylamid, -diphenylamid, -diisobutylamid, -di-n-butylamid, -diisohexylamid, -diisooptylamid, -octadecylamid, -piperidid, -pyrrolidid, -carbazolidid u. -tetrahydrocarbazolidid, ferner z. B. β -Chlorisobuttersäure-cyclohexylamid u. -diphenylamid. (F. P. 882 123 vom 18/5. 1942, ausg. 18/5. 1943. D. Prior. 31/8. 1939.)

PROBST

Standard Oil Development Co., Del., übert. von: Ober C. Slotterbeck, Elizabeth, N. J., und Samuel W. Tribit, New York, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Maleinsäure.* Man führt freien Sauerstoff enthaltendes Gas im Überschuß zu der für die vollständige Verbrennung erforderlichen Menge mit einem oxydierbaren, wenigstens 4 C-Atome im Mol. enthaltenden, ungesätt. KW-stoff u. mit W.-Dampf, der in einer Menge vorhanden ist, die größer ist als die von der vollständigen Verbrennung dieses oxydierbaren, ungesätt. KW-stoffs herrührende, über einen Oxydationskatalysator aus der Klasse der Oxyde u. Salze des V, Bi, U, W, Cr, Mn, Mo bzw. Gemische dieser bei Temp. zwischen 250 u. 400° u. trennt die gebildete Maleinsäure von dem Reaktionsgemisch ab. (A. P. 2 260 409 vom 4/10. 1938, ausg. 28/10. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Off. vom 28/10. 1941.)

PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Fumar- und Maleinsäureestern.* Man verestert Dinitrile von Aethylendicarbonsäuren mit Alkoholen in Ggw. von starken Säuren, z. B. Fumarsäuredinitril mit A. oder Methylalkohol oder Maleinsäuredinitril mit Methylalkohol jeweils in Ggw. von konz. Schwefelsäure. (F. P. 887 252 vom 27/10. 1942, ausg. 9/11. 1943. D. Prior. 1/10. 1941.)

PROBST

Usines Chimiques Hongroises Soc. An., Ungarn, *Herstellung von Monoäthylbenzol.* Man alkyliert Bzl. mit Äthylen mittels $AlCl_3$. Um hierbei die Bldg. höherer Alkylierungsprod. weitgehend einzudämmen, wird dem Reaktionskessel ständig Bzl. u. Äthylbenzol entnommen, außerhalb des Kessels durch Dest. getrennt u. das Bzl. wieder zurückgeführt. (F. P. 889 510 vom 30.12. 1942, ausg. 12/1. 1944 Ung. Prior. 15/12. 1941.)

J. SCHMIDT

May & Baker Ltd., Frankreich, *Stilbenabkömmlinge.* Stilbendinitrile werden mit Metallamiden in Stilbendiamidine übergeführt. Z. B. erhitzt man eine Lsg. von 10 g 4,4-Dicyanostilben in 110 ccm Anisol mit 4,2 g $NaNH_2$ 6 Stdn. unter Rückfluß. Beim

Aufarbeiten erhält man 4,4'-Diamidinostilben (*Dihydrochlorid*, F. 300°). (F. P. 52 327 vom 8/12. 1941, ausg. 1/2. 1944. E. Prior. 9/12. 1940. **Zus. zu F. P. 862 284; C. 1941. II. 3291.**)

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., 1-Arylamino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure. In Abänderung des Verf. des It. P. 390 047 (vgl. C. 1943. I. 451) erfolgt die Umsetzung der 1-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure oder 1,5-Dioxynaphthalin-7-sulfonsäure (I) bzw. ihrer Salze mit prim. arom. Aminen in Ggw. von schwefeligen sauren Salzen. Man kann auch den Schwefligsäureester von I mit prim. arom. Aminen reagieren lassen. (It. P. 395 544 vom 28/5. 1941. D. Prior. 13/6. 1940.)

Deutsche Revisions- und Treuhand-A. G., Berlin, *Furfurol*. Zum Abspalten von Furfurol aus Pflanzenstoffen wird HBr allein oder gemeinsam mit anderen Säuren verwendet. Dadurch wird die Ausbeute erhöht. Z. B. wird Xylose mit einer Säurelg., die 26% H₂SO₄ u. 4% HBr enthält, 2 Stdn. unter gleichzeitigem Abdest. des entstandenen *Furfurols* erhitzt. Die Ausbeute beträgt 64%. Die gleiche Ausbeute erhält man bei alleiniger Benützung von HBr mit 20%ig. HBr in 65 Min., mit 16%ig. HBr in 3 Stdn. u. mit 10%ig. HBr in 4 Stunden. Man kann auch unter Druck arbeiten. (Holl. P. 56 149 vom 30/12. 1941, ausg. 15/4. 1944. D. Prior. 21/3. 1940.)

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von α -Pyrrolidonen* durch katalyt. Red. von γ -Nitrocarbonsäuren, ihren Estern oder Amiden. (Belg. P. 445 042 vom 1/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 4/4. 1941.) M. F. MÜLLER

X. Färberei. Organische Farbstoffe.

H. A. Thomas, *Moderne Technik der Kunstseidenfärberei*. IV. (III. vgl. C. 1943. II. 2265.) Begriff des färber. Gleichgewichts bei Kunstseiden: Gleichgewicht im Färbebade bedeutet noch nicht Gleichgewicht im Syst. Farbstoff-Faser-W.-Elektrolyt. Hierzu gehört, daß der Farbstoff genügend tief ins Faserinnere eingedrungen ist. Bei direkten Farbstoffen u. nicht zuviel Elektrolyt ist dies meist der Fall, nicht aber bei Küpenfarbstoffen. Bei *Caledonjadegrün XS* z. B., bei 60° gefärbt, ist das Bad nach 3 Min. ausgezogen, während die völlige Durchdringung der Faser 24 Stdn. erfordert. Ähnlich verhält sich das substantive *Benzopurpurin 4 B*. Vgl. dazu auch BOUTON u. MORTON, (C. 1940. I. 789). Für viele direkte u. Küpenfarbstoffe kann auch eine entsprechende Desorption in einem Bade ohne Farbstoff gezeigt werden. Zur Prüfung des Verb. von Farbstoffen dient das „Verf. der Egalisierung mit weißem Strang“. Dabei werden ein weißer u. ein gefärbter Strang in einem Färbebade ohne Farbstoff so lange behandelt, bis beide die gleiche Farbtiefe zeigen. Je nach der Zeit, die hierzu nötig ist, werden die Farbstoffe als sehr schlecht bis ausgezeichnet bezeichnet. Die Meth. eignet sich auch für Mischfasern, wie Zellwolle u. Caseinfaser. Beim Färben von Kunstseide mit verschied. Einzeltitern tritt die Verschiedenheit der Diffusion bes. hervor. Feinere Einzeltitern färben schneller durch, aber schließlich erscheinen die gröberen dunkler. Bei Farbstoffen, die als Klasse „B“ bezeichnet werden, wird bei 20° 150/36 in 1/2 Stde. tiefer angefärbt als 150/21, wird aber die Temp. erhöht, so wird 150/21 tiefer gefärbt; *Caledonrot BNS* u. *Caledongrün RCS* gehören hierher. Bei Klasse „C“ wird 150/21 bei Temp. zwischen 20 u. 60° in der ersten 1/2 Stde. stärker angefärbt (*Durindone-rosa FF8* u. *Caledonjadegrün XS*). Näheres s. BOUTON u. MORTON (C. 1940. II. 1360 u. früher). Genannte Forscher messen die Salzmenge, bei der bei 90° die Hälfte des gesamten direkten Farbstoffs zur Erreichung des Gleichgewichts von der Viscosekunstseide aufgenommen wird. Dann wird mit der ermittelten Salzmenge auf frischem Bade bei 90° bis zu 25% der Farbstofferschöpfung gefärbt. Diese „Halbfärbezeit“ wird in Min. gemessen. *Chlorazol Fast Orange G* hat mit 0,07 Min. die kürzeste, *Chlorantine Fast Scarlet BNLL* mit 260 Min. die längste „Halbfärbezeit“. Bei Küpenfarbstoffen besteht keine Beziehung zwischen Auszieh- u. Diffusionsgeschwindigkeit. (Text. Manufacturer 69. 219—22. Mai 1943.)

—, *Färben von Sackstoffen*. Färben von Sackstoffen aus Jute u. Hanf mit sauren Farbstoffen im ameisensauren Bade; schwarze Farbstoffe, wie Naphtholblauschwarz u. ä. Verwendung von blauen, braunen u. schwarzen Schwefelfarbstoffen; ein gewisser Graustich bei Schwefelschwarz wird durch Schönen mit Blauholz ausgeglichen, billiger auch mit Methylenblau. Ist ein Entschlichten der Sackstoffe nötig, so geschieht dies durch Abkochen in W. oder in Sodalösung. (Dyer, Text. Printer, Bleacher, Finisher 90. 173. 175—76. 3/9. 1943.)

Raffaël Sansone, *Das heutige Schwarz und seine Wichtigkeit für das Drucken von Zellwoll-, Viscose- und Acetatkunstseidengewebe und für Mischware aus diesen Fasern*. (Fortsetzung zu C. 1943. I. 2538.) Weitere Beispiele, Druckvorschriften. Abb. von Mustern. (Allg. Text.-Z. 1. 77—81. 12/6. 1943.)

I. R. Geigy A.-G., Basel, *Darstellung eines Kondensationsproduktes*, dad. gek., daß *Stearoyltriaminotriäthylbiquanid* (I), *Urethan* (II) u. *Formaldehyd* (III) bis zur Erreichung der in W. lösl. Kondensationsstufe kondensiert werden. Das neue Prod. ist ein wasserlösl. helles Harz, welches mit Säuren wasserlöslich. Salze bildet u. auch in A. lösl. ist. Die Lsgg. dienen zum Nachbehandeln von mit Direktfarbstoffen gefärbten natürlichen oder umgefällten Cellulosefasern. — 25 (Teile) I werden über Nacht in 100 A. mit 4,5 II u. 5,5 III 30%ig. bei Kochtemp. kondensiert. Das Reaktionsprod. wird durch Eindampfen erhalten. (Schwz. P. 226 853 vom 5/4. 1940, ausg. 2/8. 1943. **Zus. zu Schwz. P. 224 216; C. 1944. I. 721.**)

M. F. MÜLLER

Deutsche Glastechnische Gesellschaft, Deutschland, *Färben von Glasfasern*. Zu D.R.P. 737 618, C. 1943. II. 1573 u. D.R.P. 738 145, C. 1943. II. 1574 ist nachzutragen, daß die mit HF u. KOH behandelten, gespülten u. getrockneten Fasern mit Lsgg. oder Zubereitungen synthet. fetter Stoffe von erhöhtem Mol.-Gew., wie sie als *Isoliermittel* in der elektrischen Industrie verwendet werden, ebenso wie mit Farbstoffen oder zusammen mit diesen behandelt werden können. In Betracht kommen z. B. sulfonierte Öle, Fettalkoholsulfonate u. Zubereitungen aus diesen Stoffen, welche Paraffine, Wachse, hochpolymere synthet. Stoffe, Neutralfette oder Cellulosederivv. enthalten (F. P. 880 335 vom 19/3. 1942, ausg. 23/3. 1943. D. Priorr. 19/3., 30/6. u. 12/11. 1941.) **SCHMALZ**

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Monoazofarbstoffe*. Zu Schwz. P. 225 362, C. 1944. I. 61. sind die *Halbester* aus *Sulfochloroessigsäure* u. den folgenden Farbstoffen nachzutragen: *N-Äthyl-N-oxäthylaminobenzol* ← *1-Amino-4-nitrobenzol*, färbt *Acetatkunstseide* (E) aus neutralem Glaubersalzbade scharlachrot, oder ← *1-Amino-2-chlor-4-nitrobenzol* oder *1-Amino-2-cyan-4-nitrobenzol* (II), rot u. rotstichig violett oder ← *1-Amino-2-nitrobenzol*, orange oder ← *Anilin* oder *Chloranilin*, gelb; *1-Dioxäthylamino-3-methylbenzol* (I) ← II, tief violett oder ← *1-Amino-2-cyan-4-nitro-6-chlorbenzol* violettstichig blau; *1-Amino-2-cyan-4,6-dinitrobenzol* → I, lebhaft blau oder → *1-Oxäthylamino-3-methylbenzol*, ebenso. — In den Farbstoffen, die 2 Oxalkylgruppen enthalten, können eine der beiden oder beide Oxalkylgruppen verestert sein. Die Alkali- u. Ammoniumsalze der Farbstoffe sind außerordentlich leicht in W. lösl. u. besitzen ausgezeichnete Affinität zu E. (F. P. 882 145 vom 18/5. 1942, ausg. 18/5. 1943. Schwz. Priorr. 29/5. 1941 u. 16/4. 1942.) **SCHMALZ**

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Carl Theo Schultis, Bergen-Enkheim, Krs. Hanau, Erich Kamp, Leverkusen-Wiesdorf, Walter Brunner, Frankfurt a. M.-Fechenheim, und Werner Schleifenbaum, Leverkusen, I. G. Werk), *Monoazofarbstoffe*. Zu Schwz. P. 225 367, C. 1944. I. 61. sind die folgenden Wollfarbstoffe nachzutragen: *2-Amino-4,6-dimethyl-5,2',4'-trichlor-1,1'-diphenyläther* → *1-(2',5'-Dichlorbenzoylamino)-8-oxynaphthalin-4,6-disulfonsäure* (I), färbt Wolle aus saurem oder neutralem Bade bes. lebhaft rot; *2-Amino-4,6-dimethyl-5-chlor-1,1'-diphenyläther* ← *1-(2',5'-Dimethyl-4'-chlorphenylsulfoylamino)-8-oxynaphthalin-3,6-disulfonsäure* (V), bläulich rot; *2-Amino-3',4,6-trimethyl-5,4'-chlor-1,1'-diphenyläther* → I, sehr lebhaft rot; *2-Amino-4,6-dimethyl-5-chlor-4'-isooctyl-1,1'-diphenyläther* → *1-Benzoylamino-8-oxynaphthalin-3,6-disulfonsäure* (II), bläulich rot; *2-Amino-4,6,2'-trimethyl-1,1'-diphenyläther* → I, lebhaft rot; *2-Amino-4,6,3',5'-tetramethyl-1,1'-diphenyläther* → II, lebhaft rot; *2-Amino-4,6-dimethyl-2',4'-dichlor-1,1'-diphenyläther* → I, leuchtend rot; *2-Amino-4,6-dichlor-2'-methyl-1,1'-diphenyläther* → *1-Benzoylamino-8-oxynaphthalin-4,6-disulfonsäure* (III), lebhaft gelbstichig rot; *2-Amino-4,6-dimethyl-4'-tert.-butyl-1,1'-diphenyläther* → I, leuchtend rot; *2-Amino-4,6,2'-trichlor-1,1'-diphenyläther* → *1-(2',4'-Dichlorbenzoylamino)-8-oxynaphthalin-4,6-disulfonsäure* (IV), leuchtend gelbstichig rot; *2-Amino-4,2',4'-trichlor-1,1'-diphenyläther* → I, lebhaft rot; *2-Amino-4,2',5'-trichlor-1,1'-diphenyläther* → III, lebhaft gelbstichig rot; *2-Amino-5,2',4'-trichlor-1,1'-diphenyläther* → I, lebhaft rot; *1-Amino-2',4',5'-trichlor-1,1'-diphenyläther* → IV, leuchtend rot; *2-Amino-1,2',4',6'-tetraclor-1,1'-diphenyläther* → V, lebhaft bläulich rot; *2-Amino-4-trifluormethyl-2',4',6'-trichlor-1,1'-diphenyläther* → I, lebhaft gelbstichig rot. (D. R. P. 740 423 Kl. 22a vom 21/12. 1940, ausg. 20/10. 1943.) **SCHMALZ**

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Helmut Kleiner, Köln-Mülheim, und Karl Taube, Leverkusen, I. G. Werk), *Trisazofarbstoffe*. Zu Schwz. P. 225 368, C. 1944. I. 123. sind die folgenden Farbstoffe nachzutragen: [Cu-Verb. des Monoazofarbstoffs *1-Amino-2-oxylbenzol-5-sulfonsäure* → *1,3-Dioxybenzol*] (II) ← *1-(4'-Aminobenzoylamino)-4-aminobenzol* (I) → *1,3-Diamino-6-methylbenzol*, färbt *Baumwolle* rotbraun, mit *1-Diazo-4-nitrobenzol* (III) entwickelt gut ätzbar, wasch- u. lichtecht satt dunkelbraun; II ← *4,4'-Diaminodiphenyl* → *1,3-Diaminobenzol*, violettbraun, mit III entwickelt sehr licht- u. waschecht dunkelbraun; II ← *4,4'-Diaminodiphenylharnstoff* → *3-Aminophenylaminoessigsäure* (IV), rotbraun, mit III entwickelt gelbbraun; II ← I →

3-Aminodiphenylamin, rotstichig dunkelbraun, mit III entwickelt gelbstichig dunkelbraun oder → IV, rotbraun, mit III entwickelt gelbbraun. (D. R. P. 741 086 Kl. 2a vom 2/7. 1939, ausg. 4/11. 1943.) SCHMALZ

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Leukoschwefelsäureestersalze*. Man führt in üblicher Weise die durch Ätzalkalischmelze (I) der Kondensationsserzeugnisse aus Halogen-Bz-benzanthronylpyrazolanthronen u. α -Aminoanthrachinonen erhältlichen Küpenfarbstoffe in ihre Leukoschwefelsäureestersalze (II) über. — Man erhält die II in guter Ausbeute. Sie besitzen eine gute Löslichkeit u. gute Druckeigenschaften. Die Drucke auf Baumwolle oder Kunstseide zeigen ein neutrales Grau, das bisher mit anderen bekannten Leukoschwefelsäureestersalzen nicht erhalten werden konnte. Beschrieben ist die Herst. der II aus dem durch die I von Bz-1-(6- α -Anthrachinonylaminobenzanthronyl)-Py-1-pyrazolanthron erhältlichen Küpenfarbstoff. (F. P. 889 328 vom 21/12. 1942, ausg. 6/1. 1944. D. Prior. 22/12. 1941.) ROICK

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Schwefelfarbstoffe*. Man behandelt Monoaminoanthracen oder Diaminoanthracene, ihre am Stickstoff substituierten Deriv., bes. Monoarylaminoanthracene, Diarylaminoanthracene, Monoarylaminoanthrachinone oder Diarylaminoanthrachinone oder Kernsubstitutionserzeugnisse dieser Verbb. mit schwefelnden Mitteln u. arbeitet die rohe Schmelze in üblicher Weise auf. — Die erhaltenen Farbstoffe färben die pflanzliche Faser (F) aus dem Natriumsulfidbad in gut lichtechten grauen, grünstichigen, braunen bis schwarzen Tönen. — In eine sd. Polysulfid-Lsg., erhältlich aus 140 (Teilen) kryst. Na-Sulfid u. 80 Schwefel, trägt man sd. 40 2-Aminoanthracen ein, erhitzt einige Stdn. bei 118° unter Rückfluß u. trocknet die Schmelze ein, indem man die Temp. etwa 8 Stdn. auf 270—280° hält. Man trägt in eine Lsg. von Na-Sulfid u. NaOH ein u. scheidet den Farbstoff aus der wss. Lsg. durch Ansäuern aus. Er stellt ein dunkelgraues Pulver dar u. färbt F sehr lichtecht schwarzbraun. (Einen ähnlichen Farbstoff erhält man, wenn man die Schwefelung allein mit Schwefel ausführt. Durch Zugabe von Cu-Sulfat zur Schmelze erhält man einen Farbstoff, der olivgrau färbt.) Entsprechend erhält man weitere Farbstoffe aus: 1,5-Dianilinoanthracen, färbt F braunstichiggrau; 4'-Aminophenylanilino-1-anthrachinon (erhältlich aus Benzidin u. α -Chloranthrachinon), schwarzes Pulver, färbt F grau; 4'-Acetaminophenylanilino-1-anthrachinon, färbt dunkeloliv; p-Nitroanilino-1-anthrachinon (erhältlich aus p-Nitranilin u. α -Chloranthrachinon), färbt F grau; Nitro-p-toluidinoanthrachinon oder Nitro- β -naphthylamino-1-anthrachinon, färben F schwarzbraun; Dinitro-1,5-di- β -naphthylaminoanthrachinon (erhältlich aus 1,5-Di- β -naphthylaminoanthrachinon durch Nitrieren in konz. H₂SO₄ mit HNO₃), färbt F graustichigbraun; Dinitro-1,5-di-p-toluidinoanthrachinon, färbt F braunoliv; Dinitro-1,5-dianilinoanthrachinon, färbt F graustichig schwarz. — Man mischt 20 1-Anilinoanthracen (I) mit der 4fachen Menge Schwefel, erhitzt allmählich auf 270°, hält diese Temp. einige Stdn. u. arbeitet dann in üblicher Weise auf. Der Farbstoff, ein dunkelgraues Pulver, färbt F braunstichig grau. Mit 1,5-Dianilinoanthracen erhält man einen ähnlichen Farbstoff. — In eine geschmolzene M. aus 12 Schwefel u. 150 Chlorschwefel trägt man allmählich bei 70—80° 40 I ein, erhitzt langsam auf 150°, läßt am Rückfluß 1 Stde. kochen u. dest. bis zur Trockne ab. Man erhitzt noch 6 Stdn. auf 270° u. arbeitet dann wie üblich auf. Der Farbstoff, ein schwarzes Pulver, färbt F olivgrau. In ähnlicher Weise erhält man Farbstoffe aus: 1-m-Toluidinoanthrachinon, dunkles Pulver, färbt F olivgrün (durch Zugabe von Cu-Sulfat zur Schmelze erhält man einen etwas gelbstichiger färbenden Farbstoff); 1-o-Toluidinoanthrachinon, färbt F braunstichig grau; 1-p-Toluidinoanthrachinon, färbt olivgrau; 1-Anilinoanthrachinon, färbt graustichig oliv; 1-p'-Aminoanilinoanthrachinon, färbt grau; 1-p'-Acetaminoanilinoanthrachinon, färbt graustichig oliv; 1- β -Naphthylaminoanthrachinon, färbt olivstichiggrau; 1,5-Di-p-toluidinoanthrachinon, färbt braunstichig oliv (mit Cu-Sulfat zur Schmelze gelbstichig oliv); 1,5-Dianilinoanthrachinon, färbt grünstichig; 1,5-Di- β -naphthylaminoanthrachinon, färbt olivgrün. (F. P. 889 238 vom 17/12. 1942, ausg. 4/1. 1944. D. Prior. 18/12. 1941, 25/7. 1942 u. 28/7. 1942.) ROICK

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

Rudolf R. Schäfer, *Physikalische Chemie der Lacke*. 14. Mitt. (12. vgl. C. 1943. II. 2266.) Emulsionen: Struktur, Emulgatoren (Schutzkolloide: Cellulose-, Stärke-derivate, Proteine). Ausführlicher Literaturnachweis (149 Angaben). (Fette u. Seifen 50. 399—410. Aug. 1943. Wien.) SCHEFFELS

Rudolf R. Schäfer, *Physikalische Chemie der Lacke*. 15. Mitt. (14. vgl. vorst. Ref.) Emulgatoren (Seifen, Sulfonsäuren, Fettschwefelsäureester, kationenaktive Emul-

gatoren, Alkohole, Ester, Äther, feste Emulgatoren); Emulsionstypen. Literaturnachweis (110 Angaben). (Fette u. Seifen 50. 437—45. Sept. 1943. Wien.) SCHEIFELE

Rudolf R. Schäfer, *Physikalische Chemie der Lacke*. 16. Mitt. (15. vgl. vorst. Ref.) Pigmentierung der Lacke (Dispersitätsgrad, Oberflächenkräfte der Pigmente). Literaturnachweis (96 Angaben). (Fette u. Seifen 50. 481—88. Okt. 1943. Wien.) SCHEIFELE

B. J. Brajnikoff, *Harze und andere Kunststoffe als Filmbildner*. XIX. *Elektrolytische Eigenschaften hochpolymerer Systeme*. (Fortsetzung zu C. 1943. II. 1568.) Mechanismus der elektrolyt. Leitfähigkeit; Einfl. der Ionenkräfte; Messung von Dielektrizitätskonstante (DK) u. Dipolmoment. Solvatation u. Komplexbldg.; Affinität zwischen Gelatine u. Lösungsmittel; Natur der Leitfähigkeit nichtwässriger Lösungen. Literaturnachweis (22 Angaben). (Plastics 7. 314—22. Juli 1943.) SCHEIFELE

Ingvar Jullander, *Nitrocelluloselackemulsionen. Eine Übersicht der Herstellung, Eigenschaften und Anwendungsgebiete*. Vf. gibt eine Übersicht über die Zus., Herst., Eigg., u. Verwendung der Nitrocelluloselackemulsionen u. erwähnt dabei die Vorteile der Anwendung von Nitrocelluloselacken in Form von Emulsionen. Viele Literaturhinweise. (Svensk Papperstidn. 47. 1—6. 15/1. 1944. Uppsala, Physikal.-chem. Inst.) WULKOW

H. Piraux, *Die künstliche Trocknung mittels infraroter Strahlungslampen. Die Trocknung von Anstrichfarben und Lacken*. Trocknung mittels infraroter Strahlungslampen; PHILIPS-Trockenlampen; prakt. Versuchsergebnisse, Verkürzung der Trockenzeiten um 60—75% durch Lichttrocknung. (Métallurgie Construct. mécan. 75. Nr. 6. 15—16. Juni 1943.) SCHEIFELE

—, *Mitteilungen über Kunststoffe. 1. Alkyde*. Es wird eine kurze Einteilung der Kunstharze nach ihrer chem. u. physikalischen Seite gegeben u. dann ausführlich über die Alkydharze berichtet, als Harze aus mehrwertigen Alkoholen u. mehrbas. Säuren. Technische Verwendung. (Oil and Colour Trades J. 104. 918—20. 17/12. 1943.) LINDNER

—, *Mitteilungen über Kunststoffe. 2. Phenolharze*. Vf. berichtet kurz über die Bildung der reinen Phenolharze bei alkal. bzw. saurer Kondensation. Verwendung zur Herst. von Lacken u. öllösl., modifizierten Kunstharzen. (Oil and Colour Trades J. 105. 18—20. 7/1. 1944.) LINDNER

—, *Mitteilungen über Kunststoffe. 3. Harnstoffharze*. Vf. gibt einen kurzen geschichtlichen Überblick über die Entw. dieser Harze. (Oil and Colour Trades J. 105. 55—56. 14/1. 1944.) LINDNER

—, *Mitteilungen über Kunststoffe. 4. Vinylharze*. Kurzer Überblick über Vinylharze. Herst. u. Verwendung der Polyindene, Polystyrole, von Polyvinylalkoholchlorid-Acetat- u. Copolymeren, Polyvinylacetalen u. Polyacrylaten. (Oil and Colour Trades J. 105. 92—96. 21/1. 1944.) LINDNER

Herbert Niesen, *Der gegenwärtige Stand der Prüfverfahren zur Bewertung von Lackdrähten*. II. Verff. u. Geräte (Abb.) zur Best. von Schabefestigkeit bzw. Abreibfestigkeit. (Farben-Ztg. 47. 119—21. 16/5. 1942. Berlin. Techn. Hochsch. Inst. f. Kunststoffe u. Anstrichforschung.) SCHEIFELE

Herbert Niesen, *Der gegenwärtige Stand der Prüfverfahren zur Bewertung von Lackdrähten*. III. (II. vgl. vorst. Ref.) Verff. u. Geräte (Abb.) für Dehnungsprüfung, Rückdehnungsprüfung, Best. von Haftfestigkeit, Erweichungstemp., Tränklackverträglichkeit, Beständigkeit gegen Tränk- u. Vergußmassen. (Farben-Ztg. 47. 135—38. 30/5. 1942.) SCHEIFELE

Herbert Niesen, *Der gegenwärtige Stand der Prüfverfahren zur Bewertung von Lackdrähten*. IV. (III. vgl. vorst. Ref.) Die elektr. Prüfung von Lackdrähten hat sich zu erstrecken auf: Fehlerzahlbestimmung nach DIN VDE 6450 oder nach dem Verf. der Deutschen Reichspost, Spannungsprüfung ohne u. mit Anwendung von Druck, Messung des Isolationswiderstandes u. des Verlustfaktors $\tan \delta$. In Sonderfällen erfolgt Prüfung auf Feuersicherheit, Tropenfestigkeit, Kältebeständigkeit. Vorschläge zur Ausführung der Prüfverff. u. Beschreibung der Prüfgeräte (Abb.). (Farben-Ztg. 47. 151—52. 13/6. 1942.) SCHEIFELE

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Anstrichmittelpasten auf der Grundlage von Nitrocelluloseemulsionen*, gek. durch einen geringen Geh. an wasserlösl. Salzen der Meta-, Hexameta- oder Pyrophosphorsäure neben Farbpigmenten u. gegebenenfalls Zusätzen an Harzen u./oder anderen üblichen Stoffen. Die Herst. erfolgt in der Weise, daß man das Pigment mit W. in Ggw. eines der genannten wasserlösl. Salze ver-

setzt u. dcr so erhaltenen Suspension eine wss. Emulsion einer Nitrocelluloselg., die gegebenenfalls Harze u. dgl. enthält, zufügt. Ein Verdickungsmittel darf erst nach dem Vermischen der Pigmentsuspension mit der Nitrocellulosemulsion zugegeben werden.— Man löst in 100 (Teilen) W. 1,3 Na-Hexametaphosphat u. gibt unter Rühren 600 Lithopone Grünsiegel hinzu. Die so erhaltene viscosc Suspension vermischt man mit 400 einer Emulsion, die durch Emulgieren eines Gemisches aus 200 einer 50%ig. wenig viscosc Nitrocelluloselg. in Polysolvan HS u. 100 einer 50%ig. Lsg. eines Harnstoff-HCHO-Kunstharzes mit 100 einer 5%ig. ammoniakal. Caseinlg. erhalten ist. Der erhaltenen Paste kann man eine 1%ig. Lsg. eines Mischpolymerisats als Verdickungsmittel zufügen. (F. P. 889 034 vom 12/12. 1942, ausg. 29/12. 1943. D. Prior. 22/12. 1941.)

SCHWECHTEN

Dr. Kurt Herberts & Co., vorm. Otto Louis Herberts, Deutschland, *Schützen von Oberflächen aus künstlich oxydierten Leichtmetallen oder ihren Legierungen gegen chemische Einflüsse*. Man bringt auf die zu schützenden Oberflächen eine Lsg. eines filmbildenden, alkali- u. säurebeständigen Stoffes (I) auf. Der Geh. der Lsg. von vorzugsweise niedriger Viscosität an Feststoffen soll 15% nicht übersteigen; vorzugsweise beträgt er 5—8%. Die Lsg. enthält ferner wasserlös. Weichmachungsmittel, bes. Phthalsäureester von Alkoholen mit 1—4 C-Atomen, wie *Äthylphthalat*. Als I sind genannt *härzbare Phenolharze, Polyvinylharze, Celluloseäther, Chlor kautschuk, Harnstoffharze*. Das Verf. eignet sich z. B. zum Schützen der Leichtmetalloberflächen von Milchkannen, Konservendosen, Brennstoffbehältern, Druckwalzen zum Bedrucken von Stoffen usw. — Man taucht Milchkannen aus einer Al-Legierung mit geringem Si-Geh., die einer elektrolyt. Oxydation u. gleichzeitigen Niederschlagung von TiO₂ auf die Oxydschicht unterworfen sind, in eine Lsg. folgender Zus. ein; 9,6 (Teile) härzbares Kresolharz, 1,7 Diäthylphthalat, 9,4 A., 2,3 Amylalkohol, 1,6 Butylalkohol, 35 Äthylacetat, 10 Terpentinol, 21,3 Xylol u. 9,3 Essigsäureester von aliphat. Alkoholen mit 3—7 C-Atomen. Man läßt die eingetauchten Kannen abtropfen, trocknet u. erhitzt sie 30 Min. auf 175—180°. (F. P. 889 271 vom 18/12. 1942, ausg. 5/1. 1944. D. Prior. 24/4. 1942.) SCHWECHTEN

N. G. Nilsson, und A. U. Trägårdh, Stockholm, *Austragen von Schwefelverbindungen, besonders von Sulfiden von Zink und Cadmium, auf Oberflächen*. Man behandelt die Oberflächen mit Lsgg., die Zn- oder Cd-Salze u. Sulfidbildner enthalten, derart, daß die Fällung erst nach u. nach erfolgt, wobei der pH-Wert der Lsg. zwischen 2,5 u. 12,5 liegen soll. Als Lösungsm. dienen W., Glycerin, Triäthanolamin, Acetin, Acetamid oder ähnliche organ. Stoffe. Als Sulfidbildner sind geeignet: Schwefelsulfide, Sulfite, Thio-sulfate, Polythionate, Rhodanide, Hydrosulfite, Thiophosphate, Schwefelmonochlorid oder organ. S-Verbb. mit den Gruppen —SH, =C=S oder —C(=NR₁) (—SR₂) (R₂ u. R₁ = H oder Alkylgruppen). Man kann die Sulfidabscheidung auch durch Zusatz von Reduktionsmitteln, wie A., KW-stoffe, Aldehyde oder Hypophosphite, steuern, sowie andererseits die Fällung katalyt. z. B. durch Hexamethylentetramin, Formaldehyd, Se- oder Te-Verbb. fördern. Auch kann man, bes. bei der Herst. von Katalysatoren, Stoffe zusetzen, die von den Fällungen mitgerissen u. so auf den Oberflächen fixiert werden, wie Hydroxyde von Fe, Al, Mg oder koll. Metalle oder Metallsulfide (As₂S₃). Bei der Herst. von Leuchtstoffen kann man geringe Metallsalze, die bekanntermaßen die Leuchtkraft der Sulfide von Zn u. Cd stärken, wie solche von Al, Mn, Co, Ni, Cu, Bi, Sn, Sb, zufügen. Das Verf. kann außer zu den genannten Zwecken zur Herst. von hochohmigen Widerständen, Putzzieraten, Reklameflächen, elektr. Gleichrichtern oder Photozellen dienen. Die Überzüge zeichnen sich durch bes. gute Haftfestigkeit aus. (Schwed. P. 110 001 vom 14/6. 1939, ausg. 7/3. 1944.) J. SCHMIDT

Otto Frans Valdemar Frick, Stockholm, *Herstellung von wasserunlöslichen und gegen atmosphärische Einflüsse beständigen Produkten aus Sulfatseife, Tallölsäure oder Tallölpech*. Die genannten Stoffe werden mit Verbb. von amphoteren Metallen, bes. von Al, Zn, Fe, Mn, Cr, Sn oder Pb umgesetzt. Z. B. wird eine Lsg. von Sulfatseife mit Al-Sulfatlg. versetzt, oder Tallölsäure mit ZnO durch Erhitzen umgesetzt oder Tallölpech in der Wärme u. unter Umrühren mit Aluminiumhydroxyd in eine unlösl. Al-Verb. übergeführt. (N. P. 67 360 vom 2/9. 1941, ausg. 24/1. 1944.) J. SCHMIDT

Mannesmannröhren-Werke, Deutschland, *Haftschicht für Überzüge aus Bitumen, Teer und ähnlichen Stoffen auf Oberflächen aus Eisen und Beton*. Man löst Steinkohlenteerpech (I) in einem Lösungsm., wie Pyridin (II) oder Mischungen aus II in der Hauptmenge u. aromat. KW-stoffen, wie Toluol oder Bzl., in Ggw. von Ätzalkali (0,1—3%) u. erhitzt die Lsg. zum Sieden. Man hält längere Zeit bei dieser Temp. u. unterwirft die Lsg. gleichzeitig einer Oxydation. Das erhaltene Prod. kann unmittelbar verwendet werden. Nach dem Auftragen der Haftschicht kann noch Anthracenöl als Weichmachungsmittel einverleibt werden. — 100 (kg) II vermischt man mit 2 NaOH u.

gibt zu dem Gemisch 100 I in großen Stücken. Der Erweichungspunkt des beträgt 60° nach KRÄMER-SARNOW. Man kocht die Mischung eine Stde. am Rückfluß unter Einleiten von Luft als Oxydationsmittel. (F. P. 887 654 vom 12/11. 1942, ausg. 19/11. 1943. D. Prior. 17/11. 1941.)

SCHWECHTEN

Märkische Asphaltgesellschaft m. b. H., Deutschland, *Wasserdichte Belagstoffe*, bestehend aus einer mit Überzügen versehenen Folie aus einer Zn-Legierung, z. B. aus geringe Mengen Cu u. Mn enthaltendem Zink. Unmittelbar auf der Folie, die zweckmäßig aufgeraut ist, befindet sich ein Überzug aus *Asphalt u. Kautschuk*. Auf diesen Überzug ist ein weiterer aus einem *synthet. asphalthaltigen Prod. (I)* aufgebracht. Als I eignen sich asphalthaltige Massen, die einen bituminösen Füllstoff enthalten, z. B. fein gemahlenes asphalthaltiges Kalkgestein. Bes. geeignet sind die in dem D. R. P. 722 256; C. 1942. II. 2557 beschriebenen asphalthaltigen Erzeugnisse. Die Prodd., die sich durch gute Biegsamkeit u. Beständigkeit gegen Einflüsse der Temp. u. der Atmosphäre auszeichnen, dienen als Belagstoffe bei der Herst. von unterird. Bauten, ferner Brücken, Behältern u. Kanus. (F. P. 890 329 vom 22/1. 1943, ausg. 4/2. 1944. D. Prior. 6/2. 1942.)

SCHWECHTEN

J. S. Staedtler und Georg Loy, Deutschland, *Lacke*. Man löst einen filmbildenden Stoff, z. B. *Nitrocellulose* oder *Polyvinylacetat*, gegebenenfalls in Ggw. von Weichmachungsmitteln u. Farbstoffen, in einem polymerisierbaren monomeren Stoff (I), z. B. in einem fl. Äthylenderiv., wie *Styrol* oder *Methacrylsäuremethylester*. Nach dem Auftragen des so erhaltenen Lacks auf den zu überziehenden Gegenstand erfolgt die Polymerisierung des I, der im polymeren Zustand als Bindemittel an der Filmbldg. teilnimmt. Zur Verhinderung einer teilweisen Verflüchtigung des I kann eine Vorpolymerisierung des I vorgenommen werden. Diese wird teils beim Vermischen des I mit den anderen Lackbestandteilen auf mechan. Wege, teils durch Erhitzen der Mischung, gegebenenfalls in Ggw. eines Katalysators, bewirkt. Damit die vopolymerisierte Mischung in dem Zustand der teilweisen Polymerisierung bleibt, fügt man der Mischung ein leicht flüchtiges Lösungsm., wie Aceton, hinzu. Die Umwandlung des I in die feste polymere Form wird durch Erhitzen der lackierten Oberfläche oder durch Zufügung eines Katalysators kurz vor der Verarbeitung des Lacks oder durch ultraviolette Strahlen beschleunigt. Die polymerisierten Äthylenderiv. verleihen den Filmen Elastizität, Glanz, Haftfestigkeit u. Widerstandsfähigkeit gegen mechan. Einwirkungen. — 30 (Teile) Styrol, 12,5 niedrig viscose Nitrocellulose, 7 Dibutylphthalat, 30 Farbstoff, 0,5 Benzoylperoxyd. (F. P. 890 929 vom 10/2. 1943, ausg. 22/2. 1944. D. Prior. 8/7. 1942.)

SCHWECHTEN

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Weichmachungsmittel für Harze*. Man setzt Verbb., deren Mol. eine oder mehrere Aminogruppen u. eine oder mehrere aliph. gebundene OH-Gruppen besitzen, mit Isocyanaten (I) um, die weder die Löslichkeit in Alkali erzeugende Gruppen noch chromophore Gruppen enthalten. Hierbei soll in einem solchen Mengenverhältnis gearbeitet werden, daß, falls alle Aminogruppen des angewandten Oxaminoderiv. sich unter Bldg. entsprechender Harnstoffderiv. umsetzen, wenigstens die Oxygruppen unverändert bleiben. Geeignete Oxaminoderiv. sind *Athanolamin* (II), *1-Amino-2-butanol* (III), *Aminohehexanol*, *Trimethylolaminomethan*. Als I sind genannt *Butyl-*, *β -Chloräthyl-* (IV), *Cyclohexyl-* (V), *Dekahydronaphthylisocyanat*, *Äthylen-*, *Octomethylendiisocyanat*. Die erhaltenen Prodd. sind viscose dicke Öle oder weiche bis harte Harze. — In eine Lsg. von 61 (Teilen) II in Methylenchlorid gießt man langsam unter Rühren u. Abkühlen eine Lsg. von 105,5 IV. Die Rk. erfolgt unmittelbar. Der *β -Chloräthyl- β -oxäthylharnstoff* scheidet sich in Kristallen aus. F. 72—74°. — Aus II u. V erhält man den *Cyclohexyl- β -oxäthylharnstoff*. F. 94—95°. — Aus III u. IV erhält man den *β -Chloräthyl-(2-oxybutyl)-harnstoff*. Viscoses Öl. (F. P. 890 216 vom 18/1. 1943, ausg. 2/2. 1944. D. Prior. 6/12. 1941.)

SCHWECHTEN

Bergwerksverband zur Verwertung von Schutzrechten der Kohlentechnik G. m. b. H., Deutschland, *Herstellung von Weichmachungsmitteln, Kunstharzen und plastischen Stoffen*. Man verestert wasserlösl. Carbonsäuren von im wesentlichen cycl. Natur, die durch Oxydation von Kohle, Mineralölen, Wachsen u. Harzen oder von Destillationsprodd. oder Destillationsrückständen dieser Stoffe oder von Gemischen dieser Stoffe mit HNO₃ (von 1—15 n) bei erhöhten Temp. u. gegebenenfalls unter Druck erhalten sind, mit Alkoholen, wie Methyl- oder Äthylalkohol. Die Carbonsäuren können vor der Veresterung durch Oxydation mit z. B. Cl₂ entfärbt werden. — Man löst 100 g einer Säure, die durch Oxydation einer Fettkohle mit HNO₃ (d=1,2) erhalten ist, in 500 ccm Methylalkohol u. gibt unter Rühren 250 ccm konz. Schwefelsäure hinzu. Man hält das Gemisch ½ Stde. auf 125°, so daß der überschüssige Alkohol schnell abdest. kann. Nach

dem Abkühlen gießt man die Lsg. in kaltes Wasser. Der sich sofort ausscheidende Ester ist dunkelbraun u. konsistent. Er ist ein gutes Weichmachungsmittel für Kunstharze. Die Veresterung mit *Benzyl-, Octylalkohol, Glycerin* oder *Glykol* liefert Harze, die durch Erhitzen gehärtet werden können. (F. P. 890 146 vom 14/1. 1943, ausg. 28/1. 1944. D. Prior. 29/1. 1942.)

SCHWECHTEN

Röhm & Haas G. m. b. H., Darmstadt, *Lösungs-, Quellungs-, Weichmachungs- und Plastifizierungsmittel für hochmolekulare Stoffe, wie Polyvinyl- und Polyacrylharze, Polyamide, Cellulosederivate, Mischpolymerisate und dergleichen.* Man verwendet Cyanhydrine (I), z. B. *Formaldehydcyanhydrin, Acetaldehydcyanhydrin, Athylencyanhydrin u. Methylbutylketoncyanhydrin.* Man kann die I auch bei der Herst. hochmol. Stoffe, z. B. von Polymerisaten, als Lösungsm. verwenden. Ferner können die I als Lösungsm. u. Weichmachungsmittel bei der Herst. von Klebmitteln auf der Grundlage hochmol. Stoffe zur Anwendung gelangen. Die I sollen schließlich auch als Lösungsvermittler zwischen hochmol. Stoffen dienen. Bei Verwendung niedriger I, die mehr oder weniger unbeständig sind, ist die Mitverwendung eines Stabilisierungsmittels zweckmäßig, z. B. von Säuren oder sauer reagierenden Stoffen. (F. P. 890 160 vom 15/1. 1943, ausg. 31/1. 1944. D. Prior. 27/2. 1942.)

SCHWECHTEN

Hercules Powder Co., V. St. A., *Polymerisieren von Harzen oder Harzestern.* Als Polymerisationsmittel verwendet man P_2O_5 oder Phosphorsäuren, die mehr als 72,5% P_2O_5 enthalten, z. B. *Tetra-, Meta- oder Pyrophosphorsäure.* Vorzugsweise wird in Ggw. eines inerten, flüchtigen, nicht mit W. mischbaren organ. Lösungsm. gearbeitet, wie Bzl., Cyclohexan oder Dekahydronaphthalin. Nach Beendigung der Rk. kann man W. zugeben, um die aus dem Katalysator u. dem Polymerisationsprod. gebildete Komplexverb. zu zersetzen. — Man gibt 20 g P_2O_5 zu einer Lsg. aus 100 g Naturharz in 200 g Toluol u. behandelt das Gemisch eine Stde. am Rückfluß bei 110—120°. Nun wird die Toluollsg. von der geringen Schlammmenge abgetrennt u. mit heißem W. gewaschen. Nach Verdampfen des Lösungsm. im Vakuum erhält man ein Harz mit einer SZ. von 154. Das Harz wird einer Dest. im Vakuum bei 1 mm unterworfen, bis 30% Öl u. monomeres Prod. übergegangen sind. (F. P. 883 838 vom 27/11. 1941, ausg. 20/7. 1943. A. Prior. 18/12. 1940.)

SCHWECHTEN

Hercules Powder Co., V. St. A., *Polymerisierte und hydrierte Harze und Harzester.* Als Ausgangsstoffe dienen ganz oder teilweise polymerisierte Harze (I) u. Harzester (II). Auch polymerisierte Harzsäuren, wie Abietinsäure, sind verwendbar. Die Harze u. Harzester können vor oder nach der Polymerisierung einer üblichen Raffination unterworfen sein. Die Polymerisation erfolgt nach bekannten Verff. unter Verwendung von Schwefelsäure, Alkylschwefelsäuren, Phosphor-, Tetraphosphorsäure, BF_3 oder $AlCl_3$ als Polymerisationsmittel oder durch Wärmebehandlung bei 250—350° u. anschließende Dest. im Vakuum zwecks Entfernen der niedrig sd. Anteile. Die Hydrierung der Lsgg. der I oder II wird in Ggw. üblicher Hydrierungskatalysatoren, z. B. von aktiviertem Ni, Pt oder Ni-Oxyd usw., vorgenommen. Als Lösungsmm. dienen inerte Fl., wie gesätt. KW-stoffe, Cyclohexanon, Dekahydronaphthalin. Die Hydrierungstemp. schwankt zwischen 20—250°, der Druck zwischen 1—565 atü. Die erhaltenen Erzeugnisse zeichnen sich durch große Beständigkeit gegen Oxydation u. geringere Neigung zur Krystallisation u. Verfärbung aus. (F. P. 883 839 vom 27/11. 1941, ausg. 20/7. 1943. A. Prior. 8/2. 1941.)

SCHWECHTEN

Hercules Powder Co., V. St. A., *Polymerisieren von Harzen und Harzestern.* Man behandelt Lsgg. von Harzen oder Harzestern in Paraffin-KW-stoffen mit einem Kp. von höchstens 60°, wie *Propan, Butan, Pentane, Hexane* oder *Petroläther*, in Ggw. von *Schwefelsäure* als Polymerisationsmittel. An Stelle der H_2SO_4 kann man auch *Alkylschwefelsäure* verwenden. Die polymerisierten Erzeugnisse zeichnen sich durch geringen S-Geh. u. verbesserte Färbung aus. — Man verrührt ein Gemisch aus 300 g Pentanen (Kp. zwischen 30° u. 40°) u. 175 g Naturharz, bis der größte Teil des Harzes gelöst ist. Dann trennt man vom Ungelösten ab, gibt die 30° warme Lsg. in ein Gefäß mit Rückflußkühler u. fügt während 20 Min. 125 g H_2SO_4 (80%ig) unter Rühren hinzu. Man erhitzt auf 30° u. beläßt das Reaktionsgemisch hierbei unter Rühren während einer Stunde. Man verd. nun mit 650 ccm Pentan, trennt die Lsg. von Schlamm ab, wäscht mit W. u. verdampft das Lösungsmittel. (F. P. 883 840 vom 27/11. 1941, ausg. 20/7. 1943. A. Prior. 21/2. 1941.)

SCHWECHTEN

Hermann Schubert, Zittau, *Kondensationsprodukte aus Phenolen und niedermolekularen Aldehyden.* Man führt die Kondensation in Ggw. von bei der Holzverzuckerung anfallendem, in Alkali gelöstem Lignin durch. Z. B. kocht man 5 g bei der Holzverzuckerung erhaltenes *Lignin* mit 5 g KOH u. 50 g W., filtriert, dampft das Filtrat auf 20 g ein, kondensiert mit 10 g *o-Kresol* u. 25 g 40%ig. CH_2O u. verarbeitet in üb-

licher Weise. Statt *o*-Kresol können *Phenol* oder *2,4-Xylenol* benutzt werden. Die gehärteten Harze zeichnen sich durch Schlagfestigkeit aus. Hierzu vgl. Belg. P. 443 944; C. 1944. I. 494. (Schwz. P. 224 218 vom 6/3. 1941, ausg. 16/2. 1943. D. Priorr. 27/9. 1939 u. 9/2. 1940.)

NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Synthetisches Harz*. *Phenol* u. CH_2O werden in Ggw. von reaktionsfähigem Lignin kondensiert. Z. B. erhitzt man 800 g aus der Holzverzuckerung stammendes Lignin im Autoklaven mit 2000 g 25%ig. NaOH 18 Stdn. auf 170°, stumpft 177 g der erhaltenen zähen M. mit Mineralsäure auf $\text{pH}=10$ ab, erhitzt mit 20 ccm 30%ig. CH_2O 2 Stdn. auf dem Dampfbad, macht kongosauer, filtriert u. trocknet. Dann trägt man 40 g des Prod. in 50 g *Phenol* bei 160—170° ein u. erhitzt mit 40 ccm 30%ig. CH_2O u. 2 g 50%ig. H_2SO_4 ½ Stde. auf 100°. Es entsteht ein für Preßzwecke geeignetes Harz. Hierzu vgl. Belg. P. 446 218; C. 1944. I. 189. (Schwz. P. 226 934 vom 9/1. 1942, ausg. 2/8. 1943. D. Priorr. 2/12. 1941.)

NOUVEL

Comp. Française pour L'Exploitation des Procédés Thomson-Houston, Frankreich, Seine, *Herstellung von Polyvinylacetalen*. Man polymerisiert *Vinylester* 1. mit einem Alkylalkylenäther wie *Methoxyäthyl-, Äthoxypropen-, Äthylenglykolmonoalkyläther, Phenyl-, Cyclohexyl-, Phenyläthyl-, Furfuryl-, 2,4,6-Trichlorphenyläthyläther, Propyl-, Tetrahydrofurfurylmethyläther, Butyläthyläther, 2-Chloralkylbenzyläther, Vinyl-olyläther, 2,3-Dimethoxypropyläthyläther, Pentaerythrit- oder Tetramethylenglykolmonoalkyläther, α -Phenylvinylmethyläther, Methyläthyläther*; — 2. mit einem ungesätt. Ester mit mehr als einer ungesätt. Gruppe wie *Diallylitaconat, Methallylmethacrylat, Diallyl-azelaat (I), Diallyloxalat (II), Crotyl-, Allyl-, Dimethylallylcarbinylacrylat, Propargyl-, Vinylmethacrylat, Glycerin- oder Tetramethylenglykoldimethacrylat, Glykoldiacrylat, Glycerin-2-monoacetatdiacrylat, Diallyl-p-phenylendiacyrat, Erythryltetracyrat, Diallylmethylcarbinylcrotonat, α -Chlorallylcrotonat, Diallylphthalat-, succinat, Allylcrotylphthalat, Diallylcarbonylacrylat, Divinylglutarat-, hexahydrophthalat, Styryldiallylsuccinat, symm. Monoallyldimethylacrylat, Hexahydro-p-phenylendi-(buten-1-ol-4)*: man polymerisiert z. B. je 50% I mit Vinylacetat (III) oder 99,5% III mit 0,5% II; — 3. mit einem organ. Nitril mit mindestens einer Vinylgruppe wie *Acrylnitril, α -Chloracrylnitril, Methacrylnitril, 2,4-Pentadiennitril, 3-Butennitril, 2,2-Dimethyl-3-butennitril, Phenyl-2-propennitril, 4-Pentennitril, α -Äthylacrylnitril, 2-Vinyl-4-pentennitril, m-Vinylbenzonnitril, o-Vinylphenylacetonnitril*. Die nach oben genannten Verff. erhaltenen Mischpolymerisate werden ganz oder teilweise verseift u. danach ganz oder teilweise acetalisiert. Über Einzelheiten auch bzgl. Verwendung vgl. Hauptpatent. Die Mischpolymerisate aus Vinylester u. einem ungesätt. Nitril ohne Vinylgruppe verlangen sehr starke Katalysatoren u. ihre Acetale sind weniger vorteilhaft. Mischpolymere aus Vinylester u. einem Vinylnitril mit einer weiteren polymerisierbaren Gruppe sind nicht thermoplast., werden es aber nach der Acetalisierung. (F. P. 51 759 vom 13/6. 1941, ausg. 3/5. 1943. A. Priorr. 29/5., 29/6. u. 10/7. 1940. Zus. zu F. P. 872 592; C. 1943 II. 1148.)

PANKOW

Comp. Française pour L'Exploitation des Procédés Thomson-Houston, Frankreich, Seine, *Herstellung von Polyallylacetalen*. Man polymerisiert *Allylester (Diallylmaleat dimethylsuccinat, die Ester von Essig-, Chloressig-, Brompropionsäure, Methacryl-, Dibacryl-, Propacryl-, Crotonsäure, Malon-, Bernsteinsäure, Benzoe-, Toluy-, Phenyl-, Essig-, Zimtsäure, Phthal-, Terephthalsäure, Wein-, Citronen-, Milchsäure, Malein-, Fumarsäure, ihren Halogenderivv., Citracon-, Mesacon-, Itacon-, Aconit-, Acetylen-, Carbonsäure mit Allyl-, 1- oder 2-Chlor- oder -Bromallylalkohol, Methallyl-, Athallyl-, Propallyl-, Butylallyl-, Amylallyl-, Phenylallylalkohol, Phenyl- oder Phenmethylallylalkohol, Phenäthylallylalkohol, 3-Methyl- oder 2-Phenylallylalkohol, Benzylallylalkohol)* allein, miteinander oder zusammen mit den im Hauptpatent genannten polymerisierbaren Verbb. (Ketone, Äther, Nitrile mit einer polymerisierbaren Gruppe oder Alkydharze aus einem mehrwertigen Alkohol u. einer α, β -ungesätt. Säure), verseift die Polymerisate, acetalisiert u. verarbeitet die Acetale wie im Hauptpatent angegeben. Allylester einwertiger gesättigter aliph. Säuren polymerisieren langsam, geben niedrigmolekulare Harze u. Acetale begrenzter Brauchbarkeit; auch die Allylester der Mineralsäuren wie Phosphorsäure können angewandt werden. — Man polymerisiert z. B. *Diallylmalonat* oder *-oxalat, Diallyladipat* mit *Triäthylenglykol-oxalatphthalat, Methylisopropenylketon, Diäthylmaleat* oder *Acrylnitril, Diallyloxalat* mit *Diallylsuccinat, Diallylsuccinat* mit *Acrylnitril, Diallylmaleat* allein oder mit *Methylallyl-*. (F. P. 51 762 vom 24/6. 1941, ausg. 3/5. 1943. A. Priorr. 23/7. 1940. Zus. zu F. P. 872 592; C. 1943. II. 1148.)

PANKOW

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Plastische Erzeugnisse*. Rückstände aus der Druckhydrierung von Kohle, Teeren u. Mineralölen, die gegebenenfalls

von Feststoffen befreit sind, werden in Form von Lsgg. mit polymerisierenden Mitteln, z. B. HCl, AlCl₃, BF₃, behandelt. Die sich hierbei als unlösl. abscheidenden Prodd. werden nun abgetrennt. Die zurückbleibende Lsg. kann als solche verwendet werden. Man kann auch aus ihr durch Vertreiben des Lösungsm. die gereinigten Prodd. gewinnen. Die Polymerisation erfolgt bei etwa 10—30°. Die genannten Rückstände fallen an, wenn bei der Druckhydrierung zwecks Gewinnung von Brennstoffen die in dem Bereich der Benzine u. Mittelöle sd. Reaktionsprodd. den Reaktionsofen in Dampf-Form verlassen haben. Diese Rückstände bestehen aus unvollständig zersetzten Anteilen der Ausgangsstoffe sowie Katalysatoren u. Asche. Die beschriebene Behandlung hat zum Zweck, in Form von unlösl. asphaltartigen Stoffen diejenigen Bestandteile der Ausgangsstoffe zu fällen, die leicht polymerisierbar sind oder durch Einw. von O₂ leicht verharzen. Hierdurch wird den restlichen Anteilen eine gegenüber den Ausgangsstoffen wesentlich erhöhte Beständigkeit gegen Oxydations- u. Polymerisationsmittel verliehen. Die Prodd. sollen in der *Lack- und Kunstharzindustrie* verwendet werden. (F. P. 887 089 vom 23/10. 1942, ausg. 3/11. 1943.) SCHWECHTEN

Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Hamburg, *Plastische Massen*. Prim. oder sek. aliph. Amine, die Brückenbindungen besitzen, werden mit äquivalenten Mengen eines aliph. Isocyanäureesters kondensiert. (Belg. P. 445 143 vom 9/4. 192, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 12/4. 1941.) NOUVEL

Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Hamburg, *Plastische Massen*. Verb., deren C-Kette durch Brückenbindungen unterbrochen ist u. die zwei prim. oder sek. Aminogruppen besitzen, werden bei mindestens 150° mit äquimol. Mengen von Verb. polykondensiert, die zwei aliph. gebundene Carbonsäureestergruppen enthalten. (Belg. P. 445 192 vom 13/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 26/4. 1941.) NOUVEL

Oscar Hofstätter und Anton Umek, Lubiana, *Plastische Massen und Formkörper daraus* mit beliebig, z. B. hydraul. Bindemitteln, Bitumina, natürlichen oder künstlichen Harzen usw., dad. gek., daß sie zwecks Erhöhung der mechan. Widerstandsfähigkeit als Füllstoff Fäden oder Fasern aus geschmolzenen mineral. Substanzen enthalten, z. B. aus Hochofenschlacke oder aus dem bei der Al-Fabrikation anfallenden roten Schlamm, in loser, verfilzter oder verwebter Form in einer Menge von 5—60%, berechnet auf die ganze Masse. (It. P. 396 636 vom 7/2. 1942.) SARRE

H. W. Chatfield, *Varnish constituents*. London: L. Hill. 1944. (496 S.) 8°. 35 s.

F. Kerdijk, *Kunstschildersmaterialien en schildertechniek*. Kleurstoffen, bindmiddelen en vernissen in de olivetechniek. 5e dr. Apeldoorn: Talens & Zoon. (123 S.) 8°. fl. 1,90.

H. R. Simonds and C. Ellis, *Handbook of plastics*. London: Van Nostrand: Chapman & H. 1944. (1083 S.) 8°. 56 s.

XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel.

Harald Kalning, *Mineralstoffgehalt und Ausmahlungsgrad von Getreide und seinen Erzeugnissen*. Zusammenfassende Darst. über die Zusammenhänge zwischen Aschegeh. u. Ausmahlungsgrad u. die darauf aufgebaute Mehltypisierung. (Mehl u. Brot 44. 129—31. 28/4. 1944.) HAEVECKER

Harald Kalning, *Die sauren Bestandteile im Getreide und seinen Erzeugnissen*. (Mehl u. Brot 44. 33—34. 4/2. 1944.) HAEVECKER

Erik Ohlsson und Erik Sandell, *Herauslösung von Amylase aus Weizenmehl*. Wenn in wss. Auszügen von Mehl nach verschied. langen Extraktionszeiten die Amylase bestimmt wird (z. B. wie bei der vorliegenden Unters. durch saches Schütteln von 4,00 g Mehl mit 1000 ml W., Einwirkenlassen einer filtrierten Probe von 5,00 ml auf 25,00 ml 2%ig. Stärkelösung + 10,00 ml $\frac{1}{15}$ mol. Phosphatlg. bei 38° u. Best. der entstandenen Maltose nach WILLSTÄTTER u. SCHUDEL), so nimmt die Aktivität anfangs mit der Zeit zu, erreicht ein Maximum u. nimmt dann wieder ab. Obwohl diese Erscheinung an sich schon vor langem beschrieben worden ist, war es bisher nicht bekannt, daß die einzelnen Mehlfraktionen je nach den Teilen des Kornes, denen sie hauptsächlich entstammen, sich in dieser Hinsicht sehr verschied. verhalten. Das Maximum lag nicht nur mehr oder weniger hoch, sondern die Aktivität nahm auch mehr oder weniger schnell u. weitgehend wieder ab; bei einigen Fraktionen blieb sie auch unverändert hoch. Durch verd. Salzlsgg. ($\frac{1}{200}$ — $\frac{1}{5}$ mol.) wurde die Amylase schneller u. reichlicher gelöst als von reinem Wasser. Mit steigenden Salzmengen strebte die herausgelöste Enzymmenge einem oberen Grenzwert zu, wobei der schließlich erreichte maximale Wert sich über viele Stdn. konstant hielt. Natriumchlorid u. Natriumnitrat hatten prakt. die gleiche lösende Wirkung. Stärker als diese förderten Natriumsulfat u. Calciumnitrat den Lösungsvorgang, die beide zweierwertige, wenn auch entgegengesetzt geladene Ionen enthalten. Die *Steigerung der Löslichkeit durch zugesetztes Salz*

war bei den Mehlartern am geringsten, wo mit reinem W. die höchsten, aber am größten, wo mit reinem W. die niedrigsten Aktivitäten gefunden worden waren u. lag zwischen etwa 10 u. 100%. Als Maß für den Amylasegeh. des Mehles können nach allem die Aktivitäten wss. Auszüge auch bei Berücksichtigung der Extraktionszeit nicht dienen. Diese sind eher ein Ausdruck für den Geh. des Mehles an solchen Stoffen, die das Enzym in Lsg. zu bringen u. dort zu stabilisieren vermögen. Daß dies ebenfalls Salze sind, ergab sich daraus, daß der Salzgeh. des Mehles (gemessen durch Leitfähigkeit u. Glührückstand des Extraktes) und gelöste Amylasemenge einander parallel gingen. (Svensk kem. Tidskr. 56. 101—09. März 1944.)

NAFZIGER

Maurice Pietre, Über einige physikalisch-chemische Eigenschaften des Klebers. Vf. berichtet über gemeinsame Unterss. mit Lisette Pietre über die Eig. von Klebern frischer u. alter Weizenmehle. Durch eine besondere vorsichtige Auswaschtechnik läßt sich auch noch aus sehr alten Mehlen ein zusammenhängender Kleber gewinnen, der adhäsiv u. durch Quellung gebundenes W. besitzt. Durch Trocknen über H₂SO₄ u. nachfolgendes Durchwaschen mit W. in mehrfacher Wiederholung verlor der Kleber nichts an seiner Quellfähigkeit, so daß man ihn als ein vollkommen reversibles Kolloid betrachten kann. Soweit dennoch geringfügige Gewichtsverluste eintreten, sind diese auf mechan. Verluste beim Auswaschen oder auf kolloide Dispersion der Kleberteilechen im Waschwasser zurückzuführen. Letztere ist an einen bestimmten Säuregrad gebunden, denn durch Neutralisation der bei p_H 6,6 dispergierten Kleberlsg. mit n/100-NaOH flockt der Kleber wieder aus, u. die Teilchen vereinigen sich wieder zu einer zusammenhängenden Masse. Wird zum Auswaschen statt dest. W. eine Lsg. von Schwermetallsalzen (2:1000) verwendet, so ergibt sich, daß Cu, Fe in geringen Mengen, Ni, Co, Mn u. Zn in schwachen Mengen vom Kleber gebunden werden, während Pb, Cd u. Fe in größeren Mengen eine schnelle Fällung des Klebers verursachen. Diese Erscheinung ist unabhängig von den das Metall begleitenden Anionen u. muß als eine dem in dem betreffenden Salz vorhandenen Metall zukommende Eig. gewertet werden. (C. R. hebdomadaire Séances Acad. Agric. France 29. 391—98. 30/6. u. 7/7. 1943.)

HAEVECKER

J. E. Winther, Fortgesetzte Untersuchungen über dänisches Butterfett. Die in den Jahren 1926—1943 zusammen mit C. Detlefsen, E. P. Madsen, G. Kilde, A. Lindahl, G. Mandal Bertelsen, V. T. B. Tegner u. H. Beck durchgeführten Unterss. ergaben, daß die Refraktometerzahl (I) mit der Jahreszeit variiert u. nicht, ebensowenig wie die POLENSKE-Zahl (II) oder JUCKENACK-PASTERNAK-Differenz, zur Erkennung der Verfälschung mit Margarine herangezogen werden kann, daß das Verhältnis zwischen REICHERT-MEISSL-Zahl (III) u. Buttersäurezahl nicht konstant ist, daß mit steigender JZ. (IV) steigende Kaloriezahl (V) u. fallende III folgt, daß III fällt, wenn die Kühe auf der Weide, jedoch steigt, wenn sie im Stalle sind, daß IV am niedrigsten im Nov.-Dez., am höchsten im Aug.-Sept. ist, daß dieselben Schlüsse auch für die außerordentlichen Fütterungsverhältnisse 1940 bis 1943 gelten, noch liegen III u. IV niedriger als bei n. Fütterung, u. daß die Verbrennungswärme durchschnittlich 9,23 kg/kal. beträgt. Die sehr zahlreichen Tabellen (über 60 Seiten) müssen im Original eingesehen werden. (Beretn. Forsøgslab. Nr. 208. 7—96. 1944. Kopenhagen, Versuchslabor.)

E. MAYER

Nis Petersen, Über die Fettsäuren des Milch- und Butterfettes. Zur Vermeidung ungerechtfertigter Beanstandungen dän. Butter auf Grund ihrer Fettkonstanten hat das dän. Staatslaboratorium der dän. Landwirtschaftshochschule in mehrjährigen Verss. die Werte der einzelnen Fettkonstanten im dän. Butterfett ermittelt. Für den Durchschnitt von 10 Jahren wurden folgende Variationen von n_D²⁵ (RMZ) von Monat zu Monat festgestellt: Jan. 50,6 (31,3) Febr. 50,8 (31,4), März 50,9 (31,4), Apr. 51,0 (31,2), Mai 51,5 (30,1), Juni 51,7 (30,2) Juli 52,1 (29,8), Aug. 52,5 (29,9), Sept. 53,0 (28,0), Okt. 52,4 (28,9), Nov. 50,7 (31,0), Dez. 50,4 (31,4). Das dän. Butterfett hat während der ersten Wintermonate ganz allgemein eine höhere POLENSKE-Zahl als sonst üblich. Auch die Schwankungen der JUCKENACK-PASTERNAK Differenz (RMZ+200—VZ) unterliegt größeren Schwankungen, als man bisher annahm, u. zwar wurden solche von +6,5 bis -6,8 gefunden. Die Fütterung ist von Einfl. auf die Konsistenz des Butterfettes: Weidegang gibt weiches Fett, bes. wenn der Bestand reich an Rotklee ist. In diesem Falle kann die JZ leicht auf 40 u. mehr steigen. Heu, Stroh u. Rüben erniedrigen die JZ u. zwar Runkelrüben mehr als Kohlrüben. Auf Grund der Verss. werden die Futtermittel hinsichtlich ihrer Wrkg. auf die Konsistenz der Butter in drei Gruppen eingeteilt (vgl. Original). Auch die Lactationszeit, Rasse u. Individualität der Kühe üben einen Einfl. auf das Butterfett aus. (Fette u. Seifen 51. 25—27. Jan. 1944. Lyngby-Kopenhagen, Dänisches Staatslaboratorium.)

O. BAUER

Erich Boehm und Reginald Williams, Die Verhütung der autoxydativen Ranzigkeit in Fetten und Ölen. Kurzer Übersichtsbericht. Die pflanzlichen Öle unterscheiden sich

in ihrer Oxydierbarkeit wesentlich von den tierischen. Die ersteren oxydieren sich mit einer gut definierten Induktionsperiode; ferner tritt bei den pflanzlichen Ölen organolept. Ranzigkeit schon beträchtlich früher auf, ehe sich die Peroxyde stark vermehren, während dies bei den tier. Ölen zusammenfällt. Die Wrkg. der *Antioxydantien*, bes. des *Tocopherols*, wird besprochen. Unter den Antioxydantien spielen drei Gruppen eine Rolle: 1. der Säuretyp mit einigen anorgan. Säuren u. gewissen organ. Säuren, in denen die COOH-Gruppe durch eine benachbarte COOH, CO- oder OH-Gruppe aktiviert ist; sie sind wirksam für pflanzliche Öle u. ihre rohen Ester, 2. Inhibitole u. Hydrochinone; sie verhindern die Oxydation von destillierten Estern pflanzlicher Öle, Schmalz u. destillierten Fettsäuren, 3. phenolischer Typ, wirksam für pflanzliche u. tier. Öle. Wenn Gruppe 1 in Verb. mit Gruppe 2 oder 3 verwendet wird, so zeigt sich eine über die reine Additivität hinaus gesteigerte Wirksamkeit. Es werden ferner synthet. Antioxydantien besprochen. (Pharmac. J. 151 ([4]97). 163—64. 30/10. 1943.) O. BAUER

F. v. Grünigen, *Beitrag zur Kenntnis des Mineralstoffgehaltes im schweizerischen Wiesenfutter*. Der Aschengeh. des Wiesen- u. Weidefutters stellt die hauptsächlichste Quelle für die Mineralstoffversorgung der Viehbestände der Schweiz dar. Daher wurde eine größere Anzahl von Futterproben auf ihren Mineralstoffgeh. untersucht. Von Einfl. waren die botan. Zus. des Futters, das Vegetationsstadium, die Jahreszeit, Boden u. Düngung sowie die Witterung während Wachstum u. Ernte. Vom Standpunkt der Tierernährung aus betrachtet ist anzustreben, daß das Dürrfutter einen Mindestgeh. von 0,7% Phosphorsäure, 1,2% Kalk u. 2,5% Kali aufweist. In 93,6% der untersuchten Fälle überstieg der Kalkgeh. 1,2%, der Phosphorsäuregeh. lag in 40% über 0,7%, in 35% zwischen 0,6—0,7%, in 25% unter 0,6%. (Landwirtsch. Jb. Schweiz 58. 163 bis 186. Juli 1944. Liebfeld-Bern. Eidg. agrikulturnchem. Anst.) JACOB

L. Decoux, J. Vanderwaeren und M. Simon, *Über den Wert der an Trockensubstanz reichen Pülpe*. II. Mitt. (Vgl. C. 1943. I. 2545). Vergleichende Verss. im Versuchsgelände u. bei Rübenbauern zeigten beim Ensilieren keine nennenswerten Unterschiede zwischen Rübenpülpe mit normalem u. erhöhtem Trockensubstanzgeh. (z. B. 6,7% gegen 12,3%). (Publ. Inst. belge Améliorat. Betterave 11. 259—76. Juli/Aug. 1943. Tirlemont, Belgien, Inst. für Verbess. d. Zuckerrüben.) DÖRFELDT

H. Temperton, *Verfütterung von Abfalläpfeln an Hühner*. In Fütterungsverss. bei Hühnern wurde das für Leghühner verwendete Grundfuttermischteil im Verhältnis von 4:5, teils von 3:10 mit gemahlener reifen Falläpfeln, im ersten Falle 14 Tage, im zweiten für den Rest der 48 Tage dauernden Versuchszeit gemischt. Soweit der beschränkte Umfang des Verss. eine Entscheidung zuläßt, wird geschlossen, daß durch eine derartige Verwertung von Abfalläpfeln keinerlei Störungen hinsichtlich der Gesundheit der Tiere oder der Eiproduktion auftreten. Die Futterersparnis betrug dabei in diesem Verss. etwa 34%. Auf die Möglichkeit von Schädigungen bei jungen Tieren durch plötzlichen Übergang zu Apfelzulagen wird hingewiesen. (Nature [London] 153. 30—31. 1/1. 1944. Newport, Shropshire, Nation. Inst. Poultry Husbandry.) SCHWABOLD

L. Hansen Larsen und Ed. Sørensen, *Fütterungsversuche mit Zuchtstieren*. Die Verss. verfolgten den Zweck, den Einfl. des Futters, bes. dessen Geh. an Protein (I), auf die Fruchtbarkeit festzustellen. Letztere wurde bestimmt durch Messung des Reduktionsvermögens gegenüber Methylenblau, da festgestellt wurde, daß die Abfärbungszeit im direkten Zusammenhange mit der Anzahl lebender Samenzellen steht. Die Ergebnisse, die in Tabellen niedergelegt u. von P. S. Østergaard einer statist. Unters. unterzogen wurden, brachten folgendes. Ein größerer Geh. an verdaulichem I im Futter erhöht das Befruchtungsvermögen (II) des Samens, wobei aber noch nicht entschieden werden konnte, ob animal. u. vegetabil. I gleiche Wrkg. besitzen. Das II der Stiere variiert trotz gleichartigen Futters, weshalb noch andere Faktoren wie z. B. Vererbung zu berücksichtigen sind. (Beretn. Forsøgslab., Nr. 209. 5—32. 1944. Kopenhagen, Versuchs-labor.) E. MAYER

Gebrüder Bühler, Schweiz, *Behandeln von Getreide vor dem Mahlen*. Das Verf. beruht auf der Wäsche u. dem Konditionieren des Getreides, die mit Hilfe in bestimmter Weise angeordneter u. ausgebildeter Vorrichtungen in kontinuierlichem Prozeß verlaufen. Beschreibung der App. u. Abb. (F. P. 889 603 vom 31/12. 1941, ausg. 14/1. 1944. Schwz. Priorr. 25/9. 1939 u. 13/9. 1940.) SCHINDLER

○ Cream of Wheat Corp., Minneapolis, Minn., übert. von: Howard J. Billings, Acton, Mass., *Nährmittel*, bestehend aus grobgekörntem Getreide u. einer Mehrzahl von Mineralsalzen von gleicher Korngröße. (A. P. 2 259 543 vom 12/11. 1938, ausg. 21/10. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 21/10. 1941.) SCHINDLER

Minoteries A. Couvert & Fils (S. A. M. C.), Frankreich, *Nahrungsmittel aus Mais*. Das Verf. beruht darauf, daß vorher gebackener Mais gemahlen wird. Dieses Backen

geschieht mit näher beschriebener Vorr. derart, daß dem Mais zunächst sein W.-Geh. entzogen wird u. dann der eigentliche Backprozeß unter Einblasen von Frischdampf erfolgt. Abb. (F. P. 889 848 vom 10/6. 1942, ausg. 20/1. 1944.) SCHINDLER

Deutsche Maizena Werke A. G., Hamburg, *Verfahren zum Extrahieren von Eiweiß aus dem Saft von Kartoffeln*. Der Saft wird im Vakuum bis zu einem Trockengeh. von 10—15% eingedickt. Danach werden die Eiweißstoffe durch therm. Koagulation abgetrennt. Das weniger eiweißreiche Filtrat wird eingedampft u. zur Trockne gebracht. (Belg. P. 445 260 vom 18/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 15/7. 1941.) M. F. MÜLLER

Donau Chemie Akt.-Ges., Deutschland, *Verfahren und Vorrichtung zur Zerstörung von Schaum oder zur Verhinderung der Bildung desselben* in einem zylindr. Behälter mit kon. Einsätzen. Der in dem Turm aufsteigende Schaum wird durch Berieselung mit einer Fl. aus einer Brause niedergeschlagen. — Zeichnung. — Als Hauptanwendungsgebiet ist die Koagulation von Proteinen in Kartoffelsaft in der Wärme angegeben. (F. P. 879 028 vom 4/2. 1942, ausg. 11/2. 1943. D. Prior. 8/2. 1941.) M. F. MÜLLER

Berthold Glauberg, Frankreich, *Entbittern von Hirse und ähnlichen Samen*. Die Körner werden zunächst 30—45 Min. eingeweicht u. dann die gleiche Zeit mit 1%ig. NaOH behandelt. Anschließend erfolgt Waschen in fließendem W. u. Trocknen. In gleicher Weise können auch die Mehle behandelt werden. (F. P. 890 503 vom 20/7. 1942, ausg. 10/2. 1944.) SCHINDLER

Gaston Levy-Lang, Frankreich, *Geschmacksverbesserung von frischem oder getrocknetem Gemüse oder Obst* durch kurzes Rösten bei über 100° liegenden Temperaturen. (F. P. 890 091 vom 7/7. 1942, ausg. 27/1. 1944.) SCHINDLER

Erste Békésacsabac, Miscoleer und Debrecener Istrán Dampfmühlen A. G., Miscole, Ungarn, *Herstellung von gepufften Erbsprodukten*. Als Ausgangsmaterial dienen trocken enthülste, gegebenenfalls soweit erhitzte Erbsen, daß das Eiweiß irreversibel geworden ist. Das Puffen erfolgt in üblicher Weise durch Druckerhitzung auf 12—12,5 at während 2—4 Min. u. plötzliche Druckentspannung. (Holl. P. 56 062 vom 28/2. 1940, ausg. 15/4. 1944. Ung. Prior. 5/9. 1939.) SCHINDLER

Karl Ernst Becher, Deutschland, *Behandlung von pflanzlichen oder tierischen Stoffen zwecks Konservierung* durch Zusatz von Zuckern verschied. Art oder deren Gemischen, denen Adsorbentien oder großoberflächenhaltige Stoffe wie Aktivkohle, Silicagel, Ton, Bolus, Kaolin u. a. m., sowie neutrale, saure oder alkal. Salze, Stärke, Pektin oder Kleie zugefügt sein können, in Mengen von 20—80% der Trockensubstanz. Zweck ist Erhaltung der Eigg. der Rohstoffe, ihrer Glucoside, Alkaloide u. der pH-Werte. (F. P. 888 624 vom 27/11. 1942, ausg. 17/12. 1943.) SCHINDLER

Gaston Levy-Lang, Frankreich, *Herstellung von Gemüsekonserven*. Die frischen Gemüse werden hydraul. gepreßt u. zu dem erhaltenen Gemüsekuchen wird eine Abkochung von tier. Prodd., z. B. Knochen, oder Blut usw. in Mengen von 40—60% gegeben. Anschließend erfolgt Eindampfen oder auch Trocknen der Masse. (F. P. 890 546 vom 28/8. 1942, ausg. 10/2. 1944.) SCHINDLER

Henri Couturier, Frankreich, *Herstellung von Trockengemüsekonserven* unter Zusatz von 0,1—0,5% Na-Meta- oder Pyrophosphat vor oder während des Trocknungsprozesses. Besseres Garkochen der Prodd. wird erreicht. Verschiebung des pH-Wertes auf optimal 5,5. (F. P. 890 085 vom 1/7. 1942, ausg. 27/1. 1944.) SCHINDLER

Charles Jean Schmidt, Frankreich, *Herstellung von Marmeladen, Konfitüren, Fruchtpasten usw.* durch Mitverwendung von Johannisbrotkernmehl (I). Z. B. werden auf 20—40 (Teile) Aprikosenmarmelade 50—60 I kalt oder warm eingemischt. Auch Honig läßt sich mit I um über das Doppelte strecken. (F. P. 890 068 vom 12/6. 1942, ausg. 27/1. 1944.) SCHINDLER

Francis Duplat, Frankreich, *Herstellung von Marmeladen, Konfitüren, Gelees*. Gereinigte u. zerkleinerte Futterrüben werden gekocht u. der Saft dann abgepreßt. Dieser wird dann im Vakuum derart eingedampft, daß er nach Zusatz von Aromastoffen geliert bzw. fest wird. Auch Garten- oder Wildfrüchte können mit verwendet werden. (F. P. 889 608 vom 20/5. 1942, ausg. 14/1. 1944.) SCHINDLER

Scott Henry Perky und Carlos L. Crum, Dayton, Ohio, V. St. A., *Nährgetränk*. Eiweiß- u. kohlenhydrathaltige pflanzliche Rohstoffe werden mit verd. Säuren so lange zum Sieden erhitzt, bis sich Monosaccharide gebildet haben. Sodann wird nach dem Abkühlen Pepsin zum Abbau der Eiweißstoffe zugesetzt. Sodann wird die freie Säure neutralisiert u. die Fl. vom Rückstand getrennt. (A. P. 2 259 582 vom 2/12. 1939, ausg. 21/10. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 21/10. 1941.) SCHINDLER

Pierre Charaux, Frankreich, *Vitaminhaltige Pflanzensäfte*. Die Früchte des Sanddorns, von Hagebutten, Iris u. Gladiolen werden auf Porzellan- oder Granitwalzen zerkleinert, in Holz- oder nichtrostenden Stahlfässern gesammelt u. unter Ausschluß oxydierbarer Metalle gepreßt u. eingedampft. Die Aufbewahrung kann unter CO₂-Druck erfolgen. Die Prodd. werden nun anderen Fruchtsäften, Weinen, Limonaden usw. zugesetzt. Erhöhung bes. des Vitamin C-Gehaltes. (F. P. 890 411 vom 27/1. 1943, ausg. 8/2. 1944.)
SCHINDLER

Henri Roger Lénier, Frankreich, *Herstellung von Extrakten aus gerösteten Pflanzen bzw. Pflanzenteilen*. In weiterer Ausbildg. des Hauptpatentes, das im wesentlichen die Herst. von Kaffee-Extrakten betrifft, wird das Verf. auf alle zu ähnlichen Extrakten geeignete Pflanzen oder Pflanzenteile, wie Blätter, Blüten usw. ausgedehnt. Zweckmäßig werden die Stoffe vor der Trocknung u. Röstung einer Fermentation unterworfen. (F. P. 52 337 vom 14/9. 1942, ausg. 1/2. 1944. **Zus. zu F. P. 864 412; C. 1941. II. 968.**)
SCHINDLER

E. Erbe, Trondheim, Norwegen, *Herstellung von Kaffee-Ersatz*. Man sättigt Cellulose mit einer Lsg. von Karamelzucker von der D. etwa 1,24, trocknet, röstet u. mahlt die Masse. (Schwed. P. 110 124 vom 3/11. 1942, ausg. 21/3. 1944.)
J. SCHMIDT

Frieda Brandl, Deutschland, *Kaffee- oder Kakaowürfel*, bestehend aus Magermilch oder Molkenpulver, Zucker, Kaffee- oder Kakaopulver. Das Verpressen erfolgt bei höchstens 150 kg/qcm. Zusätze von Malzextraktpulver, Eigelb, Lecithin, Vitaminen usw. bis zu 15% der M. sind vorgesehen. (F. P. 889 958 vom 11/8. 1941, ausg. 25/1. 1944. D. Prior. 12/8. 1940.)
SCHINDLER

Soc. An. Saclia, Italien, *Tee-Ersatz*. Orangeschalen werden gewaschen, getrocknet u. in ganz kleine Stücke geschnitten. Sodann werden sie etwa 35 Min. bei etwa 140° unter Rühren geröstet. (F. P. 890 576 vom 31/7. 1942, ausg. 11/2. 1944. It. Prior. 9/5. 1942.)
SCHINDLER

Maurice François, Frankreich, *Tee-Ersatz*, bestehend aus Rosmarin, den man einige Stdn. in lauwarmem W. ausziehen läßt, dann wäscht u. schließlich mit warmer Luft bei 80—90° trocknet. Anschließend findet eine langsame u. schwache Röstung statt. Die erforderliche Vorr. ist näher beschrieben. (F. P. 890 087 vom 2/7. 1942, ausg. 27/1. 1944.)
SCHINDLER

Malmö Chokolad- & Konfektfabriks Aktiebolag, Malmö, Schweden, *Verarbeiten von Schokolademassen*. Die MM. werden Ultraschallwellen mit einer Frequenz von etwa 15 kHz. oder mehr ausgesetzt. Durch diese Ultraschallbehandlung erzielt man, bes. wenn gleichzeitig Luft eingblasen wird, eine schnelle Verminderung der Korngröße in der Schokoladensuspension, eine große Stabilität, sowie eine gute Depolymerisierung u. Oxydation der Kakaoteilehen. Die Behandlung wird bei Raumtemp. bis 150° durchgeführt. (Dän. P. 61 924 vom 8/5. 1942, ausg. 14/2. 1944. Schwed. Prior. 1/4. 1942.)
J. SCHMIDT

○ **Frank H. Fleer Corp.**, übert. von: **Louis William Mahle**, Philadelphia, Pa., V. St. A., *Kaugummigrundstoff*, bestehend aus Polyoxyalkoholestern eines hydrierten Harzes. (A. P. 2 260 148 vom 19/6. 1939, ausg. 21/10. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 21/10. 1941.)
SCHINDLER

Jesse Tanner, Frankreich, *Konservieren von Lab* durch Zusatz von CaCl₂ bis zu 30%. (F. P. 889 832 vom 26/5. 1942, ausg. 20/1. 1944.)
SCHINDLER

Aktiebolaget Svenska Fläktfabriken, Schweden, *Behandlung von Futtermitteln*. Gras oder ähnliche Grünfütterarten werden nach dem Schnitt in einem Häckseler zerkleinert, mittels eines endlosen Transportbandes, welches im Innern mit einer Sammelvorr. versehen ist, zu einer gleichmäßigen M. verarbeitet u. dann in Trockenvorr. getrocknet. Vorr. u. Zeichnungen. (F. P. 884 003 vom 18/9. 1941, ausg. 30/7. 1943. Schwed. Prior. 19/9. 1940.)
KARST

Chemische Fabrik „Katendrecht“ N. V., Holland, *Konservierung von Futtermitteln in Silos*. Als Sicherungszusätze werden dem in Silos eingelagerten Grünfütter oder dem sonstigen zu silierenden Futtermitteln Phosphate, bes. Diammonphosphat, Ammonsalze organ. oder anorgan. Säuren, z. B. NH₄Cl, u. oxydierende Salze zugesetzt. Dadurch werden Eiweißverluste vermieden u. buttersäurefreie Silofuttermittel erhalten. (F. P. 889 557 vom 4/1. 1943, ausg. 13/1. 1944. Holl. Prior. 23/1. 1942.)
KARST

Einar Kolle, Ålesund, Norwegen, *Herstellung von Konservierungsmitteln für Futtermittel*. Man vermischt fl. Konservierungsmittel, wie Säuren, mit organ. verdaubaren, als Adsorptionsmittel dienenden Futtermitteln, wie Fischeiweiß, so daß eine plast. M. erhalten wird, die dann den zu konservierenden Futtermitteln zugemischt wird. Die

als Adsorptionsmittel dienenden Futtermittel müssen gut quellbar sein. (N. P. 67 384 vom 26/3. 1941, ausg. 31/1. 1944.) J. SCHMIDT

Gerolf von Baer, Ungarn, *Futtermittel*. Die in den Rückständen von der A.-Gewinnung aus Zuckerrübenmelasse enthaltenen festen Stoffe werden mittels einer Zentrifuge abgetrennt, in Trockentrommeln getrocknet u. zerkleinert. Man erhält ein Futtermittel mit hohem Geh. an verdaulichem Eiweiß. (F. P. 883 647 vom 29/6. 1942, ausg. 9/7. 1943.) KARST

C. P. Sörensen, Aalborg, Dänemark, *Herstellung von Futtermitteln aus Abfallstoffen*. Küchenabfälle, z. B. ein Gemisch aus etwa 15% Fischabfall, 40% Grünwarenenabfall, 20% Brotabfall u. 25% Fleischknochen u. Soßenabfälle, werden in einem geschlossenen Behälter im Vakuum erwärmt, bis das Material seine Neigung zu einer leimartigen Konsistenz verloren hat, worauf man unter einem Druck von etwa 2,5 at bis auf etwa 140° erhitzt u. bei dieser Temp. unter steigendem Druck etwa 1,5 Stdn. hält. Dann wird im Vakuum weiter erhitzt, bis eine trockene homogene M. erhalten wird, die zu Kuchen verpreßt oder zu Mehl gemahlen wird u. als Tierfutter dienen soll. (Schwed. P. 110 125 vom 13/5. 1941, ausg. 21/3. 1944.) J. SCHMIDT

Soc. à r. l. E. & S. Giselard und Otto Sackur, Frankreich, *Extraktion von Eiweißstoffen aus Futterkuchen beliebiger Herkunft*. Die gemahlene Futterkuchen werden mit einer alkal. Lsg. von Carbonaten, Sulfaten oder Phosphaten oder von NaCl oder KCl behandelt. Die Fällung der Eiweißstoffe erfolgt durch Neutralisation mit anorgan. Säuren im stöchiometr. Verhältnis. Anschließend folgt Abtrennung. Die verbliebene Fl. kann wieder in dem Prozeß verwendet werden u. wird dann auf die Alkalien aufgearbeitet. Der mehr oder weniger enteiweißte Futterkuchen wird erneut verpreßt u. seiner Verwendung zugeführt. (F. P. 888 243 vom 14/2. 1942, ausg. 7/12. 1943.) SCHINDLER

Henry C. Sherman and Caroline S. Langford, Introduction to foods and nutrition. London: Mac Millan. 1944. (292, VIII S.) 8°. 10 s.

A. Malagrin, Le soya, culture et utilisation. Pairs: Gauthier-Villars. (72 S.) fr. 40,—.

XVII. Fette. Seifen. Wasch- und Reinigungsmittel. Wachse. Bohnermassen usw.

H. P. Kaufmann und W. Wolf, *Adsorptionstrennungen auf dem Fettgebiet. V. Trennung von cis-trans-Isomeren. Studien auf dem Fettgebiet*. 108. Mitt. (107. vgl. C. 1944. I. 1148.) Vff. berichten zunächst über die bisherigen Verss. zur Adsorptionstrennung von Fettsäuren. Weiter werden Unterss. beschrieben, die sich mit der Trennung von Tributyrin-Trimyristingemischen an Silicagel, Al₂O₃ u. Kohle befassen. Danach wird Tributyrin stärker an Silicagel u. Al₂O₃ adsorbiert, so daß es aus dem oberen Teil der Säule in reiner Form gewonnen werden kann. Trimyristin erscheint im Filtrat, u. zwar beim Silicagel rein, bei Al₂O₃ mit wenig Tributyrin verunreinigt. Tributyrin wird von Kohle schwächer adsorbiert u. aus dem Filtrat in reiner Form erhalten. Tributyrin u. Trimyristin mit verschied. Sorten Al₂O₃ u. als Vgl. noch mit Kohle u. Silicagel behandelt, zeigten, daß die Wärmebehandlung von Al₂O₃ u. Silicagel nur geringen Einfl. hat. Das unterschiedliche Verh. der untersuchten reinen Glyceride von Fettsäuren verschied. Kettenlänge u. natürlicher Glyceride des Cocos- u. Palmkernfettes ist auf deren Zus. — gemischte Glyceride u. Ggw. ungesätt. Fettsäuren — zurückzuführen. Von Mono-, Di- u. Tristearin wird das Monoglycerid am stärksten u. das Triglycerid am schwächsten adsorbiert. Ferner werden Angaben über die Trennung von Glyceriden u. Fettsäuren gemacht. Hierbei ist das Silicagel dem die Fettsäuren stark festhaltenden Al₂O₃ überlegen. Zur Prüfung der Frage, ob sich cis-trans-isomere Säuren bzw. ihre Ester adsorptiv trennen lassen, wurde Fumar- u. Maleinsäure in Form der Methyl ester untersucht. Al₂O₃ (nach BROCKMANN) u. Silicagel waren ungeeignet. Unter bestimmten Bedingungen waren verschied. Sorten Kohle, am besten Carboactivat., zur Harnanalyse, MERCK, geeignet. Zur Trennung von Öl- u. Elaidinsäure wurde Silicagel verwendet. Aus Mischungen von 90% Öl- u. 10% Elaidinsäure wurde aus dem oberen Teil der Säule reine Ölsäure erhalten; bei einem Verhältnis von 80 : 20 ergab das Eluat der oberen Hälfte 98% Ölsäure. Al₂O₃, Tierkohle u. Carlonit gaben bisher keine befriedigende Trennung. Brassidin- u. Erucasäure zeigen bei geeigneten Versuchsbedingungen verschied. starke Adsorption. Eine Trennung zu den reinen Säuren war bisher noch nicht möglich. Kohle reichert die höherschmelzende Brassidinsäure an, während Silicagel umgekehrt wirkt. Auf die bes. Schwierigkeiten bei der Adsorptionstrennung wird hingewiesen. (Fette u. Seifen 50. 519. Nov. 1943. Münster, Univ. Inst. für Pharmazie u. chem. Technologie.) NEU

H. P. Kaufmann, *Über Lallelantia iberica als Ölfrucht. Studien auf dem Fettgebiet* 109. Mitt. (108. vgl. vorst. Ref.) Aus 50 Samenproben wurde mit Ä. oder PAe. das Öl gewonnen. Die Samen waren braun bis schwarz, durchschnittlich 4,8—5,3 mm lang, 1,4—2,0 mm breit und 1,1—1,2 mm dick, Besatz bis 8%, größtenteils aus Samenhülsen bestehend, 1000-Korngewicht 2,8—6,0, meist 4—5, W.-Gehalt 6—10%. Die mit Ä. extrahierten Öle sind durchweg dunkler, aber auch die mit PAe. extrahierten Öle schwankten von hellgelb und tiefgelb bis grün. Die Durchlässigkeit der verschied. Öle wurde im PULFRICH-Photometer geprüft (Tab. vgl. Original). Bei 12 Proben war der Ölgeh. infolge erheblicher Mengen tauber Samen nur 15—24%, bei den übrigen schwankte er zwischen 28 u. 32%. Die SZZ. schwankten von 0,1—16,8, je einmal wurde jedoch 36,9 u. 39,9 gefunden. Die JZZ. lagen zwischen 167,9 u. 209,2, n_D^{20} 1,48242 bis 1,48343. — Eines der Öle wurde näher untersucht. Qualitativ wurden nachgewiesen: Öl-, Linol-, Linolen-, Palmitin- u. Stearinsäure. Quantitativ wurde nach der bekannten Berechnungsweise des Vf. ermittelt: 5,6(%) Öl-, 35,5 Linol- u. 46,4 Linolensäure. Die Best. der Ölsäure nach der Meth. von HAZURA, die ein wenig abgewandelt wurde, ergab 6,2% Ölsäure. Damit ist die Richtigkeit der Berechnungsweise des Vf. erneut bewiesen. Sie wird noch einmal angegeben. In dem Oxydationsprodukt konnten 8,6% gesätt. Fettsäuren nachgewiesen werden, während die n. Best. nach BERTRAM 8,1% ergab. Auch hier liegen die Fehler innerhalb der Fehlergrenze. Verss. mit wechselnder Einwirkungsdauer u. verschied. Überschüssen an Reagens bei der Best. der Rhodanzahl ergaben, daß der Endpunkt der Addition genügend definiert u. die Genauigkeit der Werte ausreichend ist. Die Prüfung der Trocknungsfähigkeit des Lallelantiaöles mit dem THYWISSEN-Trocknungsprüfer u. Verss. mit dem Lallelantiaöl-Standöl ergaben, daß Lallelantiaöl für die Herst. von Anstrichmitteln sehr geeignet ist. (Fette u. Seifen 51. 2—5. Jan. 1944. Münster, Univ., Inst. für Pharmazie u. chemische Technologie.) O. BAUER

Alph. Steger und J. van Loon, *Lallelantiaöl*. Es wurde ein kaltgepreßtes (und ein mit PÄ. extrahiertes) Öl von *Lallelantia iberica* untersucht. Die Öle waren hellgelb (grüngefärbt) u. hatten folgende Kennzahlen: n_D^{20} 1,4837, (1,4830), n_D^{70} 1,4645 (1,4641), D_4^{20} 0,9303, D_4^{78} 0,8917, JZ. (WIJS) 202,8 (197,0), RhZ. 125,1, VZ. 189,0 (189,2), SZ. 1,2 (3,1), OH-Z. 7,1, RMZ. 0,86, PoZ. 0,49, DZ. 1,3, η_{20} 43,5 cp. Das kaltgepreßte Öl wurde noch näher untersucht. Es trocknete auf der Glasplatte ohne Siccativ innerhalb 48 Stdn. klebfrei, mit 5% Pb-Mn-Co-Landigen schon innerhalb 4 Stunden. Seine PÄe-lösl. Säuren hatten JZ. (WIJS) 211,7, SZ. 198,6, Mittleres Mol.-Gewicht 282,6, n_D^{20} 1,4547, gesättigte Fettsäuren nach BERTRAM 8,9%. Linolensäure ließ sich als Hexabromid, Ölsäure als Dioxystearinsäure u. Linolsäure als Sativinsäure nachweisen. Der Geh. an diesen drei Säuren errechnet sich nach KAUFMANN: Ölsäure 1,4(%), Linolsäure 36,4, Linolensäure 53,3. Durch den Anbau von *Lallelantia iberica* kann in südlichen Gegenden, wo *Linum usitatissimum* ein als Bindemittel in der Anstrichtechnik u. als Lackrohstoff weniger geschätztes Leinöl liefert, an gleicher Stelle ein Öl gewonnen werden, das die besten Leinöle völlig ersetzen kann. (Fette u. Seifen 51. 1—2. Jan. 1944. Delft, Techn. Hochsch., Labor. für die Technologie der Öle u. Fette.) O. BAUER

G. E. Blackman, *Sonnenblumen als Ölfrucht*. Bei Verss. über den Anbau von Sonnenblumen in England haben sich für den Süden u. Osten gewisse Sorten als aussichtsreich erwiesen, die Zahl der Verss. ist aber noch nicht ausreichend, um ein abschließendes Urteil zu ermöglichen. (J. Ministry Agric. 50. 517—21. Febr. 1944. London. Imperial Coll. of Science and Technology.) JACOB

J. Bonnet, *Die Herstellung von Traubenkernöl*. Vf. berichtet über die prakt. durchgeführte Extraktion von getrockneten, pulverisierten Traubenkernen bei 70—80° mittels Trichloräthylen, wobei das ölhaltige Lösungsmittel in einem 2. Behälter mittels Wasserdampf bei 100° abgetrieben wird. Es wird empfohlen, die Verarbeitung in kleinen in den Weingebieten liegenden Betrieben mit einem Tagesdurchsatz von 2,4—2,5 t vorzunehmen. Die Trester einer n. Weinlese enthalten etwa 33—34% Schalen, 20—22% Kerne u. 45—47% Fruchtfleisch. Die destillierten oder gewaschenen Trester halten sich sehr gut; aus den trockenen Kernen ließen sich etwa 11—12% Öl gewinnen. Die Trester werden zuerst in einer kontinuierlichen Presse, u. dann in einem Sortierer behandelt. Die Presse befreit die Kerne vom Fleisch u. pulverisiert sie. Im Sortierer findet eine Aufteilung in Schalen, Kerne u. Fruchtfleisch statt. Die Schalen dienen als Brennmaterial, das Fruchtfleisch als Kompost. Letzterer enthielt im Durchschnitt 2,3—2,4% N₂, 0,17—0,20 H₂PO₄ n. 0,5—0,6% K₂CO₃. (Bull. Mat. grasses Inst. colon. Marseille 26. 186—88. 1942.) BÖSS

Joannès Colmeau, *Frankreich, Speiseölersatz*, bestehend aus einem Gemisch von 10 g Psylliumkörnern, 75 g Johannisbrotkernmehl, 8 g Agar, 4 g Gummi arabicum in etwa 12 l Wasser. (F. P. 888 238 vom 13/2. 1942, ausg. 7/12. 1943.) SCHINDLER

Nicolai Jakob Rossen, Dänemark, *Emulgator*, bestehend aus Magermilchpulver, mit 1–10% Pektin, dem Quellmittel, z. B. aus Algen gewonnene, zugesetzt sein können. Dient zur Herst. von Margarine u. zum Strecken von eßbaren Fetten. So kann z. B. 1 kg Butter durch Zusatz von 100 g Emulgator, gelöst in 1 l W., unter Erwärmen auf etwa 40° auf das Doppelte u. mehr gestreckt werden. (F. P. 890 849 vom 10/2. 1943, ausg. 18/2. 1944. Dän. Prior. 20/2. 1942.) SCHINDLER

Novag Akt.-Ges., Zürich, Schweiz, *Körperreinigungsmittel*, bestehend aus einer seifenfreien Mischung von Füllmitteln, wie Bentonit, Kaolin, Stärke, einem schaumbildenden Netzmittel, z. B. ein oder mehreren Reaktionsprodd. von H₂SO₄ oder H₃PO₄ mit hochmolekularen Alkoholen mit mehr als 10 C-Atomen oder deren Salzen, einem wachsartigen Stoff, der gegen Abnützung widerstandsfähig macht, wie Paraffin, Wachse, Stearinsäure oder deren Ester u./oder lösl. Eiweiß, bes. lösl. Milchcasein in Form von pulveriger Trockenmilch. Zur Herst. werden die wachsartigen Stoffe geschmolzen u. die übrigen Stoffe allmählich zugesetzt. Die erhaltene M. ist schneid- u. formbar u. kann auch in der Strangpresse verarbeitet werden. Beispiele: 1. 10 (g) Na-Laurylalkoholsulfonat, 15 koll. Kaolin, 10 Bentonit, 25 Stärke 20 10%ig. Tragantthsg., 7 Milchcasein u. 7 Parfüm; 2. 6 (g) Paraffin, 4 Carnaubawachs, 2 Bienenwachs, 1 Triäthanolamin, 17 Na-Cetylalkoholsulfonat, 22 Bentonit, 28 Stärke, 15 10%ig. Methylcelluloseglsg. u. 5 l Casein. (F. P. 889 888 vom 5/6. 1942, ausg. 21/1. 1944. Schwz. Prior. 0/6. 1941.) GRÄGER

Georges Ernest Noel und Antony Auguste Louchart, Frankreich, *Mittel zum Waschen*, bes. der Hände, bestehend aus einem Gemisch eines Schaummittels, wie *Alkyl-naphthalinsulfonat* oder Schwefelsäureester eines höheren Alkohols (10–30%) mit einem festen dispergierbaren Mittel, z. B. Silicaterde, Bentonit oder Talkum (30–50%) u. einem reinigend wirkenden lösl. Salz, z. B. Na₂HPO₄, Na₃PO₄, Na₂CO₃ oder NH₄-Salze (60 bis 20%). Diesem Gemisch kann noch ein Parfüm u. auch ein Farbstoff, bes. von antisept. Wrkg., wie Methylenblau, zugesetzt werden. Die M. wird in Pastillen oder Stäbe, die in so große Stücke geschnitten werden können, wie sie zu einmaligem Waschen ausreichen, geformt. (F. P. 890 494 vom 19/5. 1942, ausg. 9/2. 1944.) GRÄGER

Gebrüder Brockers Fabrikation und Vertrieb Chemischer Präparate, Witten-Ruhr, *Hautreinigungsmittel*, bestehend aus granuliertem oder pulverisiertem Kautschuk gemischt mit Seife. (Belg. P. 445 319 vom 23/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. D. Prior. 3/4. 1939.) M. F. MÜLLER

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Lösungsmittel, besonders für natürliche und künstliche Harze und andere filmbildende Stoffe*. Man verwendet Diisopropylcarbinol (I). Man dispergiert 20 (Teile) I in 80 einer konz. Seifenlösung. Man erhält ein sehr wirksames Reinigungsmittel. (F. P. 890 988 vom 15/2. 1943, ausg. 23/2. 1944. D. Prior. 29/4. 1939.) SCHWECHTEN

Pierre Lhomer, Frankreich, *Mischen von Wachsen und Fetten mit kolloidalen Erden* ohne Verwendung von Lösungsmitteln. Die Wachse oder Fette werden in Gefäßen mit Rührwerk geschmolzen u. bei einer Temp. zwischen F. u. Kp. gehalten. Die koll. Erde, wie Bentonit, Kaolin, Kieselgur oder Talkum, wird langsam bei gleichbleibender Temp. zugeetzt. Z. B. 25 (Teile) Ceresin werden mit 75 koll. Ton verrührt. Die erhaltenen Prodd. sind mit W. in jedem Verhältnis zu Emulsionen mischbar. Das Verf. ist geeignet zur Herst. von Metallputzmitteln sowie von kosmet. Pudern. (F. P. 890 203 vom 1/10. 1942, ausg. 2/2. 1944.) GRÄGER

XVIII. Faser- und Spinnstoffe. Holz. Papier. Cellulose. Kunstseide. Linoleum usw.

A. Kufferath, *Die Frischwasser- und Abwasserprobleme der Papierindustrie*. Hinweis auf die Verwendung von Brandol-Kerzenfiltern Syst. W. HARNISCH aus einem mit Bakelitharz gebundenen Gerüstkorn mit koll. verteiltem freiem Kresolgeh. zur Reinigung von biolog. verschmutztem Frischwasser u. Erläuterung der bewährten Stofffänger, der WÄNGNER-Trommelfilter u. des Adka-Stofffängers. (Papier-Ztg. 69. 133–36. 22/4. 1944. Berlin.) MANZ

Johan Richter, *Laugenrückgewinnung*. (Vgl. VENEMARK, C. 1943. II. 1686.) Die Möglichkeiten einer kontinuierlichen Filterwäsche an Stelle von Diffuseuren oder Verdrängung im Kocher werden besprochen. Da die Verhältnisse von Betrieb zu Betrieb beträchtlich schwanken, ist ein direkter Vgl. auf Basis statist. Zahlen kaum möglich; das Zahlenmaterial aus Verss. mit Filterwäsche ist zu gering. Aus den vorliegenden Erfahrungen werden gewisse Voraussetzungen gefolgert. So muß zwischen Rückgewinnung u. Reinwaschen unterschieden werden: der Einfl.

der Zeit wird besprochen. Die rein mechan. Seite des Problems wie Filterkonstruktion, Zuführung des Zellstoffes u. Diffusion läßt sich heute ohne techn. Schwierigkeiten lösen. Das Schäumen konnte durch einfache Mittel beseitigt werden. Vf. erwartet eine bedeutende Ausweitung der Methoden der Filterwäsche nach dem Kriege, bes. für die Rückgewinnung von Sulfitablaugen der Spritfabriken oder der Verdampfung. (Svensk Papperstidn. 47. 81—83. 29/2. 1944. Karlstad, A/B Kamy.)

WULKOW

—, *Bakteriologische Prüfung von Papier und Pappe*. Übersicht über das gesamte Gebiet. (Paper-Maker Brit. Paper Trade J. 100. Nr. 6. Techn. Suppl. 93—96. 101. Nr. 1. Techn. Suppl. 4. Jan. 1941.)

FRIEDEMANN

Hilding Bergström und K. G. Trobeck, *Bestimmung von in Sulfatablaugen gelöstem Harz*. (Vgl. C. 1944. I. 910.) Vff. berichten über die Best. von Seife, die sich „gelöst“ in der Lauge befindet. Die zur Best. dienende Laugenprobe soll etwa 20% Trockensubstanzgeh. besitzen (bei höherer Konz. entsprechend verdünnen). Die Best. des W.-Geh. erfolgt in bekannter Weise mit Xylol. Zur Analyse wird eine Laugenmenge entspr. 100—150 g Trockensubstanz eingewogen. Bei 60—70° mit konz. HCl im Überschuß fällen. Etwa 50 ccm HCl also zusetzen, nachdem Gasentw. u. Ausfällung beendet sind. Dabei fällt das fl. Harz nebst dem größten Teil der in der Lauge befindlichen organ. Substanz. Der Nd. wird im Porzellantrichter mit ebenem Boden u. doppeltem Filtrierpapier gefiltert. Da der Nd. möglichst wenig Lsg. enthalten soll, ist der Nd. beim Absaugen mit einem Glasstab z. B. zu rühren. Das Filtrat wird einmal mit 150 ccm PAe. oder auf dem W.-Bad abgetriebenem Extraktionsbenzin zur Lsg. eventuell in das Filtrat gegangenen fl. Harzes ausgeschüttelt. Der Nd. wird in einem 500 ccm Becher mit 150 ccm absol. A. versetzt, unter Umrühren auf etwa 70° erwärmt, wobei sich der größte Teil des Nd. löst. Danach auf Raumtemp. abkühlen (Niederschlags-Bldg.). A.-Lsg. (Lsg. I) vom Nd. abdekantieren, den festen Kuchen in 150 ccm absol. A. unter Erwärmen bis etwa 70° lösen. Diese A.-Lsg. (Lsg. II) wird bei so hoher Temp. gehalten, bis die Lsg. klar wird (ca. 50°). Lsg. I u. II dürfen nicht gemischt werden, da Lsg. I durch den W.-Geh. eine Fällung verursachen würde. Das fl. Harz wird auf folgende Weise aus den Lsgg. I u. II gewonnen: I ausschütteln mit 150 ccm PAe., wie eingangs zum Ausschütteln des Filtrats der ursprünglichen Fällung mit HCl verwandt. Mit gleichem PAe. von Lsg. I auch Lsg. II ausschütteln. Zur Verhinderung einer Fällung Lsg. II etwa bei 50° halten. Die Lsgg. weiterhin viermal mit je 75 ccm PAe. ausschütteln, wobei beide Lsgg. nacheinander mit demselben PAe. behandelt werden. Lsg. I wird wegen ihres geringeren Geh. stets vor Lsg. II ausgeäthert. Etwa auftretende Fällungen werden in A. gelöst u. mit PAe. ausgeschüttelt. Die PAe.-Lsgg. (insgesamt etwa 450 ccm) werden viermal mit je 100 ccm W. gewaschen. Nach Abdunsten des PAe. wird der Rückstand in N-Atmosphäre bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Der getrocknete Extrakt kann durch Schwefel getrübt sein, er wird dann dreimal mit je 25 ccm PAe. unter Rückfluß 5 Min. gekocht. Nach jeder Kochung wird der PAe. vom Nd. abgossen. Nach Abkühlen auf Raumtemp. werden die gesammelten PAe.-Auszüge filtriert. Nach Waschen des Filters mit PAe. wird die so gewonnene PAe.-Lsg. verdampft u. der Rückstand wie oben getrocknet. Da fl. Harz nicht vollständig lösl. ist in PAe., entspricht der nach obigem Verf. erhaltene Extrakt nicht ganz dem Geh. der Lauge an fl. Harz. Ein Beispiel zur Analysenberechnung ist angegeben. (Svensk Papperstidn. 47. 7. 15/1. 1944.)

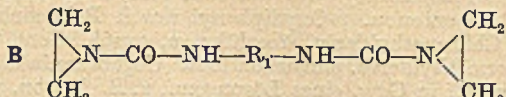
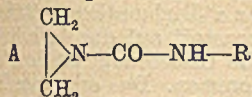
WULKOW

Böhme Fettechemie G. m. b. H., Deutschland, Walken. Mit Vorteil sind in neutralen, alkal. oder sauren Walkflotten als Walkmittel wasserlös. Cellulosederiv. wie Alkalisalze von Celluloseglykolsäuren oder Methylcellulose für sich oder zusammen mit anderen bekannten Walkmitteln zu verwenden. Vor allem beschleunigen sie den Walkvorgang u. ermöglichen das Einsparen von Walkmitteln auf Fettbasis. (F. P. 890 948 vom 10/2. 1943, ausg. 22/2. 1944. D. Prior. 18/2. 1942.)

HERBST

„Montecatini“ Soc. Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, Mailand, Schlichten. Als Schlichtemittel, bes. für Polyamidfäden, verwendet man Gemische aus einem Hydroxylgruppen enthaltenden Polyvinylharz (I) u. Borsäure (II). Die II wird in einer Menge von mindestens 5% vom Harz verwendet. Der Harzgeh. beträgt zweckmäßig 3—12%. Als I sind genannt Teiläther u. Teilester des Polyvinylalkohols (III) u. teilweise acetalisierter sowie teilweise ketalisierter III. Gut geeignet ist teilweise verseiftes Polyvinylacetat mit einer VZ. von 40—220, dessen 4%ig. wss. Lsg. eine Viscosität von 1,5 bis 20 Centipoises bei 20° hat. Zum Schlichten von Fäden aus Polyamiden eignen sich ferner Gemische aus I, II u. Polyäthylenoxyd, das in einer Menge von 5—30%, berechnet auf das Harz, zur Anwendung gelangt. Bei Verwendung dieser Gemische ist es zweckmäßig, die Fäden vor dem Schlichten mit einem Überzug aus Tanninsäure zu versehen, vorteilhaft in einer Menge von 0,2—1,5%, berechnet auf das Gewicht des Fa-

an ein N-Atom gebundenes H-Atom besitzen, u. Harnstoffderiv. (II) von Äthyleniminen der allgemeinen Formeln A oder B.



In diesen Formeln bedeuten R u. R₁ aliph. oder isocycl. Reste. Der Äthyleniminrest kann durch einen anderen α , β -Alkyleniminrest ersetzt sein. Die Behandlung mit den II kann auch vor oder nach der Behandlung mit den I erfolgen. Die imprägnierte u. gegebenenfalls getrocknete Ware wird dann einer Wärmebehandlung, zweckmäßig bei 100–140° unterworfen. Bei der Imprägnierung können Netz-, Weichmachungs- u. andere Appretiermittel mitverwendet werden. Die Behandlung kann kombiniert werden mit einer Behandlung der Faserstoffe mit Harnstoff u. HCHO oder HCHO allein. Als I sind genannt *Polyamine*, wasserlös. *Polymerisationsprodd.* von α , β -Alkyleniminen u. Eiweißstoffe, wie *Casein* oder *Leim*. Als II kommen in Frage Harnstoffe, die durch Umsetzen von Mono- oder Diisocyanaten mit Äthylenimin oder seinen Homologen erhalten sind. Die nach dem Verf. behandelten Faserstoffe zeichnen sich durch eine bessere Naßfestigkeit aus. In manchen Fällen wird auch der Griff verbessert. Die Faserstoffe zeigen stark hydrophobe Eigenschaften. (F. P. 884 904 vom 10/8. 1942, ausg. 31/8. 1943. D. Prior. 11/8. 1941.)

SCHWECHTEN

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Veredeln von Textilgut*. Das selbe wird mit *Polyisocyanaten*, wie 1,6-Hexamethylen-, Toluylendiisocyanat u. 1,3,6-Hexamethyltrisocyanat, bes. durch Tränken mit Lsgg. dieser u. Trocknen bei niedrigeren Temp., beladen u. einer Wärmenachbehandlung unterworfen. So behandeltes Textilgut ist *wäschbeständig* u. *wasserabstoßend*. *Cellulose-* bzw. *Cellulosehydrattextilgut* ist fernerhin nach der verfahrensgemäßen Behandlung mit *sauren Wollfarbstoffen* anfärbbar u. von geringerem *Quellvermögen*. (F. P. 885 932 vom 16/9. 1942, ausg. 29/9. 1943. D. Prior. 31/10. 1941.)

HERBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Veredeln von Textilgut, Leder, Papier und Holz*. Das Gut wird mit wss. Lsgg. von *quaternären Diammoniumverb.* aus *tertiären Dihalogenverb.* bzw. *Diestern der allg. Formel X · CH₂ · A · CH₂ · X*, worin X = Cl, Br, J oder der Rest einer Säure, deren Ester alkylierend wirken können, wie z. B. von *p-Toluolsulfonsäure*, A = NH · CO · CO · NH oder aliph., cycloaliph. oder arom. *KW-stoffrest*, der mit den CH₂-Gruppen über O, S, NH oder CONH verbunden ist, u. 2 Moll. eines tert. Amins getränkt, getrocknet u. einer Wärmenachbehandlung unterworfen. Bei der Textilveredlung können den Bädern auch noch andere Textilbehandlungsmittel zugesetzt werden, wie *Stärke*, *Dextrin*, *polyacrylsaures NH₄* u. *Polyvinylalkohol*, wodurch *wäschbeständige Appreturen* erzielt werden. Im übrigen ist nach dem Verf. das Behandlungsgut zu *hydrophobieren* u. *Cellulosehydrattextilgut* *quellfest* u. *schrumpffest* zu machen. An Stelle wss. Bäder können auch mit geeigneten organ. Lösungsm. wie *ä. oder Dioxan* bereitete Behandlungsflotten zur Anwendung gelangen. Verfahrensgemäß anzuwendende quaternäre Diammoniumverb. sind z. B. solche aus 1,4-Butandiol-di-(chloromethyl)-äther oder *Oxalsäure-di-(chloromethyl)-amid* oder 1,6-Hexamethylen-di-(chloromethyl)-amin u. *Pyridin*. (F. P. 889 266 vom 18/12. 1942, ausg. 5/1. 1944. D. Prior. 18/12. 1941.)

HERBST

Hermann Schubert, Deutschland, *Veredeln von Cellulosehydrattextilgut durch Ausrüsten mit harzartigen Aldehydkondensationsprodukten*. Mit Vorteil sind hierbei als *Kondensationsmittel sauer reagierende Salze von 4- oder mehrwertigen Metallen* wie des Cr, Ti, Ce, V, bes. des Th oder Zr zu verwenden. (F. P. 886 291 vom 30/9. 1942, ausg. 11/10. 1943. D. Prior. 2/10. 1941.)

HERBST

Hermann Schubert, Deutschland, *Formalisieren von Cellulosehydrattextilgut*. Als *saure Kondensationsmittel* sind hierbei mit Vorteil *saure reagierende Salze von 4- oder mehrwertigen Metallen*, bes. des Th oder Zr zu verwenden. (F. P. 886 358 vom 2/10. 1942, ausg. 13/10. 1943. D. Prior. 2/10. 1941.)

HERBST

Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges., Deutschland, *Hydrophobieren von Textilgut*. Die Ware wird mit wss. Lsgg. von *quartären Ammoniumverb.*, die auf 1 N mindestens 1 Äthyle mit mindestens 10 C-Atomen im Mol. enthalten, getränkt, getrocknet u. einer *Wärmenachbehandlung* unterworfen. Solche quartären Ammoniumverb. sind z. B. *Octadecyloxymethyldimethyloctadecylammoniumchlorid*, *Octadecyloxymethyl-N-dodecylpyridiniumchlorid*, *Di-(octadecyloxymethyl)-didodecyldimethyläthylendiammoniumchlorid*. Zweckmäßig werden den Behandlungsbädern noch Salze schwacher Säuren wie *Natriacetat* zugegeben. (F. P. 884 438 vom 24/7. 1942, ausg. 12/8. 1943. D. Prior. 5/8. 1941.)

HERBST

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Herstellung eines neuen Thioharnstoffderivates*, dad. gek., daß man das ätherartige Kondensationsprod. aus Dipenten u. p-Oxydiphenyl durch Behandeln mit α, α' -Dichlordimethyläther in ein Chlormethylderiv. überführt u. anschließend Thioharnstoff auf das so erhaltene Chlormethylderiv. einwirken läßt. Gegebenenfalls wird die Umsetzung mit dem Thioharnstoff in Ggw. eines Lösungsm., z. B. Aceton, vorgenommen. Das erhaltene Prod. ist ein farbloses Pulver, das in wenig A. gelöst auf Zusatz von W. eine klare, schäumende Lsg. ergibt. Es dient z. B. zum Schiebefestmachen von Geweben. (Schwz. P. 226 819 vom 7/2. 1941, ausg. 2/8. 1943. **Zus. zu Schwz. P. 225 357; C. 1944. I. 198.**)

M. F. MÜLBE

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Stabilisieren von Textilbehandlungsbädern, die Kondensationsprodukte aus Aminotriazininen bzw. Derivaten derselben und Formaldehyd enthalten*. Man fügt denselben eine schwache, flüchtige, wasserlösliche organische Base, bes. Pyridin, zu. (Schwz. P. 225 544 vom 14/11. 1941, ausg. 17/5. 1943.)

HERBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Verbesserung der Eigenschaften von mit Kunstharzen animalisierten Fasern, Bändern, Garnen und daraus hergestellten Erzeugnissen*. Die mit Harzen aus Äthylenimin oder seinen Homologen u. Isocyanaten oder Isothiocyanaten animalisierte Ware wird mit Aldehyden (I) in Form von Lsgg. oder in Dampfform nachbehandelt, worauf die Ware einer Wärmebehandlung unterworfen wird. Die so behandelte Ware ergibt mit Wollfarbs' offen bes. wasch- u. lichtechte Ausfärbungen. Als I eignen sich *HCHO, Benzaldehyd, Caprylaldehyd* u. α -*Pentyl- β -hexylacrolein*. — Ein Gewebe, das aus unter Mitverwendung eines Kondensationsprod. aus Äthylenimin, Phenol u. Phenylisocyanat gesponnener Kunstseide hergestellt ist, wird mit einer Lsg. aus 0,2% Milchsäure u. 3% HCHO imprägniert. Die Ware wird nun während 2 S'dn. bei gewöhnlicher Temp. verhängt u. dann während 24 S'dn. bei 80° getrocknet. (Holl. P. 54 903 vom 8/4. 1940, ausg. 15/7. 1943. D. Prior. 8/4. 1939.)

SCHWECHTEN

Zellwolle- und Kunstseide-Ring G. m. b. H., Berlin, *Verfahren zur Veredlung von künstlich geformten Gebilden, wie Fäden und Filme, sowie von plastischen Massen aus pflanzlichen oder tierischen Eiweißstoffen, aus Polyamiden und aus Gemischen beider Produkte*. Man behandelt Fäden, Fasern sowie andere Gebilde aus Eiweißstoffen, Polyamiden usw. mit in W. lösl., vorzugsweise farblosen Verb., die geeignet sind, mit den Aufbaustoffen der Gebilde eine chem. Bindung einzugehen. Die Wirksamkeit dieser Verb. erstreckt sich bes. auf die Oberfläche der Gebilde. Stoffe, die für die Behandlung in Frage kommen, sind z. B. Eisen(3)-, Lanthan-, Aluminiumsalze sowie Salze von seltenen Erden, Gallussäure, künstliche Gerbsäuren, wie Methylensalicylsäure, Binaphthalinsulfonsäuren, Dioxidiphenylsulfosulfonsäure, Isopropyl- u. Isobutylnaphtalinsulfonsäure, 3,5,3',5',x'',y''-Hexachlor-2,2'-dioxitriphenylmethan-2''-sulfonsäure, 3,5-Dichlor-2-oxydiphenylmethansulfonsäure u. x',y'-Trichlor-2-oxydiphenylmethan-3-sulfonsäure. Man wäscht z. B. eine mit Formaldehyd behandelte Albuminfaser, nachdem man sie zuvor abgepreßt hat, u. führt sie in ein Bad ein, welches 8 g Polynaphthylmethylensulfonsäure des Handels im Liter enthält. In dieser Lsg. behandelt man die Faser 15 Min. bei 100°, wäscht u. trocknet. (F. P. 886 088 vom 21/9. 1942, ausg. 4/10. 1943. D. Prior. 24/9. 1941.)

PROBST

○ Walther H. Duisberg, New York, N. Y., V. St. A., übert. von: Paul Schlack, Berlin, *Veredeln von Textilien oder Folien aus Eiweißstoffen, Polyamidharzen oder Mischpolymerisaten*. Man imprägniert die Ware mit einer Lsg. des Reaktionsprod. eines sek. Amins mit HCHO oder diesen abgebenden Stoffen. Hierauf unterwirft man das imprägnierte Gut in einer Atmosphäre mit einem relativen Feuchtigkeitsgeh. von 60—90% einer Wärmebehandlung bei 40—80°. (A. P. 2 246 070 vom 4/8. 1936, ausg. 17/6. 1941. D. Prior. 8/8. 1935. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 17/6. 1941.)

SCHWECHTEN

Soc. Rhodiaceta, Paris, *Beschweren von Fäden, Fasern und Geweben aus Superpolyamiden*. Das Beschweren der Ware wird mit einer Behandlung mit einem Quellmittel für die Polyamide vereinigt. Hierbei kann man so verfahren, daß man die Ware mit einem Quellmittel u. danach oder auch gleichzeitig mit einer Stannoehloridlg. behandelt. Hierauf hydrolysiert man das Sn-Salz auf dem Gut u. führt es in das Phosphat über. Diese Folge von Behandlungen wird mehrere Male wiederholt, worauf abschließend eine Behandlung mit einem Fixierungsmittel erfolgt. — Man behandelt einen Faden, der aus einem Superpolyamid von 100 Denier mit 30 Einzelfäden besteht, in Strangform 2 Stdn. bei 20° in einem SnCl₄-Bad von 30 Bé, dem als Quellmittel 20% Ameisensäure zugefügt ist. Das niedergeschlagene Hydrat wird nun in Sn-Phosphat

durch Behandeln während 20 Min. bei 70° mit einer wss. Lsg. umgesetzt, die im Liter 150 g Na₂HPO₄ enthält. Diese Behandlung wiederholt man 5 mal u. taucht zum Schluß den Strang 1 Stde. in ein Na-Silicatbad von 2° B_é bei 40°. Nach dieser Behandlung haben die Stränge im Gewicht um 80% zugenommen. Als Quellmittel kann man außer Säuren auch Phenole u. Amine verwenden. (Holl. P. 53 628 vom 8/3. 1940, ausg. 15/12. 1942. F. Prior. 25/3. 1939.)

SCHWECHTEN

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Verringerung der Wasserempfindlichkeit von Filmen, Häutchen und Textilfasern aus Mischpolyamiden*. Man unterwirft das getrocknete Gut einer Wärmebehandlung, vorzugsweise bei Temp. oberhalb 120°. — Man stellt einen Film mit einer Dicke von 60 μ aus einem Mischkondensat aus 60 (Teilen) Hexamethyldiammoniumadipinat u. 40 ε-Aminocaprolactam her, indem man eine 30%ige Lsg. in Methanol-W. im Verhältnis 9:1 ausgießt u. den Film bei 80° trocknet. Man unterwirft nun den prakt. trockenen Film einer Wärmebehandlung während einer Dauer von 3 Stdn. bei 140°. Man erhält einen leicht gelb gefärbten Film von pergamentartigem Griff, während der unbehandelte Film einen weichen Griff hat. Der Film ist gegen kochendes W. beständig. Die Prodd. eignen sich bes. als *Verpackungsmaterial für Lebensmittel*. (F. P. 880 501 vom 11/3. 1941, ausg. 29/3. 1943. D. Prior. 6/11. 1939.)

SCHWECHTEN

Rodolph Dellamonica und Albert Charles Henri Dellamonica, Frankreich, *Transparentes, wasserfestes Gewebe*, bestehend aus einem mit einem Überzug versehenen Metallgeflecht oder einem Textilgewebe, wie Tüll. Der Überzug besteht z. B. aus Chlor kautschuk, einem Kunstharz u. einem Weichmachungsmittel. Die Gewebe eignen sich als *Ersatz für Fensterglas*, zur Herst. von *Schutzbekleidung* u. als *Verpackungsmaterial*. (F. P. 862 929 vom 8/9. 1939, ausg. 19/3. 1941 u. F. P. 51 801 vom 30/11. 1940, ausg. 4/5. 1943. [Zus.-Pat.])

SCHWECHTEN

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Schützen von Fasergut vorm Verrotten*. Fasergut, wie *Fischnetze* u. *Seile*, das bei seiner bestimmungsgemäßen Anwendung der Einw. von W. ausgesetzt wird, wird mit *Phenolen* u. *Kondensationsprodd.* aus *höhermolekularen Fettsäuren*, in *Stearin-* oder *Ölsäure*, *mehrbas. Carbonsäuren*, wie *Phthal-* oder *Maleinsäure*, u. *mehrwertigen Alkoholen*, wie *Glycerin* oder *Glykolen*, imprägniert, wobei die Imprägnierbäder z. B. noch *Weichmachungsmittel* wie *Trikresylphosphat*, *Trockenstoffe* u. *Harze* enthalten können. Man erhält verfahrensgemäß eine wirksame u. beständige Imprägnierung. (F. P. 890 214 vom 18/1. 1943, ausg. 2/2. 1944. D. Prior. 7/1. 1939.)

HERBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Konservierungs- und Desinfektionsmittel für zersetzliche organische Stoffe, wie natürliche oder synthetische Faserstoffe, tierische und pflanzliche Leime, Casein und Pflanzenschleime*. Man verwendet Aralkylphenole, die in dem Arylrest durch Alkylgruppen substituiert sind, oder Salze dieser Phenole. Geeignete Verbb. sind z. B. *Dimethyl-*, *Isopropyl-* u. *Äthylbenzylphenol* (I). — Eine gegen Fäulnis beständige wasserfeste Imprägnierung wird in der Weise erhalten, daß man ein Baumwollgewebe mit Paraffin oder einer Paraffinemulsion imprägniert, in denen 3—5% I gelöst sind. (F. P. 881 396 vom 21/4. 1942, ausg. 22/4. 1943.)

SCHWECHTEN

August Fuchs, Wiesbaden-Biebrich, *Mottenschutzmittel* nach Pat. 731 339, dad. gek., daß es aus einer alkohol. Lsg. von Salicylsäure u. Borsäure besteht, der nur Formylaldehyd u. Pikrotoxin zugesetzt sind. Das Mittel ist auch an Fertigfabrikaten im Zerstückungsverf. anwendbar u. hinterläßt selbst auf sehr empfindlichen Stoffen keine Flecke. (D. R. P. 743 974 Kl. 451 vom 12/10. 1940, ausg. 6/1. 1944. **Zus. zu D. R. P. 731 339; C. 1943. I. 2465.**)

KARST

S. Sune-Barnola, Paris, *Stockimprägnierung*. Die aus künstlichem Holz oder Pappo gefertigten Stücke werden mit Fettstoffen, wie Öl oder Talg, imprägniert. (Belg. P. 445 179 vom 11/4. 1942, Auszug veröff. 28/2. 1943. F. Prior. 13/5. 1941.)

SCHINDLER

Constantin-Jean David, Frankreich, *Aufbringen von Verzierungen auf Trägern aus Papier, Pappo, Leder und Geweben*. Der Träger wird auf beiden Seiten angefeuchtet, dann zerknittert u. schnell im Ofen bei 80 bis 150° getrocknet. Darauf wird der abgegebene Träger geglättet u. mit einer Fettschicht aus Paraffin oder Stearin mit etwa 10% Wachs überzogen; dann wird in einem wss. Farbbad gefärbt, getrocknet u. durch Baretten u. Polieren nachbearbeitet. (F. P. 887 219 vom 26/11. 1941, ausg. 8/11. 1943.)

VIER

Soc. Holding Anonyme Monégasque „Néopa“, Monaco (Erfinder: J. Avot), *Leimen oder Imprägnieren von cellulosehaltigem Material, besonders von Papier*. Man verwendet vollkommen neutrale Lsgg. von Cellulosedithiocarbonat in alkalifreiem Wasser. Diese

Lsgg. werden entweder unmittelbar in dem Cellulosematerial aufgesaugt u. dann gefällt oder man fällt sie vorher unter Bldg. eines Celluloseethoxotrops u. bringt dieses auf die Fasermasse auf. Z. B. wird es bei der Papierherstellung unmittelbar in die Papiermasse gegeben u. mit dieser homogenisiert u. weiterverarbeitet. Zur Herst. der Dithionatlg. geht man von frischem, im 1. Reifungsstadium befindlichem Cellulosedithiocarbonat aus. Verwendet man Viscose zur Herst. des Dithionates, so soll die Lsg. mehr Viscose enthalten, als für die Kunstseideherst. üblich ist. Andererseits soll die Lsg. weniger sulfidiert als sonst üblich sein. Der Alkaligeh. soll etwa nur ein Drittel des üblichen Alkaligeh. von Viscose betragen. Durch die Verwendung völlig alkalifreier Lsgg. wird eine gleichmäßige Imprägnierung oder Leimung der Papiermassen erzielt. (Schwed. P. 109 138 vom 30/8. 1941, ausg. 23/11. 1943.) J. SCHMIDT

F. E. Olsson, Östertälje (Erfinder: L. Z. Olsson), *Herstellung von Harzleim*. Man behandelt Harzpulver mit einer wss. Alkalilsg., die Methanol oder Äthanol enthält. Die erhaltene Harzseifenlsg. läßt sich mit W. gut verdünnen u. dient dann zum Leimen von Papier. (Schwed. P. 109 292 vom 21/8. 1943, ausg. 14/12. 1943.) J. SCHMIDT

○ S. D. Warren Co., Boston, Mass., übert. von: Frederick H. Frost, Portland, Maine, V. St. A., *Herstellung von gestrichenem Papier*. Man bringt auf die eine Seite einer Papierbahn ein mineral. Streichmittel in einer Menge, die zumindest gleich 5 pds Trockengewicht pro Ries ist. Die aufzubringende Mischung besteht im wesentlichen aus der wss. Dispersion von Leim u. einem Gemisch farbloser Pigmente, die zu 30—70% aus TiO₂ u. zu 70—30% aus Satinweiß, CaCO₃ u. feinem Streichton bestehen. Die Pigmentmischung besitzt einen durchschnittlichen Brechungsindex von ca. 2. Nach dem Aufbringen des Streichmittels trocknet man das Papier, glättet es u. läßt es zwecks Ebnung des Überzuges durch den Feinkalander laufen. Schließlich bringt man noch eine farblose u. durchsichtige Lackschicht auf. (A. P. 2 236 847 vom 23/5. 1938, ausg. 1/4. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 1/4. 1941.) PROBST

○ The Champion Paper and Fibre Co., übert. von: Donald B. Bradner, Hamilton, O., V. St. A., *Herstellung gestrichener Papiere*. Man bringt auf eine laufende Papierbahn ein fl. Überzugsmittel im Überschuß; es stellt eine Fl. dar, die ein Pigment, in Suspension, u. Leim enthält. Das Papier hat auf die Fl. eine absorptive Wrkg., die sich derart auswirkt, daß auf der Bahn sich die Schicht eines festen Filterkuchens des Pigments bildet, über der die leimhaltige Fl. steht, die man nach der Bldg. des Kuchens entfernt, ohne dabei den Filterkuchen mit zu beseitigen. Trocknung schließt den Vorgang ab. (A. P. 2 237 068 vom 27/8. 1938, ausg. 1/4. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 1/4. 1941.) PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Behandlung von Erzeugnissen, die Papier zur Grundlage haben*. Man kann solche Erzeugnisse dadurch veredeln, daß man sie in irgendwelchem Stadium ihres Herstellungsanges mit Kondensationsprod. behandelt, die aus Formaldehyd u. niedrigmol. Carbonsäureamiden oder Carbinamidsäureestern mit nicht substituierter Amidgruppe behandelt u. hierauf einer Wärmebehandlung in Ggw. eines sauer wirkenden Katalysators unterwirft. Man erzielt auf diese Weise eine erhebliche Verbesserung der Reißfestigkeit u. der Biogefestigkeit im Naßzustande, was bes. Vorteile bei der Verwendung des Gutes zum Einwickeln u. als Bindfaden bietet. Das Papier kann in Blatt- oder Bandform behandelt werden. So imprägniert man z. B. Papier in Blattform mit einer Lsg., die im Liter 200 g eines Kondensationsprod. aus Formamid u. Formaldehyd enthält, wobei das Molverhältnis der beiden Ausgangsstoffe für das Harz = 1 : 3 ist. Als Katalysator dienen 2 g kryst. Aluminiumchlorid. Nach der Behandlung preßt man vom Lösungsüberschuß ab u. trocknet bei erhöhter Temperatur. In ähnlicher Weise kann eine Webkette aus Papier oder auch ein Gewebe, in dem Kette u. Schuß aus Papier bestehen oder in dem zumindest die Kette Papier ist, behandelt werden. (F. P. 884 291 vom 18/7. 1942, ausg. 9/8. 1943. D. Prior. 18/7. 1941.) PROBST

Papierfabrik Günzach G. m. b. H., Deutschland, *Einwickelmaterial für Nahrungsfette aller Art*. Man doubliert Papiersorten aller Art, z. B. Pergament- oder Pergaminpapier, mit Kunstharzfolien. Diese Folien können mit Farbstoffen, die schädliche Lichtstrahlen abhalten, gefärbt sein. Das Papier kann gleichfalls gefärbt oder mit farblosen, chem., die ultravioletten Strahlen absorbierenden Stoffen imprägniert sein. Als Kunststoff-Folien verwendet man solche aus hochpolymerisierten gesätt. KW-stoffen oder aus hochpolymerisiertem Vinylchlorid. (F. P. 883 757 vom 3/7. 1942, ausg. 16/7. 1943. D. Prior. 3/7. 1941.) PROBST

Allmänna Svenska Elektriska Aktiebolaget, Västerås, Schweden (Erfinder: H. Liander), *Herstellung von harzprägniertem Papier, für die Herstellung von Platten oder Rohren durch Pressen*. Die Papiermasse wird während ihrer Herst. mit einer

geringen Menge einer wss. Suspension oder Lsg. von Kunstharzen, bes. solchen aus Carbonamiden u. Aldehyden, zwecks Erhöhung der Wasserbeständigkeit des Papiers behandelt, u. dann wird das fertige Papier nach Zerschneiden mit einer größeren Menge des gleichen Harzes vermischt u. zu Platten oder Rohren verformt. (Schwed. P. 109 883 vom 15/9. 1941, ausg. 22/2. 1944.) J. SCHMIDT

C. G. Munters, Stocksund, Schweden, *Herstellung von wasserfesten Mehrschichtpappen*. Die einzelnen Papplagen, die vorher mit wasserabstoßenden Mitteln, wie Harz oder Al-Seife, imprägniert sein können, werden von Rollen abgerollt, wobei zwischen die Lagen eine Bindemittellsg. (Wasserglaslsg.) gespritzt wird, während die Außenlage außen mit einem bituminösen Überzug versehen wird, auf den man ein Krepppapier klebt. Vor dem Zusammenkleben werden die Pappen soweit getrocknet, daß sie nach dem Auftragen der Bindemittellsg. etwa gerade die n. Feuchtigkeit von etwa 10% aufweisen. (Schwed. P. 109 940 vom 3/11. 1941, ausg. 29/2. 1944.) J. SCHMIDT

Albert Lilienberg, Stockholm, *Herstellung nahtloser Rohre aus Holzsubstanz oder Holzfasermasse*. Diese werden unter Auflockerung, aber Beibehaltung der Inkrustenstoffe gut durchgemischt u. gegebenenfalls nach Zusatz von Bindemitteln, wie Paraffin, Bitumen, Teer, u. arsenhaltigen Stoffen zu Rohren verformt, wobei jedoch die einzelnen Holzteilchen noch ungeordnet bleiben sollen. Erst anschließend hieran wird in der Wärme gepreßt, wobei die Inkrustenstoffe u. die Bindemittel das Verkleben bewirken. Schließlich werden die Rohre außen mechan. durch Bänder od. dgl. verstärkt. Die Rohre können z. B. als Wasserleitung dienen. (N. P. 67 303 vom 17/11. 1937, ausg. 17/1. 1944. Schwed. Prior. 18/11. 1936.) J. SCHMIDT

Soc. An. Fabbriche Fiammiferi ed Affini, Mailand (Erfinder: Federico Chiarabba), *Heißpreßmasse aus Holzabfällen od. dgl.* Man läßt auf Holzabfälle, die zweckmäßig zwecks Gewinnung von Furfurol, CH_3COOH u. Zuckern mit Sulfiten, HNO_3 (I), H_2SO_4 , Cl_2 od. dgl. vorbehandelt worden sind, Alkalien u. darauf CS_2 u. Aldehyde einwirken. Z. B. erhitzt man während 2 Stdn. 1350 (Teile) Sägespäne mit 675 20%ig. I u. 6000 W. am Rückfluß, wäscht mit W., vermischt mit 240 NaOH, setzt nach 2 Stdn. 500 CS_2 , darauf nach $\frac{1}{2}$ Stde. 2400 W., 50 Phenol u. 500 40%ig. CH_2O -Lsg. zu u. läßt das Ganze längere Zeit stehen. Nach zweistündigem Erhitzen auf dem Wasserbad wird abgutscht, gewaschen u. getrocknet. (It. P. 394 162 vom 27/3. 1941.) SARRE

North American Rayon Corp., New York, N. Y., übert. von: Max Schneider, Elizabethton, Tenn., V. St. A., *Herstellung von Spinndüsen*. Man versieht eine Platte mit einer Mehrzahl von Löchern der gewünschten Größe u. Form u. bringt einen isolierenden Überzug einer filmbildenden organ. Verb. auf, die eine Farbe besitzt, welche von der des Spinndüsenmetalls ist, um dad. das elektr. Niederschlagen von Metall, abgenommen auf oder um irgendwelches über die Plattenoberfläche vorspringendes Metall herum zu verhindern. Jetzt schlägt man ein Metall auf der inneren u. äußeren Fläche irgendwelcher metall. Vorsprünge nieder, füllt die Löcher mit Harz, das fl. ist bei Raumtemp. u. einen F. besitzt, der unterhalb der Temp. liegt, bei welcher das Spinndüsenmetall seine Härte verlieren würde, poliert schließlich die Plattenoberfläche, um irgendwelche metall. Vorsprünge, als auch das plattierte Metall u. den organ. Überzug zu beseitigen u. entfernt das Harz durch Lösen aus den Löchern. (A. P. 2 239 979 vom 11/1. 1938, ausg. 29/4. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. Staates Patent Office vom 29/4. 1941.) PROBST

Deutsche Gold- und Silberscheideanstalt vormals Roessler, Frankfurt a. M., *Spinndüse zur Herstellung von Kunstseide und Zellwolle*. Die Spinndüse besteht aus einem Düsenhals aus unedlem u. aus einem Düsenboden aus edlem Metall oder aus Tantal. Hals u. Boden sind mechan. miteinander verbunden. 4 Figuren. (F. P. 883 634 vom 27/6. 1942, ausg. 9/8. 1943. D. Priorr. 24/3. u. 16/10. 1941.) PROBST

Bata Akt.-Ges., Zlin, Böhmen und Mähren, *Vorrichtung zum Trockenspinnen von Kunstseidenfäden* — 5 Figuren. (Belg. P. 448 300 vom 10/12. 1942, Auszug veröff. 27/8. 1943. D. Prior. 20/12. 1941.) PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Verfahren zum Spinnen von Viscose*. Die stark gereifte Viscose wird unter Verwendung von alkal. reagierenden wss. Salzlsgg., z. B. Na_2SO_4 oder NaCl mit Ätznatron, Na_2CO_3 , CH_3COONa koaguliert. Die Sulfatkonz. beträgt z. B. 35—20% mit 0,15—6% NaOH. Die geformten Gebilde werden noch durch Säureinw. in Cellulose umgewandelt. (Belg. P. 448 391 vom 17/12. 1942, Auszug veröff. 27/8. 1943. D. Prior. 17/12. 1941.) PROBST

Süddeutsche Zellwolle Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von hohlen Kunstseidenfäden aus Viscose*. Man spinn in 2 aufeinanderfolgende, Salze u. eine Mineralsäure in verschied. Konz. enthaltende Bäder, die außerdem noch mit einem Stoff

versetzt sind, der in den Fäden mit Gas erfüllte Hohlräume zu bilden imstande ist. Man verwendet eine Viscose mit erhöhtem NaOH-Geh., das Verhältnis NaOH:Cellulose soll wenigstens 1,05:1 sein; als Primärbad verwendet man ein solches mit hohem Salz- u. niedrigem Säuregeh., vorzugsweise bis 400 g/l Salz u. unter 120 g/l H₂SO₄, als Sekundärbad ein solches mit hohem Säure- u. niedrigem Salzgeh., vorzugsweise wenigstens 200 g/l H₂SO₄. Nach Austritt aus dem zweiten Bad unterwirft man den Faden einer Streckung. (F. P. 883 767 vom 3/7. 1942, ausg. 16/7. 1943. D. Prior. 24/7. 1941.) **PROBST**

Süddeutsche Zellwolle Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von hohlen Kunstseidenfäden aus Buchenholz nach dem Zweibadverfahren*. Man verwendet eine Viscose aus Buchenholzcellulose mit wenigstens 40% CS₂, bezogen auf Cellulose, u. einer Reife, die niedriger liegt als 19° Hottenroth. Das erste Bad hat einen hohen Salz- u. einen niedrigen Säuregeh., vorzugsweise 400 g/l Salz u. unter 120 g/l Säure, das zweite Bad besitzt einen hohen Säure- u. einen schwachen Salzgeh., vorzugsweise wenigstens 200 g/l Säure. Z. B. wird eine Viscose mit 45% CS₂ u. 18° H. in folgende Bäder gesponnen: 1. 200 g Na₂SO₄, 150 g MgSO₄, 30 g ZnSO₄ u. 120 g H₂SO₄ im Liter, t = 40—50°. 2. Wie oben. (F. P. 884 314 vom 21/7. 1942, ausg. 10/8. 1943. D. Prior. 21/7. 1941.) **PROBST**

○ **Walther H. Duisberg**, New York, N. Y., V. St. A., übert. von: Hermann Deile, Berlin-Karlshorst, *Herstellung von gekräuselten Kunstseidenfasern*. Man behandelt Kunstseidenfasern aus Celluloseestern oder -äthern mit heißen wss. Lsgg. von wasserlös., niedrigmol. nicht harzigen Prodd., welche durch Kondensation von Form- oder Acetaldehyd mit Ammoniak erhalten worden sind. (A. P. 2 260 513 vom 12/4. 1939, ausg. 28/10. 1941. D. Prior. 16/4. 1938. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 28/10. 1941.) **PROBST**

Spinnstoffwerk Glauchau Akt.-Ges., Glauchau, und **Zellwolle- und Kunstseide-Ring G. m. b. H.**, Berlin, *Herstellung eines wollähnlichen Fadens aus Hydratcellulose*. Die nach dem Viscose- oder nach dem Kupferkunstseidenverf. hergestellten Fäden werden nach Entfernung der Spinnbadreste auf rotierenden Zylindern mit einer wss. Celluloselgg. mit mindestens 1% Cellulose besprüht, die außerdem gasbildende Stoffe enthält. Der gebildete Überzug wird schließlich fixiert, die Fäden werden gewaschen, nachbehandelt u. getrocknet. Im Verlaufe dieses letzten Vorganges hat der Faden Gelegenheit, zu schrumpfen. (Belg. P. 448 457 vom 21/12. 1942, Auszug veröff. 27/8. 1943. D. Prior. 22/12. 1941.) **PROBST**

Cuprum S. A., Glaris, Schweiz, *Herstellung von wollähnlichen künstlichen Fäden*. Ein fertig gemachter Kupferkunstseidenfaden wird mit einer starken Drehung auf eine in Drehung befindliche Spule gebracht, hierauf imprägniert, indem er über in eine Imprägnierlsg. tauchende Spulen läuft, über einer erhitzten Trommel getrocknet u. bis auf 0 Umdrehungen zurückgezwinnt auf einer Spindel, die im entgegengesetzten Sinne zu der ersten Spule mit einer etwas gesteigerten Geschwindigkeit läuft. Diese Behandlung bewirkt eine starke Dauerkräuselung. (Belg. P. 448 488 vom 23/12. 1942, ausg. 27/8. 1943. D. Prior. 24/12. 1941.) **PROBST**

○ **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, übert. von: John B. Miles jr., Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung von Produkten, die ein orientiertes Röntgenfaserdiagramm zeigen, aus Polymeren*. Man bearbeitet ein synthet., lineares Kondensationspolymeres in der Kälte durch Anwendung von hinreichendem Druck. (A. P. 2 244 208 vom 22/10. 1937, ausg. 3/6. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 3/6. 1941.) **PROBST**

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung von Polyamiden*. Man erhitzt cycl. Carbonsäureamide, die zumindest 2 Amidgruppen u. zumindest 7 Ringatome besitzen, solange auf polyamidbildende Temp., daß fadenbildende Polyamide erhalten werden. Man erhitzt z. B. eine gewisse Menge neutrales cycl. monomeres Hexamethylenadipinsäureamid (14 Ringatome, F. 248°) in einem geeigneten Gefäß, aus dem die Luft durch abwechselndes Evakuieren u. Zuführen von reinem N₂ entfernt worden ist, unter 1 mm Druck auf 285°. Andere geeignete Ausgangsstoffe sind u. a. das neutrale cycl. dimere Hexamethylenadipinsäureamid, das 2 Hexamethyldiamin- u. 2 Adipinsäurereste im Mol., 28 Ringatome u. einen F. 237° besitzt, ferner Tetramethylensebacinsäureamid, Hexamethylensebacinsäureamid u. Dekamethylenadipinsäureamid. (Holl. P. 56 052 vom 29/9. 1939, ausg. 15/4. 1944. A. Prior. 30/9. 1938.) **PROBST**

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Superpolyamiden*. Für die Herst. dienen Ausgangsstoffe mit kontinuierlicher C-Kette u. Diamine, deren C-Kette durch wenigstens 2 O-Atome unterbrochen ist, sie kann sogar durch 6 oder noch

mehr solcher Atome unterbrochen sein. Solche Diamine sind z. B.: Äthylenglykol-di- β -aminoäthyl-, Äthylenglykol-di- γ -aminopropyl-, Äthylenglykol-di- δ -aminobutyläther, die Propylenglykol-di- β -aminoäthyl-, - γ -aminopropyl-, - δ -aminobutyläther, die 1,4-Butandiol-di- β -aminoäthyl-, - γ -aminopropyl- u. δ -aminobutyläther, ferner 1,6-Hexandiol-di- β -aminoäthyl-, 1,6-Hexandiol-di- γ -aminopropyl-, 1,6-Hexandiol-di- δ -aminobutyläther, die 1,8-Octandiol-di- β -aminoäthyl-, -di- γ -aminopropyl- u. -di- δ -aminobutyläther, die 1,10-Dekandiol-di- β -aminoäthyl-, -di- γ -aminopropyl- u. -di- δ -aminobutyläther, 1,12-Octadecandiol-di- γ -aminopropyläther. Es werden z. B. umgesetzt: 900 (Teile) Hexamethylendiammoniumadipinat, 900 Caprolactam, 200 Adipinat des 1,4-Butandiol-di- γ -aminopropyläthers, 5,03 Adipinsäure u. 600 Wasser. (F. P. 880 302 vom 18/3. 1942, ausg. 23/3. 1943. D. Priorr. 19/7. 1940 u. 1/2. 1941.) PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Superpolyamiden*. Man erhitzt Gemische von Keto- ω, ω' -dicarbonsäuren mit mehr als 5 C-Atomen u. ω, ω' -Diaminen u. ω -Aminocarbonsäuren mit mehr als 5 C-Atomen oder polyamidbildende Derivv. dieser Stoffe, bis sich fadenziehbare Kondensationsprodd. gebildet haben. Gleichzeitig kann man noch aliphat. Dicarbonsäuren mit 4 oder weniger C-Atomen bzw. ihre polyamidbildenden Derivv. einkondensieren. An Stelle von Keto- ω, ω' -dicarbonsäuren u. Diaminen kann man auch die Salze aus Säuren u. Diaminen verwenden. Ketopimelinsäure findet eine bevorzugte Anwendung. An Stelle der Aminosäure kann das entsprechende Lactam verwendet werden. Die Polykondensationsprodd. eignen sich zur Herst. von geformten Gebilden aller Art. Für die Kondensation geeignete Gemische sind z. B. 400 (Teile) ϵ -Aminocaprolactam (I), 100 γ -ketopimelinsäures Hexamethylendiamin (II), 1,8 Adipinsäure (III) u. 335 W. oder 850 I, 150 II, 38 III u. 670 W. oder 700 I, 295 II, 5 bernsteinsäures Hexamethylendiamin, 388 III u. 670 Wasser. (F. P. 882 260 vom 22/5. 1942, ausg. 28/5. 1943. D. Priorr. 11/9. 1939 u. 8/4. 1940.) PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von stark basischen Polyoxamiden*. Man läßt Polyamine mit 2 bas. acylierbaren N-Atomen, deren Kette ein- oder mehrmals durch bas. tert. Stickstoff unterbrochen ist, oder die seitliche Substituenten mit tert. bas. Stickstoff enthalten, mit Verbb. von Oxalsäureestern, bes. mit Oxalaten u. Oxamaten, gegebenenfalls unter Mitverwendung anderer, namentlich solcher Amine, welche die Kette unterbrechende O-Atome enthalten, reagieren. Man erhält auf diese Weise stark bas. Polyamide, die schon in schwachen Säuren, wie Essig-, Ameisen-, Citronen- u. Salpetersäure, lösl. sein können, während sie mit anderen Säuren, wie HCl, H₂SO₄, Toluolsulfonsäure, Perchlorsäure, Tetrahydronaphthalinsulfonsäure, Nüsopropylnaphthalinsulfonsäure u. Metaphosphorsäure, mehr oder weniger schwer lösl. Salze bilden. Für die Polyoxamidherst. können z. B. die folgenden Amine Verwendung finden: N-Methyl- β, β -diaminodiäthylamin, N-Methyl- γ, γ -diaminodipropylamin, N-Methyl-di- δ -aminohexylamin, N,N'-Dimethyl-N,N'-di- δ -aminohexylhexamethylendiamin, Tetraoxy-1,6-diaminohexan, N,N'-Dibutyl-N,N'-di- δ -aminohexyläther, 2,3-Dioxydiaminobutan-1,4,2,4-Di- ω -aminomethyl- β -diäthylaminoäthylphenyläther, N-(β -Meriaptopropyl)- γ, γ' -diaminopropylamin. Außer diesen Verbb. mit tert. bas. Stickstoff sind noch die folgenden Amine verwendbar: Äthylen-, Tetramethylen-, Hexamethylen-, 3-Methylhexamethylen-, Undekamethylendiamin, p-Phenylbisäthylamin, 1,12-Diaminooctadecan-1,4,2,4-Di- ω -aminomethyl- β -diäthylaminoäthylphenyläther, γ, γ' -Diaminodipropyläther, Äthylen-, Tetramethylen-, Hexamethylen-bis- γ -aminopropyläther, β, β' -Dimethylpropen-H, α' -bis-(γ -aminopropyläther, β, β' -Di(ω -propoxy)-äthyläther, γ, γ' -Diaminopropylsulfid, δ, δ' -Diaminohexylsulfid, das daraus durch Oxydation erhaltene Sulfon, Di- δ -aminohexylsulfid, Di- δ -aminohexyltetramethylendisulfamid. Geeignete Oxalate sind u. a. Alkylester u. Arylester, wie Diphenyloxalat, Di-p-tretyloxalat, ferner Ester aus p-tert. Butylphenol, p-Dodecylphenol, p-Isododecylphenol, p-Octadecylphenol u. 1-Phenyl-5-oxypyrazol. Bifunktionelle Oxamate, die sich eignen, sind: z. B. der Dimethylester der Hexamethylenbisoxamsäure oder die Oxamate, die unter Verwendung von N-Methyl- γ, γ' -diaminodipropylamin erhalten worden sind, ferner Piperazin-N,N'-bis-äthylloxalat. Man mischt z. B. in trockenem Bzl. gleiche Mole Oxalsäurediisopropylester u. N-Methyl-di-(γ -aminopropyl)amin u. erhitzt das Gemisch in Stufen unter Abdest. des Bzl. auf 190°. Nachdem man die Temp. $\frac{1}{2}$ Stde. bei 190° belassen hat, steigert man sie weiter auf 200°, bei der man die M. 2 Stdn. beläßt. Das entsprechende Polyamid ist schwach bräunlich gefärbt, schmilzt bei 180° u. läßt sich aus dem Schmelzfluß zu Fäden verspinnen. (F. P. 882 841 vom 2/6. 1942, ausg. 16/6. 1943. D. Prior. 16/6. 1941.) PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von Kondensationsprodukten. Bei der Herst. von Superpolyamiden oder von Superpolyurethanen verwendet man Verbb., die wenigstens zwei reaktionsfähige Halogenatome, die an C gebunden sind, besitzen, oder man behandelt fertige Superpolyamide oder Superpolyurethane mit solchen Verbb. u. zwar unter Bedingungen, unter denen die Halogenatome mit den Superpolyamiden bzw. -urethanen reagieren; außerdem kann man noch bas. Stoffe zusetzen oder eine Nachbehandlung mit solchen Stoffen anschließen. Geeignete Halogenverbb. sind z. B. Dibrommethan, -äthan, -hexan u. -octan. Reaktionsgemische sind z. B. 2000 (Teile) ϵ -Caprolactam, 656 Äthylenbromid u. 1000 W. oder 113 eines Mischpolyamids aus 60 Hexamethylendiammoniumadipat u. 40 ϵ -Caprolactam, gelöst in 80%ig. wss. Methanol, dem innerhalb 3 Stdn. 45 Äthylenbromid zugesetzt werden. (It. P. 391 980 vom 17/7. 1941.)

PROBST

Thüringische Zellwolle Akt.-Ges., Schwarz a. S., und Zellwolle- und Kunstseiden-Ring G. m. b. H., Berlin, Herstellung von hochmolekularen Kondensationsprodukten. Man kondensiert unter Ausschluß von Sauerstoff bei Temp. zwischen 80 u. 300° u. Hexamethylenammoniumdithiocarbonat u. Hexamethyldiamin. Es werden fadenziehbare Mm. erhalten, die zu Fäden, Bändern oder Filmen verarbeitet werden oder zur Bereitung von Lacken dienen können. (Belg. P. 448 195 vom 1/12. 1942, Auszug veröff. 27/8. 1943. D. Priorr. 1/12. 8/12. u. 9/12. 1941 u. 30/6. 1942.)

PROBST

Thüringische Zellwolle A. G., Schwarz a. Saale, und Zellwolle- und Kunstseiden-Ring G. m. b. H., Berlin, Herstellung von niedermolekularen Polyurethanen durch Erhitzen eines Gemisches von Alkylhalogenyldiamiden u. Glykolen auf mindestens 100 in Ggw. von Wasser. (Belg. P. 449 367 vom 25/2. 1943, Auszug veröff. 2/11. 1943. D. Prior. 26/2. 1942.)

M. F. MÜLLER

Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Hamburg, Herstellung von Kunststoffen für die Kunstseidenfabrikation aus Carbäthoxyglykolen der allgemeinen Formel $R' \cdot OOC \cdot O \cdot R \cdot O \cdot COOR''$ u. aus Diaminen der Formel $R'HN \cdot R \cdot NH \cdot R''$, worin R ein aliph., hydrophob. oder gemischt aliph.-aromat. Rest ist. — Die Carbäthoxyglykole werden erhalten durch Umsetzung von Glykolen mit 2 Mol Chlorkohlensäureester. Geeignete Glykole sind z. B. Äthylenglykol, Diäthylenglykol, Thiodiglykol, Hexamethylenglykol, Dekamethylenglykol, Chinit, β, β -Diäthoxyhydrochinon, Dioxidiäthyläther oder Polyglykole. — Die Kunststoffe werden bei 150–300° gegebenenfalls unter Druck hergestellt. — 105 (Teile) Dicarbäthoxyhexamethylenglykol u. 47 Hexamethyldiamin werden 2 Stdn. im Autoklaven bei 220° kondensiert. Das entstandene Polykondensationsprod. besitzt plast. Eigenschaften. (It. P. 396 965 vom 12/3. 1942. D. Prior. 13/3. 1941.)

M. F. MÜLLER

Thüringische Zellwolle Akt.-Ges., Schwarz a. S., und Zellwolle- und Kunstseiden-Ring G. m. b. H., Berlin, Herstellung veredelter Polykondensationsprodukte. Man setzt zu den bifunktionellen, polyamid- bzw. polyesterbildenden Ausgangsstoffen vor oder während der Kondensation drei- u. mehrwertige organ. Verbb., ihre reaktionsfähigen Derivv. oder Salze, vorzugsweise mit Dicarbonsäuren, z. B. drei- oder mehrwertige Alkohole, Säuren, Amine u. Sulfide. Die Verbb. können auch mehr als zwei verschied. reaktionsfähige Gruppen, z. B. 2 Amino- u. 1 Carboxylgruppe, 2 Oxy- u. 2 Aminogruppen oder 1 Oxy- u. 2 Sulfogruppen, enthalten. Geeignete Verbb. sind z. B. Epichlorhydrin, Epichlorhydrin, N,N'-Äthoxyhexamethyldiamin, Glycerin, Lysin u. Oxyglutaminsäure. Man stellt z. B. zunächst aus Diamindiamin, Glycerin, Lysin u. Oxyglutaminsäure Salze her u. mischt diese im Verhältnis 60:40. Zu dem Gemisch fügt man 1–4% N,N'-Äthoxyhexamethyldiamin oder das Salz dieser Verb. mit Sebacinsäure u. kondensiert 1 Stde. in einem Autoklaven bei 180–200°. Hierauf kondensiert man noch 1 Stde. bei 190°. Die M. wird zunehmend viscos, bis aus ihr Fäden gezogen werden können. Der F. kann auf diese Weise bis auf ca. 300° heraufgesetzt werden. Die daraus hergestellten Fäden lassen sich kalt recken. Sie können noch mit Formaldehyd gehärtet, können gegerbt oder mit W.-Dampf behandelt werden. (F. P. 8 835 560 vom 24/6. 1942, ausg. 8/7. 1943. D. Prior. 1/7. 1941.)

PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung geformter Gebilde, wie Fäden und Filme, aus hochmolekularen Polyamiden. Man verwendet solche durch Polymerisation von ω -Aminocarbonsäuren oder von ihren Lactamen erhaltene hochmol. Polyamide als Ausgangsstoffe für die Herst. von künstlich geformten Gebilden, wie Fäden u. Filme, die mehr als 2%, vorzugsweise 5–15%, monomere Lactame enthalten. (F. P. 884 075 vom 11/2. 1942, ausg. 2/8. 1943. D. Prior. 5/12. 1943.)

PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von Fäden und flächenartigen Gebilden aus Polyamidlösungen. Den zu verarbeitenden Polyamidlgg.

werden Stoffe zugefügt, die zumindest zwei Alkylenimino-Gruppen enthalten. Nach der Verformung werden die geformten Gebilde so lange u. auf eine so hohe Temp. erhitzt, daß eine bemerkenswerte Herabsetzung der Löslichkeit des Aufbaustoffs erzielt wird. (Belg. P. 448 291 vom 9/12. 1942, Auszug veröff. 27/8. 1943. D. Prior. 9/12. 1941.)

PROBST

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung von Fäden aus polymerem Hexamethylenadipinsäureamid nach dem Schmelzspinnverfahren.* Man preßt das geschmolzene Polymere in eine Abschreckfl., z. B. W., die eine Temp. von 35–45° besitzt u. auf das Polymere nicht lösend wirkt. Andere solche Fll. sind: Alkohole, Ketone, Äther, Ester, KW-Stoffe u. chlorierte KW-Stoffe. Auch Mischfl. können Verwendung finden. (Holl. P. 56 120 vom 24/7. 1941, ausg. 15/4. 1941. A. Prior. 23/7. 1940.)

PROBST

O. E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: William Henry Bradshaw, Buffalo, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Fäden, Bändern und anderen künstlich geformten Gebilden.* Man spinnst eine organ., fadenbildende M. in einer hierzu geeigneten Maschine u. bringt auf die Außenfläche der Spinndüse ein Schmiermittel u. umgibt sie mit einem zylind. Schirmschild. Zwecks Zuführung inerte sauerstoff-freier Gase zur Außenfläche der Spinndüse sind mehrere Leitungen vorgesehen, die sich im wesentlichen in der Ebene der Düsenoberfläche befinden. (A. P. 2 252 689 vom 10/3. 1938, ausg. 19/8. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 19/8. 1941.)

PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von gekräuselten, wellenförmigen Fasern aus synthetischen, linearen Hochpolymeren, besonders aus Polyamiden und Polyurethanen.* Aus hochmol. Polymeren ersponnene Fäden werden mit wss. oder alkohol. Lsgg. solcher anorgan. Salze behandelt, die in methanol. Lsg. unter der Einw. der Hitze eine Lösewrk. oder zumindest eine ausgesprochene Quellung auf die hochmol. synthet. Polymeren ausüben. — Geeignete Salze sind bes. CaCl₂ u. MgCl₂. Auch Zinkchlorid, Mangannitrat, Lithiumbromid, Kaliumrhodanid können hierzu verwendet werden. (F. P. 886 803 vom 15/10. 1942, ausg. 26/10. 1943. D. Prior. 15/11. 1941.)

PROBST

Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Hirschberg, Riesengebirge, *Herstellung von künstlichen Gebilden.* Man kondensiert Dicarbamidsäureglykolester mit Diaminen u. verarbeitet das Kondensat auf geformte Gebilde, wie Fäden, Borsten u. Filme. Man kann die Kondensation in Verdünnungsmitteln durchführen, unter Druck einleiten u. unter Vakuum weiter kondensieren. Dicarbamidsäureglykolester aliph., hydroaromat. u. gemischt aliph.-aromat. Glykole finden bevorzugte Anwendung. Als Diamine dienen prim. u. sek., u. zwar aliph., hydroaromat. u. gemischt aliph.-aromat., in ihnen kann die C-Kette durch Heteroatome unterbrochen sein. Man erhitzt z. B. 76 (Gewichtsteile) Pentamethyldicarbaminat mit 46 Hexamethyldiamin ca. 2 Stdn. bei 220° unter Druck. Die hierbei entstehende M., die rein weiß ist, wird im Vakuum von ca. 2 mm Hg $\frac{1}{2}$ Stde. bei 230–240° zu einer hochviscosen Schmelze nachkondensiert u. zu Borsten verformt. Der F. liegt bei 230°. (Schwz. P. 227 132 vom 19/8. 1941, ausg. 16/8. 1943. D. Prior. 18/11. 1940.)

PROBST

Deutsche Celluloid-Fabrik Akt.-Ges., Eilenburg, *Herstellung von Polyamide und Cellulosederivate enthaltenden Lösungen. Filme, Folien, Fäden, Borsten, Kunstleder und kunstlederartige Erzeugnisse daraus.* Man stellt zunächst eine konz. Lsg. von Mischkondensationsprodd. aus Dicarbonsäuren u. Diaminen mit mindestens 4 C-Atomen zwischen den NH₂-Gruppen einerseits u. ω -Aminocarbonsäuren mit mindestens 5 C-Atomen zwischen der Amino- u. der COOH-Gruppe bzw. ihren amidbildenden Derivv. andererseits in Chlor-2-Äthanol-1 her, verd. mit hydroxylgruppenhaltigen organ. Fll. u. fügt zu der viscosen Lsg. ätherlösl. Nitrocellulose gegebenenfalls unter Beigabe geringerer Mengen eines echten Lösungsm. für das Cellulosederivat. Man vermischt z. B. 58 g einer 25% ig. Lsg. von einem aus 50% Hexamethyldiammoniumadipinat u. 50% ϵ -Caprolactam kondensierten Polyamid in Chlor-2-Äthanol-1 mit 140 g 99% ig. Ä. u. fügt zu der viscosen Lsg. 17 g in Äther lösl. Nitrocellulose von mittelmäßiger Viscosität, die mit 35% Ä. angefeuchtet ist. Die Nitrocellulose quillt in dem Gemisch u. geht nach Zugabe von 50 g Äther in Lsg., das dabei ausfallende Polyamid löst sich beim Rühren wieder auf. Die M. ergibt biegsame feste Filme. (Holl. P. 56 093 vom 23/7. 1941, ausg. 15/4. 1944. D. Prior. 29/7. 1939.)

PROBST

Carbide and Carbon Chemicals Corp., V. St. A., *Strickwaren aus Vinylharzfäden.* Man stellt Strickwaren, bes. Strümpfe, aus Vinylharzfäden her. Als Aufbaustoff für diese Fäden verwendet man Mischpolymerisate aus Vinylhalogeniden u. Vinylestern

von Fettsäuren mit einem mittleren Mol.-Gew. von ca. 15000. Sie sind so zusammengesetzt, daß sie ca. 70%—ca. 95% Halogenide enthalten. Z. B. kommen durch Mischpolymerisation von Vinylchlorid u. Vinylacetat gewonnene Harze in Frage. (F. P. 885 252 vom 10/10. 1940, ausg. 9/9. 1943. A. Prior. 27/10. 1939.) PROBST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Erhöhen des Gebrauchswerts von Wirkwaren oder Geweben, wie Damenstrümpfe oder Herrensocken, aus natürlichen Fasern oder aus Kunstseide auf Cellulosegrundlage.* Die am stärksten beanspruchten Stellen werden z. T. oder völlig aus Polyamidflächen hergestellt. (F. P. 883 608 vom 26/6. 1942, ausg. 9/7. 1943. D. Prior. 28/6. 1941.) SCHWECHTEN

○ Robert Stuart Owens, Brooklyn, N. Y., V. St. A., *Garn und Gewebe*, bestehend aus Fäden aus Vinylharz, Bakelit oder gesponnenem Glas, einem elast. Bindemittel, z. B. einem Acrylsäureharz, oder einem Bindemittel auf der Grundlage von Kautschuk oder Nitrocellulose, u. einem kautschukartigen Stoff, der mit dem Bindemittel verbunden ist, als Überzug, wie Kautschuk, Chlorkautschuk, polymerisiertes Chloropren, polymerisiertes Äthylpolysulfid oder polymerisiertes Vinylhalogenid. (A. P. 2 243 917 vom 1/7. 1938, ausg. 3/6. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 3/6. 1941.) SCHWECHTEN

○ Oskar Walter Becker, Heidelberg, und Emil Weiss, Weinheim a. B., *Verfahren zum Trocknen von künstlichem Darm aus tierischem Fasergut.* Tier. Fasergut, z. B. Häute u. Leder, behandelt man zunächst mit quellenden Mitteln u. hierauf mit Basen, zerschneidet das gequollene Gut u. preßt die sich ergebenden gequollenen Fasermassen durch Düsen mit Ringöffnung. Die Trocknung erfolgt, indem man über die ausgepreßte M. feuchtigkeitsungesätt. heiße Trockenluft leitet, deren Temp. man in der gesamten Trockenzone auf der Höhe hält, die, wenn sie von dem feuchten Thermometer eines in dieser Trockenluft angebrachten Psychrometers angezeigt wird, 22° nicht übersteigt, wobei die Temp. des trocknenden Kunstdarms ebenfalls 22° nicht übersteigt. (A. P. 2 256 040 vom 10/10. 1936, ausg. 16/9. 1941. D. Prior. 15/10. 1935. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 16/9. 1941.) PROBST

Werner Rickenbach, Fachwörterbuch der Textilkunde. Zürich, Wien, Leipzig: R. Schaltegger. 1944. (159 S.) Kl. 8°. = Ruscha. Fachwörterbuch d. Wissenschaft, Technik u. d. Handwerks. Sfr. 5.—

XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

A. Adam, *Bemerkungen über die Verbrennung von Gas.* An Gasbrenner zu stellende Forderungen. Bldg. von Flammen. Die primären Verbrennungsvorgänge. Einfluß der Strömungsverhältnisse. Flammenbldg. u. Mischbedingungen für Gas u. Luft. Injektorbrenner. (Gas [s]Gravenhage] 62. 221—25. 63. 1—7. 1/1. 1943.) SCHUSTER

Karel Bláha, *Zum Einfluß des Wassergehaltes der Kohle auf die Wärmeleistung der Feuerung.* I. Berechnung der Verbrennungswärme u. des Heizwerts einer Braunkohle für W.-Gehh. von 0—100%. (Z. Zuckerind. Böhmen Mähren 67. (IV.) 172. 21/4. 1944.) SCHUSTER

—, *Kann man wirklich das Holz und den Torf als Industriebrennstoff gebrauchen?* Das Vork. u. die Entstehung des Torfes. Gewinnung, Eigg. u. Verwendung. Braunkohle, Vorkommen u. Verwendung. Kohlenstaub. Vgl. zwischen Steinkohle, Koks, Stadtgas, Braunkohle, Torf u. Holz. Die drei letzteren können nur als Ersatzstoffe für Steinkohle angesehen werden. (Rev. techn. Ind. Cuir 31. (35.) 185—88. 32. (36.) 7—13. 15/1. 1943.) WITT

R. de Ridder, *Die an Generatorkohle zu stellenden Anforderungen.* Kohle für Fahrzeuggeneratoren soll höchstens 10% flüchtige Bestandteile, 1,5% Schwefel, 2% Feuchtigkeit, 5,5% Asche enthalten u. eine bestimmte Kornzus. aufweisen. Jede dieser einzelnen Forderungen wird einer genauen krit. Nachprüfung unterzogen, wobei sich ergibt, daß die aufgestellten Bedingungen befriedigen. (Mem. Ass. Ing. 1943. 240—48.) SCHUSTER

J. G. F. Druce, *Russischer Fortschritt in der Holzdestillation.* Schriftumsbericht über die Tieftemp.-Dest. u. die analyt. Unters. der wss. u. teerigen Destillate. (Ind. Chemist chem. Manufacturer 20. 117—18. März 1944.) SCHUSTER

R. Heinze, *Neue analytische Schwelermethode.* Eine aus Eisen bestehende, wahlweise elektr. oder mit Gas beheizbare Schwelretorte gestattet es, durch Anwendung höherer Schweltemp. größere Teerausbeuten zu erzielen als mit der Aluminiumschwelretorte nach FISCHER. Durch Aufteilung des Schwelgutes in einzelne, dünne Horizontalschichten unter Verwendung eines Schweltereinsatzes wird auch die Schweldauer

wesentlich verkürzt. Vergleichsversuche ergaben, daß bei Braunkohlen 6—8%, bei Steinkohlen 11—12% u. bei Schiefen 2—3% Mehrausbeuten an Schwefel analyt. nachgewiesen werden. (Oel u. Kohle 39. 973—80. 1. Dez. 1943. Berlin.) SCHUSTER

G. Ibing, *Über die Probenahme für die Untersuchung von Treibgas*. Die Probenahme von Treibgas unter Druck in kleinen Stahlflaschen kann zu falschen Untersuchungsergebnissen führen, weil leicht W., Öl, Harz u. elementarer Schwefel aus früheren Proben bei ungenügender Reinigung neue Proben verunreinigen können. Bei Unters. von Teilproben kann ferner infolge ungenügender Füllung der Flaschen u. dadurch bedingter Anreicherung der flüchtigeren Bestandteile in der Gasphase sich eine falsche Zus. ergeben. (Oel u. Kohle 39. 1000—01. 1. Dez. 1943. Bottrop i. W.) SCHUSTER

R. O. Cox, *Berechnung von Diagrammen für Hochdruckgasmesser. Einführung eines Korrekturfaktors für Flüssigkeitsverschlüsse neben dem Überkompressibilitätskoeffizienten*. Vf. ergänzt die früheren Berechnungen von Korrekturfaktoren u. -diagrammen für Hochdruckgasmesser in der Erdgasindustrie, die auf die Berechnungsmeth. von Brown (Petrol. Engr. 11. Nr. 7. [1940]. 132.) zurückgehen, durch den Hinweis, daß bei Gasmessern mit Flüssigkeitsverschlüssen („Verschlußköpfen“), die zur Aufrechterhaltung desselben Flüssigkeitsspiegels über dem Hg in den beiden Kammern bei sehr feuchten Erdgasen (Auskondensation) benutzt werden, ein entsprechender zusätzlicher Korrekturfaktor zweckmäßig ist. Die Berechnung dieses Faktors wird an einem Beispiel erläutert. Ferner berechnet Vf. die red. pseudokrit. Temp. u. Drucke u. daraus die Gasmesserkorrekturen für die Überkompressibilität (Abweichung vom idealen Gasgesetz) für das Rohgas u. Restgas, sowie deren Kombination mit den „Störungstemperaturfaktoren“, die jene Faktoren in gewissen Temp.- u. Druckbereichen nahezu kompensieren können. Die Ergebnisse (teilweise auch die Zwischendaten) sind in Tabellen u. Kurven dargestellt. Zum Schluß wird die vollständige Berechnung eines Gasstromes mit allen Korrekturfaktoren an einem Beispiel durchgeführt. (Petrol. Engr. 12. Nr. 7. 82 A bis 84. Sept. 1941. Lone Star Gas Co.) ZEISE

J. F. Heuberger, Stockholm, und S. Möller, Traneberg, Schweden, *Brennstoffbriketts, besonders für Gaserzeuger*, bestehend aus Kohle u. Cellulose, wobei die Cellulose mit einer wss. Lsg., die Schwammpilze enthält, versehen sein soll, so daß die fertigen Briketts von fadenartigen Schwammpilzen durchwachsen sind. Man kann der erwähnten Lsg. auch Salze, wie Nitrate oder Phosphate zusetzen, die das Wachstum der Pilze begünstigen. Die Briketts zeichnen sich durch gute Festigkeit aus. (Schwed. P. 109 843 vom 21/12. 1940, ausg. 22/2. 1944.) J. SCHMIDT

Carl-Gustaf Lamme, Johan Arvid Lindgren und Gustaf Erik Emil Östlund, Växjö, Schweden, *Herstellung von Brennstoffbriketts aus minderwertigen Brennstoffen, wie Sägepänen oder Torf*. Diese werden vorzugsweise unter Zusatz von etwas H₂SO₄, HNO₃ oder NaNO₃ verkohlt, dann gegebenenfalls nach einer Neutralisation mit Sulfid- oder Sulfatablauge vermischt, verformt u. erneut erwärmt oder verkohlt, wobei bis zum schwachen Glühen erhitzt wird. Die Briketts werden aus dem Ofen herausgenommen u. mit W. abgekühlt. Zum Neutralisieren dient Kalk vorzugsweise unter Zumischung von etwas Sand. Die erhaltenen Briketts sind auch gegen W. formbeständig. (Dän. P. 61 326 vom 16/4. 1941, ausg. 24/1. 1944. Schwed. Priorr. 16/4. 1940 u. 6/3. 1941.) J. SCHMIDT

Aktiebolaget Ferrolegeringar, Stockholm (Erfinder: S. D. Danieli), *Herstellung von stickstoffarmen Gasgemischen mit hohem Heizwert*. Torf oder Holz werden, gegebenenfalls im Gemisch mit anderen Brennstoffen, in einem geschlossenen Ofen vergast, wobei die erzeugten Gase durch eine elektr., auf über 1000° geheizte Kohlschicht geleitet werden. Die Beheizung dieser Schicht erfolgt direkt durch Stromzuführung durch 2 eingebaute Elektroden. Der dem Brennstoff zu seiner Vergasung fehlende O wird in Form von Wasserdampf, CO₂, O₂ oder von an O₂ angereicherter Luft zugeführt. Die Menge des zugeführten Sauerstoffs wird selbsttätig in Abhängigkeit von der Stromstärke des elektr. Stromes zwischen den beiden Elektroden u. bzw. oder des Geh. an Wasserdampf, CO₂ oder KW-stoffen im erzeugten Gas gesteuert. (Schwed. P. 110 102 vom 23/12. 1941, ausg. 21/3. 1944.) J. SCHMIDT

Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A. G., Höllriegelskreuth b. München (Erfinder: R. Becker), *Gewinnung von Treibgas*. Die Restgase der Benzinsynth., Brauntblendestillationsgase oder ähnliche KW-stoffe enthaltende Gase werden unter Druck bis zur Kondensation der KW-stoffe gekühlt, wobei die erforderliche Kälte teils dem hierbei anfallenden Kondensat, teils dem Restgas, das unter Arbeitsleistung entspannt

wurde, entnommen wird. Die herauskondensierten KW-stoffe mit 2—4 C-Atomen werden ebenfalls unter Arbeitsleistung entspannt u. dann gegebenenfalls in 2 hintereinander geschaltete Kolonnen in eine Äthan-, eine Propan- u. eine Butanfraktion zerlegt. (Schwed. P. 108 669 vom 20/4. 1942, ausg. 5/10. 1943.) J. SCHMIDT

Evelio Lopez und Antonin Coulaudon, Frankreich, *Herstellung eines brennbaren Gases*. Gebrannter Kalk wird mit 15—20% an den Destillationsprodd. der Holzdest. getränkt u. ebenso wird Holzkohle mit etwa 25—40% seines Gewichtes mit diesen Prodd. imprägniert. Die so vorbehandelten Rohstoffe werden im Elektroofen wie bei der Carbidherst. geschmolzen. Aus dem erhaltenen Prod. entwickelt sich auf Zusatz von W. ein Gas, das überall das Acetylen ersetzen kann. (F. P. 890 060 vom 24/2. 1942, ausg. 27/1. 1944.) GRASSHOFF

Christian Jean Constant Désiré Firmin Coupard, Frankreich, *Gewinnung eines Acetylen enthaltenden Gasgemisches*. Man leitet W.-Dampf gegebenenfalls unter Zusatz von H₂ oder KW-stoffgasen mit oder ohne Druck durch einen elektr. Lichtbogen zwischen Kohleelektroden. Der W.-Dampf kann direkt oder durch eine axiale Durchbohrung einer oder beider Elektroden in die Vorr. eingeleitet werden. Es ist vorteilhaft, die Elektroden mit einer widerstandsfähigen Hülle zu versehen. (F. P. 883 237 vom 13/2. 1942, ausg. 28/6. 1943.) GANZLIN

Aalborg Vaerft A/S und Svend Aaage Groth, Aalborg, Dänemark, *Regulieren von Sauggasmotoren*, bes. solchen, die mit Anthrazit oder Torfkoks als Brennstoff betrieben werden. Zur Regelung des Gaserzeugers werden außer der Vergasungsluft Wasserdampf u. Verbrennungsgase (Motorabgase) zugeleitet. Hierbei wird aber die Menge des Wasserdampfes konstant gehalten, so daß nur die der Motorabgase veränderlich bleibt. Diese Regelweise hat sich bes. bei der Gaserzeugung für schnellaufende Motoren bewährt. (Dän. P. 61 468 vom 3/1. 1942, ausg. 25/10. 1943.) J. SCHMIDT

André-Clovis-Louis Laurent, Belgien, *Wiederverwendung der Verbrennungsgase von mit Generatorgas arbeitenden Motoren*. Die Auspuffgase werden wenigstens teilweise in die Verbrennungszone oder die dahinterliegende Reduktionszone des Generators eingeleitet, um die darin enthaltene Kohlensäure erneut nutzbar zu machen. (F. P. 888 331 vom 19/3. 1942, ausg. 9/12. 1943.) GRASSHOFF

Niels Christensen, Vammen, und Niels Christian Larsen, Viborg, Dänemark, *Reinigung von Gasen aus Fahrzeuggaserzeugern*. Das Gas wird zunächst durch ein von W. umgebenes Rohr geleitet, von dem aus es durch eine Tauchglocke durch das W. hindurch in den nachgeschalteten Trockenreiniger übertritt. Die Tauchglocke ist innen mit schaufelartigen Einbauten derart versehen, daß hierdurch die Glocke beim Gasdurchtritt in Rotation gerät u. eine bes. gute Gaswäsche erzielt wird. Nach Dän. P. 61 717 wird bei einer ähnlichen Waschvorr. das Gas gezwungen, innerhalb der Tauchglocke im W. einen Zickzackweg zu beschreiben. Außerdem wird dem Gas bereits im Zustromungsrohr durch Einbauten eine rotierende wirbelnde Bewegung erteilt. (Dän. P. 61 878 vom 21/11. 1941, ausg. 7/2. 1944 u. 61 717 vom 14/3. 1941, ausg. 20/12. 1943.) J. SCHMIDT

Pierre-Sylvain Malard, Frankreich, *Holzgasreiniger*. Das Gas wird zuerst durch eine Ölschicht geführt u. dann durch 2 durch einen freien Zwischenraum getrennte Schichten von Hobelspänen. (F. P. 887 239 vom 26/10. 1942, ausg. 8/11. 1943.) GRASSHOFF

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Reiniger für Generatorgas*. Das zweckmäßig auf Temp. unterhalb 100° gekühlte Gas streicht zunächst durch eine nicht gewebte Faserschicht, z. B. Fasertorf, dann durch Aktivkohle u. schließlich durch Hobelspäne. Die Aktivkohle, zweckmäßig aus Braunkohlenkoks mit W.-Dampf aktiviert, befindet sich in einem leicht auswechselbaren Beutel. (F. P. 889 569 vom 5/1. 1943, ausg. 13/1. 1944. D. Prior. 30/1. 1942.) GRASSHOFF

Soc. Française des Carburants Forestiers, Frankreich, *Gasreiniger, insbesondere für Generatorgas*. Konzentrisch zum Reingergehäuse ist in demselben ein zweiter doppelwandiger Behälter aus perforiertem, gut wärmeleitendem Material angeordnet, der als Stoßreiniger dient. Dieser Behälter umschließt den aus Filterschläuchen bestehenden eigentlichen Reiniger. (F. P. 888 062 vom 9/3. 1942, ausg. 2/12. 1943.) GRASSHOFF

Soc. Nouvelle des Fours et Gazogènes Geka, Frankreich, *Reiniger für Generatorgas*. Nachdem das Gas gekühlt u. wiedererwärmt ist, wird es zuerst durch eine Schicht poröser Steinzeugringe geführt u. dann durch mehrere Schichten von Moos, das zwischen perforierten Blechen untergebracht ist. Diese Bleche sollen gleichzeitig noch als Stoßabscheider wirken. (F. P. 888 131 vom 10/7. 1942, ausg. 3/12. 1943.) GRASSHOFF

Jean-Baptiste Astier, Frankreich, *Generatorgasreiniger*. Das Gas tritt durch eine W.-Schicht, deren Spiegel auf konstanter Höhe gehalten wird, in den Prallplattenreiniger, dessen Bleche die Form von abgestumpften Kegeln haben, die übereinander angeordnet sind. Abschließend streichen die Gase durch eine Abstreiferschicht. In der Mittelachse des Reinigers ist ein Kühlschacht vorgesehen, durch den Luft gesaugt wird. (F. P. 888 394 vom 28/4. 1942, ausg. 10/12. 1943.) GRASSHOFF

Jacques Aumaréchal, Frankreich, *Generatorgasreiniger*. Mehrere Filterschichten, die aus beliebigem Material bestehen können, werden mit einer Fl. von hohem Benetzungsvermögen befeuchtet, die auch noch einen Indicator enthalten kann. Die Waschlfl. kann auch im Kreislauf geführt werden. Es werden die bekannten Benetzungsmittel angewandt. (F. P. 887 208 vom 28/7. 1941, ausg. 8/11. 1943.) GRASSHOFF

Soc. Nouvelle des Automobiles Unic, S. A., Frankreich, *Generatorgasfilter*. Es sind mehrere Filterschichten übereinander angeordnet, die von unten nach oben immer feinkörniger werden. Die Höhe jeder Schicht nimmt gegen die Mittelachse ab, um einen gleichgroßen Gaswiderstand über den gesamten Querschnitt zu erzielen. Sofern das Filtermaterial sehr leicht ist, z. B. Braunkohle, wird es durch eine schwerere Deckschicht, z. B. von Koks, beschwert. Die Schichten werden durch Berieseln mit W. gereinigt. (F. P. 888 899 vom 6/8. 1942, ausg. 24/12. 1943.) GRASSHOFF

Vennootschap onder de Firma Technisch Handelsbureau „Motor-Gas“, Dordrecht, Holland, *Zyklonwäscher für Generatorgas*. (Holl. P. 56 000 vom 5/6. 1942, ausg. 15/3. 1944.) GRASSHOFF

Ruhrgas Akt.-Ges., Deutschland, *Verhinderung der Bildung von Nitroharzen in Gasen*. Die Stickoxyde werden bei Temp. oberhalb 100°, bei denen sich die Nitroharze vers., mit Sauerstoff zu Stickstoffdioxid oxydiert, das anschließend, zweckmäßig nach Abkühlung des Gases, ausgewaschen wird. (F. P. 889 310 vom 21/12. 1942, ausg. 4/1. 1944.) GRASSHOFF

Heinrich Koppers G. m. b. H., Deutschland, *Entfernung der sauren Verunreinigungen aus Ammoniakwässern*. Aus dem rohen Ammoniakwasser werden die schwachen gasförmigen Säuren (CO₂, H₂S, HCN) zunächst mittels Wasserdampfes in einem vor dem Separator eingeschalteten Entsäuerer entfernt, wobei aus dem unteren Teil des Separators ein W.-Dampfteilstrom abgezogen u. in den Entsäuerer geleitet wird, um bei Temp. von 97—98° die schwachen Säuren zur Verdampfung zu bringen. (F. P. 883 955 vom 7/7. 1942, ausg. 28/7. 1943. D. Priorr. 26/5. u. 1/12. 1941.) KARST

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Hans Bähr, Ludwigshafen, und Hans Joachim Waldmann, Bad Dürrenberg), *Gewinnung von Teer und festem Schmelzkoks nach Patent 735 726*. Die zerkleinerten kohlenstoffhaltigen Stoffe werden mit einer solchen Menge von Druckhydrierungserzeugnissen versetzt, daß beim Mischen, das vorzugsweise bei Temp. von 50—150° ausgeführt wird, feste zusammenhängende Stücke (Knollen) entstehen, die darauf verschwelt werden; z. B. mittels eines Spülgasverf. bei 550°. (D. R. P. 745 161 Kl. 10a vom 1/1. 1939, ausg. 28/2. 1944. **Zus. zu D. R. P. 735 726; G. 1943. II. 886.**) HAUSWALD

J. E. Lundholm, Södertälje, Schweden, *Herstellung poröser Produkte aus bituminösen Schieferen*. Zerkleinerter bituminöser Schiefer wird unter solchen Bedingungen mit Luft verbrannt, daß sich die M. soweit erwärmt, daß der Schiefer quillt u. bläht, daß aber nach dem Erreichen dieser Temp. die Verbrennung soweit getrieben wird, daß alle C- u. S-Verbb. verbrennen u. gasförmige Prodd. übergeführt werden. (Schwed. P. 140 066 vom 25/9. 1939, ausg. 14/3. 1944.) J. SCHMIDT

F. G. Liljenroth, Stockholm (Erfinder: M. Larsson), *Behandeln von Ölschieferkonzentrat*. Dieses wird zusammen mit Öl auf etwa 350° oder höher unter Druck erhitzt, so daß das Bitumen im Schiefer fl. wird. Dann trennt man vom Schiefer in der Wärme ab, fraktioniert das Ölbitumengemisch oder unterwirft es direkt der Spaltung auf Leichtöl. Man kann auch den Schiefer zunächst allein bis höchstens 300° vorwärmen u. erst heiß mit dem Öl vermischen. Als Zusatzöl werden solche mit hohem H-Geh. verwendet. Auch die zum Fraktionieren oder Spalten erforderliche Wärme kann durch heiße H-reiche Öle zugeführt werden. (Schwed. P. 110 032 vom 21/10. 1941, ausg. 14/3. 1944.) J. SCHMIDT

Lezique technique et administratif français-allemand et allemand-français pour les carburants et lubrifiants de remplacement. Paris: Edit. U. G. I. A.

XXIV. Photographie.

Kodak Akt.-Ges., Berlin (Erfinder: Halford R. Clark, Kodak Park, Rochester, N. Y., V. St. A.), *Herstellung von Barytagen auf Papieren für photographische Zwecke* unter Verwendung von einfachen oder gemischten Celluloseestern, als Bindemittel für die Barytagen. Das Verf. ist dad. gek., 1. daß solche einfachen oder gemischten Celluloseester verwendet werden, die durch weitgehende Hydrolyse wasserempfindlich, aber noch nicht wasserlöslich gemacht werden; — 2. daß das Bariumsulfat aus einer Dispersion aufgetragen wird, welche einen wasserempfindlichen einfachen oder gemischten Celluloseester, der weitestgehend hydrolysiert wurde, u. als Lösungsm. eine Mischung von W. mit einem organ., flüchtigen Lösungsm., z. B. einem niedrigen Alkohol, enthält. (D. R. P. 740 796 Kl. 55f vom 10/7. 1941, ausg. 23/2. 1944. A. Prior. 27/7. 1940.)

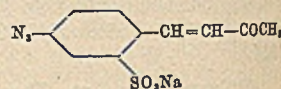
PROBST

B. H. Lenander, Stockholm, *Härten von photographischen Filmen*. Die Härtung erfolgt in einer geschlossenen Kammer mit dampfförmigem Formaldehyd, der soweit getrocknet ist, daß die Filme keine Feuchtigkeit aufnehmen. (Schwed. P. 108 306 vom 13/10. 1942, ausg. 24/8. 1943.)

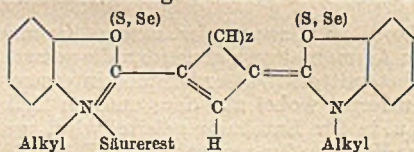
J. SCHMIDT

Kalle & Co., A. G., Wiesbaden-Biebrich, *Lichtempfindliche Schichten*. Als lichtempfindliche Stoffe werden *Azidostyrylketone* oder *Azidostyrylazide* verwendet, als Schichtbildner Gelatine. Die Schichten sind bes. geeignet zur Herst. von Gerbbildern für die Reproduktionstechnik. Nebenst. Beispiel einer verwendeten Verb. (Belg. P. 447 449 vom 6/10. 1942, Auszug veröff. 12/7. 1943. D. Prior. 13/10. 1941.)

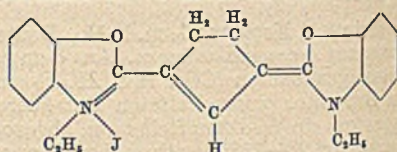
KALIX



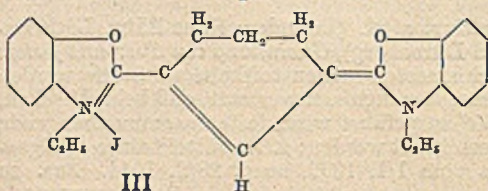
I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Polymethinfarbstoffe*. Eine bemerkenswerte Verschiebung der Sensibilisierung nach der roten Seite des Spektr. erreicht man, wenn man Farbstoffe verwendet, die den Benzoxazol-, Benzothiazol- oder Benzoselenazolring enthalten u. deren Polymethinkette ebenfalls zu einem Ring zu-



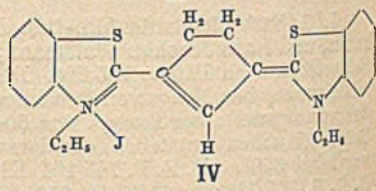
I



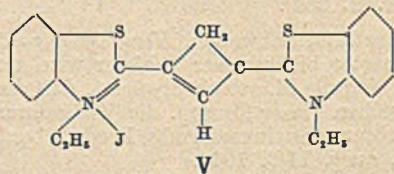
II



III



IV



V

sammengeschlossen ist. Die Farbstoffe besitzen die allg. Zus. I worin z 1, 2 oder 3 bedeutet. — Folgende Farbstoffe sind beschrieben: Zus. II, Sensibilisierungsmaximum (SM) 570 m μ , Sensibilisierungsbereich (SB) zwischen 500 u. 620 m μ , Zus. III, SM 575 m μ , SB 490—590 m μ ; Zus. IV, SM 640 m μ , SB 540—680 m μ ; Zus. V, SM 610 m μ . (F. P. 889 933 vom 2/3. 1942, ausg. 24/1. 1944. D. Prior. 20/10. 1938.)

ROICK

Kodak, Società Anonima, Mailand, *Gefärbte photographische Schichten*. Das für Farbkuppler bekannte Einbettungsverf. in lichtempfindliche Halogensilberemulsions-schichten wird für die Einbringung anderer Farbstoffe, z. B. Schirmfarbstoffe, verwendet. (It. P. 392 071 vom 30/12. 1940.)

KALIX

Verantwortlich: Dr. M. Pflücke, Berlin W 35, Sigismundstr. 4. — Anzeigenleiter: Anton Burger, Berlin-Tempelhof. — Zur Zeit gilt Anzeigenpreisliste Nr. 3. — Druck von Julius Beltz, Langensalza. — Verlag Chemie G. m. b. H. (Geschäftsführer: Ed. G. Kreuzhage), Berlin W 35, Kurfürstenstr. 61.