

Chemisches Zentralblatt

1945. II. Halbjahr

Nr. 11/12

III. Quartal

A. Allgemeine und physikalische Chemie.

J. Ormston, *Die organische Chemie des Fluors. II. Mitt. Reaktionen organischer Fluorverbindungen.* (I. vgl. C. 1945. II. 354.) Zusammenfassender Überblick. (School Sci. Rev. 26. 146—54. Febr. 1945. Cardiff, The Technical Coll.)
WINKER

G. W. Scott Blair, *Ableitung der Maxwell'schen Relaxationszeiten aus Zugwerten.* Bei der Anwendung der Elastizitätstheorie auf hochelast. Stoffe ist die Formel $n = E/2(1 + \pi)$ nicht ohne weiteres gegeben (E Youngscher Modul, n Schermodul, π Poissonsche Zahl). Es besteht Unklarheit, ob sich die von den Relaxationszeiten verschied. Orientierungszeiten auf Scher- oder Druck-Zug-Beanspruchung beziehen. (Nature [London] 154. 213. 12/8. 1944.)
HENTSCHEL

Darwin Kirschman und **Richard Pomeroy**, *Die Löslichkeit von Kaliumjodid in Natriumhydroxydlösungen bei 20°* Vgl. C. 1945. I. 523.. Es wurde die Löslichkeit von KJ in 0,95—16,5nNaOH bei 20° sowie die D. dieser Lsgg. gemessen. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1793—94. Okt. 1944. Los Angeles, Univ. of Calif.)
BEHLE

G. M. Almy und **P. R. Gillette**, *Die Quantenausbeute der Diacetylfluoreszenz.* Für Strahlen der Wellenlängen 4047 u. 4358 wurde die Quantenausbeute der Diacetylfluoreszenz zu $0,145 \pm 0,03$ bestimmt. Sie ist nahezu druckunabhängig. Die Ausbeutemessungen von NOYES u. HENRIQUES (C. 1940. I. 3363) bei Anregung durch die Wellenlänge 3650 ergaben im Druckbereich 0—5 cm Hg einen Anstieg von 0 bis nahe an den Wert bei Anregung durch längere Wellen. Das unterschiedliche Verh. wird durch Prädissoziation erklärt. (Physic. Rev. [2] 63. 64. 1/15. 1. 1943. Illinois, Univ.)
FLASCHKA

Roy W. Goranson, *Physikalische Effekte extremer Drucke.* Es wird der Vers. gemacht, an einigen Beispielen (Graphit-Diamant) zu zeigen, welche Art von Umwandlungen bei extrem hohen Drucken zu erwarten sind. Auf gegenwärtige Grenzen der theoret. Physik, Erscheinungen bei sehr hohen Drucken auf Grund von Messungen bei niedrigen Drucken vorauszusagen, wird eingegangen. Schließlich werden App. zur Erzeugung sehr hoher Drucke beschrieben. So wird z. B. eine App. besprochen, die es gestattet, gleichzeitig bei hoher Temp. (1200°) u. hohem Druck (4000 Bar) zu arbeiten. Weiterhin wird eine zweistufige Anordnung erklärt, die aus einer Druckanlage im Inneren einer zweiten Druckanlage besteht, in der Drucke bis zu 200 000 Bar erzeugt werden können. (Sci. Monthly 51. 524—35. Dez. 1940. Washington, Geophys. Labor., Carnegie Inst.)
SCHÖNE

A. Aufbau der Materie.

S. Titeica, *Die Polarisation des Vakuums.* Die Polarisierbarkeit des Vakuums wird auf Grund eines früher gemachten Vorschlages für die Subtraktionsglieder der Löchertheorie in erster Näherung einer Entw. nach den Potenzen der Feinstrukturkonstanten berechnet. Es ergibt sich, daß die Positronentheorie zu keinen linearen Modifikationen der MAXWELLSCHEN Gleichungen Anlaß gibt. (Bull. Soc. roum. Physique 43. 55—64. 1942.)
NITKA

Gleb Wataghin, *Thermisches Gleichgewicht zwischen Elementarteilchen.* Unters. von WEIZSÄCKER u. a. über den prästellaren Zustand des Universums, basierend auf der Verteilung der chem. Elemente u. auf der Theorie der therm. Rkk. zwischen Atomkernen u. Elementarteilchen, veranlaßten Vf. zu einer Unters. des therm. Gleichgewichtes zwischen Elementarteilchen bei sehr hohen Temperaturen. So wird u. a. die Konz. von Positronen u. Elektronen berechnet; im Falle eines therm. Gleichgewichtes zwischen Protonen, Neutronen, Elektronen u. Photonen kann oberhalb einer bestimmten Temp. der Wert für die Protonen u. für die Neutronen gleich sein. Es werden Fragen des Stoßquerschnittes der kinet. Energie u. der Teilchenzeugung kurz erörtert. (Physic. Rev. [2] 63. 137. 1/15. 2. 1943. Sao Paulo, Bras., Univ.)
NITKA

Georg Jaffe, *Über Elektronenströme einheitlicher Anfangsgeschwindigkeit.* Vf. behandelt folgendes Problem: Elektronen einheitlicher Anfangsgeschwindigkeit treten in einen Raum zwischen 2 unendlich langen parallelen Ebenen senkrecht zu diesen Ebenen ein. Der Strom wird für alle möglichen positiven u. negativen Werte der Poten-

tialdifferenzen zwischen den Ebenen untersucht. Eine vollständige Lsg. kann dann erhalten werden, wenn folgende Grenzbedingungen angenommen werden: Die Anzahl der in den Entladungsraum eintretenden Elektronen muß gleich oder kleiner sein als eine gegebene Zahl N_0 pro qcm u. pro Sek. u. sie ist so groß, wie das Potential es erlaubt. Das Problem hängt von zwei dimensionslosen Parametern ab, ξ_0 , einem reduzierten Plattenabstand $\xi_0 = (16 \pi i / v_0 E_0)^{1/2} x$; i = Stromdichte, v_0 = Anfangsgeschwindigkeit, x = Koordinate senkrecht zu den Ebenen gemessen, u. $\eta_0 = V_0/E_0$, V_0 die angelegte Potentialdifferenz, eE_0 = die Energie der Elektronen. Für jeden Wert von ξ_0 ist der Strom unterhalb eines krit. Wertes von η_0 raumladungsbegrenzt. Die Charakteristik für die Raumladungsbegrenzung ist eine einfache Verallgemeinerung der Formel von CHILD u. LANGMUIR. Die Abweichungen von dieser Formel sind bes. für Werte $E_0 \sim V_0$ beträchtlich. (Physic. Rev. [2] 65. 91—98. 1/15. 2. 1944. Baton Rouge, La., UNIV.) PLIETH

L. G. Elliott und M. Deutsch, *Kernenergieniveaus im ^{56}Fe aus dem Zerfall von ^{56}Mn und ^{56}Co* . Bisher konnte kein Energieniveauschema gegeben werden für die Strahlungen, die den Zerfall von ^{56}Mn begleiten, die mit den β -, γ -Strahlen- u. Koinzidenzmessungen übereinstimmen. Unter Benutzung eines Spektrometers mit magnet. Linsen mit beträchtlich gesteigerter Auflsg. wurden die Photoelektronen untersucht, die in Blei durch die γ -Strahlen ausgelöst werden. Dabei wurde eine weitere γ -Strahlung von $1,81 \pm 0,04$ Mev aufgefunden, die bisher noch nicht beobachtet wurde. Vff. können jetzt ein mit den Experimenten übereinstimmendes Zerfallsschema angeben. (Physic. Rev. [2] 63. 321—22. 1/15. 4. 1943. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technology.) PLIETH

A. Roberts, L. G. Elliott, J. R. Downing, W. C. Peacock und M. Deutsch, *Spaltungsschemata radioaktiver Substanzen*. V. Mitt. ^{130}J . Aus dem Beschuß des Tellurs mit Deuteronen resultieren mindestens vier radioakt. Arten des Jods mit $T = 25$ Min., $T = 12,6$ Stdn., $T = 8$ Tagen u. $T = 13$ Tagen- $T = 25$ Min. wurde dem ^{126}J , $T = 12,6$ Stdn. dem ^{130}J , $T = 8$ Tage dem ^{131}J u. $T = 13$ Tage dem ^{126}J zugeordnet. Der Positronenstrahler mit $T = 4$ Tage u. ^{126}J konnten nicht beobachtet werden. Die Spaltung des ^{130}J wurde mit spektralen u. Koinzidenzmethode untersucht. Der Zerfall findet unter Emission von zwei Arten Elektronen mit einer maximalen Energie von $0,61 \pm 0,02$ MeV bzw. $1,03 \pm 0,02$ MeV statt. Das Spektr. hoher Energie stellt $60 \pm 10\%$ der Spaltungen dar u. wird von drei γ -Strahlen mit den Energien $0,537 \pm 0,005$ MeV, $0,667 \pm 0,008$ MeV u. $0,744 \pm 0,010$ MeV begleitet. Das Spektr. kleiner Energie, wird von denselben drei γ -Strahlen u. zuzüglich eines vierten mit der Energie $0,417 \pm 0,005$ MeV begleitet. Die Koeff. der inneren Umwandlung in der K-Schale sind in der Reihenfolge abnehmender γ -Strahlenergie 0,0031; 0,0038; 0,0069; u. 0,012 (20%). Die Umwandlung in der L-Schale ist wesentlich geringer. Die FERMI-Kurve des gesamten Spektr. kann in zwei Geraden zerlegt werden, aus denen durch Extrapolation die genauen Zerfallsenergien erhalten werden können. (Physic. Rev. [2] 64. 268. 1/15. 11. 1943. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technology.) SCHIKORE

Martin Deutsch und Lloyd G. Elliott, *Spaltungsschemata radioaktiver Substanzen*. VII. Mitt. ^{54}Mn und ^{58}Co . (Vgl. vorst. Ref.) Die von ^{54}Mn u. ^{58}Co ausgesandten Strahlungen wurden mittels des magnet. Spektrometers u. durch Koinzidenzmethode untersucht. ^{54}Mn geht durch Außenelektroneneinfang in einen angeregten Zustand des ^{54}Cr über, woran sich die Aussendung eines 0,85 Mev- γ -Strahls anschließt. Eine Unters. der ausgesandten Röntgenstrahlen, die dem Einfangprozeß folgen, ergibt, daß ein großer oder wenigstens ein überwiegender Teil der Einfangelektronen K-Elektronen sind. Höchstens einzelne Einfangübergänge führen direkt zum Grundzustand. ^{58}Co geht in einen Zustand des ^{58}Fe über, der 0,805 MeV oberhalb des Grundzustandes liegt u. durch Aussendung eines γ -Strahls weiter zerfällt. Ungefähr 90% der Spaltungen des ^{58}Co erfolgen durch K-Elektroneneinfang. Bei den übrigen 10% werden Positronen mit einer maximalen Energie von 0,47 MeV ausgesandt. Das Verhältnis zwischen diesen beiden Zerfallsarten ist mit der Annahme verträglich, daß die Umwandlung mit einer Änderung des Momentes um 0 oder 1 erfolgt. Spaltungsschemata des ^{54}Mn u. des ^{58}Co werden aufgestellt. Die niedrigsten bekannten Anregungszustände des ^{54}Cr , ^{56}Fe u. ^{58}Fe haben Anregungsenergien, die sich um weniger als 5% voneinander unterscheiden. Die Anregungsenergien für die drei Kerne sind: ^{54}Cr : 0,835 MeV; ^{56}Fe : 0,845 MeV u. ^{58}Fe : 0,805 MeV. Die Differenz zwischen den MM. der neutralen Atome des ^{58}Co u. ^{58}Fe muß $2,46 \pm 0,03 \cdot 10^{-3}$ ME, der Schwellenwert für die Rk. ^{58}Fe (p, n) ^{58}Co 3,10 \pm 0,03 MeV betragen. (Physic. Rev. [2] 65. 211—15. 1/15. 4. 1944. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technology.) SCHIKORE

L. G. Elliott und M. Deutsch, *Strahlungen aus der 100 Tage-⁷⁷As-Aktivität*. Beim Deuteronenbeschuß von Germanium wurde eine As-Aktivität mit $T = 100$ Tagen erhalten, die dem ⁷⁷As zugeordnet wurde, da sie in der Aussendung von Elektronen besteht, die im β -Strahlenspektrometer untersucht wurden. Sie ist der inneren Umwandlung eines $0,052 \pm 0,003$ MeV- γ -Strahls zugeordnet. Die Umwandlung in der K-Schale ist fünfmal so stark wie die in der L-Schale. K-Röntgenstrahlen wurden beobachtet. Aus Koinzidenzmessung zwischen Umwandlungselektronen u. K-Röntgenstrahlen wird geschlossen, daß die 100-Tage-Aktivität durch Elektroneneinfang verfällt, dem sofort ein $0,052$ MeV- γ -Strahl nachfolgt. Positronen werden ausgesandt, aber machen höchstens 2% der Spaltung aus. (Physic. Rev. [2] 63. 457—58. 1/15. 6. 1943. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technology.)

SCHIKORE

M. L. Pool und J. D. Kurbatov, *Die künstlichen Radioaktivitäten des Cers*. Vier neue radioakt. Isotope im Bereich des Ce u. Pr konnten dargestellt werden. ¹⁴⁰Ce mit $T = 140$ Tagen durch die Rk. ¹³⁷Ba (α , n) u. ¹³⁹La (d, n). Eine 30-Tage-Aktivität ist dem ¹⁴¹Ce zugeordnet u. entsteht durch die Rkk. ¹³⁸Ba (α , n); ¹⁴⁰Ce (d, p); ¹⁴⁰Ce (n, γ); ¹⁴²Ce (n, 2n) u. ¹⁴³Pr (n, p). ¹⁴¹Ce sendet β -Teilchen von $0,65$ MeV u. γ -Strahlen von $0,2$ MeV u. ist von besonderem Interesse wegen der Anhäufung von stabilen Isotopen im Bereich des Cers. Eine 36-Stunden-Aktivität ist dem ¹⁴³Ce zugeordnet u. durch die Rkk. ¹⁴²Ce (d, p) u. ¹⁴²Ce (n, γ) erhältlich. ¹⁴³Ce zerfällt durch Kettenrk. zu ¹⁴³Pr, das seinerseits mit $T = 13,5$ Tagen unter Aussendung von $0,95$ MeV- β -Strahlen zerfällt. γ -Strahlung tritt nicht auf. (Physic. Rev. [2] 63. 463. 1/15. 6. 1943. Ohio State Univ.)

SCHIKORE

Arnold A. Cohen, *Die Cer- und Rhodiumisotopen*. Mit dem Massenspektrometer wurde eine Analyse der Ce- u. Rh-Isotopen durchgeführt. Die von DEMPSTER (Physic. Rev. 49. 947) entdeckten ¹³⁶Ce u. ¹³⁸Ce konnten bestätigt u. auf ¹⁴⁰Ce bezogen zu $1/500$ u. $1/400$ bestimmt werden. Die maximalen Häufigkeiten der anderen Ce-Isotopen, bezogen auf ¹⁴⁰Ce, wurden ermittelt zu: ¹³⁴Ce, ¹³⁵Ce $1/20\,000$; ¹³⁷Ce $1/10\,000$; ¹³⁹Ce $1/1000$; ¹⁴¹Ce $1/1500$; ¹⁴³Ce, ¹⁴⁴Ce, ¹⁴⁵Ce, ¹⁴⁶Ce $1/25\,000$. Um die Existenz des ¹⁰⁸Rh zu beweisen, das, wie SAMPSON u. BLEACKNEY (Physic. Rev. 50. 742) berichten, zu $1/1300$ bezogen auf ¹⁰³Rh vorhanden sei, wurde Rh untersucht. Obgleich $1/30\,000$ des ¹⁰³Rh entdeckt wurden, konnte kein ¹⁰¹Rh gefunden werden. Andere Häufigkeiten, die sich auf ¹⁰³Rh beziehen, wurden wie folgt bestimmt: ¹⁰⁵Rh $1/60\,000$; ¹⁰⁴Rh $1/6000$; ¹⁰²Rh $1/5000$. — Eine Unters. auf ⁹¹Nb wurde durch eine Zirkoniumverunreinigung verhindert. Die Häufigkeit des ⁹⁵Nb ergab sich zu höchstens $1/4000$ der von ⁹³Nb. (Physic. Rev. [2] 63. 219. 1/15. 3. 1943. Univ. of Minnesota.)

SCHIKORE

Bernard Waldman und Marcellus L. Wiedenbeck, *Die Kernanregung des Indiums durch Röntgenstrahlen und Elektronen*. Mit Röntgenstrahlen bis zu $2,85$ MeV wurden Kernanregungsverss. am In ausgeführt. Der Schwellenwert für diese Verss. beträgt $1,12 + 0,03$ MeV. Anregungsniveaus liegen bei $1,55$; $2,13$ u. $2,64$ MeV. Direkte In-Erregung durch einen Strom homogener Elektronen zeigt dieselben Werte wie die Röntgenstrahlenanregung u. deutet damit die Resonanzabsorption der Elektronen durch den In-Kern an. (Physic. Rev. [2] 63. 60. 1943. Univ. von Notre Dame.)

SCHIKORE

A. H. W. Aten jr., *Untersuchung von Hafnium-Zirkonium-Mischungen durch Aktivierung mit schnellen Neutronen*. Entsprechend den Methoden von HEVESY u. LEVY zur Unters. schweranalysierbarer Gemische auf dem Gebiet der seltenen Erden entwickelte Vf. eine Meth. zur Analyse von Hafnium-Zirkonium-Mischungen durch Aktivierung mit Neutronen. Zur Analyse auf Hf beschießt man eine Min. lang mit verlangsamt Neutronen, wobei eine für Hf charakterist. Radioaktivität mit Halbwertszeit 20 Sek. entsteht. Ein Hf-Geh. von 10% läßt sich mit diesem Prozeß noch gut nachweisen. Zur Best. von Zr bes. in Hf-Präpp. arbeitet man mit schnellen Neutronen u. längerer Bestrahlungsdauer (drei Tage). Hierbei treten für Zr charakterist. sehr lange Perioden auf, die bei Hf nicht oder nur in sehr schwachem Maße (unter 2% wie bei Zr) auftreten. Bei der Analyse auf Zr verwendet man am besten Vergleichspräpp. bekannten Zr-Gehalts. Auf diese Weise lassen sich noch einwandfrei 5% Zr in Hf erfassen. Die Analysen werden am besten an den Oxyden vorgenommen. (Nederl. Tijdschr. Natuurkunde 10. 257—59. Aug. 1943. Eindhoven, Holl., N. V. Philips Glühlampenfabriken.)

G. GÜNTHER

R. E. Lapp, *Untersuchungen über große durch kosmische Strahlen hervorgerufene Teilchenstrahlenausbrüche im Eisen*. Mit einer Stahlkammer, die vollständig mit einer Abschirmung von 35 cm Eisen umgeben war, wurden Teilchenausbrüche mit Partikelzahlen von 150 — 3000 beobachtet. Die diese Ausbrüche auslösenden Mesonen müssen Energien bis zu $6 \cdot 10^{11}$ ev besitzen. Die Messungen sind in Übereinstimmung mit den ethoret. Berechnungen von CHRISTLY u. KUSAKA, die für die Mesonen einen Spin 0 oder

¹/₂ angeben. Vf. führte weitere Messungen mit GEIGER-MÜLLER-Zählrohren in Koinzidenzschaltung aus. (Physic. Rev. [2.] 63. 462. 1/15. 6. 1943. Chicago, Univ.) PLEIETH

R. E. Lapp, *Über durch kosmische Strahlen hervorgerufene Teilchenstrahlenausbrüche in einer nicht abgeschirmten Ionisationskammer.* Mit einer aus einer unabgeschirmten Ionisationskammer u. darüber befindlichen GEIGER-MÜLLER-Zählrohren bestehenden Anordnung wurden 107 Teilchenstrahlenausbrüche kosm. Strahlen beobachtet, Ausbrüche, in denen sich die Teilchenanzahlen bis auf 3000 beliefen. Bei 94 dieser 107 Ausbrüche wurden Koinzidenzen mit der Zählrohranordnung festgestellt. Die Verss. zeigen, daß die in der Ionisationskammer beobachteten Ausbrüche Bereiche hoher Teilchendichte in einem AUGER-Schauer darstellen. Für die Häufigkeitsverteilungskurve wurde angenähert ein inverses Kraftgesetz mit dem Exponenten $\gamma = 2,15 \pm 0,35$ $N(S) = C \cdot S^{-\gamma}$ gefunden, wobei N die Häufigkeit der Ausbrüche bezeichnet, die mehr als S ionisierende Teilchen enthalten für Werte $S > 100$. (Physic. Rev. [2.] 64. 129—30. 1/15. 9. 1943. Chicago, Univ., Ryerson Physical Labor.) PLEIETH

J. Hamilton, W. Heitler und H. W. Peng, *Theorie der kosmischen Mesonen.* Die Quantentheorie von HEITLER u. PENG u. deren Modifizierung von MÖLLER u. ROSENFELD wird auf die Entstehung von Mesonen durch Protonen-Protonen-Zusammenstöße angewandt. Wird eine prim. Protonenstrahlung mit geeignetem Energiespekt. angenommen, so ist der Betrag der Mesonenentstehung so groß, daß fast alle Mesonen in einer Oberflächenschicht der Atmosphäre von 15—30 cm H₂O Dicke entstehen. Die Änderung der Mesonenintensität in Abhängigkeit von der Energie, der Höhe u. der geomagnet. Breite ist in guter Übereinstimmung mit den Experimenten. Eine Anzahl weiterer Effekte (die weiche Komponente in der höheren Atmosphäre, Mesonen-schauer, Übergang in Neutretos usw.) wird diskutiert. (Physic. Rev. [2.] 64. 78—94. 1/15. 8. 1943. Dublin, Inst. for Advanced Studies.) PLEIETH

Wayne E. Hazen, *Die Vielfacherzeugung von durchdringenden Teilchen durch Protonen und Neutronen kosmischer Strahlen.* Nach den Berechnungen von HAMILTON, HEITLER u. PENG (vgl. vorst. Ref.) über die Wahrscheinlichkeit der Mesonenentstehung durch Kernzusammenstöße mit Protonen oder Neutronen, sollen Protonen von 10^{11} ev in 20 cm Blei 11 Mesonen erzeugen, mit anderen Worten, ein Meson sollte in je ungefähr 2 cm Bleidicke erzeugt werden. Früher wurde eine gleichzeitige Entstehung mehrerer Mesonen angenommen. — Vf. teilt mit, daß er mit einer Nebelkammer, die 8 0,7 cm dicke Bleiplatten enthielt, in 10 000 Fuß Höhe keine Ereignisse des Kaskadentypus der oben beschriebenen Art beobachten konnte. Andererseits hat er 4 Aufnahmen erhalten, die eine Vielfachentstehung durchdringender Teilchen hoher Geschwindigkeit zeigten, deren Entstehung aber gleichzeitig war. Es liegen also keine Beweise für eine Kaskadenentstehung durchdringender Teilchen vor. Dagegen sind Ergebnisse auch von anderen Autoren bekannt, nach denen eine Vielfachentstehung in einem einzigen Ereignis (oder in einer Kaskade, die aber auf wenige mm Bleidicke beschränkt ist) beobachtet wurde. (Physic. Rev. [2.] 64. 257. 1/15. 10. 1943. Berkeley, Calif., Univ., Dep. of Physics.) PLEIETH

Paul Kirkpatrick, *Kontinuierliche Strahlung in Röntgenprismenspektren.* STAUSS (Physic. Rev. 36. [1930.] 1101) beobachtete eine unerwartete kontinuierliche Strahlung zwischen der K α -Linie des Molybdäns u. dem unabgelenkten Strahl. Er führte diese Strahlung auf Fehler in der Oberfläche des verwendeten Quarzprismas zurück. PARDUE (Physic. Rev. 38. [1931.] 1808) entdeckte eine ähnliche Bande mit einer scharfen Kante an der langwelligen Seite u. neigte zur Deutung, daß sie von Wolframpuren als Verunreinigung des Molybdäns herstamme. Vf. weist nach, daß es sich tatsächlich um eine kontinuierliche Strahlung handelt u. führt die scharfe Kante der Bande auf einen photograph. Effekt zurück, der durch die K-Diskontinuität des Silbers im Film bewirkt wird. (Physic. Rev. [2.] 63. 141. 1/15. 2. 1943. Stanford, Univ.) FLASCHKA

Burr G. Burbank, *Direkte und Fluoreszenzanregung des LIII-Niveaus in dicken Thoriumplatten.* Das Röntgenspekt. einer ölgekühlten Thoriumplatte wurde in einem BRAGGSchen Spektrometer hinsichtlich der Intensität der L α -Linie u. deren kontinuierlicher Untergrundschwärzung untersucht. Für die Intensität der Linie sind zwei Komponenten verantwortlich: a) die direkte Ionisation durch Elektronen von der Kathode her u. b) die Ionisation durch Absorption der kontinuierlichen Strahlung. Um das Verhältnis der Wirksamkeit der beiden Faktoren zu ermitteln, wurde die Thoriumplatte in eine Palladiumfolie gehüllt. Diese war dick genug, um direkte Ionisation zu verhindern, u. erzeugte ein hinreichend starkes kontinuierliches Palladiumspektr., welches die L α -Linie des Thoriums in meßbarer Stärke anregte. Durch Bezugnahme auf den Untergrund ergab sich das Verhältnis direkt zu indirekt angeregt zu

2,8 für Elektronen von 40 kV. Messungen wurden zwischen 40 u. 100 kV durchgeführt. (Physic. Rev. [2.] 63. 139. 1/15. 2. 1943. Stanford, Univ.)

FLASCHKA

Albert Sprague Coolidge, *Experimentelle Bestätigung der Theorie der kontinuierlichen Spektren von H₂ und D₂*. Es werden die kontinuierlichen Spektren von mol. Wasserstoff u. Deuterium erzeugt u. apparativ Bedingungen geschaffen, die eine Kontrolle der Anregungsprozesse durch den Elektronenstrahl bei bestimmten Beschleunigungspotentialen erlauben. Wegen der unvermeidlichen therm. Streuung in den kinet. Energien der Elektronen ist ein unmittelbarer Vgl. der Resultate mit denen auf rein theoret. Grundlagen früherer Arbeiten vorausgesagten nicht möglich, da dieser Effekt früher nicht berücksichtigt wurde. Das wesentliche Resultat ist, daß das Spektr. sogar bei dem niedrigsten Potential, bei dem irgendeine Strahlung auftritt, die vom niedrigsten Schwingungsniveau stammt, durch den Beitrag des nächst höheren verunreinigt ist. Die funktionelle Beziehung zwischen dem Verhältnis der Anregung eines gegebenen Niveaus u. dem Beschleunigungspotential ist linear, wenn letzteres höher (aber nicht zuviel höher) ist als das krit. Anregungspotential des gegebenen Niveaus u. exponentiell, wenn es niedriger ist. Da wegen der Berührungspotentiale u. möglicherweise anderer Ursachen, das wahre Beschleunigungspotential an einem mit der Elektronenquelle u. dem Kollektor verbundenen Voltmeter direkt nicht gemessen werden kann, lassen sich aus obigen Beziehungen die Korrekturen bestimmen. Wenn so die wahre Potentialskala festgesetzt wird, zeigt es sich, daß eine gute Übereinstimmung zwischen errechneter u. beobachteter spektraler Energieverteilung besteht. (Physic. Rev. [2] 65. 236—46. 1/15. 4. 1944. Cambridge, Mass., Harvard Univ.)

SCHÖNE

Robert B. King, *Absolute f-Werte für FeI-Linien*. Nach der Meth. der totalen Absorption wurden für 12 Linien des Grundzustandes von Fe I bei Temp. zwischen 1494 u. 1581° zwischen den Wellenlängen 3705 u. 3886 Å die absol. f-Werte gemessen. Die Werte liegen alle in der Nachbarschaft von 0,01. (Astrophysic. J. 95. 78—81. Jan. 1942. Carnegie Inst. of Washington, Mount Wilson Observatory.)

GOTTFRIED

Robert B. King, *Häufigkeit des Eisens in der Sonne*. Unter Benutzung der früher bestimmten f-Werte für Fe I (vgl. vorst. Ref.) u. der solaren Äquivalentbreiten wurde die Häufigkeit neutraler Fe-Atome in der umkehrenden Schicht bestimmt. Für die solare Dämpfungskonstante wurden ein zehnmal höherer Wert als der klass. Wert u. eine Anregungstemp. von 4400° angenommen. Gefunden wurde als Gesamtzahl neutraler Fe-Atome pro qcm $4,3 \cdot 10^{18}$. — In einem Nachtrag wird von Minkowski u. King kurz auf mögliche Fehlerquellen eingegangen. (Astrophysic. J. 95. 82—86. Jan. 1942. Carnegie Inst. of Washington, Mount Wilson Observatory.)

GOTTFRIED

Robert W. Krueger und E. L. Kinsey, *Die Polarisation des Absorptionsspektrums von Neodym in Kristallen*. Unter Verwendung von polarisiertem Lichte wurden die Absorptionsspektren von NdCl₃ · 6 H₂O u. Nd(BrO₃)₃ · 9 H₂O in verschied. Richtungen zu den Kristallachsen aufgenommen. Der vermutete Polarisationseffekt wurde nachgewiesen; seine Entstehung kann durch Annahme eines gestörten Feldes der Symmetrie der um das Neodymion angeordneten W.-Molekeln erklärt werden. Das Feld bewirkt eine Aufspaltung jedes ungestörten Niveaus in eine Anzahl von Teilniveaus; Kenntnis der gestörten u. ungestörten Niveaus läßt unter Anwendung einer Auswahlregel, die dieselbe ist wie die für erzwungene Dipolstrahlung, die Voraussage von Aufspaltung u. Polarisation zu. Die Theorie bestätigte sich sehr gut am Bromatkrystall. (Physic. Rev. [2] 63. 138. 1/15. 2. 1943. Los Angeles, Douglas Aircraft Co. u. Univ. of Calif.)

FLASCHKA

L. Marton und R. G. E. Hutter, *Optische Konstanten bei Elektronenmikroskopen*. In elektronenmikroskop. Arbeiten wurde bisher die Ansicht vertreten, daß das Feld der Objektivlinse, das sich bis unterhalb des Objektes ausdehnt, im Bereich zwischen letzterem u. der Kondensierlinse nicht stark genug ist, um eine ausreichende Konvergenz des beleuchtenden Elektronenstrahles zu bewirken. Berechnungen von GLASER (Z. Physik 117. [1941.] 285; C. 1941. II. 511) und DÖSSE (Z. Physik 117. [1941.] 316; C. 1941. II. 511) zeigen Gegenteiliges, wenn das Objekt in solchem Abstand von der Linse gesetzt wird, daß es in den Punkt zu liegen kommt, wo die sphär. Aberration ein Minimum hat. Nach Anbringen der nötigen Korrekturen berechnen Vff. unter einem Minimum von Annahmen einige opt. Konstanten neu. Mit den so gewonnenen Konstanten wird das Auflösungsvermögen neu berechnet. (Physic. Rev. [2] 63. 140—41. 1/15. 2. 1943. Stanford, Univ.)

FLASCHKA

Karl Woldemar Grosheim-Krisko, Wilhelm Hofmann und Heinrich Hanemann, *Über die Löslichkeit von Sauerstoff in Blei*. Es wurde eine App. entwickelt für die Best.

von Sauerstoff in Blei, bei welcher der Sauerstoff des Bleies mit Wasserstoff reduziert u. die Menge des gebildeten W. volumetr. bestimmt wird. Es wurden einige techn. Bleisorten untersucht u. Kontrollvers. abgeschlossen. Ferner wurde die Löslichkeit von Sauerstoff in Blei in Abhängigkeit von der Temp. bestimmt. (Z. Metallkunde 36. 91—93. April 1944.) SCHAAL

A₂. Elektrizität. Magnetismus. Elektrochemie.

David E. Debeau, *Die Einwirkung adsorbierter Gase auf die elektrische Aufladung bei Berührung von Quarz und Nickel*. Die Ladung von Quarzteilen, die von einem Nickelbehälter zu einem zweiten fallen, wird in Abhängigkeit vom Gasdruck gemessen. Bei Verwendung von Luft oder Sauerstoff ist ein Minimum der Aufladung bei 0,1 bis 1,0 mm Hg zu finden. Bei 10^{-5} u. 760 mm ist die Aufladung ungefähr gleich. Bei Verwendung von Wasserstoff ist sie geringer. (Physic. Rev. [2] 64. 187. 1/15. 9. 1943. Univ. of Calif.) FLASCHKA

H. Fröhlich und R. Sack, *Dielektrische Eigenschaften von Dipolen*. Strukturunters. weisen auf die Tatsache hin, daß viele organ. Dipole zwei Gleichgewichtslagen mit entgegengesetzter Dipolrichtung haben. Zur Berechnung der dielekt. Eigg. erweitern Vff. die ONSAGERSche Theorie durch Einbeziehen der dielekt. Eigg. der Umgebung. Die gewonnenen Formeln werden experimentell geprüft u. zeigen oberhalb einer krit. Temp. bessere Übereinstimmung. Die Anwendung empfiehlt sich hauptsächlich bei festen Stoffen u. Fl. mit hoher Viscosität, wobei sich eine höhere DE. u. ein geringerer dielekt. Verlust als nach der ONSAGERSchen Theorie ergeben. Für Fl. geringer Viscosität ist die Abweichung von den nach ONSAGER berechneten Werten gering. Die ONSAGERSchen Formeln folgen als Grenzfall einer Annäherung nullter Ordnung. (Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A. 182. 388—403. 16/6. 1944. Bristol, Univ., H. H. Wills Physical Labor.) FLASCHKA

G. H. Fett, *Kathodisches Tropfen und Stromdichte in Schweißbögen*. Es werden das kathod. Tropfen u. die Stromdichte in Schweißbögen verschied. Schweißelektroden in Luft nach dem vom Vf. (C. 1945. I. 990) angegebenen Verf. untersucht. (Physic. Rev. [2] 63. 460. 1/15. 6. 1943. Univ. of Illinois, Dep. of Engineering.) MENZEL

David C. Grahame, *Definition und Messung absoluter Elektrodenpotentiale*. Als Potential eines isotropen Leiters wird das Potential eines Punktes in einem Hohlraum innerhalb dieses Leiters definiert; man vermeidet dadurch die hier bei der Definition des absol. elektrostat. Potentials entstehende Schwierigkeit. Ein besonderer Vorzug ist auch die Ermöglichung der experimentellen Best. des Elektrodenpotentials zwischen 2 Phasen. Durch eine geringe Abänderung der ursprünglichen KELVINSchen Meth. kann man so Messungen der Flüssigkeitspotentiale u. der absol. Elektrodenpotentiale ohne theoret. Schwierigkeiten vornehmen. (Physic. Rev. [2] 63. 458. 1/15. 6. 1943.) HENTSCHEL

Paul L. Morton, *Townsend-Ströme in nicht gleichförmigen elektrischen Feldern*. Bei Abwesenheit von Sekundäreffekten kann der Strom bei der TOWNSEND-Entladung in nahezu gleichförmigen Feldern nach der Gleichung $\log i/i_0 = f \alpha dx$ berechnet werden, wobei α als eine Funktion der Feldintensität experimentellen Arbeiten entnommen werden kann. — Wegen der Verzerrung durch Raumladungen u. auf Grund der Elektrodenform treten aber gleichförmige Felder selten auf. Daher wurde die Genauigkeit dieser Beziehung für ein Feld zwischen konzent. Zylindern bei Wasserstoffdrucken von 0,01—10 mm u. ausreichend schwachen Strömen, um Raumladungseffekte zu vermeiden, überprüft. Die Ergebnisse zeigen, daß große Fehler zu erwarten sind, wenn die Feldintensität in der Nähe der Kathode die mittlere freie Weglänge pro Elektron um mehr als 10% ändert. Die berechneten Ströme können um Größenordnungen falsch sein, wenn die Elektronen auf die Anode treffen, bevor sie eine Endgeschwindigkeit erlangen, die dem Feld dort entspricht. (Physic. Rev. [2] 64. 187. 1/15. 9. 1943. Univ. of Calif.) SCHÖNE

F. Domanic, *Zum lichtelektrischen Primärstrom in Alkalihalogenidkristallen*. Eine einfache photochem. Rk. existiert in Alkalihalogenidkristallen mit stöchiometr. überschüssigem Alkalimetall: Atomares Metall, gekennzeichnet durch die Absorptionsbande F' , wird durch Lichtabsorption in dieser Bande in mol. Metall verwandelt, gekennzeichnet durch die Absorptionsbande F . Die Lichtabsorption in der F' -Bande stellt den Ausgangszustand wieder her, erzeugt also wieder atomares Metall. Beide Rkk. hängen in charakterist. Weise von der Temp. ab. Parallel mit diesen opt. Vorgängen treten elektr. auf, bekannt unter dem Namen lichtelektr. Primärstrom, den Vf. eingehender untersucht (in KCl- u. KBr-Kristallen). Der lichtelektr. Primärstrom zeigt mit F' -Zentren als Elektronenquelle nahezu die gleiche Abhängigkeit von der Temp. u. der Konz. der F -Zentren, wie sie frühere Messungen mit F -Zentren

als Elektronenquelle ergeben haben. (Ann. Physik [5] 43. 187—92. 21/7. 1943. Göttingen, Univ., I. Physik. Inst.)

НИТКА

Hartmut Keller, Über einen sekundären piezoelektrischen Effekt im Biegungsstreifen, seinen Einfluß auf Kapazität und elektromechanische Wandlung und eine neue Methode zur Messung piezoelektrischer Koeffizienten. (Vgl. C. 1944. I. 741.) Beim Anlegen einer elektr. Spannung an einen piezoelektr. Biegungsstreifen variiert infolge der Krümmung die Deformation mit dem Abstand von der neutralen Faser, obwohl das angelegte Feld homogen ist. Dadurch tritt ein sek. piezoelektr. Effekt mit zusätzlicher elektr. Erregung auf, die in die Klemmenspannung eingeht. Infolgedessen ist die zwischen den Klemmen gemessene Kapazität als das Verhältnis der zugeführten Ladung zur gemessenen Spannung nicht nur durch die Abmessungen u. die DE. in der Feldrichtung, sondern auch durch den piezoelektr. Koeff. u. den Elastizitätsmodul in der Verformungsrichtung bestimmt. Der Darst. ist ein in üblicher Orientierung hergestellter Biegungsstreifen aus Seignettesalz zugrunde gelegt. (Hochfrequenztechn. u. Elektroakust. 63. 19—25. Okt. 1944.)

РЕУССЕ

A. S. Kanter, Der Einfluß der magnetischen Energie des Rotors auf die Entmagnetisierung beständiger Magnete. Nachdem Vt. gezeigt hat, daß bei unvollständiger Magnetisierung beständiger Magnete absol. gerechnet größere Entmagnetisierungen eintreten als bei voll magnetisierten Magneten, werden die Verhältnisse bei verschied. magnet. Energie des Rotors besprochen. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. techn.] 1941. 25—30.)

ULMANN

A. Klemenc, Glimmlichtelektrolyse. XII. Mitt. Die polare Oxydation an der Anode und ihr Grenzwert. (Elektrolyt $2nH_2SO_4$.) (XI. vgl. C. 1940. II. 1693.) Es wird gezeigt, daß bei der Glimmlichtelektrolyse an der Anode eine polare Oxydation der $2nH_2SO_4$ eintritt, diese demnach ohne Mitwirkg. einer festen Elektrode vor sich gehen kann. Die Gesamt oxydation der $2nH_2SO_4$ erfolgt nach einem festgestellten Zeitgesetz. Mit zunehmender Coulomb-Zahl nähert sich diese einem stationären Wert, der experimentell bestimmt wurde. Auf Grund der experimentellen Daten erkennt man, daß in beiden Formen der Elektrolyse (gewöhnliche u. Glimmlichtelektrolyse) sich an den Phasengrenzen elektrochem. Rkk. betätigen. Auf den besonderen Fall der $2nH_2SO_4$ bezogen, verhalten sich die Phasengrenzen Elektrolyt-Gasraum, Elektrolyt-Metall gegen polar entwickelten O_2 oder H_2 grundverschieden. (Mh. Chem. 75. 42—56. Juni 1944. Wien, TH.)

HENTSCHEL

A₃. Thermodynamik. Thermochemie.

Stefan G. Bauer, Ausfluß durch eine kreisförmige Öffnung. Die Aufstellung des Ausflußgesetzes für eine unter Druck befindliche Fl. durch eine plötzlich frei gegebene Öffnung von verhältnismäßig großer Weite wird zur Vereinfachung an W. als einer inkompressiblen Fl. vorgenommen. Die Näherungsverf. werden im Anschluß an Analogien mit dem elektr. Stromfluß gewählt, u. dementsprechend wird ein näher beschriebener App. benutzt, bei dem das hydrodynam. Äquivalent der Gleichstromvers. mit Resonanzkreisen zur Anwendung kommt. Die Ausflußöffnung im App. stellt die Trägheit im Resonanzsyst. dar. Die akust. Theorie liefert die Inertanz einer solchen Ausflußöffnung für unendlich kleine Amplituden. Bei den beschriebenen Vers. wird die Inertanz über einen weiten Bereich endlicher Amplituden durch Beobachtung der Phasenverschiebung zwischen angewandtem Druck u. Verschiebung an der Ausflußöffnung gemessen. Dadurch war es möglich, die genauen Resonanzfrequenzen des hydraul. Syst. trotz hoher Dämpfung zu bestimmen; hieraus wurde auch die effektive M. oder Inertanz der durch die Öffnung strömenden Fl. abgeleitet. Im Laufe der Vers. wurden auch einige neue interessante Erscheinungen beobachtet u. photograph. registriert: es scheinen nämlich 3 verschied. Strömungsarten vorzuliegen (im Vgl. mit den beiden gewöhnlich bei stationärer Strömung beobachteten). Der Kontraktionskoeff. der Strömung durch die Öffnung ist für kleine Amplituden 1 u. nähert sich für große Amplituden dem Wert für stationäre Strömung. Es wird die Differentialgleichung für das Ausfließen durch eine plötzlich frei gegebene Öffnung aufgestellt u. ihre Lsg. angegeben. Mit den aus den Messungen abgeleiteten Konstanten wird ein numer. Beispiel durchgerechnet u. graph. dargestellt. Obwohl eine Registrierung des Ausflußvers. nicht möglich war, wurden die Ergebnisse durch visuelle Beobachtung nachgeprüft. Dabei zeigte sich, daß dem Ausströmen ein Sog folgen muß, u. daß ferner der Sog u. die folgenden Oscillationen prakt. vom Druck im Gefäß vor dem Ausströmen unabhängig sind, vorausgesetzt, daß dieser einen bestimmten Wert nicht überschreitet. Diese Befunde sind im Zusammenhang mit den Absaugerscheinungen bei Verbrennungsmaschinen von Interesse. (Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A 182. 347—61. 16/6. 1944.)

HENTSCHEL

R. E. Rundle, Die Berechnung der van der Waals'schen Konstante „a“ aus Messungen von C_p/C_v . Vgl. leitet die Formel $\gamma = \left(\frac{R}{C_v} + 1\right) + \frac{R}{C_v} \frac{2aP}{(RT)^2} + \dots$ ab u. errechnet nach Messungen von CLARK u. KATZ (C. 1943. II. 1696) die VAN DER WAALSSche Konstante a. Vgl. der so gewonnenen Werte mit den aus den krit. Daten hergeleiteten gibt einigermaßen Übereinstimmung nur bei Gasen, die der VAN DER WAALSSchen Gleichung folgen. Untersuchte Gase: Ar, H₂, N₂, CO₂, N₂O u. SO₂. Die Übereinstimmung ist um so besser, je näher Druck u. Temp. den krit. Bedingungen sind. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1797—93. Okt. 1944. Dep. of Chemistry Iowa State Coll.) FLASCHKA

Helmut Fredenhagen und Elisabeth Kerck, Die Siedepunktkurve des Systems H₂O/HF. Die Kp.-Messungen der W.-HF-Gemische von GADENBACH (vgl. K. FREDENHAGEN, C. 1931. II. 1812; H. FREDENHAGEN, C. 1940. I. 679; K. FREDENHAGEN u. WELLMANN, C. 1933. I. 1565) werden überprüft u. der noch fehlende Bereich zwischen 60 u. 95 Mol.-% HF gemessen. Die Bestimmungen werden in der schon von H. FREDENHAGEN (C. 1933. I. 1565) verwendeten Pt-App. ausgeführt. Im Gebiet zwischen 58 u. 80 Mol.-% HF konnte ein gleichmäßiges Sieden nur schwer erreicht werden, diese Meßwerte sind daher nicht sehr genau. Die Ergebnisse sind in Tabelle u. Diagramm wiedergegeben. (Z. anorg. Chem. 252. 280—82. Juli 1944. Greifswald, Univ., Inst. für physikal. Chemie.) KORKISCH

A₄. Grenzschichtforschung. Kolloidchemie.

Gustav F. Hüttig, Zur Systematik der Aggregatzustände. Zur Kennzeichnung der Aggregatzustände werden die Begriffe mol. Beweglichkeit (Beweglichkeitsgrad), Ordnungsgrad u. Dispersitätsgrad verwendet. Es werden die Maßeinheiten für diese Größen sowie ein Diagramm zur bildlichen Darst. der Zustände u. ihrer Veränderungen diskutiert. Für das Reaktionsvermögen fester (starre) Stoffe einschließlich ihres Frittingsvermögens ist der Beweglichkeitsgrad der maßgebliche Faktor. (Kolloid-Z. 104. 161 bis 167. Aug./Sept. 1943. Prag.) HENTSCHEL

A. H. M. Andreasen (unter Mitwirkung von K. Skeel-Christensen und B. Kjaer), Einige Untersuchungen über die Herstellung von monodispersen Stoffen. Es werden Vers. zur Herst. monodisperser Stoffe im Korngrößenbereich von ca. 3—0,3 μ, vorzugsweise von BaSO₄, durch Kondensation beschrieben, wobei zunächst das Zusammengießen (in ein 3. Gefäß) von Sulfat- u. Bariumsulfatlgg. unter Zusatz verschied. Stoffe versucht wurde. Unter diesen Umständen u. Zusatz einer Löslichkeitsbefördernden starken Säure (HCl) zu den Lsgg. vor dem Zusammengießen erhält man so monodisperse, als Sphärolithe vorliegende Prodd. der Größenordnung von 3 μ. Eine Korngrößenverringerng ist durch den weiteren Zusatz eines Löslichkeitsherabsetzenden Stoffes (Alkohol) möglich. Monodisperse Stoffe können auch mit Hilfe solcher Prozesse erhalten werden, bei denen ein Zusammengießen u. Bldg. einer homogenen Mischung wegen der Langsamkeit der chem. Rk. möglich ist, bevor Ausscheidung des Nd. erfolgt. Auf diesem Wege wird monodisperses Cu₂O durch Zugabe von FEELINGScher Lsg. im Überschuß zu einer Lsg. einer mit derselben reagierenden Zuckerart dargestellt, ferner monodisperses Mercuri- u. Thalliumjodid durch Zusammengießen der betreffenden Jodate mit einer Lsg. von Natriumsulfat. Auch eine Reihe monodisperser Prodd. von BaSO₄ in Form länglicher Sphärolithe innerhalb des Größenbereichs von 4—0,1 μ wurde dargestellt, indem Lsgg. von BaCl₂ u. H₂O₂ mit Lsgg. von Na₂S₂O₃ unter Zusatz von wechselnden Mengen Natriumcitrat, das den Dispersitätsgrad beträchtlich erhöht u. zugleich die Zeitspanne bis zur beginnenden Trübung verlängert, zusammengegossen wurden. (Kolloid-Z. 104. 181—89. Aug./Sept. 1943. Kopenhagen, TH.) HENTSCHEL

E. B. R. Prideaux, Diffusionspotentiale und Beweglichkeiten von mehrwertigen Ionen: Kaliumferricyanid und -ferrocyanid. Die Diffusionspotentiale E_d verschied. Arten fl. Verb. zwischen Lsgg. von K₂SO₄, K₃Fe(CN)₆ u. K₄Fe(CN)₆ wurden bestimmt, so die stat. Verb. in einem in einem Luftthermostaten eingebrachten App. bei 25° u. d. fließenden Verb. in den Apparaten von FERGUSON, VAN LENTE u. HITCHENS (J. Amer. chem. Soc. 54. [1933.] 1285), SCATCHARD (J. Amer. chem. Soc. 47. [1925.] 641-698) u. ROBERT u. FENWICK (J. Amer. chem. Soc. 49. [1927.] 2787). Die nicht thermost. kontrollierten fl. Verb. wurden bei Zimmertemp., 16—20°, untersucht. Die Diffusionspotentiale waren proportional zu $\log C_I/C_{II}$, wobei C_I u. C_{II} die Konz. bedeuten. Bei Extrapolierung auf die Konz. 0 sind die E_d -Werte von Kaliumferri- u. -ferrocyanid nahezu gleich, u. für die Anionen sind die Überführungszahlen u. Beweglichkeiten in guter Übereinstimmung mit den auf Grund der elektr. Leitfähigkeit ermittelten. Es wird bestätigt, daß die Äquivalentbeweglichkeiten von $\frac{1}{4}[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ u. $\frac{1}{3}[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ im Verhältnis 1,11:1 stehen. In Lsgg. höherer Konz. gehen die E_d -

Werte für die beiden Salze auseinander u. sind so verwandt, daß die Überführungszahlen der 2 Salze gleich werden, wenn die Konz. 0,1n ist; jenseits dieses Wertes fällt der Wert des Ferrocyanids wahrscheinlich unter den des Ferricyanids. Zur Deutung der Daten wird von der Annahme ausgegangen, daß die einzigen vorhandenen Ionen K^+ , $[Fe(CN)_6]^{4-}$ u. $[Fe(CN)_6]^{3-}$ sind; ein intermediär vorhandenes Ion $[KFe(CN)_6]^{3-}$ stimmt nicht so gut zu den beobachteten Diffusionspotentialen. (J. chem. Soc. [London] 1944. 606—11. Nov. Nottingham, Univ. Coll.)

BEHRLE

Henry C. Thomas, *Heterogener Ionenaustausch im strömenden System*. Mit Hilfe einer BESSEL-Funktion wird die kinet. Formel für den Kationenaustausch an einer Säule unter der Voraussetzung, daß die Rk. zweiter Ordnung ist, abgeleitet. Ihre Brauchbarkeit wird am Beispiel des Austauschtes Ca^{++} gegen H^+ bzw. Na^+ bei der Wasserenthärtung demonstriert. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1664—66. 9./10. 1944. Yale Univ., Dep. of Chemistry.)

FLASCHKA

Pauline Rolf, *Der Akkomodationskoeffizient von Helium auf Platin*. Vf. beschreibt die Berechnungsweise des Akkomodationskoeff. u. teilt ihre Messungen des Koeff. für He an einer Pt-Oberfläche mit. Bei 77, 193, 273 u. 373° K wurden für die verschied. Temp. folgende Werte erhalten: 0,090, 0,043, 0,071 u. 0,072 ($\pm 0,004$), die auf 0,43, 0,071, 0,170 bzw. 0,170 anwachsen, wenn das Platin 24 oder mehr Stdn. im Kontakt mit dem Helium bleibt. Die bei den höheren Temp. gemessenen Werte sind in Übereinstimmung mit Angaben von MICHELS, C. 1939. I. 606. (Physic. Rev. [2] 65. 185—89. 1./15. 3. 1944. Bryn Mawr, Pa., Pennsylvania Bryn Mawr Coll.)

MENZEL

B. Anorganische Chemie.

Trambaklal Mohanlal Oza, *Reaktionen von Hyponitriten*. Teil I. *Die Wirkung von Kohlenstoff auf Natriumnitrit*. Bei der Rk. von Kohlenstoff auf Alkalinitrite bilden sich Stickoxydul, Stickstoff, Kohlendioxyd u. wenig Kohlenmonoxyd u. Stickoxyd. Im Rückstand verbleiben Na_2CO_3 , $NaNO_2$ u. $NaNO_3$. Die Rk. setzt langsam bei 300° ein, wobei das Verhältnis der gebildeten Gase von der Temp. fast unabhängig bleibt. Erst bei 360° wird die Rk. heftig u. unkontrollierbar. Es wird untersucht, ob sich das Stickoxydul aus intermediär gebildetem Hyponitrit oder bei Red. nitroser Gase durch Kohlenstoff bildet. Mit Hilfe der erhaltenen Reaktionsprodd. bei Einw. von Kohlenstoff auf $NaNO_2$ u. $Na_2N_2O_2$ wird bewiesen, daß Hyponitrit als Zwischenprod. auftritt. — Der Vf. kommt zu folgendem Reaktionsverlauf: 1. Natriumnitrit unterliegt bei den Reaktionsbedingungen der therm. Zers. nach Gleichung $2NaNO_2 \rightleftharpoons Na_2O + NO + NO_2$. Die Stickoxyde werden durch Kohle zu Stickstoff u. CO_2 red., welches mit Na_2O , Na_2CO_3 bildet $(4NaNO_2 + 3C = 2Na_2CO_3 + CO_2 + 2N_2)$. 2. Gleichzeitig red. der Kohlenstoff $NaNO_2$ zu $Na_2N_2O_2$. Dieses reagiert bes. empfindlich mit CO_2 unter Bldg. von Stickoxydul u. Na_2CO_3 . 3. Daneben zers. sich $Na_2N_2O_2$ bei 334°, wobei Na_2O , N_2 , Nitrit u. Nitrat gebildet werden. Na_2O , Stickstoff u. Nitrit scheinen die prim. Prodd. zu sein ($3Na_2N_2O_2 = 2Na_2O + 2N_2 + 2NaNO_2$), während Nitrat sek. durch Autoxydation aus dem Nitrit gebildet wird ($5NaNO_2 = Na_2O + 3NaNO_3 + N_2$). (J. Indian chem. Soc. 21. 71—78. Febr. 1944. Dharwar, Karnatak Coll.)

KORKISCH

Howard E. Kremers und Therald Moeller, *Bemerkungen über Seltene Erden*. LII. Mitt. *Die Herstellung von Bromaten der seltenen Erden aus den Perchloraten*. Vff. empfehlen die Darst. der Bromate der Seltene Erden (S. E.) aus den Perchloraten durch Umsetzung mit $KBrO_3$, da diese bequemer u. schneller durchzuführen ist als die Darst. durch doppelte Umsetzung zwischen den Sulfaten u. Bariumbromat. Hiernach werden nahezu neutrale Lsgg. von Perchloraten der S. E., erhalten aus den Oxyden mit Überchlorsäure, mit gepulvertem $KBrO_3$ behandelt u. die entstandene Mischung eine Stde. lang gekocht. Der Vorteil der Meth. besteht darin, daß das niedergeschlagene $KClO_4$ weniger Neigung zeigt, Salze der S. E. zu absorbieren als $BaSO_4$, so daß Verluste an S. E. bei der anfänglichen Fällung vermieden werden. Bromate sind auf diese Weise leichter darzustellen als durch Behandeln der Oxyde oder Hydroxyde der S. E. mit Bromsäure u. sind für die fraktionierte Krystallisation geeignet. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1795. Okt. 1944. Urbana, Ill., Univ., Noyes Chemical Labor.)

MENZEL

M. Morette, *Über die Systeme Tellur-Molybdän und Tellur-Wolfram. Über niedere Molybdän- und Wolframtelluride*. Vf. untersuchte die beiden Systeme Te-Mo u. Te-W, analysierte die auftretenden festen Verb. u. bestimmte deren Eigenschaften. Nach einer ausführlichen Beschreibung der Analysenverf. zur Trennung von Te u. Mo bzw. von Te u. W u. der Einzelbest. dieser Elemente beschreibt Vf. die Reindarst. der verwendeten elementaren Ausgangsstoffe Te, Mo u. W. Die magnet. Suszeptibilität der dargestellten Stoffe wurde für Te zu $-0,295 \cdot 10^{-6}$, für Mo zu $+0,93 \cdot 10^{-6}$ u. für W zu

+ $0,31 \cdot 10^{-6}$ bestimmt. Zur Syst.-Unters. werden die Elemente in verschied. Mischungsverhältnis im elektr. Ofen auf gewünschte Temp. erhitzt nach bekannten Erhitzungszeiten erst abgekühlt, dann von dem Erhitzungsprod. die nichtgebundenen Teile abdest. u. der Rest analysiert u. auf sein physikal. u. chem. Verf. untersucht. Syst. Te-Mo: Unter lebhaftem Aufglühen reagieren bei etwa 450° 4 Teile Te mit 1 Teil Mo. Verss. mit wechselnden Mengen (4—20 Teile Te auf 1 Teil Mo) ergeben die Existenz der beiden Verb. MoTe_2 u. Mo_2Te_3 . Erstere bildet sich unterhalb 815° , darüber Dissoziation. u. gibt das Sessquitellurid Te_3Mo_2 , letzteres zers. sich oberhalb 960° in seine Komponenten. Die Existenz der beiden Verb. wird durch ihr Röntgendiagramm bewiesen. Die Löslichkeit von Mo in geschmolzenem Te selbst ist gering. Da das Ditellurid schwerer ist als das Te, reichert es sich in dem unteren Teil jeder Schmelze an. *Molybdänditellurid*, MoTe_2 : Grau-pulverige Substanz, bestehend aus glänzenden, fettigen, feinen Blättchen von graphitoidem Aussehen. Unter dem Mikroskop heptagonale, sehr stark reflektierende, sehr flache Krystalle. Besitzen sehr charakterist. lamellare Struktur, gleiten außerordentlich gut längs der Blättchenebene. $D_{15}^{14} = 7,60 \pm 0,01$, Mol.-Vol. = $46,2$, magnet. Suszeptibilität $\chi = -0,345 \cdot 10^{-6} \pm 0,008 \cdot 10^{-6}$, diamagnet. Molsuszeptibilität = $-121,1 \cdot 10^{-6}$. Schmilzt auch bei Te-Überschuß im verschlossenen Gefäß bei 1130° noch nicht, dissoziiert im Vakuum oberhalb 815° unter Bldg. von Te_3Mo_2 . Oxydiert sich beim Erhitzen an Luft unter Ausstoßung weißer Rauchwolken von TeO_2 unter Bldg. von MoO_3 u. TeO_2 . Wird von H_2O , feuchter Luft, HCl oder H_2SO_4 weder in der Kälte noch beim Kochen angegriffen. Verd. HNO_3 greift in der Kälte an u. löst beim Erhitzen auf dem Wasserbad. Die Lsg. ergibt bei 320° vollkommen getrocknet TeO_2 u. MoO_3 . — *Molybdänsesquitellurid*, Mo_2Te_3 : Tuchgrau gefärbtes Pulver, unter dem Mikroskop unregelmäßige Form. $D_{15}^{14} = 7,35 \pm 0,01$, $V_M = 78,2$, paramagnet., Suszeptibilität $\chi = +0,185 \cdot 10^{-6} \pm 0,002 \cdot 10^{-6}$, Molsuszeptibilität = $+106,3 \cdot 10^{-6}$. Zers. im Vakuum bei 950° unter vollkommener Verflüchtigung des Te. Besitzt fast die gleichen chem. Eig. wie MoTe_2 . Wird quantitativ von HNO_3 zu TeO_2 u. MoO_2 u. MoO_3 oxydiert. Wird von sd. H_2SO_4 unter SO_2 -Entw. u. TeSO_3 -Bldg. zersetzt. — Syst. Te-W: Die beiden Elemente bilden oberhalb 645° durch direkte Vereinigung die Verb. WTe_2 . Oberhalb 750° zers. sich diese Verb. wieder vollständig in ihre Komponenten, Te verflüchtigt sich, W bleibt in sehr fein verteilter Form zurück. Röntgenograph. läßt sich bei allen Mischungen nur dieses eine Tellurid identifizieren. W ist in Te nur sehr gering löslich. — *Wolframditellurid*, WTe_2 : Ist ein tiefgraues Pulver, beim Berühren schmierend u. sehr adhäsiv, ähnlich wie Graphit. Unter dem Mikroskop längliche kryst. Blättchen mit hexagonalen Umrißformen. Gleiten leicht entlang der Blättchenebene. Lamellare Struktur, Krystallite sehr winzig. $D_{15}^{14} = 9,44 \pm 0,02$, $V_M = 46,5$, Suszeptibilität $\chi = -0,172 \cdot 10^{-6} \pm 0,008 \cdot 10^{-6}$, Molsuszeptibilität = $-75,5$, diamagnetisch. Oxydiert sich beim Erhitzen in O_2 unter Aufglühen bei 650 — 700° . Wird weder in der Kälte noch beim Kochen von H_2O , NH_3 , konz. HCl angegriffen. Sd. H_2SO_4 färbt erst infolge von TeO_2 -Bldg. kirschrot u. entfärbt dann, HNO_3 von $D = 1,38$ zers. nach längerem Kochen teilweise. (Ann. Chimie [11] 19. 130—43. Jan./März 1944. Paris, Faculté de Pharmacie, Labor. v. Prof. Lebeau.)

ERNA HOFFMANN

Robert Gomer und G. N. Tyson jr., *Einige Glykolkomplexe der leichten Übergangsmetalle*. Von einigen der leichten Übergangsmetalle sowie von Cu(II) -Ion ließen sich Komplexverb. mit Glykol synthetisieren, deren Krystalle in Pulverform nach Gouy bei 25° magnet. gemessen wurden, was ergab, daß sie alle im wesentlichen ionisch sind. Mit Ausnahme der Ferrosalze sind sie sehr hygroskopisch. Letztere sind leicht oxydierbar u. verlieren eher H_2O , als daß sie es aufnehmen. — Dargestellt sind $\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{Gl}$ ($\text{Gl} = \text{Glykol}$), hellblau; $\text{CuSO}_4 \cdot 1\text{Gl}$, hellblau; $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{Gl}$; $\text{NiSO}_4 \cdot 3\text{Gl} \cdot 1\text{H}_2\text{O}$; $\text{NiSO}_4 \cdot 2\text{Gl} \cdot 1\text{H}_2\text{O}$, hellgrün wie auch die beiden vorhergehenden; $\text{CoCl}_2 \cdot 3\text{Gl}$, dunkelblau; $\text{CoCl}_2 \cdot 3\text{Gl} \cdot 1\text{H}_2\text{O}$, rosa; $\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{Gl} \cdot 1\text{H}_2\text{O}$, dunkelblau; $\text{FeSO}_4 \cdot 1\text{Gl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, hellgelb; $\text{FeSO}_4 \cdot 3\text{Gl}$, hellgelb; $\text{FeSO}_4 \cdot 3\text{Gl} \cdot 1\text{H}_2\text{O}$, gelbgrün; u. $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{Gl} \cdot 1\text{H}_2\text{O}$, hellrosa. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1331—33. Aug. 1944. Claremont, Calif.; Pomona Coll.)

BEHRLE

C. Mineralogische und geologische Chemie.

Earl Ingerson, *Apparat zur direkten Messung linearer Strukturen*. Die Anwendung des BRUNTON-Kompasses wird kurz beschrieben, ferner die Darst. der Meßergebnisse mit Hilfe des gewöhnlichen stereograph. Netzes u. Verbesserungen am Kompaß u. ihre graph. Lösung. (Amer. Mineralogist 27. 721—25. Nov. 1942. Geophysical Labor., Carnegie Inst. of Washington.)

RÖSING

M. J. Buerger, Newton W. Buerger und Frank G. Chesley, *Apparat zur Herstellung von Röntgenpulveraufnahmen bei kontrollierten, höheren Temperaturen*. Die beschriebene Röntgenkamera unterscheidet sich von früher beschriebenen in 2 Punkten: 1. Der Filmträger ist entfernbar ohne jegliche Berührung oder Stellungsveränderung der Untersuchungssubstanz. 2. Die besondere Art der Isolierung ermöglicht die Konstruktion eines Ofens mit geringer Wärmekapazität. Die Kamera ist bes. zur Herst. von Phasendiagrammen geeignet. Eine gleiche Heizanlage wurde mit Erfolg bei Strukturunterss. von Einzelkristallen in der WEISSENBERG-Kamera verwendet. (Amer. Mineralogist 28. 285—302. Mai 1943. Cambridge, Mass., Inst. of Technology.)

ERBEN

Gerald O. Freeman, *Spektrographische Aufgaben, die die Gegenwart der weniger gewöhnlichen Elemente in Gesteinen betreffen*. Mit Hilfe eines in der Arbeit kurz beschriebenen Gitterspektrographen wurden 425 nicht systemat. ausgesuchte Gesteinsproben auf die Häufigkeit der einzelnen Elemente hin untersucht. Die in fast allen Gesteinen vorkommenden Elemente Si, Ca, Mg, Al, Na, K, Fe sind nicht berücksichtigt. Die untere Grenze der spektrograph. Erfassungsmöglichkeit der einzelnen Elemente ist im allg. in einer SiO₂-Base weniger als 0,001% bei Cu, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Ba, Pb, Sn, Co, Cr, Ag, Bi, Mo, Be, Pt, selten weniger als 0,01% bei Ga, Zr, Zn, Cd, Au, In, Ge u. nur hin u. wieder weniger als 0,1% bei As, Sb, W, Te, Y. — Die folgenden Zahlen geben an, in wieviel % der untersuchten Proben sich das betreffende Element befand: in 99% Cu; 98 Ti; 97 V, Cr; 96 Mn, Ni, Ba; 95 Pb; 90 Sn; 82 Co; 73 Sr; 64 Ag; 45 Ga; 37 Zr; 33 Zn; 25 Bi; 12 Mo; 10 As; 9 Sb; 5 Cd; 8 Au; 1 W; 0,7 In; 0,5 Li, Nb, Ge; 0,2 Be, Pt, Ru, Te, Y. Eine weitere Zusammenstellung zeigt, wie oft in den verschied. Gesteinsarten die einzelnen Elemente vorkommen. — Y fand sich nur in einer hydrothermal gebildeten Probe von ca. 50% Fluorit u. 40% Quarz, Te u. ebenso Pt in einem Sand, der außerdem Au u. Bi enthielt. Ge wurde in einer Mischung von Quarz u. Pyrit zusammen mit Pb, As, Zn u. Cd gefunden, ferner in einer Probe, in der außer Ge noch 5% Zn vorhanden war. In kam nur zusammen mit Zn u. Pb vor (Zn mehr als Pb). In nur 2 Analysen (sauren Magmangesteinen) fand man Cd (ohne Zn). Die Analyse eines großen Orthoklases ergab Nb, nur Spuren von Li u. Ru, ferner fand sich Nb neben Li in einem Schiefer. (Amer. Mineralogist 27. 776—79. Nov. 1942. Seattle, Wash., Laucks Laborr., Inc.)

RÖSING

Daniel V. Dodge, *Bestimmung der opaken Mineralien durch elektrochemische Methoden*. Vf. bringt eine neue, aber bereits früher (SCHNEIDERHÖHN, MCKINSTRY, DAVY u. FARNEAM) erwähnte Meth., mit deren Hilfe sich ein Teil der opaken Mineralien bestimmen läßt, die bisher auf einfache Ätzmittel nicht reagierten u. daher oft nicht erkannt werden konnten. Reagieren auf polierte opake Mineralien gebrachte Ätzmittel nicht, so schickt man elektr. Strom (4—6 Volt, im allg. etwa 2 Min.) durch den Reagentropfen darauf. Einige Mineralien werden nun angegriffen u. färben sich. Es wurden sowohl Verss. mit Gleich- als auch mit Wechselstrom gemacht. Die hierzu benötigten Apparate werden kurz beschrieben u. schemat. abgebildet. In einigen Fällen wurden die Elektrolyte erhitzt. Die hierdurch entstehenden Möglichkeiten wurden aber nicht näher erforscht. Nach Durchschickung des elektr. Stromes wurden die Elektroden entfernt, die auf der polierten Oberfläche verbliebenen Ätzmittel abgenommen u. zur weiteren mikrochem. Bearbeitung benutzt. Die näher untersuchten Mineralien sind Cassiterit, Chalkopyrit, Chromit, Franklinit, Hämatit, Ilmenit, Rutil, Magnetit, Sphalerit u. Wolframit. Als Ätzmittel dienten HNO₃, HCl, KCN, FeCl₃, KOH, HgCl₂. (Amer. Mineralogist 28. 103—09. Febr. 1943. Madison, Wis., Univ.)

RÖSING

Gordon A. MacDonald, *Kalium-Oligoklas in Hawaiiilaven*. Die jüngsten Feldspäte der Hawaiiilaven mit Brechungsindices von Oligoklas oder Andesin haben einen sehr kleinen positiven opt. Winkel. Da Vf. verschiedentlich anomalen Plagioklas mit normativem Quarz fand, glaubt er der Ansicht, daß isomorphe Beimischungen von Carnegieit oder Nephelin die anomalen Eigg. bedingen, nicht zustimmen zu können. Die Möglichkeit, daß die anomalen Eigg. 2 übereinander liegenden Feldspatplättchen mit entgegengesetzter opt. Orientierung zuzuschreiben sind, erscheint meist nicht als erwiesen. Dagegen kann man die anomalen Eigg. zurückführen auf eine Beimischung von Kalifeldspat in Na-Ca-Feldspat, der bei hoher Temp. stabil, bei niedriger instabil ist, sich aber bei rascher Abkühlung nicht entmischen kann, also eine unterkühlte feste Lsg. darstellt u. nur an Extrusiv- oder feinkörnige Intrusivgesteine gebunden ist. (Amer. Mineralogist 27. 793—800. Dez. 1942. Honolulu, Hawaii, 333 Federal Bldg.)

RÖSING

Melih Tokay, *Vorkommen von antigenem basisch-andesinitischem Oligoklas im oberen schweizerischen Cretaceum*. Untersucht wurden antigene Plagioklase aus den Kalksteinen vom Col de Bossetan. Nach den Unterss. auf dem Drehtisch handelt es

sich um Plagioklase mit 25—35% An, demnach um Andesine. (Arch. Sci. physiques natur. [5] 26. (149.) Nov./Dez. 1944. Suppl. C. R. Séances Soc. Physique Hist. natur. Genève 61. 291—94. Aug./Dez. 1944. Genf, Univ., Labor. de Géologie et de Minéralogie.)

GOTTFRIED

Carleton A. Chapman, *Große magnesiareiche Triphylitkristalle im Pegmatit*. Vork. der hier beschriebenen Triphylitkristalle nahe bei Newport, New Hampshire. Das vom Pegmatit durchsetzte Gestein besteht aus unterdevonischen metamorphen Sedimenten mit Gneisstruktur, direkt am Pegmatit mittel- bis grobkörnig (Quarz, Muskovit, Biotit; ferner Sillimanit, Staurolith, Granat, Oligoklas, Apatit, Chlorit, Magnetit, Zirkon), mittel- bis hochgradig metamorph. Einige Zoll vom Pegmatitkontakt entfernt ist der Schiefer oft ersetzt durch Turmalin, Muskovit u. Albit. — Mineralogie u. Paragenesis des Pegmatits sind nicht genauer beschrieben. Hauptkomponenten: Albit u. Quarz. Kalifeldspat fehlt. Muskovit u. Turmalin in kleinen Mengen, Triphylit nur lokal (abwechselnd mit Biotit u. Garnit). Pegmatit vom Quarzdiortittypus mit Lithium- u. Phosphatphasen. — Triphylit in schönen Kristallen, 1—4 Zoll lang, Flächen meist gekrümmt, bes. die der Zone [001], in der Hauptsache zurückzuführen auf leichte Scherungen innerhalb des Pegmatits. $c(001)$, $m(110)$, $b(010)$, sehr oft $l(120)$, seltener (021) , nur an einem Kristall $n(031)$, wahrscheinlich (121) . — Vollkommene Spaltbarkeit parallel (001) immer vorhanden, seltener die weniger vollkommene Spaltbarkeit parallel (010) , vereinzelt beobachtet nach (110) . Bruch uneben bis muschelig. $H. = 4$ (etwas weniger, als bisher angegeben). Spezif. Gewicht = 3,44. Glanz harzig bis glasig auf frischer Oberfläche, matt, wenn der Luft ausgesetzt. Strich farblos. Frisches Material grün u. fast durchsichtig. Mkr. Hohlräume meist mit Fl. gefüllt. n u. opt. Winkel bestimmt für Na-Licht. $\alpha = 1,675$, $\beta = 1,684$, $\gamma = 1,685$, opt. negativ, $2V = 25^\circ$, Dispersion stark, $r < v$, $X = c$, $Y = a$, $Z = b$. — Die Analyse stammt von JUSTA M. LINDGREN: $P_2O_5 = 46,03\%$, $Fe_2O_3 = 0,00\%$, $FeO = 32,93\%$, $MnO = 3,11\%$, $MgO = 7,38\%$, $CaO = 0,00\%$, $Na_2O = 1,05\%$, $Li_2O = 8,36\%$, $K_2O = 0,45\%$, $SiO_2 = 0,33\%$, $Al_2O_3 = 3,19\%$, $H_2O + = 0,57\%$, $H_2O - = 0,20\%$; zusammen 103,60%. MnO-Geh. gegenüber anderen Triphyliten sehr niedrig, MgO-Geh. groß. Ursache für den großen Al-Geh. noch ungeklärt. Zwei Figuren zeigen den Zusammenhang zwischen der chem. Zus. u. den opt. Eig. einerseits u. zwischen der chem. Zus. u. dem spezif. Gewicht andererseits. Steigt z. B. der Geh. an FeO, so wachsen die Brechungsindices, MnO u. MgO verringern die Werte, wobei MgO wirksamer zu sein scheint. — An der Oberfläche verwittert Triphylit oft zu einem braunlichen Material, vermutlich zu Eisen- u. Manganoxiden. Viel häufiger ist der als Verwitterungsprod. von Triphylit bekannte tiefblaue Vivianit. $\alpha = 1,580$, $\beta = 1,602$, $\gamma = 1,632$, opt. positiv, $2V$ ca. 80° , Dispersion veränderlich, $r < v$, $X =$ tiefblau, $Y =$ farblos, $Z =$ schwach olivgrün, $X \perp$ vollkommene Spaltbarkeit (010) , $Z \wedge$ geringe Spaltbarkeit $(100) =$ ca. 29° . (Amer. Mineralogist 28. 90—98. Febr. 1943. Urbana, Ill., Univ.)

RÖSING

E. D. Goldring, *Ein Vorkommen von Ilsemanit*. Das hier beschriebene, seltene Mineral Ilsemanit, $Mo_2 \cdot SO_3 \cdot 5H_2O$ stammt aus einer Fluoritgrube in Colorado. Das Muttergestein ist ein rötlicher präkambrischer Granit. — Vork. hauptsächlich als kryptokrystalliner oder staubiger Überzug auf Fluorit oder zers. Granit in einer den Verwitterungseinflüssen stark ausgesetzten Störungszone; hauchdünn bis einige mm groß. Farbe azur- bis schwärzlichblau. Strich blaßblau. Härte- u. Dichtebestimmungen wurden nicht gemacht. Schwach lösl. in dest., stärker in schwach saurem oder alkal. Wasser. — Ilsemanit ist vergesellschaftet mit Quarz, Feldspat, Fluorit, Chlorit, Pyrit, Gips u. anderen. Das stets mit Ilsemanit auftretende Mineral Melantherit, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, erscheint hier als eine staubige, grünlichgelbliche Inkrustation. Teilweise sind beide sehr innig miteinander vermischt, so daß es ein stark grünes Prod. ergibt. (Amer. Mineralogist 27. 717—19. Okt. 1942. Saratoga, Wyoming.)

RÖSING

Marc Vuagnat, *Einige petrographische Beobachtungen über das helvetische Flysch aus der Umgebung von Engelberg*. (Arch. Sci. physiques natur. [5] 26. (149.) Nov./Dez. 1944. Suppl. C. R. Séances Soc. Physique Hist. natur. Genève 61. 236—87. Aug./Dez. 1944. Zürich, TH., Mineralog. Inst.)

GOTTFRIED

Marc Vuagnat, *Vorläufige Mitteilungen über die Petrographie der basischen Eruptivgesteine der Zone von Arosa*. Kurze petrograph. Beschreibung der in dem Gebiet von Arosa auftretenden bas. Gesteine, speziell der *Variolithe*. (Arch. Sci. physiques natur. [5] 26. 149. Nov./Dez. 1944. Suppl. C. R. Séances Soc. Physique Hist. natur. Genève 61. 287—91. Aug./Dez. 1944. Zürich, TH., Mineralog. Inst.)

GOTTFRIED

R. M. Gates, *Die Granitkuppel von Baxter Hollow*. Der feinkörnige, rote Granit von Baxter Hollow, Wisconsin, eine untergeordnete Kuppel des großen Wisconsin-

Granit-Batholithen, wird als eine Intrusion entlang von Störungslinien im Baraboo-(Huronian)-Quarzit angesehen. Petrographie, Genesis u. stratigraph. Stellung des Granits von Baxter Hollow u. der ihn umgebenden Gesteine werden ausführlich beschrieben. (Amer. Mineralogist 27. 699—711. Okt. 1942. Madison, Wis., Univ. of Wisconsin.)

RÖSING

D. Organische Chemie.

D₁. Allgemeine und theoretische organische Chemie.

Julius D. Heldman, *Die katalytische Isomerisation von Paraffinkohlenwasserstoffen*. II. Mitt. *Beschleuniger für Katalysen durch Aluminiumbromid*. (Vgl. LEIGHTON u. HELDMAN, J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 2276). Bekanntlich wird *n*-Butan bei Ausschluß von Feuchtigkeit von AlBr₃ nicht angegriffen. In welchem Maße seine Isomerisation zu Isobutan mittels wasserfreiem AlCl₃ durch die Ggw. von HCl, HBr, NaCl, NaBr, Methylbromid, Methylenchlorid, *n*-Butylbromid u. BF₃ beschleunigt wird, ist bei 25° u. 84° gemessen. Al₂O₃ erhöht die Geschwindigkeit der Umsetzung bei Ggw. von HBr. Die Ergebnisse stützen die Hypothese, daß tetraedr. koordinierte Gruppen wie AlX₄⁻ u. HAlX₄ die wahren Katalysatoren der Paraffinisomerisierung sind. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1786—88. Okt. 1944. Berkeley 4, Univ. of Calif.)

BEHRLE

Julius D. Heldman, *Die katalytische Isomerisation von Paraffinkohlenwasserstoffen*. III. Mitt. *Der Verlauf der Reaktion*. (II. vgl. vorst. Ref.) Die Isomerisation von Butan zu Isobutan wird nicht bewirkt u. (außer einer Schwärzung der Säureschicht bei Verss. mit H₂SO₄) überhaupt keine Rk. tritt ein bei Behandlung von Butan mit BF₃ + W., HCl oder HBr; mit BCl₃ allein oder + HCl; mit FeCl₃, ZnCl₂, TiCl₄ u. SnCl₄ immer in Ggw. von HCl sowie mit H₂SO₄ verschied. Konzentration. Auf Grund dieser u. früher gefundener Daten wird der entscheidende Gesichtspunkt für den Mechanismus der durch Al-Halid katalysierten Polymerisation von Paraffin-KW-stoffen darin erblickt, daß Al hierbei eine Koordinierungszahl betätigt, die größer ist als 4, d. h. daß es in AlX₄⁻ noch als Säure wirkt. Der Katalysator ist amphoter mit gewisser Ausgeglichenheit zwischen der Acidität des Metalls u. der Basizität des Halogens. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1789—91. Okt. 1944.)

BEHRLE

Julius D. Heldman, *Aliphatische Friedel-Crafts-Reaktionen*. I. Mitt. *Die Alkylierung von Butanen durch Methyl- und Äthylbromid*. Die im vorst. Ref. aufgeführte Theorie läßt die in dieser Arbeit durch vorläufige Verss. bestätigte Tatsache voraussagen, daß bei der Alkylierung von *n*-Butan in Ggw. von wasserfreiem AlBr₃ (bei sorgfältigem Ausschluß von Feuchtigkeit u. HBr) durch Methyl- bzw. Äthylbromid bei 25, 50 u. 78° Gemische von Pentanen bzw. Hexanen sowie geringe Mengen höherer Paraffine gebildet werden. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1791—93. Okt. 1944. Berkeley 4, Univ. of Calif.)

BEHRLE

A. L. Rummelsburg, *Dampfphasenthermische Isomerisation von Pinan*. Die therm. Isomerisierung von Pinan (Dihydropinen) in der Dampfphase bei 495—515° u. einer Kontaktzeit von ca. 5 Sek. in einem besonderen App. (Zeichnung) ergibt etwa 30—40% dihydroacycl. Terpene (wahrscheinlich Gemische von Dimethyloctadienen u. Trimethylheptadienen), ca. 20—40% dihydromonocycl. Terpene (wahrscheinlich einige Mentene enthaltend) u. 20—30% unverändertes Pinan. — Dihydro- α -pyronen, aus α -Pyronen mit Na u. A., Kp.₇₆₀ 163°, n_D²⁰ = 1,4659, D.₄²⁰ = 0,855. — Tetrahydro- α -pyronen, aus α -Pyronen mit H₂ (+ RANEY-Ni) unter hohem Druck, Kp.₇₆₀ 164—166°, n_D²⁰ = 1,4505, D.₄²⁰ = 0,8291. — Tetrahydro- β -pyronen, ebenso aus β -Pyronen. Kp.₇₆₀ 166—168°, n_D²⁰ = 1,4462, D.₄²⁰ = 0,8124. (J. Amer. chem. Soc. 68. 1718—21. Okt. 1944. Wilmington, Del., Hercules Powder Co.)

BEHRLE

Henry Taube, *Verschwinden von Thiosulfat in Lösungen von Maleinsäure; Katalyse der cis-trans-Isomerisation*. Der von TANATAR (Журнал Русского Физико-Химического Общества [J. russ. physik.-chem. Ges.] 42. [1911.] 1742; 44. [1912.] 1320) erhobene Befund, daß bei Zugabe von Na₂S₂O₃ zu einer Lsgg. von Maleinsäure(I) sich Fumarsäure (II) bildet u. Na₂S₂O₃ verschwindet, wird bei 25,3° als eine Funktion von Konzentrationsvariablen untersucht. — Die Zers. von Na₂S₂O₃ in salzsauren Lsgg. ohne I ist 2. Ordnung u. wird bei (H⁺) · 10² von 57,8—3,07 durchgeprüft. Zusatz von Oxalsäure ist ohne Einfluß. — In Ggw. von I ist bei niedrigem Säuregeh. ein Ausdrück vorwiegend, der mit dem Prod. der Konz. von Thiosulfat u. I variiert; die Rk. auf diesem Weg unterliegt der Katalyse durch mehrere Säuren (H₂C₂O₄ oder H₃PO₄) einschließlich I. Bei hohem Säuregeh. wird ein Term 2. Ordnung in Bezug auf Thiosulfat u. unabhängig von I ebenfalls wichtig; der Koeff. dieses Terms ist etwa das Doppelte des Koeff. des entsprechenden Geschwindigkeitsgesetzes, das die Zers. von Na₂S₂O₃ in sauren Lsgg. ohne Zugabe von I beschreibt. Es lassen sich auch 2 Wege für die Bldg. von II in Lsgg., die

I u. Thiosulfat enthalten, feststellen. Bei niedrigem Säuregeh. ist die Geschwindigkeit der Bldg. proportional dem Prod. der Konz. von Thiosulfat u. I; bei hohem Säuregeh. ist ein anderer Weg, der dem von I unabhängigen Weg zum Verschwinden von Thiosulfat verwandt sein kann, ebenfalls wichtig. — Bei Verss. über die Katalyse der Bldg. von II durch die Rk. von $H_2S + SO_2$ in einer Lsg. von I (SKRAUP, *Mh. Chem.* 12. [1891.] 718) zeigte sich, daß ein anderer Katalysator als $S_2O_3^{2-}$ während dieser Rk. wirkt. (J. Amer. chem. Soc. 65. 526—31. April 1943. Ithaca, N. Y., Cornell Univ.) BEHRLE

H. Mark, *Struktur und Eigenschaften von Hochpolymeren. Deutung ihres mechanischen Verhaltens.* Kurz zusammenfassend werden behandelt der mittlere Polymerisationsgrad, die Verteilungskurve der Mol.-Größe, die intermol. Kräfte zwischen den Kettenmoll. u. die innere Biegsamkeit der Kettenmoleküle. (*Chem. Age* 50. 526. 3/6. 1944. Brooklyn, Polytechnic Inst.) GOTTFRIED

R. F. Tuckett, *Die elektrischen und elastischen Eigenschaften amorpher, polarer hochpolymerer Stoffe.* Die Vorstellung von der inneren Viscosität, wie sie von DEBYE u. a. zur Erklärung der elektr. Bigg. kleiner polarer Moll. benutzt wird, ist offenbar für die Anwendung auf lange Kettenmoll. unzureichend. Einen gewissen Einblick in ihre wahre Bedeutung erhält man hier durch eine Unters. der mechan. Deformation eines amorphen Polymeren unter konstanter Belastung; es werden die verschied. zur Darst. des viscos-elast. Verh. benutzten mechan. Modelle mit Federn u. Fl.-Dämpfung erörtert. Die angestellten Überlegungen ergeben, daß bei Annahme eines additiven Verh. der verschied. Spannungskomponenten wie im Modell nach BURGERS ein Unterschied zwischen der hochelast. Orientierungszeit u. der MAXWELLSchen Relaxationszeit des Syst. gemacht werden muß. Die innere Viscosität nach DEBYE stellt sich dann als analog der inneren Reibungskonstante im Modell von BURGERS heraus. Das letztere wird mit demjenigen von KUHN verglichen, bei dem die Spannungen als additiv angenommen werden; beide Modelle sind genau gleichwertig. Die Geschwindigkeitsverhältnisse bei der Dipoldrehung u. hochelast. Orientierung in amorphen Polymeren werden dann auf Grund des Molekularmechanismus besprochen. Obgleich der Spannungsparameter in beiden Fällen verschieden ist, wird gezeigt, daß, wenn der Dipol direkt mit der Hauptkette verbunden ist, beide letzten Endes durch eine Drehung der C—C-Bindung in der Hauptkette zustande kommen; daher wirken sich intermol. Kräfte im selben Grade aus, also sowohl die elast. Orientierung wie die Dipolrelaxation haben die gleichen Zeitkonstanten. Für diese Hypothese werden einige experimentelle Belege gegeben. Weitere Bestätigung ist aus einer Betrachtung der Aktivierungsenergien dieser u. anderer mol. Geschwindigkeitsverhältnisse zu erwarten. Schließlich wird das Problem der Verteilung der Orientierungszeit berücksichtigt u. die Änderung in der Verteilungsspanne mit der Temp. nach den verschied. experimentellen Kriterien besprochen. Dieses führt auf den ersten Blick zu widersprechenden Ergebnissen; jedoch läßt sich der Widerspruch beseitigen u. ein physikal. Bild entwerfen, das die Abnahme in der Verteilungsbreite bis zu einem Grenzwert bei Temp.-Erhöhung erklärt. (*Trans. Faraday Soc.* 40. 448—62. Okt. 1944.) HENTSCHEL

Maurice L. Huggins, *Abhängigkeit der Eigenschaften von Polymeren von der Temperatur der Polymerisation.* Für die Erklärung der von ALFREY, BARTOVICS u. MARK (C. 1945. II. 354) mitgeteilten starken Abhängigkeit einiger aus osmot. Druck u. Viscosität hergeleiteter charakterist. Konstanten von der Temp., bei der die Polymerisation zu Polystyrol durchgeführt wurde, verwirft Vt. die Annahme verschieden starker Verzweigung in den Polymerketten der einzelnen Präpp. u. hält die Hypothese verschied. Anordnung von H u. R zur Ebene der C—C-Bindungen bei den einzelnen CHR-Gruppen der Polymeren für wahrscheinlicher. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1991—92. Nov. 1944. Rochester, N. Y., Kodak Res. Labor.) BEHRLE

A. T. Blomquist, John R. Johnson und Harry J. Sykes, *N-Nitrosoacetylarylamine als Katalysatoren in der Additionspolymerisation.* N-Nitrosoacetylarylamine wirken, da sie, wie WATERS u. HEY (*Chem. Reviews* 21. [1937.] 179) feststellen konnten, durch therm. Dissoziation Radikale liefern, als Katalysatoren bei der Polymerisation von Styrol (I), Methacrylsäuremethylester (II) u. Acrylsäurenitril (III) (vgl. STAUDINGER). Um festzustellen, welcher Teil des Mol. in dem Polymerisat aufgeht, wurden N-Nitrosoacetylarylamine untersucht, die Br-Atome einerseits im Aminteil, wie N-Nitroso-p-bromacetanilid (IV) u. N-N'-Dinitroso-4,4'-dibrombernsteinsäuredianilid (V), u. andererseits im Säureteil enthalten, wie N-Nitroso- α -bromisovaleriansäureanilid (VI) u. N-Nitroso-N-phenyl-m-brombenzamid (VII). Hierbei konnte festgestellt werden, daß bei Anwendung von IV u. V die Polymeren Halogen enthalten (vgl. hierzu auch BARTLETT u. COHEN, J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 543). Es ist daher wahrscheinlich, daß die Zers. der Nitrosoacetylarylamine nach dem Schema: $Ar-N(NO)-CO-R \rightleftharpoons Ar-N=N-O-CO-R$

→ Ar' + N₂ + RCOO verläuft; bei der Anwendung von VII konnte m-Brombenzoesäure isoliert werden. — Die Werte für die Mol.-Gew.-Best. durch Br-Analyse u. Viscositätsmessungen gehen so weit auseinander, daß die Annahme gerechtfertigt erscheint, daß ein Polymermol. zwei u. mehr Nitrosoaminfragmente enthalten kann.

Versuche: Die Darst. der N-Nitrosoacetylarylamine erfolgt nach der Meth. von FRANCE, HEILBRON u. HEY (C. 1940. II. 890). — Eine Suspension von 2,6 g *Fumar-dianilid* in einer Mischung von 90 ccm Eisessig u. 30 ccm Essigsäureanhydrid, enthaltend 8 g Kaliumacetat u. 2 g P₂O₅, wird bei +7° unter Rühren mit 25 ccm einer 20% ig. Lsg. von NOCl in Essigsäureanhydrid versetzt (7–12°). Nach 2 Stdn. wurde mit W. zers., die Nitroverb. abfiltriert (88%), *N.N'-Dinitrosoumarnsäuredianilid*, F. 121° (Zers.). Analog wurden erhalten: *N.N'-Dinitrosoumarnsäuredianilid*, F. 111°, *4,4'-dichlorbernsteinsäuredianilid*, F. 95°, *-α,α'-dibrombernsteinsäuredianilid*, F. 110°, *-N.N'-diphenylbernsteinsäurediamid*, F. 127°, *-N.N'-di-β-naphthylbernsteinsäurediamid*, F. 118°, V, F. 116°, VI, F. 59°, u. VII, F. 61°. — Zur Polymerisation wurden frisch bereitete Nitroverb. benutzt; die Mol.-Geww. nach der Viscositätsmeth. wurden nach der verbesserten Gleichung $M = \log nr \cdot K_{cm} / C(K_{cm} = 0,45 \cdot 10^4 \text{ für Poly-I in Bzl.})$ (vgl. KEMP u. PETERS, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 34. [1942.] 1097) u. der Gleichung von STAUDINGER ($K_m = 1,7 \cdot 10^{-4}$ für Poly-II in Bzl.) errechnet. — 10 g I u. 0,2 g IV liefern bei 90° (12 Stdn.) 53% Poly-I vom Mol.-Gew. 15400. 5 g I u. 0,5 g V liefern bei 27° (48 Stdn.) 50% Poly-I vom Mol.-Gew. 1970. 20 g II u. 5 g IV liefern bei 26° (16 Stdn.) unter heftiger Rk. 35% Poly-II, Mol.-Gew. 12100. VI führt II bei 26° in ein halogenfreies Poly-II über. Analog liefert VII ein halogenfreies Poly-II; aus dem Dioxanfiltrat wenig m-Brombenzoesäure, F. 152°, durch Extraktion mit Alkali. 20 g III u. 1,5 g IV liefern bei 60–65° eine gelbe M., unlösl. in Dioxan u. Aceton. In PAE. bei Zimmertemp. mit VI ausgeführte Polymerisationen liefern halogenfreie Prodd.; bei der Polymerisation in Bzl. mit VII wurde ein analoges Prod. erhalten. (J. Amer. chem. Soc. 65. 2446–48. Dez. 1943. Ithaca, N. Y., Cornell Univ.) GOLD

S. M. McElvain und James W. Langston, *Die Polymerisation von Cyclohexen mit Fluorwasserstoff*. Cyclohexen (I) lagert bei oder unterhalb –78° (ausgeführt bei –78°) HF an unter Bldg. von *Cyclohexylfluorid* (II), das in Abwesenheit von freiem HF isoliert werden kann, F. 12–13°, Kp.₂₀₀ 60–63°, $n_D^{25} = 1,4130$; zers. sich in geringem Maße bei der Dest. unter gewöhnlichem Druck (Kp. 98–100°). Die Polymerisation von I durch HF bei 0–100° ergab sich als verknüpft mit den Olefinen, die bei der Zers. von I u. Polycyclohexylcyclohexylfluoriden gebildet werden. Reines I wird durch 5 Mol-% HF bei 100° in 4 Stdn. prakt. vollständig in Polymere von I übergeführt. — Das aus I mit 1 Mol HF bei 100° (4 Stdn.) erhaltene Polymerengemisch enthält in der Dimerenfraktion, die sich mit reduziertem Ni-Chromit in Ggw. von Bzl. bei 250° zu 90% in *Diphenyl* überführen ließ, ca. 20% *1-Cyclohexyl-1-cyclohexen* u. 80% *Dicyclohexyl*. Unter den Trimeren von I finden sich Prodd., die bei obigem Dehydrierungsverf. *m*- u. *p*-, sowie zweifellos auch *o-Terphenyl* liefern. Die Tetramerenfraktion schied in geringer Menge in Ae. unlösl., in Bzl. wenig lösl. Krystalle ab, die nach der Sublimation bei 269 bis 271° schmelzen. Sie entsprechen der Zus. C₂₄H₃₈ (eher als C₂₄H₄₀) u. lassen sich schwierig durch Pt-Kohle bei 300° in Ggw. von Bzl. zu einem Gemisch von mindestens 2 Verb. (blaßgelbes Pulver) der ungefähren Zus. C₂₄H₆ dehydrieren. Aus dem Polymerisationsgemisch wurden auch Fraktionen abgetrennt, die Pentamere, Hexamere u. Heptamere enthalten (Kp.₁ 215–230, 255–275 u. 275–300°; F. 50–56, 70–80, 85–95°). (J. Amer. chem. Soc. 66. 1759–64. Okt. 1944. Madison, Univ. of Wis.) BEHRLE

Charles C. Price und Bryce E. Tate, *Die Polymerisation von Styrol in Gegenwart von 3,4,5-Tribrombenzoylperoxyd*. In ca. 60% Ausbeute ließ sich *3,4,5-Tribrombenzoesäure* aus *p*-Aminobenzoessäure durch Bromierung u. Diazotierung nach SUDBOROUGH (Ber. dtsh. chem. Ges. 27. [1894.] 514) erhalten; aus ihr durch Behandeln des mit SOCl₂ gewonnenen Chlorids mit Na₂O₂ in W. bei 0–5° *3,4,5-Tribrombenzoylperoxyd*, C₁₄H₉O₄Br₃ (I), Krystalle aus Toluol, F. 183–185°. — 6 std. Kochen von Styrol mit I in Bzl. u. Reinigen des gebildeten *Polystyrols* durch wiederholte Fällung aus Ae. oder Dioxan durch Gießen in A. lieferte Präpp., die ca. 15% Br enthielten. Dies entspricht etwa einem Geh. eines Tribromphenylradikals pro Mol. Polymeres, wie sich aus der Best. des Mol.-Gew. der verhältnismäßig niedrigmol. Polymeren sowohl kryoskop. in *p*-Nitrotoluol oder Benzophenon wie viscosimetr. in Tetralin ergab. Zur Berechnung der viscosimetr. Daten wurde der revidierte (KEMP u. PETERS, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 34. [1942.] 1097) Wert für die Konstante der STAUDINGERSCHEN Gleichung benutzt, die die relative Viscosität von Polymerenlsgg. mit dem Mol.-Gew. des Polymeren verknüpft. Mit diesem revidierten Wert ergaben sich die für Mol.-Geww. von Anisoyl-, *p*-Brombenzoyl- u. Acetylperoxyd hergestellte *Polystyrole* errechneten Daten als gerade die Hälfte der früher angegebenen (PRICE, KEIL u. KREES,

J. Amer. chem. Soc. 64. [1942.] 1103; C. 1944. II. 829), wodurch diese mit den damals kryoskop. bestimmten Mol.-Geww. in Einklang kommen. — Die Bruchstücke von I lagern sich während des Polymerisationsprozesses in das Mol des Polystyrols ein, was sich daraus ergibt, daß Erhitzen von Polystyrol in Bzl. mit I Prodd. mit weniger als 1% Br liefert. Die Kinetik des Verschwindens von I beim Erhitzen mit Styrol wie mit Polystyrol erwies sich als 1. Ordnung; die Geschwindigkeitskonstante des Verschwindens von I während der Polymerisation war indessen das 6fache von dem während der therm. Zersetzung. — Die Analysenergebnisse zeigten, daß alle Polystyrolpräpp., durch Katalyse in Ggw. von Benzoylperoxyd oder I sowohl in Dioxan wie in Bzl. hergestellt, wechselnde Mengen Sauerstoff enthielten, dessen Funktion u. Herkunft sich noch nicht ermitteln ließ. (J. Amer. chem. Soc. 65. 517—20. April 1943. Urbana, Univ. of Ill.)

BEHRLE

K. J. Palmer und H. Lotzkar, *Orientierte Fasern von Natriumpektat*. Aus nach BAIRER u. WILSON (C. 1941. II. 1338) gewonnener Pektinsäure dargestelltes wss. Na⁺Pektat wurde in 85% A. + 0,1n HCl zu einer krystallisierten Faser koaguliert, die im Röntgenogramm eine Identitätsperiode in der Faserrichtung von ca. 13,1 Å aufwies. Die wahre Elementarzelle kann nur pseudohexagonal sein, wofür Vff. die Gründe anderswo diskutieren werden. (J. Amer. chem. Soc. 67. 883—84. Mai 1945. Albany, Calif., Western Reg. Res. Labor., U. S. Dep. of Agric.)

BEHRLE

Harry H. Sisler, Arthur W. Davidson, Raymond Stoenner und Luther L. Lyon, *Amphiprotische Substanzen. I. Mitt. Die Systeme Acetamid-Ammoniak und Acetamid-Essigsäure*. Es wurden die Temp.-Konzentrationskurven der bin. Systeme von CH₃·CO·NH₂ mit Essigsäure u. NH₃ über den ganzen Konzentrationsbereich kryoskop. (vgl. DAVIDSON, SISLER u. STOENNER, J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 779) gemessen. Im Syst. CH₃·CO·NH₂—CH₃·CO₂H zeichnet sich eine bei ca. 0° schmelzende Verb. CH₃·CO·NH₂ + C₂H₄O₂ ab, ein eutekt. Punkt liegt bei —11,7° u. 70 Mol-% Essigsäure. Auch im Syst. CH₃·CO·NH₂—NH₃ existiert sehr wahrscheinlich eine Verb. CH₃·CO·NH₂ + NH₃, deren F. durch Extrapolation zu ca. —25° ermittelt wurde, u. ein eutekt. Punkt bei ca. —82° u. 92 Mol-% NH₃. — Aus der therm. Analyse der tern. Systeme von CH₃·CO·NH₂ u. Cu(CH₃·CO·O)₂ mit Essigsäure bzw. NH₃ ergibt sich für ersteres, daß CH₃·CO·NH₂ die Löslichkeit in Cupriacetat in Essigsäure stark erhöht. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1888—92. Nov. 1944. Lawrence, Univ. of Kansas.)

BEHRLE

Edward S. Amis, George Jaffé und Ralph Theodor Overman, *Die Diacetonalkohol-Hydroxylionen-Reaktion vom Standpunkt der Ion-Dipol-Theorie*. Die nach Angaben von ÅKERLÖF (J. Amer. chem. Soc. 48. [1926.] 3046; 49. [1927.] 2960; 50. [1928.] 1272) berechneten Geschwindigkeitskonstanten für die Zers. von Diacetonalkohol in Legg. von 3 Alkalihydroxyden allein u. in Ggw. von 17 Alkalisalzen befanden sich in Übereinstimmung mit der von AMIS u. JAFFE (J. chem. Physics 10. [1942.] 598) angegebenen Gleichung. 4 Alkalisalze gaben anomale Resultate. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1823 bis 1826. Nov. 1944. Baton Rouge, Louisiana State Univ.)

BEHRLE

Richard T. Arnold und Eugene C. Coyner, *Die Arylbutadien-Maleinsäureanhydrid-Reaktion*. Die in dieser Arbeit zur Verwendung kommenden Diene wie z. B. 1- α -Naphthyl-1.3-butadien, polymerisieren in reiner Form so rasch, daß sie nicht isoliert werden können. Es wurde deshalb in jedem Fall das Dien im Verlauf der Rk. durch Dehydratation (mit Maleinsäureanhydrid) des betreffenden Alkohols gebildet. — α -Naphthylallylcarbinol, C₁₄H₁₄O = C₁₀H₇·CH(OH)·CH₂·CH:CH₂, aus α -Naphthaldehyd mit Allylchlorid + Mg in Ae., Kp. 150—151°. Gibt mit Maleinsäureanhydrid (I) bei 150° *cis*-3- α -Naphthyl-1.2.3.6-*cis*-tetrahydrophthalsäure, C₁₅H₁₆O₄ (II), Krystalle, die sich ab 165° zers.; gibt beim Kochen in Xylol das Anhydrid, C₁₈H₁₄O₃, Krystalle aus Bzl. + PAe., F. 160—161°. — *cis*-3- α -Naphthyl-*cis*-hexahydrophthalsäure, C₁₅H₁₆O₄ (III), aus II mit H₂g (+ Pt) in A. unter Druck. — Dimethylester von II, C₂₀H₂₀O₄ (IV), Krystalle aus Bzl. + PAe., F. 79—81°. — Dimethylester von III, C₂₀H₂₂O₄, Krystalle aus Bzl. + PAe., F. 88—89,5°. — 3- α -Naphthylphthalsäuredimethylester, C₂₀H₁₆O₄, aus IV mit Pd-Kohle in Ggw. von CO₂ bei 245° (36 Stdn.) oder aus 3-Bromphthalsäuredimethylester (V) u. α -Jodnaphthalin + akt. Cu-Pulver bei 255—260°, Krystalle aus Methanol, F. 134 bis 136°. — V, C₁₀H₉O₄Br, war dargestellt aus diazotiertem 3-Aminophthalsäuredimethylester mit CuBr in ca. 48% ig. HBr, F. 81—82°, Kp. 141—145°. — 1.9-[5a.5.6.7.8.8a-Hexahydro]-benzanthron-10-carbonsäure-5, C₁₈H₁₆O₅, durch Aufbewahren von III in wasserfreier HF, Krystalle, die sich bei 208—215° zers. — [3.4-Dimethoxyphenyl]-allylcarbinol, C₁₂H₁₆O₃, aus Veratrumaldehyd, Krystalle aus Bzl. + PAe., F. 79—80°, gibt mit I in sd. Xylol *cis*-3-[3.4-Dimethoxyphenyl]-1.2.3.6-*cis*-tetrahydrophthalsäure, C₁₆H₁₈O₆ (VI), Krystalle, die sich oberhalb 160° zers.; Stehenlassen der konz. Xylollsg. bei 0° ergibt das Anhydrid, C₁₈H₁₆O₅, F. 127—129°. — Dimethylester von VI, C₁₈H₂₂O₆,

F. 70—71°. — *cis*-3-[3,4-Dimethoxyphenyl]-*cis*-hexahydrophthalsäure, C₁₆H₂₀O₆ (VII), aus VI mit H₂(+ PtO₂) in A. unter Druck, zers. sich von 170—200°; Dimethylester, C₁₈H₂₄O₆, F. 76,5—77,5°. — 3,4-Dimethoxy-5a.5b.6.7.8a-hexahydrofluoren-9-carbonsäure-8, C₁₆H₁₈O₅, aus VII in 86% ig. H₂SO₄ bei 43—45° (10 Min.), Kristalle aus wss. Essigsäure, F. 280—288° Zers.; Methylester, C₁₇H₂₀O₅, F. 112—113,5°. — Piperonyllallylcarbinol, C₁₁H₁₂O₃, aus Piperonal, Kp. 139—140°, gibt mit I in sd. Xylol 3-Piperonyl-1,2,3,6-*cis*-tetrahydrophthalsäure, C₁₅H₁₄O₆, zers. sich oberhalb 195°; Anhydrid, C₁₅H₁₂O₅, Kristalle aus Bzl., F. 156—157°. — 3-Piperonyl-*cis*-hexahydrophthalsäure, C₁₅H₁₆O₆, zers. sich bei 197—198°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1542—45. Sept. 1944. Minneapolis, Univ. of Minn.)
BEHRLE

William v. B. Robertson, Jonathan L. Hartwell und Sylvia Kornberg, *Die Oxydation von Thioäthern durch ungesättigte Fettsäuren*. Ungesätt. Fettsäuren u. ihre Ester, z. B. Ölsäure u. ihr Methylester, Linolensäuremethyl- u. -äthylester, sowie ungesätt. fette Öle, z. B. Lein-, Mohn- u. Olivenöl, oxydieren bei Zimmertemp. β,β'-Dichlordiäthylsulfid in Ggw. von O₂ zum Sulfoxyd. An weiteren Thioäthern werden β,β'-Dioxydiäthylsulfid, Di-n-heptylsulfid u. Dibenzylsulfid durch peroxydierte Öle in die Sulfoxyde übergeführt, ebenso reagierten Diäthylsulfid (Vers. mit peroxydiertem Äthyllinolat) u. p-Tolylmethylsulfid. — p-Dimethylaminoazobenzol u. Carotin wurden durch peroxydiertes Äthyllinolat entfärbt. — Die Oxydation der Thioäther erfolgte durch die durch Einleiten von O₂ (bei einfach ungesätt. Säuren in Ggw. eines Trockners) in die ungesätt. Fettsäuren oder ihre Ester erhaltenen Peroxyde. Für jedes Mol Thioäther wurde 1 Mol Peroxydsauerstoff verbraucht. — Die Darst. von Taririnsäure, F. 50,4—51,0°, geschah aus Petroselinensäure über deren Dibromid (6,7-Dibromstearinsäure), Platten aus Hexan, F. 36,6—36,9°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1894—97. Nov. 1944. Bethesda, Md., Nat. Inst. of Health.)
BEHRLE

T. L. Rama Char, *Photooxydation des Chinins*. Die Unters. der Komplexverb. des Chininhydrochlorids (I) mit [UO₂](NO₃)₂, NaVO₃ u. K₂Cr₂O₇ ergab, daß diese im UV-Licht (3130 Å) photosensibel sind, wobei das Chinin oxydiert u. die andere Komponente des Komplexes red. wird (UV^I → UV^{IV} bzw. VV → VIV bzw. Cr^{VI} → Cr^{III}). Entgegen den Beobachtungen von FORBES u. Mitarbeitern (J. Amer. chem. Soc. 54. [1932.] 960) ist der I-K₂Cr₂O₇-Komplex bereits in blauem Licht (4060 u. 4360 Å) photosensibel. Beim I-NaVO₃-Komplex ist die Reaktionsgeschwindigkeit im links-zirkularpolarisierten Licht größer als im rechts-zirkularpolarisierten. (J. Indian chem. Soc. 19. 447—52. Okt. 1942. Univ. of Dacca und the Indian Inst. of Science, Bangalore.)
WINKER

T. Iredale und L. E. Lyons, *Der Einfluß von inerten Gasen auf die Photozersetzung von gasförmigem Aceton*. Der Einfl. von CO₂ oder N₂ bei Drucken in der Nähe von 1 at auf die photochem. Zers. von Aceton bei Zimmertemp. im Licht von λ 2400—3100 Å erhöhte die Ausbeute an CO um einen Faktor von ca. 1,7, während kein Diacetyl entstanden war. Die dann verbleibenden (neben etwas polymerisiertem Material) analysierbaren Prodd. der Photork., CO₂ u. C₂H₆, wurden bei 18—24° im Verhältnis von ca. 1 : 1 gefunden. (J. chem. Soc. [London] 1944. 588—90. Nov. Sydney, Univ.)
BEHRLE

H. Weil-Malherbe und J. Weiss, *Einige Beobachtungen über die Photochemie von fluoreszierenden Substanzen*. Teil I. *Das Auslöschen der Fluorescenz durch Stickoxyd und die photochemische Bildung von Nitroxyden*. In Fortsetzung früherer Unterrs. (C 1944. I, 150) wird für 3,4-Benzopyren, 20-Methylcholanthren (I), Anthracen (II), 1,2-Benzanthracen, 9,10-Dimethyl-1,2-benzanthracen (III), 1,2:5,6-Dibenzanthracen, Naphthacen, Rubren (IV) u. Äthylchlorophyllid in verschied. Lösungsmitteln (Hexan, Dekalin oder A.) der Grad der Auslöschung der Fluorescenz bei Bestrahlung durch eine Hanovia-Hg-Lampe in einer Atmosphäre von NO ermittelt. Die Fluorescenzmessungen sind nach WEIL-MALHERBE (C. 1945. II. 345) durchgeführt. Wie bei O₂ (C. 1942. II. 2250) wurde in NO ein starker u. reversibler Auslöschungseffekt gefunden, er schwankt etwas von einem KW-stoff zum anderen wie auch mit dem Lösungsmittel. Bei IV fehlt die Analogie mit O₂, da dessen Fluorescenz mit O₂ zu 68% u. mit NO zu 5% gehemmt wird. Unvollständig ist die Reversibilität bei I, aber fast quantitativ bei den anderen Verbindungen. An II u. III in Hexan wurde festgestellt, daß ca. 80% des KW-stoffs nach einer 4—5 std. Bestrahlung in NO unverändert zurückerhalten wurden. Der Rückstand war ein Gemisch, das sich durch chromatograph. Adsorption in ca. 30 Komponenten trennen ließ. Die Hauptmenge der Reaktionsprodd. war N-frei, bei II war viel Anthrachinon isolierbar. Die Ausbeute an N-haltigen Verb. (gewöhnlich tiefgelb) betrug in allen Fällen nur einige mg, bei II war nach dem N-Geh. wahrscheinlich zunächst ein unbeständiges Photonitroxid A(NO)(A = KW-stoff) entstanden. (J. chem. Soc. [London] 1944. 541—44. Okt.)

Royal Victoria Infirmary, Newcastle-upon-Tyne, King's Coll., Univ. of Durham.)

BEHRLE

J. Weiss und H. Weil-Malherbe, *Einige Beobachtungen über die Photochemie von fluoreszierenden Substanzen*. Teil II. *Konzentrationsauslöschen (Selbstausslöschen) der Fluorescenz*. (I. vgl. vorst. Ref.) Das Auslöschen der Fluorescenz in stärker konz. Lsgg. wurde bei verschied. polycycl. KW-stoffen u. bei *Äthylchlorophyllid* (I) in verschied. Lösungsmitteln in einer Atmosphäre von reinem N₂ in Abwesenheit fremder auslöschender Substanzen untersucht. Der prim. photochem. Prozeß des Selbstausslöschens wird durch eine gegenseitige Einw. von angeregten u. n. Moll. dargestellt, u. die in verschied. Ausdrücken wiedergegebene hyperbol. Auslöschungsgleichung galt in allen untersuchten Fällen. Da die Halbwertzeit des Fluorescenzzustandes in allen Fällen als von derselben Größenordnung anzusehen ist ($\tau_0 \sim 10^{-8}$ sek.), sind die Werte einer Konstante κ dieser Gleichung der Geschwindigkeitskonstante der Selbstausslöschungsrk. proportional. So ist κ bei I ca. 2000 mal größer als bei den KW-stoffen. Die Fluorescenzmessungen wurden mit dem Fluorimeter von WEIL-MALHERBE (C. 1945. II. 345) nach Ausführung einiger Abänderungen in der Verwendung durchgeführt. Es wurde κ bestimmt für I in A. zu $2 \cdot 10^5$, Anthracen in Bzl. 60, in Hexan 100 u. in A. 100, 20-Methylcholanthren in Bzl. 77; 3,4-Benzopyren in Bzl. 77, 9,10-Dimethyl-1,2-benzanthracen in Bzl. 83, 1,2-Benzanthracen in Bzl. 40, Pyren in Bzl. < 10 u. 1,2; 5,6-Dibenzanthracen in Bzl. < 10 . — Die Beziehung zwischen Selbstausslöschung u. der photochem. Bldg. von Dimeren wird eingehend erörtert. Bei photosensibilisierten Oxydationen mit I sind Selbstausslöschungseffekte von großer Bedeutung, da die Lebenszeit von angeregten Chlorophyllmoll. weitgehend abhängt von der Konzentrationsauslöschung selbst in Ggw. anderer auslöschender Substanzen. (J. chem. Soc. [London] 1944. 544—47. Okt.)

BEHRLE

John A. Hipple und D. P. Stevenson, *Ionisation und Dissoziation durch Elektronenstoß: Die Methyl- und Äthylradikale*. (Vgl. STEVENSON u. HIPPLE C. 1944. I. 537.) Vff. haben die Ionisierungspotentiale der Methyl- u. Äthylradikale mit Hilfe des Massenspektrometers bestimmt. Um die freien Methyl- u. Äthylradikale in der Ionisationskammer eines 180°-Massenspektrometers zu erzeugen, wurden die Bleitetraalkyle, Pb(CH₃)₄ u. Pb(C₂H₅)₄, in einem speziell entworfenen Heizraum therm. zersetzt. Für die Ionisierungspotentiale J, die aus den anfänglichen Krümmungen der Ionenausbeutekurven ermittelt wurden, welche die relativen Häufigkeiten der durch Elektronenstoß gebildeten Ionen CH₃⁺ u. C₂H₅⁺ in Abhängigkeit von der Energie der bombardierenden Elektronen wiedergeben, wurden $J(\text{CH}_3) = 10,0_0 \pm 0,1$ eV, $J(\text{C}_2\text{H}_5) = 8,6_0 \pm 0,1$ eV gefunden. Diese Werte stehen in Übereinstimmung mit anderen Werten, die durch indirekte Berechnungen aus anderen Elektronenstoßdaten bei KW-stoffen erhalten wurden. Vff. diskutieren einige Folgerungen aus ihren Daten. Die Ergebnisse u. Bedingungen, unter welchen die Werte erhalten wurden, sind von Vff. in folgender Tabelle wiedergegeben:

Quelle	Heizstrom Amp.	Ion	A(X ⁺) eV	Reaktion
Pb(CH ₃) ₄	3,5	CH ₃ ⁺	10,0 ₀ ± 0,1	CH ₃ → CH ₃ ⁺ + e ⁻
Pb(CH ₃) ₄	5,5	CH ₃ ⁺	14,4 ₄ ± 0,1	CH ₄ → CH ₃ ⁺ + H + e ⁻
Pb(C ₂ H ₅) ₄	4,0	C ₂ H ₅ ⁺	8,6 ₀ ± 0,1	C ₂ H ₅ → C ₂ H ₅ ⁺ + e ⁻
Pb(C ₂ H ₅) ₄	4,0	C ₂ H ₄ ⁺	10,8 ₄ ± 0,1	C ₂ H ₄ → C ₂ H ₄ ⁺ + e ⁻

(Physic. Rev. [2] 63. 121—26. Febr. 1943. Pittsburgh, Pa., Westinghouse Res. Labor.)

MENZEL

Saul G. Cohen, *Die Acetolyse von Estern*. Eine qualitative Unters. gibt den Einfl. der Struktur der Alkylgruppe auf die Acetolyse von Estern wieder. — 2 tägiges Aufbewahren von *tert.-Butylbenzoat* (I) in Eisessig + p-Toluolsulfonsäure (II) liefert 25% I zurück u. 65,61 u. 6,5% Ausbeute an *tert.-Butylacetat* (III), Benzoesäure u. Isobuten. Ausführung der Rk. in der Sicdehitze ergab keine Bldg. von III. Bedeutend langsamer erfolgt die Acetolyse von *Isopropylbenzoat* durch Eisessig + II, denn bei 24 std. Kochen erhält man 69,7% Ester zurück sowie zu 57 u. 58% Benzoesäure u. *Isopropylacetat*. Unter denselben Bedingungen erleiden Methyl- u. Äthylbenzoat keine Acetolyse, sondern werden zu 88% zurückgewonnen. — Bei 8 std. Kochen von Äthylbutyrat mit Eisessig + K-Acetat u. Acetanhydrid tritt keine Rk. ein, während 8 std. Erwärmen von *Trichloressigsäurebutylester* mit Eisessig + K-Acetat u. Acetanhydrid auf 100° unter Verbleib von 55% des Ausgangsmaterials 65% an *Butylacetat* liefert. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1395—97. Aug. 1944. Los Angeles, Univ. of Calif.)

BEHRLE

Lawrence J. Heidt und Clifford B. Purves, *Thermische Geschwindigkeiten und Aktivierungsenergien für die wässrige Säurehydrolyse von α - und β -Methyl-, -Phenyl- und -Benzyl-d-glucopyranosiden, α - und β -Methyl- und β -Benzyl-d-fructopyranosiden und α -Methyl-d-fructofuranosid*. In Fortsetzung der Arbeit von HEIDT u. PURVES (C. 1938. II. 3996) wird die Wrkg. der Mol.-Struktur auf die Hydrolyse der Hemiacetal-O-Brücke bestimmt, die das Aglykon mit dem Zuckerrest von Glykosiden verknüpft. In 0,01 mol. Lsgg. wurden die Fructoside mit 0,01nHCl von 15—60° u. die Glucoside mit 0,1nHCl bei 45—96° hydrolysiert. Nachstehende Glykoside ergeben Halbwertzeiten in Min. in 0,05nHCl bei 60° (1. Zahl) u. Aktivierungsenergien E = 0,004576 b kcal/Mol (2. Zahl): *d-Glucopyranoside*, α -Methyl, 207,0; 34,78 \pm 0,36; β -Methyl-, 104,0; 33,46 \pm 0,20; α -Benzyl, 116,0; 34,13 \pm 0,25; β -Benzyl, 69,7; 31,46 \pm 0,35; α -Phenyl, 3,15; 31,12 \pm 0,27; β -Phenyl, 11,5; 32,20 \pm 0,43; *d-Fructopyranoside*, α -Methyl-, 6,2; 27,79 \pm 0,13; β -Methyl-, 12,8; 29,42 \pm 0,14; β -Benzyl, 7,4; 28,78 \pm 0,22; α -Methyl-d-fructofuranosid (I), 2,2; 26,95 \pm 0,12. — Das Verhältnis 2,3b/log a* kommt gleich 934 \pm 5 für Methyl-, u. 879 \pm 11 für Phenylglucopyranosid, 758 \pm 8 für Methyl-, u. Benzylfructopyranosid u. 734 für I. Die Konstanz des Verhältnisses innerhalb einer Gruppe gestattet es, die Aktivierungsenergie u. Hydrolysegeschwindigkeit bei jeder angemessenen Temp. bei einem Glykosid zu errechnen, dessen Hydrolysegeschwindigkeit nur bei einer einzigen Temp. bestimmt worden ist, vorausgesetzt, daß der Wert 2,3 b/log a* für irgendein Glykosid der Gruppe bekannt ist. — Die Aktivierungsenergien, die Verhältnisse 2,3 b/log a* u. die relativen Hydrolysegeschwindigkeiten hängen prim. eher von der Struktur des Zuckerrestes ab, als wie bei den photochem. Hydrolysen von der Struktur des Aglykons. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1385—89. Aug. 1944. Cambridge, Mass., Inst. of Techn.) BEHRLE

James D. McCullough und Bruce A. Eckerson, *Die Dissoziationskonstanten einiger symmetrisch disubstituierter Diphenylselenidbromide*. Wie früher (McCULLOUGH, J. Amer. chem. Soc. 64. [1942.] 2672) gezeigt, beträgt die Dissoziationskonstante *K* für die Spaltung von Diphenylselenidbromid in CCl₄ unter Bldg. von Diphenylselen u. Brom [$K = [(C_6H_5)_2Se][Br_2]/[(C_6H_5)_2SeBr_2]$ bei 26° 5,02 · 10⁻⁴ (umgerechnet auf 25° 4,8 · 10⁻⁴). Wie dort werden spektrophotometr. die Werte für *K* bei wechselnden Temp. ermittelt u. vergleichshalber auf 25° umgerechnet für folgende symm. disubstituierte Diphenylselenidbromide: 2,2'-Dichlor 8,5 · 10⁻²; 3,3'-Dichlor 1,1 · 10⁻²; 4,4'-Dichlor 2,1 · 10⁻³; 2,2'-Dimethyl 7,0 · 10⁻³; 3,3'-Dimethyl 1,4 · 10⁻⁴; 4,4'-Dimethyl 3,6 · 10⁻⁵; 4,4'-Difluor 1,2 · 10⁻³; 4,4'-Dibrom 2,8 · 10⁻³; 4,4'-Dimethoxy 2,7 · 10⁻⁵ u. 4,4'-Diphenoxy 1,1 · 10⁻⁴. Für diese Verb. sind in einer Tabelle auch die mol. Extinktionskoeff. in CCl₄ angegeben wie auch für folgende Diphenyldiselenide: 2,2'-, 3,3'- u. 4,4'-Dichlor, 2,2'-, 3,3'- u. 4,4'-Dimethyl, 4,4'-Difluor, 4,4'-Dibrom, 4,4'-Dimethoxy u. 4,4'-Diphenoxy. Für die 4,4'-Dichlor-, 4,4'-Dibrom- u. 4,4'-Dimethyldiphenylselenidbromide konnten aus den bei 2 Temp. gemessenen Werten von *K* die Dissoziationswärmen in Lsg. zu 7,8, 9,7 u. 8,4 kcal/Mol errechnet werden. (J. Amer. chem. Soc. 67. 707—08. Mai 1945. Los Angeles, Univ. of Calif.) BEERLE

Raymond H. Hartigan und John B. Cloke, *Das thermische und hydrolytische Verhalten von Imido- und Thioimidoestern. Aus Benzonitril, Mercaptan u. trockener HCl in dem 3—4 fachen Vol. Ae. wurden Thioimido- und Imido-esterhydrochloride (I) u. nach entsprechenden Verf. Imidobenzoesäureesterhydrochloride (II) hergestellt. — Für die Esterhydrochloride I wurden gemessen die „mittlere Temp. der Pyrolyse“, die Geschwindigkeit der Hydrolyse mit *W*. (*k* min.⁻¹) bei 25° sowie die Dissoziationskonstante *K*_b · 10⁹ bei 25°. Die angegebenen Werte sind in dieser Reihenfolge mitgeteilt für den Methyl-ester 194°; 0,000914; 7,03; Äthyl 185°; 0,000751; 11,2; Propyl 165°; 0,000664; 7,86; Isopropyl 171°; 0,000652; 9,18; Butyl 163°; 0,000716; 6,21; Isobutyl 163°; 0,000711; 5,98; tert. Butyl 111°; 0,00135; 0,574; *n*-Amyl 159°; 0,000693; 3,19; Isoamyl 158°; 0,000940; 3,68; Phenyl 170°; —; 0,303; u. Benzyl 176°; 0,00184; 0,270. — An den Esterhydrochloriden wurden *k* min.⁻¹ u. *K*_b · 10⁹ bei 25° bestimmt oder aus Messungen früherer Bearbeiter errechnet bzw. entnommen für den Methyl-ester 0,00562; 4,01; Äthyl 0,00307; 9,08; Propyl 0,00295; 13,1; Isopropyl 0,00103; 15,3; Butyl 0,00291; 12,4; Isobutyl 0,00300; 10,6; u. Isoamyl 0,00291; 14,3. — Die „mittleren Temp. der Pyrolyse“ ergaben sich für die Imido-esterhydrochloride der Essigsäure zu 113°; Propionsäure 99°; Buttersäure 98°; γ -Chlorbuttersäure 98°; Isobuttersäure 103°; *n*-Valeriansäure 97°; Isovaleriansäure 97°; Pivalinsäure 110°; Benzoesäure 118°; Phenyllessigsäure 102°; Cyclopropan-carbonsäure 110°; 1-Phenylcyclopropan-carbonsäure-(I) 103°; Cyclobutan-carbonsäure 92°; 1-Phenylcyclobutan-carbonsäure-(I) zu 115°, u. bei den Imidobenzoesäureesterhydrochloriden für den Äthyl-ester zu 118°; β -Bromäthyl 134°; β -Chloräthyl 142°; β -Chlor- α -methyläthyl 145°; γ -Brompropyl 112°; γ -Chlorpropyl 104°;*

n-Butyl 104°; δ -Chlorbutyl 109°; Cyclopentyl 114°; Cyclohexyl 129°; u. für das Imido-benzoesäureäthylesterhydromid zu 111°. — Zur Feststellung der „mittleren Temp. der Pyrolyse“ wurde die therm. Zers. mittels eines Thermoelements verfolgt, u. die erhaltene Kurve zeigte 2 Minima. Das erste, als mittlere Temp. der Pyrolyse der betreffenden Verb. bezeichnete, entspricht z. B. bei den Alkylesterhydrochloriden I der Spaltung in Thiobenzamid u. Alkylhalid, das zweite immer zwischen 200 u. 215° liegende der weiteren Pyrolyse des Thiobenzamids, in geringem Maße findet sich auch eine Zers. in Benzonitril, Mercaptan u. HCl. Letzterer anomale Zerfall zeigt sich auch in einigem Umfang bei der Hydrolyse der Alkylesterhydrochloride I mit W., die n. dabei in Thiolester u. NH₄Cl gespalten werden. Die Phenylesterhydrochloride verhalten sich gegen Hitze u. W. anomal. (J. Amer. chem. Soc. 67. 709—15. Mai 1945. Troy, N. Y., Rensselaer Polytechn. Inst.)

BEHRLE

S. Wawzonek, R. C. Reck, W. W. Vaught jr. und J. W. Fan, *Das Verhalten von γ -Keto- und Aldehydsäurederivaten an der Quecksilbertropfelektrode*. III. Mitt. 3-[*p*-Brombenzoyl]-3-methylacrylsäurederivate. (II. vgl. J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 830.) Von den folgenden Verb., deren Konst. von LUTZ u. TAYLOR (J. Amer. chem. Soc. 55. [1933.] 1168), LUTZ u. WINNE (J. Amer. chem. Soc. 56. [1934.] 445), LUTZ u. HILL (C. 1942. I. 1743) festgelegt ist, wurde das Verh. an der Hg-Tropfelektrode (Halbwellenpotentiale u. Diffusionsstromkonstanten) bei 25° in 0,1 mol. Tetrabutylammoniumjodid, 50% Dioxan u. in 0,1 mol. Tetrabutylammoniumjodid, 0,052 mol. Tetrabutylammoniumhydroxyd, 50% Dioxan untersucht u. zu ihrer Konst. u. dem Verh. bei der Red. in Beziehung gesetzt. — I, R = OH; OCH₃; N(CH₃)₂; N(CH₃)C₆H₅; II, R = ebenso wie bei I; III, R = O·CH₃; N(CH₃)C₆H₅; NH·C₆H₅; IV, R₁ = R₂ = R₃ = H, R₄ = OH; R₁ = R₂ = R₃ = H, R₄ = OH, R₅ = Cl; R₁ = H, R₂ = O·CH₃, R₃ = Cl; R₄ = CH₃, R₅ = OH, R₆ = H; R₁ = CH₃, R₂ = O·CH₃, R₃ = H; R₄ = CH₃; R₅ = H; R₆ = H; R₁ = CH₃, R₂ = OH, R₃ = Cl; R₄ = CH₃, R₅ = Cl; R₆ = CH₃; R₁ = C₆H₅, R₂ = OH, R₃ = H; R₄ = C₆H₅, R₅ = O·CH₃, R₆ = H; R₁ = C₆H₅, R₂ = C₆H₅, R₃ = H; R₄ = H; R₅ = C₆H₅, R₆ = H; u. von β -[4-Brombenzoyl]-buttersäure. (J. Amer. chem. Soc. 67. 1300—02. Aug. 1945. Iowa City, State Univ. of Iowa.)

BEHRLE

D₂. Präparative organische Chemie. Naturstoffe.

H. J. McDonald, L. R. Rothstein und H. E. Robison, *Die Reaktion von Alkylhaliden mit Kaliumjodid*. In Ausdehnung der Unters. von CONANT u. HUSSEY (J. Amer. chem. Soc. 47. [1925.] 476) wurde festgestellt, daß weder *tert.* Amylchlorid noch Isobutylchlorid nach Kontaktzeiten von 24 Stdn. u. Tempp. bis zu 60° mit KJ merklich reagieren. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1984. Nov. 1944. Chicago, Ill., Inst. of Techn.)

BEHRLE

George Calingaert, Harold Soroos, Vincent Hnizda und Hymyn Shapiro, *Hexamethyläthan*. Carbonatisierung von *tert.* Butylchlorid in Ae., Behandeln des Reaktionsprod. mit CH₃·MgCl in Ae. in der Siedehitze u. Hydrolyse mit 6nHCl liefert 2,3,3-Trimethylbutanol-2, das als Rohprod. beim Schütteln mit konz. HCl + HCl-Gas überging in 2-Chlor-2,3,3-trimethylbutan, Krystalle aus Methanol, sublimiert im Capillarrohr zwischen 128 u. 134°. Daraus mit CH₃·MgCl in Ae. in 48% Ausbeute Hexamethyläthan (I), das in einer besonderen App. (Zeichnung) fraktioniert dest. wurde. Von den beiden besten Fraktionen wurden unter Verwendung eines bes. konstruierten Schüttlers (Zeichnung) Erstarrungs- u. Schmelzkurven aufgenommen. Die beste Fraktion gab einen E. von 100,63° u. eine Gefrierpunkterniedrigung nach hälftigem Erstarren von 0,06°, was einem E. 100,69° für reines I entspricht. Aus diesen Daten u. der von PARKS u. TODD (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 21. [1929.] 1235) bestimmten Schmelzwärme errechnete sich die Reinheit des Präp. zu 99,96 ± 0,04%. Aus dem von 0—110° in einem BREMER-FROWEIN-Tensimeter (FROWEIN, Z. physik. Chem. 1. [1887.] 5) bestimmten Dampfdruck werden folgende Ausdrücke für den Dampfdruck von I abgeleitet: in fester Form log P (mm) = 7,78882—1625,7 (A = 226), u. in fl. Form log P (mm) = 6,87665—1327,8 (A = 226). Der Schnitt der Gleichungen des festen u. fl. Bereichs ergab 100,58° für den F. in sehr guter Übereinstimmung mit dem am selben Material experimentell gemessenen Wert 100,60°. Der errechnete Kp. ist 106,30 ± 0,02°. Ableitungen aus den Daten für den Dampfdruck für die Schmelz-, Verdampfungs- u.

Sublimationswärme unter Verwendung der CLAUSIUS-CLAPEYRON-Gleichung führten zu Werten von 1700 bzw. 7550 bzw. 9250 cal/g Mol. Die errechnete Verdampfungswärme beim Kp. ist 7530 cal/g Mol. Weiterhin sind für I gemessen: $D_{23} = 0,823$ g/ml u. $n_D^{20} = 1,4695$. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1389—94. Aug. 1944. Detroit, Mich., Ethyl Corp.)

BEHRLE

P. H. Emmett und Joseph B. Gray, Die Hydrierung von *Athylen*, *Propylen* und *2-Buten* an *Eisenkatalysatoren*. In Weiterführung der Arbeit von HANSFORD u. EMMETT (C. 1938. II. 1024) werden Kinetik, Temp.-Koeff. u. Einfl. des Beschleunigers auf die Hydrierung obiger 3 KW-stoffe über 6 verschied. nach dem Verf. von LARSON u. RICHARDSON (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 17. [1925.] 971) dargestellten Fe-Katalysatoren ermittelt. Eine Zeichnung der App. zur Messung der Hydrierungsgeschwindigkeit ist angegeben. — Zum Vgl. der Aktivität der Katalysatoren wurden ihre Oberflächenausdehnungen in qm/g mittels der Tieftemp.-VAN DER WAALS-Adsorption von N₂ (EMMETT u. BRUNAUER, J. Amer. chem. Soc. 59. [1937.] 1553) gemessen sowie ferner, da geringe Mengen Al₂O₃ u. K₂O in einem für synthet. N₂ geeigneten Fe-Katalysator einen großen Teil der Oberfläche einnehmen können, durch Adsorption von CO bei —195° der Anteil der Oberfläche, der Fe ist. Zur Best. des Ausmaßes, in dem *Athylen* (I), *Propylen* (II) u. β -*Butylen* (zu 85,8% rein) (III) die Katalysatoroberfläche unter verschied. Bedingungen bedecken, werden physikal. Adsorptionsisothermen dieser Gase gemessen u. zwar I bei —81° (nur für diese Isotherme war die Adsorption momentan u. reversibel), 0,50 u. 100°, II bei —40 u. 23° u. III bei —10°. Im Gegensatz zu INGLEBY (J. phys. Chem. 39. [1935.] 623) wurde auch festgestellt, daß die Adsorption von H an Fe bei 0° nicht zu vernachlässigen, sondern merklich ist (Kurve). — Die scheinbare Aktivierungswärmen für die Hydrierung bei tiefen Temp. sind für I (gemessen von —20 bis —50°) 4200, II (von —5 bis —61°) 3200 u. III (von —29 bis +20°) 2800 cal. Die relativen Hydrierungsgeschwindigkeiten betragen bei —20° u. 200 mm für I 18,0, II 8,5 u. III 2,9 mm Druckabnahme pro Min.; die Wrkg. von Veränderungen in den Drucken von H₂ u. Olefin ist in einigen Kurven niedergelegt. Dabei ergab sich die Ggw. von W. als Katalysatorgift in II, was durch vorheriges Trocknen von II mit P₂O₅ ausgeschaltet werden konnte. Ein Vers. mit III in fl. Phase bei 0° zeigte, daß hier die geschwindigkeitsbestimmende Stufe der Hydrierung die Diffusion von H₂ durch die den Katalysator umgebende Fl. war. — Bei der Best. der Wrkg. des im Katalysator enthaltenen Al₂O₃ u. K₂O auf die katalyt. Aktivität von Fe ergab sich, daß der hemmende Einfl. von K₂O entsprechend dessen Geh. zunimmt, während die Ggw. von Al₂O₃ wenig ändert. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1338—43. Aug. 1944. Baltimore, Md., Johns Hopkins Univ.)

BEHRLE

Bryant Bachman und Roger E. Hatton, Reaktionen von *4-Methyl-1.3-pentadien*. Erhitzen von 4-Methyl-1.3-pentadien (I) mit SO₂ u. etwas Pyrogallol auf 101—102° (12 Std.) ergibt ein *cycl. Sulfon* II, C₆H₁₀O₂S, Krystalle aus CCl₄ oder Ae., F. 30,5—31°; *Dibromid*, C₆H₁₀O₂Br₂S, hellgelbe Krystalle aus CCl₄, F. 116,5 bis 117,5°. — *Polymeres II*, (C₆H₁₀O₂S)_n, durch mehrtägiges Aufbewahren von I u. SO₂ in Ggw. von Benzoylperoxyd, amorph, F. 95—100°

$$\text{II} \quad \begin{array}{l} \text{CH} : \text{CH} \cdot \text{CH}_2 \\ | \\ \text{C}(\text{CH}_3)_2 - \text{SO}_2 \end{array}$$

Zers. — [4-Methyl-1.3-pentadien]-[1 azo 1]-[2.4-dinitrobenzol], C₁₂H₁₂O₄N₄ = (CH₃)₂C : CH · CH : CH · N : N · C₆H₃(NO₂)₂, aus I mit diazotiertem 2.4-Dinitroanilin, orangefarbene Krystalle mit 1 H₂O aus wss. Aceton, F. 139,5—140,5°, zers. sich wasserfrei bei 86—87°. — *Verb.* C₆H₁₀Cl₂P = (CH₃)₂C : CH · CHCl · CH₂ · PCl₄, aus I u. PCl₅ in Ae., Krystalle aus CS₂, F. 109—109,5° Zers., gibt mit W. ein wenig lösl. gelbes Öl. — Hydrierung von I in Ggw. von RANEY-Ni in Dioxan unter Druck lieferte, wie auch die Eigg. der Dibromide ergaben, *cis-4-Methyl-2-penten*, *2-Methyl-2-penten* u. *4-Methyl-1-penten* (?). (J. Amer. chem. Soc. 66. 1513—14. Sept. 1944. Lafayette, Ind., Purdue Univ.)

BEHRLE

Cornelius Austin Sprang und Ed. F. Degering, Die Anwendung aliphatischer Nitroverbindungen. VIII. Mitt. Nitrotrirole (Nitroglycerinabkömmlinge) durch Darstellung aus einfachen Aldehyden. (IV. vgl. C. 1943. II. 2045.) Nitroderiv. von Alkylglycerinen erhält man durch eine Aldolkondensation zwischen 2 Mol Formaldehyd u. 1 Mol eines 1-Nitro-2-alkanols, das sich bei der Einw. äquimol. Mengen Nitromethan auf Aldehyde bildet. Zur Durchführung der Rk. läßt man zur Lsg. des Nitroalkohols in 95% ig. A., der etwas K₂CO₃ zugesetzt ist, unter Rühren 2 Mol. 40% ig. Formalin eintröpfeln, neutralisiert die klare Mischung nach 4 tägigem Stehenlassen bei Zimmertemp. mit konz. HCl, sättigt mit NaCl, zieht mit Butanol aus, dest. u. kryst. aus Butanol um. Die folgenden vier Nitrotrirole wurden dargestellt: 2-Oxymethyl-2-nitro-1.3-pentandiol, C₆H₁₃O₅N, F. 141°; 2-Oxymethyl-2-nitro-1.3-hexandiol, C₇H₁₅O₅N, F. 154—156°; 2-Oxymethyl-2-nitro-1.3-nonandiol, C₁₀H₂₁O₅N, F. 145—147°; 2-Oxymethyl-2-nitro-5-methyl-

1.3-hexandiol, C₆H₁₇O₅N, F. 144—146°; sie sind leicht lösl. in W., mäßig in A. u. unlösll. in Ae. oder Petroläther. (J. Amer. chem. Soc. 65. 628. April 1943. Lafayette, Ind., Purdue Univ.) NAFZIGER

Henry R. Henze, Bruce B. Allen und William B. Leslie, *Primäre Amine mit tertiärem Alkylrest, R·R'·R''·C·NH₂*. II. Mitt. (I. vgl. C. 1940. I. 1005.) Weitere Unters. über die aus Alkoxyntriren mit Allylmagnesiumbromid in anomaler Anlagerungsrk. erhältlichen Allylcarbinamine. Es zeigt sich, daß auch gewöhnliche arom. u. aliph. Nitrile sowie Ketimine mit Allylmagnesiumbromid die gleiche Umsetzung erleiden.

Versuche: Verhältnis der GRIGNARD-Verb. zum Nitril 2 : 1 unter Verwendung von wasserfreiem Ae. als Lösungsmittel. An Nitrilen kamen *Allylcyanid*, *n-Butyronitril*, *n-Valeronitril*, *Phenylacetonitril* u. *n-Butoxyacetonitril* zur Anwendung. Der Fortschritt der Umsetzung ist an der Farbe der Reaktionslg. zu erkennen, die von grau nach olivgrün umschlägt. Zers. der Additionsverb. durch Eingießen in gesätt. NH₄Cl-Lösung. Reinigung durch Vakuumdestillation. Die erhaltenen Verb. sind farblos. Darst. der Pikrate durch Umsetzung der Amine in schwelligsaurer Lsg. mit gesätt. wss. Pikrinsäurelösung. Umkrystallisieren aus Alkohol. — *Triallylcarbinamin*, C₁₀H₁₇N. Kp.₇₁₁ 182—183,5°; D.²⁰ = 0,8445; n²⁰ = 1,4732, γ²⁰ = 26,92; Mol.-Ref. 50,26; Parachor 407,9. *Pikrat*, F. 173,5—174,5°. — *Diallylpropylcarbinamin*, C₁₀H₁₉N. Kp.₇₄₃ 190 bis 191°; D.²⁰ = 0,8282; n²⁰ = 1,4592; γ²⁰ = 25,90; Mol.-Ref. 50,59; Parachor 417,5. *Pikrat*, F. 149—149,5°. — *Diallyl-n-butylcarbinamin*, C₁₁H₂₁N. Kp.₇₃₂ 205—206°; D.²⁰ = 0,8288; n²⁰ = 1,4589; γ²⁰ = 26,47; Mol.-Ref. 55,18; Parachor 457,2. *Pikrat* 121,5—122°. — *Diallylbenzylcarbinamin*, C₁₃H₁₉N. Kp.₇₄₂ 268,5° Zers.; D.²⁰ = 0,9499; n²⁰ = 1,5320; γ²⁰ = 32,72; Mol.-Ref. 65,67; Parachor 506,9; *Pikrat*, F. 139,5—140°. — *Diallyl-n-butoxymethylcarbinamin*, C₁₂H₂₃ON. Kp.₇₃₂ 233—234°; D.²⁰ = 0,8623; n²⁰ = 1,4542; γ²⁰ = 26,38; Mol.-Ref. 61,98; Parachor 518,6; *Pikrat*, F. 106,5—107°. — *Allyl-n-butyl-n-butoxymethylcarbinamin*, C₁₃H₂₇ON. Aus n-Butoxyacetonitril mit n-Butyl-Mg-bromid u. Allyl-Mg-bromid. Kp.₇₃₂ 247,5—248,5°; D.²⁰ = 0,8489; n²⁰ = 1,4458; γ²⁰ = 26,13; Mol.-Ref. 67,02; Parachor 568,4; *Pikrat*, F. 79—80°. — *Tri-n-propylcarbinamin*, C₁₀H₂₁N. Aus Triallylcarbinamin oder Diallyl-n-propylcarbinamin durch Hydrierung mit ADAMS Katalysator. Kp.₇₃₂ 190,5—191,5°; D.²⁰ = 0,7976; n²⁰ = 1,4358; γ²⁰ = 25,05; Mol.-Ref. 51,57; Parachor 441,2; *Pikrat*, F. 154,0—154,5°. (J. Amer. chem. Soc. 65. 87—88. Jan. 1943. Texas Univ., Dep. of Chemistry.) ZORFF

Ewald Rohrmann und H. A. Shonle, *Aminoalkane als Pressorsubstanzen*. An einer Reihe von Aminoderiv. von aliph. KW-stoffen, deren Sulfate als Kristalle oberhalb 215° sinternd u. ohne scharfen F. beschrieben sind, wurde an letzteren die Pressorwrkg. an Katzen im Vgl. mit Ephedrin bestimmt. Untersucht sind 2-Aminoheptan, Kp. 141,0—142,5°, n_D²⁴ = 1,4150, das Sulfat hat wie die der folgenden 6 Verb. die Zus. (C₇H₁₇N)₂H₂SO₄; 3-Aminoheptan, Kp. 139—140°; 4-Aminoheptan, Kp. 139—140°, n_D²⁴ = 1,4172; 2-Amino-x-methylheptan mit x = 3, Kp. 138—140°; x = 4; Kp. 131—133°, n_D²⁴ = 1,4210; u. x = 5, Kp. 131—133°; 2-Amino-4,4-dimethylpentan, Kp. 121—123°; 2-Amino-x-methylheptan mit x = 3, Kp. 159—161°, n_D²⁴ = 1,4290; Sulfat der Zus. (C₈H₁₉N)₂H₂SO₄ (wie die der folgenden 6 Verb.); x = 4, Kp. 153—154,5°, n_D²⁴ = 1,4224; x = 5, Kp. 157—157,5°, n_D²⁴ = 1,4238; u. x = 6, Kp. 154—156°, n_D²⁴ = 1,4200; 3-Amino-x-methylheptan mit x = 4, Kp. 155—157°; u. x = 6, Kp. 155—157°; 3-Amino-octan, Kp. 161—163°, n_D²⁴ = 1,4243; 2-Amino-3,6-dimethylheptan, Kp. 173—175°, n_D²⁴ = 1,4299; Sulfat der Zus. (C₉H₂₁N)₂H₂SO₄ (wie das der folgenden Verb.); 2-Amino-5-äthylheptan, Kp. 179—181°, n_D²⁴ = 1,4393; u. 4-Amino-2,6-dimethylheptan, Kp. 173 bis 176; Hydrochlorid, C₇H₁₇N·HCl. — Die Salze, die CLARKE (J. Amer. chem. Soc. 21. [1899.] 1027) von seinem aus angeblichem 2-Brom-n-heptan (I) gewonnenen 2-Aminoheptan erhielt, stimmen in ihren Eigg. so wenig mit den jetzt beschriebenen überein, daß sie einem anderen Amin zugehören müssen, u. sein I (erhalten durch Bromierung von n-Heptan aus Pinus sabiniana) ist sehr wahrscheinlich ein Gemisch gewesen. — 2-Aminoheptan wurde dargestellt durch Red. von Heptanon-2-oxim mit Na in A. oder mit H₂ (+ RANEY-Ni) in A. bei 75—80° unter Druck sowie durch Erhitzen von Hexanon-2 mit NH₃ in A. bei Ggw. von RANEY-Ni auf 75—80° unter Druck oder mit NH₄-Formiat (oder Formamid) auf 185°, Kp. 141—142,5°; Benzoat, C₇H₁₇N·C₆H₅O₂, F. 95—97°; Carbonat, (C₇H₁₇N)₂·H₂CO₃, F. 63—66°; Chloroaurat, C₇H₁₇N·HAuCl₄, orangefelbe Platten, F. 82—84°; Chloroplatinat, (C₇H₁₇N)₂·H₂PtCl₆, orangefelbe Platten aus verd. A., schwärzt sich ab 215° u. zeigt Zers. bei 225—235°; Gluconat, C₇H₁₇N·C₆H₁₂O₇, F. 141 bis 143°; Glykolat, C₇H₁₇N·C₃H₆O₃, F. 40°; n-Hexylsulfonat, C₇H₁₇N·C₆H₁₁O₃S, F. 105 bis 107°; Hydrobromid, C₇H₁₇N·HBr, Platten aus PAe., F. 65—67°; Hydrochlorid, C₇H₁₇N·HCl, etwas hygroskop. Kristalle aus A. + Ae., F. 81—83°; Malat, (C₇H₁₇N)₂·C₄H₆O₅, F. 121—123°; Maleat, (C₇H₁₇N)₂·C₄H₄O₄, F. 81—83°; Nicotinat, C₇H₁₇N·

$C_6H_5O_2N$, F. 78—80°; *Oxalat*, $(C_7H_{17}N)_2 \cdot C_2H_2O_4$, Platten aus A., F. 226—228°; *Succinat*, $(C_7H_{17}N)_2 \cdot C_4H_6O_4$, F. 106—108°; *Sulfat* (s. o.), F. 230—240°, ist unter der Bezeichnung *Thiaminsulfat* (2-Aminoheptansulfat Lilly) im Handel; es sind 6 Literaturstellen über die klin. Verwendung angegeben. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1516—20. Sept. 1944. Indianapolis, Ind., Lilly Res. Labor.)

BEHRLE

Evelyn M. Hancock und Arthur C. Cope, *Monoalkylaminopropanole und -butanole und ihre Ester*. In Fortführung früherer Unterss. (zuletzt COPE u. HANCOCK, C. 1945. II. 480.) werden Monoalkylaminopropanole u. -butanole dargestellt durch Kondensation eines Ketons (oder Aldehyds) mit einem Aminopropanol oder -butanol u. katalyt. Hydrierung bei Ggw. von PtO_2 oder RANEY-Ni in A. oder Cyclohexan, wobei die beiden Schritte entweder gleichzeitig oder nacheinander durchgeführt werden. Die Monoalkylaminopropanole u. -butanole, die prim. Alkohole sind, wurden verestert durch Rk. ihrer Hydrochloride mit p-Nitrobenzoylchlorid in Chlf.; aus diesen kryst. Esterhydrochloriden erhielt man die Aminobenzoathydrochloride in sofort reinen Krystallen mittels H_2 (+ Pd-Kohle) in Wasser. — Bei den folgenden Aminoalkoholen bedeutet die 1. Zahl den Kp., die 2. den zugehörigen Druck in mm, die 3. n_D^{25} , die 4. D.²⁵, u. die hinter den immer kryst. erhaltenen Pikraten stehende Zahl deren Schmelzpunkt. *2-Alkylamino-1-propanole*, $RNH \cdot CH(CH_3) \cdot CH_2 \cdot OH$, mit R = *3-Pentyl*, $C_8H_{18}ON$, 106—107, 26, 1,4454, 0,8839; *Pikrat*, $C_8H_{19}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 128—130; *4-Heptyl*, $C_{10}H_{23}ON$, 115—116, 15, 1,4461, 0,8728; $C_{10}H_{23}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 137—138; *5-Nonyl*, $C_{12}H_{27}ON$, 140,5—141, 17, 1,4500, 0,8616; $C_{12}H_{27}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 126—128; *4-[2.6-Dimethylheptyl]*, $C_{12}H_{27}ON$, 127,5—128, 15, 1,4459, 0,8616; $C_{12}H_{27}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 114—116; u. *Cyclohexyl*, $C_6H_{13}ON$, F. 57—59°, Kp.₁₅ 123—124°, n_D^{25} = 1,4803 (unterkühlt); $C_9H_{19}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 163—165. — *2-Alkylamino-1-butanole*, $RNH \cdot CH(C_2H_5) \cdot CH_2 \cdot OH$, mit R = *Isopropyl*, $C_8H_{17}ON$, F. 48—50°, Kp.₉ 69,5—70°, n_D^{25} = 1,4412 (unterkühlt); —, $C_7H_{17}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 103—105; *3-Pentyl*, $C_9H_{21}ON$, 92—92,5, 7,5, 1,4472, 0,8816; $C_9H_{21}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 140—141; *4-Heptyl*, $C_{11}H_{25}ON$, 112—112,5, 7,5, 1,4488, 0,8717; $C_{11}H_{25}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 132—133; *5-Nonyl*, $C_{13}H_{29}ON$, 148—151, 19, 1,4498, 0,8692; $C_{13}H_{29}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 105—107; *4-[2.6-Dimethylheptyl]*, $C_{13}H_{29}ON$, 121—121,5, 8, 1,4483, 0,8603; $C_{13}H_{29}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 138—139; u. *Cyclohexyl*, $C_{10}H_{21}ON$, F. 50—52°, Kp.₁₂ 128—129°, n_D^{25} = 1,4785 (unterkühlt); —, $C_{10}H_{21}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 142—143. — *2-Alkylamino-2-methyl-1-propanole*, $RNH \cdot C(CH_3)_2 \cdot CH_2 \cdot OH$, mit R = *sek. Butyl*, $C_8H_{19}ON$, 74—75,5, 8,5, 1,4460, 0,8873; $C_8H_{19}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 122—123; *2-Heptyl*, $C_{11}H_{25}ON$, F. 35,5—37°, Kp.₁₀ 114—115°, n_D^{25} = 1,4500 (unterkühlt); $C_{11}H_{25}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 74,5 bis 75,5; *Cyclohexyl*, $C_{10}H_{21}ON$, F. 78—78,5°, Kp.₁₂ 116—118°, $C_{10}H_{21}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 169—170; u. *Isomyl*, F. 75,5—76,5°, Kp.₁₃ 100—103°, $C_9H_{21}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 135—136. — *1-Alkylamino-2-methyl-2-propanole*, $RNH \cdot CH_2 \cdot C(CH_3)_2 \cdot OH$, mit R = *Isopropyl*, $C_7H_{17}ON$, 64—65, 20, 1,4248, 0,8469; $C_7H_{17}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 165—167; *3-Pentyl*, $C_9H_{21}ON$, 91—92, 20, 1,4328, 0,8523; $C_9H_{21}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 170—171,5; *2-Heptyl*, $C_{11}H_{25}ON$, 119,5—120,5, 19, 1,4372, 0,8475; $C_{11}H_{25}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 115—116; *2-Octyl*, $C_{12}H_{27}ON$, 137,5—139,5, 25, 1,4393, 0,8472; $C_{12}H_{27}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 78—79; *Cyclohexyl*, $C_{10}H_{21}ON$, 103,5—104, 8, 1,4645, 0,9263; $C_{10}H_{21}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 195—196 Zers.; u. *Isomyl*, $C_9H_{21}ON$, 104—105, 25, 1,4331, 0,8481; $C_9H_{21}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 145—147. — *2-[4-(2.6-Dimethylheptyliden)-amino]-1-propanol*, $C_{12}H_{25}ON = [(CH_3)_2CH \cdot CH_2]_2C : N \cdot CH(CH_3) \cdot CH_2 \cdot OH$, aus 2-Amino-1-propanol u. Diisobutylketon in sd. Bzl., Kp.₁₅ 117 bis 118°, n_D^{25} = 1,4548, D.²⁵ = 0,8828. — *2.2.4-Triäthylloxazolidin*, $C_9H_{19}ON$, aus 2-Amino-1-butanol u. Diäthylketon in sd. Bzl., Kp.₈ 62—63°, n_D^{25} = 1,4375, D.²⁵ = 0,8950. — *4-Äthyl-2.2-dipropylloxazolidin*, $C_{11}H_{25}ON$, Kp.₈ 91—91,5°, n_D^{25} = 1,4411, D.²⁵ = 0,8824. — *2-[4-(2.6-Dimethylheptyliden)-amino]-1-butanol*, $C_{13}H_{27}ON$, Kp._{7,5} 111,5—112°, n_D^{25} = 1,4570, D.²⁵ = 0,8807. — *2.4.4-Trimethyl-2-äthylloxazolidin*, $C_8H_{17}ON$ (I), durch Kochen von 2-Amino-2-methyl-1-propanol mit Methyläthylketon in sd. Bzl. bei Ggw. von Essigsäure, 56—56,5°, 22 mm, 1,4260, 0,8813; $C_8H_{17}ON$, $C_6H_3O_7N_3$, 165—167 Zers. — *2.4.4-Trimethyl-2-n-amyloxazolidin*, $C_{11}H_{23}ON$, 102—103, 19, 1,4348, 0,8702. — *4.4-Dimethyl-2.3-pentamethylenoxazolidin*, $C_{10}H_{19}ON$, 95—97,5, 20, 1,4618, 0,9549; $C_{10}H_{19}ON \cdot C_6H_3O_7N_3$, 178—180 Zers. — *4.4-Dimethyl-2-isobutyl-oxazolidin*, $C_9H_{19}ON$, 72—74, 17, 1,4322, 0,8781. — *2.2.5.5-Tetramethyl-2.5-di-sek.-butylpiperazin*, $C_{16}H_{33}N_2$, aus I mit H_2 (+ RANEY-Ni) in A. bei 200° unter Druck, Krystalle (aus Pentan), F. 75—75,5°. — Bei den folgenden p-Nitro- u. p-Aminobenzoathydrochloriden gehört die erste Bruttoformel zum p-Nitro- die zweite zum p-Amino-deriv., die dahinter befindlichen Zahlen sind die FF.: p-NO₂ (oder p-NH₂); $C_6H_4 \cdot CO_2 \cdot CH_2 \cdot CH(CH_3) \cdot NHR$; HCl mit R = *3-Pentyl*, $C_{15}H_{23}O_4N_2Cl$, 153—155; $C_{15}H_{25}O_2N_2Cl$, 215—217 Zers., für dieses wie für die folgenden p-Aminobenzoathydrochloride ist auch die anästhet. Wrkg. im Vgl. mit Cocain u. die Toxizität angegeben; *4-Heptyl*, $C_{17}H_{27}O_4N_2Cl$, 125—127; $C_{17}H_{29}O_2N_2Cl$, 164—166 u. 156—159; *5-Nonyl*, $C_{19}H_{31}O_4N_2Cl$,

100—101; $C_{19}H_{33}O_2N_2Cl$, 166—168; 4-[2.6-Dimethylheptyl], $C_{19}H_{31}O_4N_2Cl$, 185—186; $C_{18}H_{29}O_2N_2Cl$, 178—180, sowie eine erst isolierte niedrigerschmelzende Form vom F. 92 bis 95°, die wieder fest wird u. dann bei 178—180° schmilzt; *Cyclohexyl*, $C_{16}H_{23}O_4N_2Cl$ (II), 207—208 Zers.; $C_{16}H_{25}O_2N_2Cl$, 204—206. — $p\text{-NO}_2$ (oder $p\text{-NH}_2$)· C_6H_4 · CO_2 · CH_2 · $CH(C_2H_5)$ ·NHR; HCl mit R = *Isopropyl*, $C_{15}H_{21}O_4N_2Cl$, 174—176; $C_{14}H_{23}O_2N_2Cl$, 189—190; 4-*Heptyl*, $C_{18}H_{29}O_4N_2Cl$, 169—170; $C_{18}H_{31}O_2N_2Cl$, 180—182; 5-*Nonyl*, $C_{20}H_{33}O_4N_2Cl$, 136—138; $C_{20}H_{35}O_2N_2Cl$, 189—191; 4-[2.6-Dimethylheptyl], $C_{20}H_{33}O_4N_2Cl$, 154—156; $C_{20}H_{35}O_2N_2Cl$, 192—194 Zers.; hiervon auch das Salz mit *Glykolsäure*, $C_{22}H_{35}O_6N_2$, Krystalle, F. 140,5 bis 141,5°; *Cyclohexyl*, $C_{17}H_{25}O_4N_2Cl$, 168—170; $C_{17}H_{27}O_2N_2Cl$, 216—217; hiervon auch das Salz mit *Glykolsäure*, $C_{19}H_{30}O_6N_2$, Krystalle aus A. + Ae., F. 156—157°. — $p\text{-NO}_2$ (oder $p\text{-NH}_2$)· C_6H_4 · CO_2 · CH_2 · $C(CH_3)_2$ ·NHR; HCl mit R = *sek. Butyl*, $C_{15}H_{23}O_4N_2Cl$, 173—174; $C_{15}H_{25}O_2N_2Cl$ (nach RINGK u. ERSTEIN, J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 1223 ein Monohydrat vom F. 202—205° Zers.), 204—205 Zers.; 2-*Heptyl*, $C_{18}H_{29}O_4N_2Cl$, 136—138; $C_{18}H_{31}O_2N_2Cl$, 180—181 Zers.; *Cyclohexyl*, $C_{17}H_{25}O_4N_2Cl$, 192—194; $C_{17}H_{27}O_2N_2Cl$, 200—202 Zers., sowie eine zuerst isolierte Form vom F. 131°, die wieder fest wird u. dann bei 175—185° schmilzt; *Isoamyl*, $C_{16}H_{25}O_4N_2Cl$ (*p*-Nitroverb.) (III), 174—175. — Zur Darst. des *p*-Nitrobenzoathydrochlorids von 1-*Cyclohexylamino*-2-propanol (II; siehe oben), F. 208—210°, wird das aus 1-*Cyclohexylamino*-2-propanol, *p*-Nitrobenzoylchlorid u. NaOH in Methylchlorid bei 40—45° erhaltene *N*-[*p*-Nitrobenzoyl]-1-*cyclohexylamino*-2-propanol, $C_{16}H_{29}O_4N_2$, Krystalle aus Ae. + Pentan, F. 88,5 bis 90,5°, durch kurzes Kochen mit konz. HCl in A. umgelagert. — III liefert in 10% ig. Sodaslg. den freien Ester, das *p*-Nitrobenzoat des 2-*Isoamylamino*-2-methyl-1-propanols, $C_{16}H_{24}O_4N_2$ (IV), Krystalle aus Pentan, F. 25—26°, das von KREMER u. WALDMAN (C. 1945. I. 144) unter dieser Formel beschriebene Prod. vom F. 168—168,5° ist nicht dieses *p*-Nitrobenzoat gewesen; Salz mit *p*-Nitrobenzoesäure, $C_{23}H_{29}O_6N_3$, Krystalle aus Bzl., F. 157—158°. — *p*-Nitrobenzoat des *N*-*p*-Nitrobenzoyl-2-*isoamylamino*-2-methyl-1-propanols, $C_{23}H_{27}O_7N_3$, durch Kochen von *p*-Nitrobenzoylchlorid in Bzl. mit IV oder mit 2-*Isoamylamino*-2-methyl-1-propanol, in letzterem Fall neben III, Krystalle aus A., F. 119—120°. — 2-*Isoamylamino*-2-methyl-1-propanol (V), das Salz mit *p*-Nitrobenzoesäure, $C_{16}H_{26}O_6N_2$, Krystalle aus Bzl., F. 172—174°, entsteht aus den Komponenten wie auch in geringer Menge aus V mit *p*-Nitrobenzoylchlorid in Pyridin. — Die 1-Alkylamino-2-methyl-2-propanole wurden als tert. Alkohole am besten auf indirekte Weise verestert. Rk. mit Säurechloriden in Ggw. von wss. NaOH führt sie in Säureamide über, die durch kurzes Erhitzen mit alkohol. HCl in die Ester umgelagert werden. Nach diesem Verf. wurde zunächst hergestellt *N*-*p*-Nitrobenzoyl-2-[*cyclohexylamino*]-äthanol, $C_{15}H_{20}O_4N_2$, Krystalle aus Bzl., F. 113,5—115,5°. Daraus mit sd. alkohol. HCl das *p*-Nitrobenzoathydrochlorid des 2-[*Cyclohexylamino*]-äthanol, F. 231—232°. — Von den *N*-*p*-Nitrobenzoylderiv. u. *p*-Nitro- u. *p*-Aminobenzoathydrochloriden der 1-Alkylamino-2-methylpropanole, $p\text{-NO}_2$ · C_6H_4 · CO ·NR· CH_2 · $C(CH_3)_2$ ·OH u. $p\text{-NO}_2$ (oder $p\text{-NH}_2$)· C_6H_4 · CO_2 · $C(CH_3)_2$ · CH_2 ·NHR; HCl, folgen sich in der angegebenen Reihenfolge für die einzelnen Alkylgruppen die Bruttoformeln, hinter denen sich die FF. finden; Alkylgruppe: *Isopropyl*, $C_{14}H_{20}O_4N_2$, 105—106; $C_{14}H_{21}O_4N_2Cl$, 168—170; $C_{14}H_{23}O_2N_2Cl$, 175 bis 176 Zers., auch hier ist wie für die folgenden *p*-Aminobenzoathydrochloride anästhet. Wrkg. u. Toxizität angegeben; 3-*Pentyl*, $C_{16}H_{24}O_4N_2$, 93,5—94,5; $C_{16}H_{25}O_4N_2Cl$, 154,5 bis 155,5; $C_{16}H_{27}O_2N_2Cl$, 176,5—177,5 Zers.; 3-*Heptyl*, $C_{18}H_{28}O_4N_2$, 40,5—42,5; $C_{18}H_{29}O_4N_2Cl$, 135—137, Zers.; $C_{18}H_{31}O_2N_2Cl$, 164—165 Zers.; 2-*Octyl*, $C_{19}H_{30}O_4N_2$, 47—49; $C_{19}H_{31}O_4N_2Cl$, 122—124; $C_{19}H_{33}O_2N_2Cl$, 131—133; *Cyclohexyl*, $C_{17}H_{24}O_4N_2$, 150,5—152,5; $C_{17}H_{25}O_4N_2Cl$, 130—132 Zers.; $C_{17}H_{27}O_2N_2Cl$, 187—188 Zers.; u. *Isoamyl*, $C_{16}H_{24}O_4N_2$ (VI), 114—115; $C_{16}H_{25}O_4N_2Cl$ (VII), 123—124; $C_{16}H_{27}O_2N_2Cl$, F. 129 bis 130° Zers. — Die von GOLDBERG, RINGK u. SPOERRI (C. 1940. I. 3783) aus 1-Alkylamino-2-methyl-2-propanolen mit *p*-Nitrobenzoylchlorid u. NaOH erhaltenen, von ihnen als *p*-Nitrobenzoate formulierten Prodd. sind aller Wahrscheinlichkeit nach die entsprechenden *N*-*p*-Nitrobenzoylderiv. gewesen. Es ergibt sich dies daraus, daß VI auch nach dem Verf. von GOLDBERG, RINGK u. SPOERRI (l. c.) (von ihnen als VII angesprochen, sie geben F. 112—113° an) erhalten wird u. sich VII sehr rasch beim Alkalisigmachen der salzsauren Lsg. in VI umlagert. Umlagerung von VI in sd. Isopropylalkohol bei Ggw. von H_2SO_4 führt zu den beiden Sulfaten von VII, *neutrales Sulfat*, $C_{35}H_{48}O_6N_4$ · H_2SO_4 , Krystalle aus A. + Aceton, F. 144—146°, *saures Sulfat*, $C_{16}H_{24}O_4N_2$ · H_2SO_4 , Krystalle aus Aceton + Ae., F. 109—110°, deren Hydrierung mit H_2 (+ Pd-Kohle) in W. das *p*-Aminobenzoatsulfat des 1-*Isoamylamino*-2-methyl-2-propanols (Druckfehler im Original; der Referent), $C_{32}H_{52}O_4N_4$ · H_2SO_4 , F. 150—152°, ergibt (GOLDBERG, RINGK u. SPOERRI geben F. 146—148° an). Ob die bei der Red. ihrer „*p*-Nitroester“ (in Wirklichkeit die Amide) mit Sn u. HCl erhaltenen *p*-Aminoderiv., die sie als Ester

ansprechen, wirklich Ester oder Amide darstellen, ist ungewiß. — 48std. Kochen von 1-Isoamylamino-2-methyl-2-propanol mit p-Nitrobenzoylchlorid in mit HCl gesätt. Chlf. ergibt das *p*-Nitrobenzoat des *N*-*p*-Nitrobenzoyl-1-isoamylamino-2-methyl-2-propanols, C₂₃H₂₇O₇N₃ (VIII), Krystalle aus A., F. 127—128°, sowie geringe Mengen VII u. als Hauptprod. 1-Isoamylamino-2-methyl-2-propanolhydrochlorid, C₉H₂₂ONCl, F. 211 bis 213°. VIII entsteht auch aus VII mit p-Nitrobenzoylchlorid in sd. Chlf. u. gibt mit H₂ (+ Pd-Kohle) in verd. A. bei Ggw. von H₂SO₄ das *p*-Aminobenzoatsulfat des *N*-*p*-Aminobenzoyl-1-isoamylamino-2-methyl-2-propanols, C₂₃H₃₁O₃N₃·H₂SO₄, Krystalle aus A., F. 184—185° Zers. — Einige Ester von 1-Cyclohexylamino-2-methyl-2-propanol wurden dargestellt durch Umlagerung der entsprechenden N-Acyllderiv. mit trockenem HCl in Chloroform. Im folgenden sind diese N-Acyllderiv. u. Esterhydrochloride, RCO·N(C₆H₁₁)·CH₂·C(CH₃)₂·OH u. R·O₂C·C(CH₃)₂·CH₂·NH·C₆H₁₁; HCl, angegeben mit den Bruttoformeln, denen der F. folgt; Säure, von denen die Acylgruppe R·CO stammt: *Benzoessäure*, C₁₇H₂₅O₂N, 77,5—78; C₁₇H₂₅O₂NCl, 162—163, für dieses Esterhydrochlorid ist wie für die folgenden auch die anästhet. Wrkg. u. Toxizität angegeben; *Zimtsäure*, C₁₉H₂₇O₂N, Sirup; C₁₉H₂₈O₂NCl, 161—163; *Diphenyllessigsäure*, C₂₆H₃₁O₂N, 154—155,5; C₂₄H₃₂O₂NCl, 172—174; *α-Phenylbuttersäure*, C₂₃H₃₁O₂N, 66,5—68; *Carbanilsäure*, C₁₇H₂₆O₂N₂, 131,5—132,5; C₁₇H₂₇O₂N₂Cl, 196—197 Zers., HCl-Abspaltung mittels Sodalg. liefert das freie *Phenylurethan* des 1-Cyclohexylamino-2-methyl-2-propanols, C₁₇H₂₆O₂N₂, Krystalle aus Pentan, F. 107—107,5°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1738—47. Okt. 1944. New York, Bryn Mawr Coll. u. Columbia Univ.) BEHRLE

Evelyn M. Hancock, Elizabeth M. Hardy, Dorothea Heyl, Mary Elizabeth Wright und Arthur C. Hope, Aminoalkohole und ihre Ester. (Vgl. vorst. Ref.). Es wurden nach den bisherigen Verf. 3-Alkylamino-1-propanole u. einige von deren Estern, die tert. Aminogruppen enthalten, sowie *p*-Dialkylaminobenzoate dargestellt. Im folgenden bezeichnen die im Anschluß an die Verb. gegebenen Zahlen den Kp., den zugehörigen Druck in mm, n_D²⁵, D₄²⁵ u. die hinter der Formel der immer kryst. erhaltenen Pikrate stehende Zahl deren Schmelzpunkt. — 3-Alkylamino-1-propanole, RNH·[CH₂]₃·OH, mit R = 2-Heptyl, C₁₉H₂₃ON, 147—148, 28, 1,4504, 0,8767; C₁₀H₂₃ON·C₆H₅O₂N₃, 70—72; 4-Heptyl, C₁₈H₂₃ON, 140—141, 25, 1,4498, 0,8761; C₁₀H₂₃ON·C₆H₅O₂N₃, 88—89; 2-Octyl, C₁₁H₂₅ON, 153—154, 22, 1,4521, 0,8733; C₁₁H₂₅ON·C₆H₅O₂N₃, 62,5—64; 4-[2.6-Dimethylheptyl], C₁₇H₂₇ON, 147—148, 23, 1,4497, 0,8660; C₁₂H₂₇ON·C₆H₅O₂N₃, 114 bis 115; u. Cyclohexyl, C₆H₁₉ON (I), F. 71—72°, Kp.₁₉ 144—145°, C₆H₁₉ON·C₆H₅O₂N₃, 121—122. — *p*-Nitro- u. *p*-Aminobenzoathydrochloride von 3-Alkylamino-1-propanolen, *p*-NO₂ (oder *p*-NH₂)·C₆H₄·CO₂·[CH₂]₃·NHR; HCl (für letztere ist auch die anästhet. Wrkg. u. Toxizität angegeben) mit R = 2-Heptyl, C₁₇H₂₇O₄N₂Cl, F. 122—124°, C₁₇H₂₆O₄N₂Cl, R. 114—116°; 4-Heptyl, C₁₇H₂₇O₄N₂Cl, 110—111; C₁₇H₂₆O₄N₂Cl, 112 bis 113,5; 2-Octyl, C₁₈H₂₈O₄N₂Cl, 123—124; C₁₈H₃₁O₄N₂Cl, 89—90; 4-[2.6-Dimethylheptyl], C₁₉H₃₁O₄N₂Cl, 167—168; C₁₉H₃₀O₄N₂Cl, 153—154; u. Cyclohexyl, C₆H₁₉O₄N₂Cl, 237 bis 238,5; C₁₆H₂₅O₄N₂Cl, 196,5—197,5. — 2-Dialkylaminoäthanol, RR'N·CH₂·CH₂·OH, mit R u. R' = 2-Octyl, methyl, C₁₁H₂₅ON, 142—143, 28, 1,4469, 0,8656; 2-Octyl, äthyl, C₁₂H₂₇ON, 148—149,5, 29, 1,4452, 0,8562; C₁₂H₂₇ON·C₆H₅O₂N₃, 65—67; Cyclohexyl, methyl, C₆H₁₉ON (vgl. WEDEKIND u. BRUCH, Liebigs Ann. Chem. 471. [1929.] 73), 127—129, 26, 1,4786, 0,9606; C₆H₁₉ON·C₆H₅O₂N₃, 115,5—116; Cyclohexyl, äthyl, C₁₀H₂₁ON, 127—130, 20, 1,4727, 0,9372. — 1-Dialkylamino-2-propanole, RR'N·CH₂·CH(OH)·CH₃, mit R u. R' = 4-[2.6-Dimethylheptyl], methyl, C₁₃H₂₉ON, 128—129, 24, 1,4372, 0,8418; C₁₅H₂₉ON·C₆H₅O₂N₃, 106—107; 4-[2.6-Dimethylheptyl], äthyl, C₁₄H₃₁ON, 134—134,5, 25, 1,4373, 0,8387; C₁₄H₃₁ON·C₆H₅O₂N₃, 63—65; Cyclohexyl, methyl, C₁₀H₂₁ON, 130—131, 28, 1,4658, 0,9283; C₁₀H₂₁ON·C₆H₅O₂N₃, 105—106; Cyclohexyl, äthyl, C₁₁H₂₃ON, 128—129, 22, 1,4624, 0,9148; C₁₁H₂₃ON·C₆H₅O₂N₃, 92—94. — *p*-Nitro- u. *p*-Aminobenzoathydrochloride von 2-Dialkylaminoäthanol, *p*-NO₂ (oder *p*-NH₂)·C₆H₄·CO₂·CH₂·CH₂·NRR'; HCl (für letztere ist auch die anästhet. Wrkg. angegeben) mit R u. R' = 2-Octyl, methyl, C₁₈H₂₉O₄N₂Cl, F. 133,5—134°; C₁₈H₃₁O₄N₂Cl, F. 131,5 bis 133°; 2-Octyl, äthyl, C₁₉H₃₁O₄N₂Cl, 99—100; C₁₉H₃₃O₄N₂Cl, 150,5—152; Cyclohexyl, methyl, C₁₆H₂₃O₄N₂Cl, 193—194 Zers.; C₁₆H₂₅O₄N₂Cl, 196—198 Zers.; Cyclohexyl, äthyl, C₁₇H₂₅O₄N₂Cl, 143,5—144,5; C₁₇H₂₇O₄N₂Cl, 210—212 Zers. — *p*-Nitro- u. *p*-Aminobenzoathydrochloride von 1-Dialkylamino-2-propanolen, *p*-NO₂ (oder *p*-NH₂)·C₆H₄·CO₂·CH(CH₃)·CH₂·NRR'; HCl (bei letzteren auch anästhet. Wrkg.) mit R u. R' = Cyclohexyl, methyl, C₁₇H₂₅O₄N₂Cl, 179,5—180,5; C₁₇H₂₇O₄N₂Cl, 184,5—186,5; Cyclohexyl, äthyl, C₁₈H₂₇O₄N₂Cl, 109—111; C₁₈H₂₉O₄N₂Cl, 180,5—181,5. — Bei den folgenden *p*-Dialkylaminobenzoathydrochloriden, die in W. nur von 0,3—1,0% lösl. sind, ist stets auch die anästhet. Wrkg. im Vgl. mit Cocain u. Procaïn sowie die Toxizität angegeben: *p*-Dialkylaminobenzoathydrochloride von 2-Alkylaminoäthanol, *p*-R₂N·C₆H₄·CO₂·CH₂·CH₂·NHR'; HCl, mit R₂ = Diäthyl u. R' = 2-Octyl, C₂₁H₃₇O₂N₂Cl·H₂O, 70—71;

mit R₂ = Dimethyl u. R' = Cyclohexyl, C₁₇H₂₇O₂N₂Cl, 229,5—230; mit R₂ = Diäthyl u. R' = Cyclohexyl, C₁₉H₃₁O₂N₂Cl, 165,5—166,5. — *p*-Dialkylaminobenzoathydrochloride von 1-Alkylamino-2-propanolen, p-R₂N·C₆H₄·CO₂·CH(CH₃)·CH₂·NHR'; HCl, mit R₂ = Dimethyl u. R' = 4-[2.6-Dimethylheptyl], C₂₁H₃₇O₂N₂Cl, 154,5—155; mit R₂ = Diäthyl u. R' = 4-[2.6-Dimethylheptyl], C₂₃H₄₁O₂N₂Cl, 152,5—153; mit R₂ = Dimethyl u. R' = Cyclohexyl, C₁₉H₃₁O₂N₂Cl, 223—224 Zers.; mit R₂ = Diäthyl u. R' = Cyclohexyl, C₂₀H₃₃O₂N₂Cl, 149—151. — *p*-Dialkylaminobenzoathydrochloride von 2-Alkylamino-1-butanolen, p-R₂N·C₆H₄·CO₂·CH(C₂H₅)·NHR'; HCl, mit R₂ = Dimethyl u. R' = Cyclohexyl, C₁₉H₃₁O₂N₂Cl, 199—199,5; mit R₂ = Diäthyl u. R' = Cyclohexyl, C₂₁H₃₅O₂N₂Cl, 171—171,5. — Spiro-[cyclohexan-1.2'-tetrahydro-1'.3'-oxazin], C₉H₁₇ON, durch Kochen von 3-Amino-1-propanol (II) mit Cyclohexanon in Bzl. (6 Stdn.), Krystalle, F. 44—45°, Kp.₂₉ 119—120°, n_D²⁵ = 1,4864; der niedrige Kp. im Vgl. mit dem des durch Hydrierung gebildeten Aminoalkohols (I) mit Kp.₁₉ 144—145°) beweist, daß obige Struktur u. keine SCHIFFSCHE Base vorliegt. — 3-[4-Heptylidenamino]-1-propanol, C₁₆H₂₉ON, aus II u. Dipropylketon in sd. Bzl., Kp.₂₅ 139—140°, n_D²⁵ = 1,4587, D.₂₅²⁵ = 0,8962; die Mol.-Refr. spricht für das weitgehende Vorliegen in der Form als SCHIFFSCHE Base u. nicht in der Tetrahydro-1.3-oxazinstruktur. — 3-[4-(2.6-Dimethylheptylidenamino)-1-propanol, C₂₂H₂₅ON, aus II u. Diisobutylketon in sd. Bzl., n_D²⁵ = 1,4588, D.₂₅²⁵ = 0,8822. — 1-Cyclohexylamino-2-chlorpropanhydrochlorid, C₉H₁₈NCl; HCl, aus 1-Cyclohexylamino-2-propanol u. SOCl₂ in Methylchlorid, F. 219—220° Zers. — 4'-Methyl-4'-[oxymethyl]-spiro-[cyclohexan-1.2'-oxazolidin], C₁₀H₁₉O₂N (III), durch Kochen von 2-Amino-2-methyl-1.3-propan-diol mit Cyclohexanon in Bzl. (5 Stdn.), Krystalle, F. 56—57°, Kp.₁₆ 147—147,5°, n_D²⁵ = 1,4895, D.₂₅²⁵ = 1,0706. Gibt mit H₂ (+ RANEY-Ni) in A. bei 150° u. 100—130 at 2-Cyclohexylamino-2-methyl-1.3-propan-diol, C₁₀H₂₁O₂N, Krystalle aus A. + Ae., F. 123—125°, das bei 108 Std. Erwärmen mit *p*-Nitrobenzoylchlorid in mit HCl gesätt. Chlf. übergeht in das Di-*p*-nitrobenzoathydrochlorid, C₂₄H₂₆O₈N₂Cl, Krystalle aus A., F. 177—178° Zersetzung. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1747—52. Okt. 1944.)

BEHRLE

Paul Z. Bedoukian, *Eine neue Synthese von α-Bromaldehyden*. Es wird eine allg. Meth. zur Synth. von α-Bromaldehyden aufgezeigt, die darauf beruht, daß die aus Aldehyden wie Isobutyraldehyd, Hept-, Phenylacetaldehyd in 40—60% Ausbeute dargestellten Enolacetate durch Bromierung u. folgende Einw. von Methanol zu 75—80% übergehen in α-Bromaldehyddimethylacetale, deren Hydrolyse zu α-Bromaldehyden führt (25—95% Ausbeute). — 8std. Kochen von 1 Mol Isobutyraldehyd mit 1,5 Mol Acetanhydrid u. 1,25 Mol K-Acetat liefert das Enolacetal, C₆H₁₀O₂ = C₂H₅·CH:CH·O·CO·CH₃, Kp. 124—126°, n_D²⁵ = 1,4178, D.₂₅²⁵ = 0,9297. Daraus mit Br in CCl₄ unterhalb 10° u. 2tägigem Stehenlassen mit CH₃·OH α-Bromisobutyraldehyddimethylacetal, C₆H₁₃O₂Br, Kp.₁₀ 52—54°, n_D²⁵ = 1,4480, D.₂₅²⁵ = 1,2792. Kochen mit konz. HCl ergibt in 60% Ausbeute α-Bromisobutyraldehyd, Kp. 113—115°, n_D²⁵ = 1,4518, D.₂₅²⁵ = 1,383; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₁₀H₁₁O₄N₂Br, F. 116°. — Heptaldehydenolacetal, Kp.₁₇ 88—90°, n_D²⁵ = 1,4303, D.₂₅²⁵ = 0,8826. — α-Bromheptaldehyddimethylacetal, C₉H₁₉O₂Br, Öl, Kp.₁₇ 117—119°, n_D²⁵ = 1,4520, D.₂₅²⁵ = 1,195. Daraus in 95% Ausbeute α-Bromheptaldehyd, Kp.₁₇ 90°, n_D²⁵ = 1,4600, D.₂₅²⁵ = 1,230; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₁₃H₁₇O₄N₂Br, F. 106°. — Phenylacetaldehyddenolacetal, Kp.₁₀ 113—115°, n_D²⁵ = 1,550, D.₂₅²⁵ = 1,061. — α-Bromphenylacetaldehyddimethylacetal, C₁₀H₁₃O₂Br, Kp.₁₀ 133—135°, n_D²⁵ = 1,5395, D.₂₅²⁵ = 1,343. Gibt bei 15 Min. langem Kochen mit 50% ig. Citronensäure zu 25% α-Bromphenylacetaldehyd, C₈H₇OBr, Kp.₁₀ 108—109°, n_D²⁵ = 1,5900, D.₂₅²⁵ = 1,521; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₁₄H₁₁O₄N₂Br, F. 139°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1325—27. Aug. 1944. Montreal, Canada, W. J. Bush & Co.)

BEHRLE

John A. Spence und Ed. F. Degering, *Kondensationen von Keten*. Wie mit Ketonen (GWYNN u. DEGERING, J. Amer. chem. Soc. 64. [1942.] 2216) vereinigt sich Keten in Ggw. von etwas konz. H₂SO₄ bei 70° mit Diketonen u. Ketonsäureestern. So wurden erhalten die Enolacetate von Acetessigsäureäthylester, CH₃·C(O·CO·CH₃):CH·CO₂·C₂H₅, Kp.₁₀ 89°; von Acetylaceton, Kp.₁₁ 79°; von Lävulinsäureäthylester, Kp.₆ 89—90°; u. von Diacetyl, Kp.₃ 34—45°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1624. Okt. 1944. Lafayette, Ind., Purdue Univ.)

BEHRLE

Erik Larsson, *Über einige schwefelhaltige β-Substitutionsprodukte der Isobuttersäure*. Vf. beschreibt die Darst. einiger β-Alkyl-, β-Aryl- u. β-Aralkylsulfidisobuttersäuren der allg. Formel R·S·CH₂·CH(CH₃)·COOH. Durch Oxydation wurden daraus die ent-

sprechenden Sulfonsäuren dargestellt. Ferner wurde durch Oxydation der β -Benzylsulfidisobuttersäure eine β -Benzylsulfoxydisobuttersäure erhalten.

Versuche: β -Methylsulfidisobuttersäure, $C_5H_{10}O_2S$ (I), aus Dimethylsulfat oder methylschwefelsaurem Kalium u. dem Dinatriumsalz der β -Mercaptoisobuttersäure (II) in wss. Lsg.; farbloses Öl, Kp.₁₂ 129—130°, D.₄²⁰ = 1,1086, n_D²⁰ = 1,4815. — Oxydation von I mit Br₂ oder KMnO₄ gibt β -Methylsulfonylisobuttersäure, $C_5H_{10}O_4S$. Aus Essigäther + PAe. F. 134°. — β -Äthylsulfidisobuttersäure, $C_6H_{12}O_2S$ (III), aus Äthylbromid u. dem Dinatriumsalz der II in wss.-alkohol. Lsg.; farbloses Öl, Kp.₁₂ 140—141°, D.₄²⁰ = 1,0684, n_D²⁰ = 1,4780. — Oxydation von III gibt β -Äthylsulfonylisobuttersäure, $C_6H_{12}O_4S$. Aus Essigäther + PAe. F. 82°. — β -n-Propylsulfidisobuttersäure, $C_7H_{14}O_2S$, Kp.₆ 138 bis 139°, D.₄²⁰ = 1,0405, n_D²⁰ = 1,4761. — β -n-Propylsulfonylisobuttersäure, $C_7H_{14}O_4S$. Aus Essigäther + PAe. F. 75—76°. — β -Isopropylsulfidisobuttersäure, $C_7H_{14}O_2S$, Kp.₈ 135—137°, F. 31°. — β -Isopropylsulfonylisobuttersäure, $C_7H_{14}O_4S$. Aus Essigäther + PAe. F. 109°. — β -Phenylsulfidisobuttersäure, $C_{10}H_{12}O_2S$. Aus PAe. F. 45°. — β -Phenylsulfonylisobuttersäure, $C_{10}H_{12}O_4S$. Aus W. F. 113°. — β -Benzylsulfidisobuttersäure, $C_{11}H_{14}O_2S$ (IV). Aus PAe. F. 43°. — Aus IV durch Oxydation mit K₂S₂O₈ bzw. H₂O₂: β -Benzylsulfoxydisobuttersäure, $C_{11}H_{14}O_4S$. Aus Bzl. F. 110—111°. — Oxydation von IV mit Br₂ gibt β -Benzylsulfonylisobuttersäure, $C_{11}H_{14}O_4S$. Aus W. F. 154°. — β -(β -Phenylsulfid)-isobuttersäure, $C_{12}H_{16}O_2S$, Kp.₆ 190—195° Zers., D.₄²⁰ = 1,1207, n_D²⁰ = 1,5450. — β -(β -Phenylsulfon)-isobuttersäure, $C_{12}H_{16}O_4S$. Aus Essigäther + PAe. F. 93°. — β -Bromisobuttersäure, $C_4H_8O_2Br$ (V), aus Methacrylsäure u. HBr, Kp.₁₃ 116 bis 118°. — β -Äthylanthogenisobuttersäure, $C_7H_{12}O_2S$ (VI), aus V u. K-Äthylanthogenat. Gelbe Fl., die unterhalb 0° erstarrt. — II, $C_4H_8O_2S$, aus V u. NaHS in wss. Lsg. oder durch Spaltung von VI, Kp.₁₀ 112—114°. — Oxydation von II mit Br₂ gibt β -Dithio-disobuttersäure, F. 87°. — Oxydation von II mit Br₂ gibt β -Sulfoisobuttersäure, $C_4H_8O_3S$, Öl. Das neutrale Ba-Salz kryst. aus W. in Tafeln. (Chalmers Tekn. Höögskolas Handl. 1944. Nr. 35. 1—17. Gothenburg, Chalmers TH., Inst. organ. Chemie.) WINIKER

Arthur Michael und Howard S. Mason, Normale Addition von Bromwasserstoff an 3-Butensäure, 4-Pentensäure und 5-Hexensäure in Hexan. Das Ziel der Unters. war, den Einfl. eines nichtpolaren Lösungsm. auf den Verlauf der HBr-Anlagerung an ω -ungesätt. olefin. Säuren festzustellen. Unter strengem Ausschluß von O₂ wurde in Hexan HBr ganz überwiegend in n. Weise addiert u. je nach den Versuchsbedingungen Reaktionsprodd. erhalten, die bei 3-Butensäure zu 88—100% aus β -Brombuttersäure, bei 4-Pentensäure zu 89—97% aus γ -Bromvaleriansäure u. bei 5-Hexensäure zu 75—98% aus ϵ -Bromcapronsäure bestanden. Als Antioxydant diente in den meisten Fällen Diphenylamin in Mengen von etwa 0,005—0,007 Mol/Mol Säure; die Dauer der Einw. lag zwischen 1 u. 14 Tagen; die Gesamtausbeuten betragen mindestens 85%, meist jedoch mehr als 96% an bromierten Säuren. Zur Best. des Anteils der Isomeren in den Bromfettsäuregemischen wurde die verschied. Geschwindigkeit ihrer Umsetzung mit saurer alkohol. AgNO₃-Lsg. herangezogen. Die Bestimmungen wurden folgendermaßen ausgeführt: Probe von 0,100 g in 5,00 ccm 95% ig. A. mit 20 ccm HNO₃ (1:4) u. 25 ccm 0,1 n AgNO₃-Lsg. vermischt, genau 15,0 Min. im Thermostaten von 27° aufbewahrt u. nichtverbrauchtes Ag⁺ mit 0,1 n NH₄CNS zurücktitriert (Fehler der einzelnen Best. etwa \pm 1%). Unter den gegebenen Bedingungen setzten sich von δ -Bromvaleriansäure 7,0%, von γ -Bromvaleriansäure 93%, von ϵ -Bromcapronsäure 5,6% u. von δ -Bromcapronsäure 99,5% um. Wenn das HNO₃ weggelassen wurde, blieb die Reaktionsgeschwindigkeit der γ -Bromvaleriansäure unverändert, die Umsetzung des δ -Isomeren stieg auf 30% in 15 Minuten. (J. Amer. chem. Soc. 65. 683—86. April 1943. Bethesda, Md., Harvard Univ.) NAFZIGER

M. L. Fein, W. P. Ratchford und C. H. Fisher, Darstellung und Pyrolyse von Milchsäurederivaten. Bildung von β -Alkoxyäthyl- und Tetrahydrofurfurylacrylaten. Die therm. Zers. durch Leiten der Dämpfe durch ein auf 475—525° erhitztes Pyrexglasrohr (zur App. vgl. FILACHIONE u. Mitarbeiter, J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 494) ergab aus β -Alkoxyäthyl- α -acetoxypropionaten in 26—47% Ausbeute die entsprechenden β -Alkoxyäthylacrylate (neben Essigsäure, Acetaldehyd, CO, CO₂ u. KW-stoff-Gasen), während die Pyrolyse von α -Acetoxypropionsäuretetrahydrofurfuryl-ester (I), Kp.₁₀ 139°, n_D²⁰ = 1,4440, in Bestätigung der Angaben von CLABORN (A. PP. 2 222 363 [1940], 2 229 997 [1941]) in 70% Ausbeute zu Acrylsäuretetrahydrofurfuryl-ester, Kp.₃ 87°, n_D²⁰ = 1,4580, D.₄²⁰ = 1,0643, führte. — Durch Veresterung von Milchsäure (II) bei Ggw. von konz. H₂SO₄ in sd. Bzl. (10 Stdn.) (Veresterung von II mit β -Äthoxyäthanol zu β -Äthoxyäthylactat erfolgte durch Erhitzen in Ggw. von Al-Amalgam) oder durch Alkoholyse von Äthylactat wurden erhalten folgende Lactate: β -Methoxyäthyl-, Kp.₆ 81 bis 82°, n_D²⁰ = 1,4293, D.₄²⁰ = 1,0990; β -Äthoxyäthyl-, Kp.₅ 86—87°, n_D²⁰ = 1,4290,

D.₂₀⁴ = 1,0591; β -Butyloxyäthyl-, Kp.₆ 109—110°, n_D²⁰ = 1,4321, D.₂₀⁴ = 1,0125, u. Tetrahydrofurfuryl-, Kp._{12,3} 132°, n_D²⁵ = 1,4555, D.₂₅²⁵ = 1,1359. Acetylierung dieser Ester mit 10% ig. Überschuß an Acetanhydrid lieferte die α -Acetoxypropionsäureester: β -Methoxyäthyl-, Kp.₇ 100—101°, n_D²⁰ = 1,4218, D.₂₀⁴ = 1,0946; β -Äthoxyäthyl-, Kp.₆ 105—106°, n_D²⁰ = 1,4220, D.₂₀⁴ = 1,0619; β -Butyloxyäthyl-, Kp.₅ 120—121°, n_D²⁰ = 1,4259, D.₂₀⁴ = 1,0284 u. I. Pyrolyse der letzteren wie oben ergab die Acrylate: β -Methoxyäthyl-, Kp.₁₂ 56°, n_D²⁰ = 1,4272, D.₂₀⁴ = 1,0131; β -Äthoxyäthyl-, Kp.₁₅ 77°, n_D²⁰ = 1,4270, D.₂₀⁴ = 0,9813; u. β -Butyloxyäthyl-, Kp.₆ 80°, n_D²⁰ = 1,4310, D.₂₀⁴ = 0,9491. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1201—03. Juli 1944. Philadelphia, Pa., Eastern Reg. Res. Labor.)

BEHRLE

Robert Levine und Charles R. Hauser, Die Carbäthoxylierung und Carbonatierung von Ketonen unter Verwendung von Natriumamid. Synthese von β -Ketoestern. XXVIII. Mitt. über Kondensationen. (XXVII. vgl. J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 1231.) β -Ketoester werden in dieser Arbeit nach 2 Verff. hergestellt: A) durch Überführung des betreffenden Ketons in die Na-Verb. mittels 2 Mol NaNH₂ in fl. NH₃, Ersatz des fl. NH₃ durch absol. Ae. u. folgendes 2 std. Kochen mit Diäthylcarbonat, B) durch Carbonatierung obiger Na-Verb. des Ketons mit CO₂ als Trockeneis u. Veresterung mit Diazomethan in Aether. So lieferte Methyläthylketon nach Verf. A Propionyllessigsäure (I) als Äthylester, Kp.₁₇ 91—93°, sowie α -Methylacetessigsäureäthylester, Kp.₁₅ 82,5—84°; nach B den Methyl ester von I, Kp.₁₅ 73—76°; Methylpropylketon nach A *n*-Butyrylessigsäure als Äthylester, Kp.₁₅ 93—95,5°, nach B als Methyl ester, Kp.₁₅ 82,5—85°; Methylisobutylketon nach A Isovalerylessigsäure als Äthylester, Kp.₁₄ 96,5—99,5°, nach B als Methyl ester, Kp.₂₀ 93—96°; Methyl-*n*-hexylketon *n*-Heptanoylessigsäure als Äthylester, Kp.₁₀ 122,5—126°, bzw. Methyl ester, Kp.₆ 109—113°; Methyl-*tert*-butylketon γ , γ -Trimethylacetyllessigsäure als Äthylester, Kp.₁₅ 96—98°, bzw. Methyl ester, Kp.₁₇ 82—84°; Diisopropylketon nach B Isobutyrylisobuttersäuremethyl ester, Kp.₂₇ 93°; Diisobutylketon nach A Isovalerylisovaleriansäure als Äthylester, Kp.₁₅ 118—119,5°, nach B als Methyl ester, Kp.₁₅ 114—115°; Acetophenon Benzoylessigsäure als Äthylester, Kp.₁₂ 149—151°, bzw. Methyl ester, Kp.₁₅ 151—152°; Butyrophenon nach B Benzoyl-*n*-buttersäuremethyl ester, Kp.₁₃ 154—155°; Cyclohexanon Cyclohexanon-1-carbonsäure-2 als Äthylester, Kp.₁₁ 106—109°, bzw. Methyl ester, Kp.₁₀ 94—95° (beide Ester identifiziert als 1-Phenyl-3,4-cyclotetramethylenpyrazolon-5, C₁₃H₁₄ON₂, F. 177°); Campher Camphercarbonsäure als Äthylester, Kp.₁₉ 159—161°, bzw. Methyl ester, Kp.₁₂ 142—143° (beide identifiziert als das Phenylpyrazolon der Camphercarbonsäure, C₁₇H₂₀ON₂, F. 157—158°, während BRUHL, Ber. dtsch. chem. Ges. 24. [1891.] 3394, F. 132° angibt); u. 2-Acethionon nach A β -Keto- β -[2-thienyl]-propionsäureäthylester, Kp.₅ 150—153°, identifiziert als 1-Phenyl-3-[α -thienyl]-pyrazolon-5, C₁₃H₁₀ON₂S, F. 137° korrigiert. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1768—70. Okt. 1944. Durham, N. C., Duke Univ.)

BEHRLE

David S. Breslow, Erwin Baumgarten und Charles R. Hauser, Eine neue Synthese von β -Ketoestern von Typus RCO·CH₂·COOC₂H₅. Die durch Acylierung von Malonsäureäthylester-*tert*-butylester, C₂H₅·O₂C·CH₂·CO₂·C(CH₃)₃ (I), mit einem Säurechlorid entstehenden Malonester der Formel RCO·CH(CO₂·C₂H₅)·CO₂·C(CH₃)₃ spalten in der Hitze Isobutylen ab unter Bldg. der Ketonensäureester RCO·CH₂·CO₂·C₂H₅. — In 48—55% Ausbeute wird I, Kp.₁₇ 98—99°, aus Malonester erhalten durch Überführung in Krystalle von KO₂C·CH₂·CO₂·C₂H₅, Freisetzen von HO₂C·CH₂·CO₂·C₂H₅ mittels verd. HCl, Umwandlung in Äthylmalonylchlorid, ClOC·CH₂·CO₂·C₂H₅, Kp.₂₂ 83°, mittels Phthalylchlorid bei 100—110° u. Erhitzen mit Butylalkohol u. Dimethylamin in wasserfreiem Äther. — Erhitzen von Mg in A. u. etwas CCl₄ mit I in A. + Ae. liefert C₂H₅·O·Mg·CH(CO₂·C₂H₅)·CO₂·C(CH₃)₃ (II), des beim Erhitzen mit Propionylchlorid übergeht in nicht näher beschriebenen Propionylmalonsäureäthylester-*tert*-butylester; dieser gibt beim Erhitzen in Bzl. bei Ggw. von Toluolsulfonsäure unter starker Gasentw. Propionyllessigsäureäthylester, Kp.₁₇ 88—93° (63% Ausbeute); Cu-Salz, Krystalle aus Ligroin, F. 143—144°, korrigiert. — Zur analogen Gewinnung von Furoyllessigsäureäthylester, Kp.₁₀ 137—139°, mittels Furoylchlorid wurde II dargestellt durch Rk. von I mit Mg(OC₂H₅)₂, dessen Herst. nach MEERWEIN u. SCHMIDT (Liebigs Ann. Chem. 444. [1925.] 236) verbessert wird. — Nach obiger Reaktionsfolge ließ sich aus Butylmalonsäureäthylester in 71% Ausbeute Äthylbutylmalonylchlorid, Kp._{9,5} 90—107°, mittels SOCl₂ erhalten, daraus Butylmalonsäureäthylester-*tert*-butylester, Kp.₁₅ 126 bis 128°, in 81% Ausbeute. Gibt mit Mg(OC₂H₅)₂ u. Benzoylchlorid α -*n*-Butylbenzoylessigsäureäthylester, C₁₅H₂₀O₃, in 48% Ausbeute, Kp.₅ 157—161°. Daraus in A. mit fl. NH₃ das Amid, C₁₃H₁₇O₂N, Krystalle aus verd. A., F. 153—154°, korrigiert. — Die Dampfdest. von Benzoylmalonsäureäthylester mit sehr verd. H₂SO₄ lieferte zu 27% Benzoylessigsäureäthylester, Kp.₂ 114—116°; Cu-Salz, F. 182—183°, korrigiert. Analog in 7%

Ausbeute aus Propionylmalonsäurediäthylester *Propionyllessigsäureäthylester* als Cu-Salz. — Ferner wurden dargestellt die Ester $\text{RCO} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CO}_2 \cdot \text{C}_2\text{H}_5$ mit $\text{R} = \text{Cyclohexyl}$, Kp.₁₈ 146—150°; = *Benzyl*, Kp.₁₈ 154—156°; u. = $\text{CH}_3 \cdot \text{CH} \cdot \text{CH}$., Kp.₁₈ 101—105°; *Cu-Salz*, $\text{Cu}(\text{C}_8\text{H}_{11}\text{O}_3)_2$, F. 159°, korrigiert. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1286—88. Aug. 1944. Durham, N. C., Duke Univ.)

BEHRLE

Heinz Fraenkel-Conrat und Harold S. Olcott, Veresterung von Fett- und Aminosäuren mit 1,2-Epoxyden in wäßriger Lösung. Es wird gezeigt, daß ebenso wie bei Proteinen (FRAENKEL-CONRAT, J. biol. Chemistry 154. [1944.] 227) auch bei Fett- u. Aminosäuren bei Einw. von Äthylenoxyd oder Propylenoxyden in wss. Lsg. oder Suspension bei Zimmertemp., schneller in Ggw. von etwas Alkali, Veresterung der Carboxylgruppe eintritt. So wurde erhalten mit Äthylenoxyd *Äthylenglykolmonovalerat*, $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_3$, Kp._{0,5-1} 56—57°, $n_D^{25} = 1,4300$, in 58—63% Ausbeute u. ferner mit Propylenoxyd *Propylenglykol-1-monobutyrat*, $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_3$, Kp.₁ 57°, $n_D^{25} = 1,4246$, das auch synthetisiert wurde aus 1-Chlor-2-propanol u. Na-Butyrat in sd. Alkohol. — Die bei Behandlung von Benzoyl-dl-alanin in NaOH mit Mono-Na-Glutamat sowie von Alanin in Ggw. von Na-Acetat mit Propylenoxyd erhaltenen Veresterungsprodd. konnten wie auch ihre Derivv. nicht kryst. gewonnen werden. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1420—21. Aug. 1944. Albany 6, Calif., Western Reg. Res. Labor., U. S. Dep. of Agric.)

BEHRLE

N. Lichtenstein, Darstellung von *l-Leucyl-l-glutaminsäureanhydrid* und sein Verhalten gegen Proteinase. Kuppeln von dl- α -Bromisocapronylbromid mit *l*-Glutaminsäure in alkal. Lsg., Aminieren des Reaktionsprod. mit konz. NH_3 bei 37° (3 Tage) u. Behandeln des eingedampften Gemischs mit W. u. A. ergibt als Rückstand *l-Leucyl-l-glutaminsäure* (I), Krystalle, $[\alpha]_D^{14} = +10,2^\circ$ (1nHCl), während die diastereoisomere *d-Leucyl-l-glutaminsäure* zusammen mit NH_4Br in der wss.-alkohol. Phase verbleibt, Eindst. Erhitzen der Lsg. von I in β -Naphthol auf 170—180° führt zu *l-Leucyl-l-glutaminsäureanhydrid*, $\text{C}_{11}\text{H}_{16}\text{O}_4\text{N}_2$, Krystalle aus A., F. 213—215°, das weder von Pankreatin noch von Papain hydrolysiert wird. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1103—04. Juli 1944. Jerusalem, Hebräische Univ.)

BEHRLE

J. H. Simons und Harold Hart, Chlorwasserstoff als Kondensationsmittel. Die Kondensation von *Bzl.* (I) u. *Toluol* (II) mit Alkylchloriden, Acylchloriden oder Cyclohexen in einer Cu-Bombe unter Druck in der Hitze wird durch HCl katalysiert in analoger Weise wie durch HF (SPBAUER u. SIMONS, J. Amer. chem. Soc. 64. [1942.] 648). Die Ausbeuten sind gut, u. die Rkk. erfolgen ohne Bldg. von teerigen Rückständen. So wurde erhalten *p-tert.-Butyltoluol*, aus II mit *tert.-Butylchlorid* (III) bei 235°, Kp. 188 bis 189°; *p-Isopropyltoluol*, Kp. 175—176°, neben *z.z'-Diisopropyltoluol*, Kp. 216—220°, aus II u. *Isopropylchlorid* (IV) bei 235°; *p-sek.-Butyltoluol*, Kp. 193—194°, aus II u. *n-Butylchlorid* (V) bei 235°; *tert.-Butylbenzol*, Kp. 168,0—168,8°, neben *p-Di-tert.-butylbenzol*, F. 76—77°, aus I u. III bei 150°; *Isopropylbenzol*, Kp. 152,3°, u. *p-Diisopropylbenzol*, Kp. 206—207°, aus I u. IV bei 235°; *sek.-Butylbenzol*, Kp. 172—173°, aus I u. V bei 195°; *Benzophenon*, F. 49°, in 4,4% Ausbeute aus I u. $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{COCl}$ bei 200°. — Bei der Rk. von I mit *Cyclohexen* (VI) konkurrieren 2 Seitenrkk. mit der Alkylierung, Addition von HCl an die Doppelbindung u. Polymerisation von VI, man erhält also je nach den Bedingungen *Cyclohexylbenzol*, Kp. 236—238°, *Cyclohexylchlorid*, Kp. 142 bis 143°, u. wenig polymeres VI in wechselnden Mengen. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1309—12. Aug. 1944. Pennsylvania State Coll.)

BEHRLE

V. I. Komarewsky und W. C. Shand, Katalytische Aromatisierung von verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffen. Aliphat. KW-stoffe mit einem quaternären C-Atom, das direkte Aromatisierung nicht gestattet, dehydrocyclisieren unter Bldg. von aromat. KW-stoffen in Ggw. von Cr_2O_3 (10%) + Al_2O_3 (90%) (Vers. bei 465°). Es muß also intermediär Isomerisierung erfolgt sein. — Die fl. Reaktionsprodd. bestanden aus Aromatics neben Olefinen u. nicht in Rk. getretenem KW-stoff; Naphthen-KW-stoffe fehlten. Den Hauptbestandteil der aromat. KW-stoffe machte *m-Xylol* aus bei 2,2-Dimethylhexan (I), 2,2-Dimethylhexen-3 (II), 2,2-Dimethylheptan (III), 2-Methylheptan (IV) u. 2-Methylhepten-6 (V), während aus 2,3-Dimethylhexan, Kp. 115—115,5°, $n_D^{20} = 1,4010$, erwartungsgemäß *o-Xylol* erhalten wurde. — 2,2-Dimethyl-3-hexanol, aus *tert.-Butyl-MgBr* u. Butyraldehyd in Ae., gibt über Al_2O_3 bei 350° II, Kp. 99—100°, $n_D^{20} = 1,4067$, das in Ggw. von 5% Pt auf Al_2O_3 bei 180° hydriert wurde zu I, Kp. 107°, $n_D^{20} = 1,3930$. — 2,2-Dimethyl-3-heptanol, aus *tert.-Butyl-MgCl* u. *n-Valeraldehyd*, wurde übergeführt in III, Kp. 130—131°, $n_D^{20} = 1,4024$. — Kondensation von Allylchlorid u. Isoamyl-MgCl in Ae. ergibt V, Kp. 115—116°, $n_D^{20} = 1,4122$, dessen Hydrierung zu IV, Kp. 117°, $n_D^{20} = 1,3945$, führt. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1118—19. Juli 1944. Chicago, Ill., Inst. of Techn.)

BEHRLE

R. N. Keller und Peter A. S. Smith, *Direkte aromatische Aminierung: Eine neue Reaktion von Hydroxylamin-O-sulfonsäure*. Für die schon ältere Annahme, daß die Aminierung von arom. Kernen durch *Hydroxylamin-O-sulfonsäure*, $H_2N \cdot O \cdot SO_3H$ (I), wie durch N_3H über NH oder NH_2^+ als Intermediärprod. verläuft, wird weiteres Beweismaterial beigebracht. — Die sich oberhalb 60° vollziehende Aminierung von arom. Verb. durch I erfolgt am besten mit 1 Mol I, ca. 2 Mol $AlCl_3$ u. einem Überschuß der arom. Verbindung. So liefert Toluol bei einw. von I bei $95-105^\circ$ viel *p-Toluidin*. Aus Bzl. erhält man 28% *Anilin*, auf I berechnet. In abnehmenden Ausbeuten ließen sich mit I + $AlCl_3$ aminieren *o-Xylol*, wohl zu 3.4- u. 2.3-Dimethylanilin, *m-Xylol* zu 2.4-Dimethylanilin, *p-Xylol* zu *p-Xylidin*, *Chlorbenzol* zu wohl hauptsächlich 4-Chloranilin u. Nitrobenzol zu vielleicht 3-Nitroanilin. Bei UV-Bestrahlung einer Lsg. von N_3H in Toluol bei 15° ließ sich Bldg. von Amin durch Diazotierung u. Kuppeln mit β -Naphthol zu einem orangefarbenen Azofarbstoff feststellen. Aminierung von Toluol mit N_3H u. $AlCl_3$ nach SCHMIDT (Ber. dtsh. chem. Ges. 57. [1924.] 704) ergab *p-* neben *o-Toluidin*. Geringe Mengen Amin entstanden aus Nitrobenzol mit N_3H + $AlCl_3$. — Bei Einw. von $AlCl_3$ auf N_3H entsteht unter Gasentw. in symm. Tetrachloräthan viel NH_3 u. in Pa. viel N_2H_4 , was auf der Grundlage der von $AlCl_3$ bewirkten Anfangsrk. $N_3H = NH + N_2$ erklärt wird. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1122—24. Juli 1944. Ann Arbor, Univ. of Michigan.)

BEHRLE

Stewart E. Hazlet und Clinton A. Dornfeld, *Die Reduktion von aromatischen Nitroverbindungen mit aktiviertem Eisen*. Red. von arom. Nitroverb. mit durch konz. HCl aktiviertem granuliertem Fe + W. in sd. Bzl. lieferte meist in guter Ausbeute die Aminoverbindungen. So wurde übergeführt Nitrobenzol in *Anilin*, *o-* u. *p-Nitrotoluol* in *o-* u. *p-Toluidin*, 4-Nitrodiphenyl in 4-Aminodiphenyl, α -Nitronaphthalin in α -Naphthylamin, *o-Chlor-* u. *p-Bromnitrobenzol* in *o-Chlor-* u. *p-Bromanilin*, 2-Chlor-4-nitrotoluol in 3-Chlor-4-methylanilin, *o-*, *m-* u. *p-Nitroanilin* in *o-*, *m-* u. *p-Phenyldiamin*, 6-Nitro-2-aminonaphthalin in 2.6-Diaminonaphthalin, *o-* u. *p-Nitrophenol* in *o-* u. *p-Aminophenol*, *p-Nitrophenylacetat* in *p-Aminophenylacetat*, *p-Nitrophenylbenzolsulfonat* in *p-Aminophenylbenzolsulfonat*, $C_{12}H_{11}O_2NS$, Kristalle (aus verd. Methanol), F. $100-101^\circ$; u. *n-Butyl-p-nitrobenzoat* in *n-Butyl-p-aminobenzoat*. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1781—82. Okt. 1944. Pullman, Wash., State Coll. of Washington.)

BEHRLE

J. L. Bullock und E. T. Mitchell, *Die Dampfphasennitrierung von Toluol*. In Erweiterung der früher (C. 1942. I. 3184) mitgeteilten Unters. wird die Nitrierung von Toluol mit 70, 80 u. 90%ig. HNO_3 zwischen 150 u. 350° beschrieben. Die Gesamtausbeute an Mononitrotoluol steigt dabei von 39 auf 74%, wobei eine geringe Tendenz zur Erhöhung der Ausbeute an der *p-Verb.* besteht; der Effekt auf das Isomerenverhältnis ist jedoch nur gering. Ein Gleichgewicht zwischen den Isomeren konnte nicht festgestellt werden (vgl. NORRIS u. TURNER, C. 1939. II. 3396). Die Ausbeuten betragen 55% *o-*, 5% *m-* u. 40% *p-Verbindung*. Als Nebenprodd. wurden durch fraktionierte Dest. u. Krystallisation 2.4-Dinitrotoluol, *p-* u. *o-Nitrobenzoesäure*, 2.4.6-Trinitro-3-oxynitrobenzoesäure u. 2.4-Dinitrobenzoesäure isoliert. (J. Amer. chem. Soc. 65. 2426—28. Dez. 1943. Worcester, Mass., Clark Univ.)

GOLD

L. Chas. Raiford und Arthur L. LeRosen, *Die Nitrierung von bromierten Fluorphenolen mittels des Zinckeverfahrens*. Behandlung von 2.6-Dibrom-4-fluorphenol mit $NaNO_2$ u. Eisessig bei $14-18^\circ$ liefert 2-Brom-4-fluor-6-nitrophenol, $C_6H_3O_3NBrF$, gelbe Nadeln aus Chlf., F. 67° . Ebenso gibt 2-Fluor-4.6-dibromphenol 2-Fluor-4-brom-6-nitrophenol, $C_6H_3O_3NBrF$, hellgelb, F. 62° , u. 2-Fluor-6-brom-4-nitrophenol, $C_6H_3O_3NBrF$, Kristalle aus Chlf., F. 101° , nicht flüchtig mit W.-Dampf, leichter lösl. in verd. Essigsäure als die vorangehende Verbindung. — Nitrierung von 2.4.6-Tribrom-3-fluorphenol mit $NaNO_2$ u. Eisessig führt zu 2.4-Dibrom-3-fluor-6-nitrophenol, $C_6H_2O_3NBr_2F$ (I), gelbe Nadeln aus verd. A., F. 76° , u. 2.6-Dibrom-3-fluor-4-nitrophenol, $C_6H_2O_3NBr_2F$, Nd., F. 122° Zers.; Na-Salz, $C_6HO_3NBr_2FNa$; 2,5 H_2O , hellgelb, unlösl. in Chlf. — I entsteht auch aus 3-Fluor-4.6-dibromphenol in Eisessig mit $HNO_3 \cdot H_2SO_4$. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1872—73. Nov. 1944. State Univ. of Iowa.)

BEHRLE

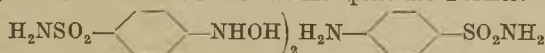
Otto Haas und Gregg Dougherty, *Tribenzylsulfoniumhydroxyd und sein saures Sulfat*. Erwärmen von Dibenzylsulfid mit konz. H_2SO_4 auf $70-80^\circ$ (10 Min.) ergibt das saure Tribenzylsulfoniumsulfat, $(C_6H_5 \cdot CH_2)_3S \cdot O \cdot SO_3 \cdot OH$ (I), Kristalle aus A., F. 171° . — Tribenzylsulfoniumhydroxyd, $C_{21}H_{22}OS$, aus I mit $AgNO_3$ in A. oder durch Erhitzen des Nitrats mit W. oder so gut wie quantitativ beim Behandeln von Tribenzylsulfoniumjodidmercurijodid ($C_{21}H_{21}J_2SHg$, gelbe Platten vom F. $137-138^\circ$) mit $AgNO_3$, Nadeln aus W., F. 133° . (J. Amer. chem. Soc. 65. 1238—39. Juni 1943. Princeton, N. J., Princeton Univ.)

BEHRLE

Keith Wilson Wheeler und **Ed. F. Degering**, *Darstellung und Eigenschaften von bestimmten Derivaten des Sulfamids*. Durch Rk. von Dialkylsulfamylchloriden, R₂N·SO₂Cl mit verschied. Aminen (bei fl. ohne Lösungsmittel, bei festen in sd. Bzl. oder Ae.) wie N-Alkylanilinen, 2-Aminopyridin u. Piperidin wurden tri- u. tetrasubstituierte Sulfamide in Krystallen erhalten, wenig lösl. in kaltem W., mehr in heißem W., leicht lösl. in den meisten organ. Lösungsmitteln, sehr leicht lösl. in Pyridin, lösl. in konz. H₂SO₄, unlösl. in Petroläther. Zur Reinigung u. Umkrystallisation diente CCl₄. Die Verb. sind viel beständiger als Sulfamid, SO₂(NH₂)₂.—[β-Carboxyacetyl]-sulfamid, C₃H₅O₅N₂S = HO₂C·CH₂·CO·NH·SO₂·NH₂, aus Malonsäuremonochlorid mit Sulfamid in Ae., Krystalle aus W. oder wss. Methanol, F. 147° Zers.; gibt mit alkohol. H₂SO₄ eine wahrscheinlich den Äthylester darstellende Verb. vom F. 84—85°. — Die Ausbeute an *Dimethylsulfamylchlorid*, (CH₃)₂N·SO₂Cl, bei der Gewinnung nach BEHREND (Liebigs Ann. Chem. 222. [1884.] 116) ließ sich auf 80% erhöhen. — Es sind beschrieben an Deriv. von Sulfamid *N,N,N'*-Trimethyl-*N'*-phenyl-, F. 45,5—46,0°, korrr. (alle folgenden FF., für die nur die Zahlen angegeben sind, sind korrr.); *N,N*-Dimethyl-*N'*-äthyl-*N'*-phenyl-, (CH₃)₂N·SO₂·N(C₂H₅)·C₆H₅, 31,5—32,0; -*o*-tolyl-, 104,8—105,2; -*m*-tolyl-, 80,5—81,0; -2,4-dimethylphenyl-, 132,0—132,5; -*o*-, 75,5—76,0; -*m*-, 88,2—88,7; u. -*p*-chlorphenyl-, 56,5—57,1; -*p*-bromphenyl-, 78,8—79,3; -*p*-jodphenyl-, 83,6—84,2; -*m*-nitrophenyl-, 126,7—127,0; -*p*-dimethylaminophenyl-, 108,6—109,3; -*p*-anisyl-, 55,6—56,2; -*p*-carbäthoxyphenyl-, 125,0—125,4; -acetyl-*N'*-phenyl-, aus *N,N*-Dimethyl-*N'*-phenylsulfamid u. Acetylchlorid in Bzl., 92,3—92,7; -1-naphthyl-, 107,3—107,7; -2-naphthyl-, 110,0—110,4; -cyclopentamethylen-, 55,5—56,2; u. -2-pyridinyl-, 130,7 bis 131,2. Ferner *N,N*-Diäthyl-*N'*-*o*-tolylsulfamid, 64,6—65,2; -*m*-tolyl-, 47—48; -2,4-dimethylphenyl-, 74,7—75,0; -*o*-chlorphenyl-, 49,4—49,7; u. -*p*-anisyl-, 56,3—56,8. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1242—43. Aug. 1944. Lafayette, Ind., Purdue Univ.)

BEHREND

M. G. Sevag, *Die Eigenschaften von p-Hydroxylaminobenzosulfonamid und ein verwandter Molekülkomplex*. Bei der Red. von *p*-Nitrobenzosulfonamid mit Zn-Staub in NH₄Cl-haltiger Lsg. lassen sich 2 Körper isolieren, deren Verb. näher untersucht wird. Bei der einen Verb. mit dem F. 141,5° mag es sich um *p*-Hydroxylaminobenzosulfonamid handeln; denn wie beim einfachen Phenylhydroxylamin wird von der Substanz bei der Oxydation 1 Mol O₂ aufgenommen. Der Körper vom F. 161,5° dagegen enthält 36% nicht oxydierbare Substanz, die als *Sulfanilamid* identifiziert u. quantitativ bestimmt werden konnte. Es handelt sich nach den Unterss. bei der Verb. mit dem F. 161,5° um einen trimolekularen Komplex der Formel:



Versuche: Red. von *p*-Nitrobenzosulfonamid mit Zn-Staub bei Ggw. von NH₄Cl. Portionweise Extraktion des Reaktionsprod. mit Aether. Beim Versetzen mit Pae. u. nochmaliger Trennung werden die in Ae. wenig lösl. Verb. vom F. 141,5° u. 161,5° erhalten. — Verb. vom F. 141,5°. *p*-Hydroxylaminobenzosulfonamid, C₆H₇O₃N₂S. Bei der Oxydation mit O₂ Bldg. von 95,8% der erwarteten Menge H₂O₂. — Verb. vom F. 161,5°. C₁₈H₂₄O₈N₆S₃. Best. des darin enthaltenen Sulfanilamids nach Oxydation der Hydroxylaminverb. u. Filtration durch Colorimetrieren der mit Dimethylaminobenzaldehyd entstehenden gelbgefärbten Lösung. Die Hydrochloride beider Verb. sind in Ae. unlöslich. Bei der Darst. der Sulfate ist dies nur für die höher-schmelzende Verb. der Fall. (J. Amer. chem. Soc. 65. 110—13. Januar 1943. Pennsylvania Univ., School of Med., Dep. of Bacteriology.)

ZOPFF

Reynold C. Fuson, **Philip L. Southwick** und **Stanley P. Rowland**, *Vinylalkohole*. X. Mitt. 2,2-Diärylvinylalkohole. (IX. vgl. FUSON, ARMSTRONG u. SHENK, J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 964.) Dehydratation von *Hydromesitoin*, [(CH₃)₃C₆H₂·CH(OH)]₂ mit sd. 55% ig. H₂SO₄ nach FUSON u. ROWLAND (J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 992) sowie von *Isohydromesitoin* mit sd. 55% ig. H₂SO₄ oder 1 std. Kochen mit Eisessig + HCl oder Erhitzen mit P₂O₅ auf 285° lieferte 2,2-Dimesitylvinylalkohol, Mes₂C·CH·OH (I), F. 129—129,5°; bei der Bldg. aus Hydromesitoin waren nebenher in geringer Menge ein Trimeres, C₆₀H₇₂O₃, Plättchen aus Essigester, F. 290—292°, u. ein Dimeres, C₄₀H₄₈O₂, Blättchen aus A., F. 189—191°, erhalten worden. Die Konst. von I wird bekräftigt durch die Bldg. eines *Benzoats*, C₂₇H₂₈O₂, Krystalle aus Methanol, F. 175,5—176°, u. eines *Acetats*, C₂₂H₂₆O₂ (II), Krystalle aus CH₃·OH, F. 132,5—133°. I verhält sich im allg. eher als ein Alkohol als ein Enol, er reagiert nicht sauer u. gibt keine Färbung mit FeCl₃; er ließ sich auch nicht in die Ketoform überführen. Ozonspaltung von II führt zu *Dimesitylessigsäure*, katalyt. Hydrierung von II bei 200° unter Druck zu *Dimesitylmethan* (III), F. 135—136°. — [2,2-Dimesitylvinyl]-methyläther, C₂₁H₂₆O,

Plättchen aus Methanol, F. 129—130°, entsteht bei der Einw. von alkohol. HCl sowohl auf I (18 Stdn. Kochen) wie auf Isohydromesitoin; mit HJ in Eisessig läßt er sich in 1.2-Dimesityläthylen (IV) überführen. — [2.2-Dimesitylvinyll-äthyläther, C₂₂H₂₆O, aus I mit alkohol. HCl, Krystalle aus Methanol, F. 96—97°. — Die Red. von I ergibt beim Erhitzen mit Zinkstaub auf 300° IV, beim Kochen mit J u. rotem P in Eisessig entsteht 1.2-Dimesityläthan (V), 1 std. Erhitzen mit HJ (D. 1,5) u. Eisessig führt zu IV, während bei Hochdruckhydrierung bei 200° in A. bei Ggw. von RANEY-Ni oder Cu-Chromit III erhalten wird sowie 2.2-Dimesityläthanol, C₂₀H₂₆O (VI), Krystalle aus PAe., F. 118 bis 119°; Acetat, C₂₂H₂₈O₂, Nadeln aus Methanol, F. 164,5—165°; Benzoat, C₂₇H₃₀O₂, Platten aus Methanol, F. 151,5—152,5°. VI liefert bei Oxydation mit CrO₃ in Eisessig Dimesitylketon, beim Erhitzen mit verd. H₂SO₄ IV u. beim Kochen mit J u. P in Eisessig V. — Während Oxydation von I mit Ozon Mesitoin ergab u. die mit CrO₃ in Eisessig oder mit SeO₂ zu Mesitil führte, wurde mit alkal. KMnO₄ oder durch 8std. Kochen mit alkohol. KOH oder durch Aufbewahren in NaOCl ein dimeres Deriv. erhalten, dessen Eigg. an die von Hexaaryläthanen erinnern, nämlich eine aus PAe. in Nadeln krystallisierende Verb. C₄₀H₄₆O₂, F. 184,5—185° zu einer roten Fl. unter Entw. eines Gases, deren Lsgg. beim Erwärmen auf 70° eine violette bis rote Farbe geben, die beim Abkühlen wieder verschwindet. Sie enthält 1 akt. H-Atom, wird von CrO₃ in Eisessig zu Mesitil oxydiert u. gibt bei längerem Erhitzen mit methylalkohol. oder alkohol. HCl eine Verb. der ungefähren Zus. C₃₅H₄₁O₂, Platten aus Essigester, F. 180—181°. — Oxydation von Isohydromesitoin (VII) mit CrO₃ in Eisessig führt zu Mesitylensäure, F. 152—153°. — Die Red. von VII mit J + P in Eisessig liefert V, während mit HJ in Eisessig auf dem Dampfbad oder beim Aufbewahren in konz. H₂SO₄ IV gebildet wird. — Über Nacht Stehenlassen von VII oder I mit PCl₅ u. POCl₃ sowie Behandeln von IV mit PCl₅ liefert 1.2-Dichlor-1.2-dimesityläthan, C₂₀H₂₂Cl₂, wahrscheinlich Gemisch der beiden Diastereoisomeren, Krystalle aus PAe. oder Methanol, F. 173—176°, neben [2.2-Dimesitylvinyll-methyläther, 4 std. Erhitzen des Dichlorids mit alkohol. KOH ergibt Dimesitylacetylen, C₂₀H₂₂, Krystalle aus Methanol, F. 127,5—128,5°. — Erhitzen von VII in N₂ auf 200° unter Druck bei Ggw. von Cu-Chromit liefert in A. Mesitylcarbinol, F. 88—89°, u. Äthylacetat, während in PAe. Mesitylenaldehyd gebildet wird. — Isodurylaldehyd, C₁₁H₁₄O, Krystalle, F. 22—25°, Kp.₃ 112—114°, n_D²⁰ = 1,5560, oxydiert sich an der Luft zu 2.3.4.6-Tetramethylbenzoesäure, Krystalle aus PAe., F. 166 bis 167°, während beim Behandeln mit Mg + MgJ₂ neben 2.2-Diisodurylvinyllalkohol die eine Form entstand von Hydroisoduroin, C₂₂H₃₀O₂, Nadeln aus Methanol, F. 225,5 bis 226,5°. Dieses liefert bei 3 std. Kochen mit Eisessig u. konz. H₂SO₄ 2.2-Diisodurylvinyllalkohol, C₂₂H₂₆O, Prismen aus Methanol, F. 149,5—151,5°; Benzoat, C₂₆H₃₂O₂, Krystalle aus A., F. 156,5—158°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1109—12. Juli 1944. Urbana, Univ. of Illinois.)

BEHRLE

Richard T. Arnold und Newman Bortnick, Untersuchungen in der Veratrolreihe. 45std. Erhitzen von 6-Oxyveratrum säuremethylester mit Allylbromid u. K₂CO₃ in Aceton ergibt 6-Allyloxveratrum säuremethylester, C₁₃H₁₆O₅ (I), Krystalle aus PAe. + Ae., F. 54—55°. Gibt bei 200—220° in N₂-Atmosphäre u. folgender Verseifung mit 10% ig. NaOH 6-Oxy-5-allylveratrum säure, C₁₂H₁₄O₅ (II), Krystalle aus verd. Essigsäure, F. 116,5 bis 117,5°; Methylester, C₁₃H₁₆O₅, F. 37,5—38°. — 6-Oxy-5-propenylveratrum säure, C₁₂H₁₄O₅, aus II u. KOH bei 210—220°, Krystalle aus wss. Essigsäure, F. 113—113,5°. — 6-Oxy-5-propylveratrum säure, C₁₂H₁₆O₅ (III), aus II u. H₂ + PtO₂ in A., Krystalle aus wss. Essigsäure, F. 116,5—117,5°. — 4-Oxy-3-allylveratrol, C₁₁H₁₄O₃, durch Erhitzen von II in Dimethylanilin, Kp.₂₄ 168—175°. Liefert mit H₂ + PtO₂ in Methanol 4-Oxy-3-propylveratrol, C₁₁H₁₆O₃, Krystalle aus verd. Methanol, F. 92—93°. — 6-Allyloxveratrum säure, C₁₂H₁₄O₅, durch Kochen von I mit 5% ig. KOH, Krystalle aus verd. Essigsäure, F. 123,5—124°. Gibt beim Kochen in Dimethylanilin 4-Oxy-5-allylveratrol, C₁₁H₁₄O₃, F. 38—41°, Kp.₂ 143—145°. Einw. von H₂ + PtO₂ in Methanol liefert 4-Oxy-5-propylveratrol, C₁₁H₁₆O₃, F. 70,5—72°. — 4-Methoxy-3-propylsalicylsäuremethylester, C₁₂H₁₆O₄, aus der entsprechenden Allylverb. mit H₂ + PtO₂ in Methanol, Krystalle aus verd. Methanol, F. 58—59°; freie Säure, C₁₁H₁₄O₄, F. 168—170° Zers.; gibt mit K-Persulfat in NaOH 2.5-Dioxy-4-methoxy-3-propylbenzoesäure, C₁₁H₁₄O₅, Krystalle aus Bzl., F. 164,5—165,5°. Einw. von Diazomethan in Ae. u. Verseifung des Esters führt zu III. (J. Amer. chem. Soc. 67. 806—08. Mai 1945. Minneapolis, Univ. of Minnesota.)

BEHRLE

Erle B. Ayres und Charles R. Hauser, Der Verlauf der Reaktion bei der Umwandlung von α,α -Dibromacetophenon in Mandelsäure mittels wäßrigem Alkali. Die Isolierung von Phenylglyoxal (I) aus den Reaktionsprodd. bei der Umwandlung von α,α -Dibromacetophenon in Mandelsäure unter der Einw. von NaOH beweist, daß I ein Zwischen-

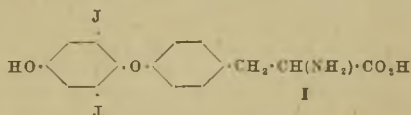
prod. der Rk. darstellt, deren Mechanismus eingehend erörtert wird. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1095—96. Juni 1943. Durham, N. C., Duke Univ.)

Joe T. Adams, B. Abramovitch und Charles R. Hauser, *Kondensationen*. XIX. Mitt.

Die Alkylierung von β -Ketoestern mit Alkoholen und Äthern in Gegenwart von Bortrifluorid. Es wurden gemäß HAUSER u. BRESLOW (C. 1941. I. 1156) weitere α -Alkyl- β -ketoester durch Kondensation mit Hilfe von Borfluorid dargestellt. Dabei hat es sich herausgestellt, daß Reaktionsdauer u. Temp. eine entscheidende Rolle für die Ausbeute an alkylierten Estern spielen. Zudem hängt das Ergebnis der Umsetzung von der Reaktionsfähigkeit beider beteiligten Komponenten ab. Sek. u. tert. Alkohole sowie ihre Äther, außerdem aber auch Benzyläther, können auf diese Weise Acetessigester (I) alkylieren, während die weniger reaktionsfreudigen rein aliph. prim. Alkohole dies nicht vermögen. Das Ausbleiben der Alkylierung mit sek. Butylalkohol u. die geringen mit tert. Alkoholen erhaltenen Ausbeuten sind durch konkurrierende Rkk. anderer Art verursacht. Von verschied. Ketosäuren werden I u. sein α -Methylderiv. durch Isopropylalkohol leicht alkyliert, während die schwer reagierenden α -Isopropylacetessigester u. Malonester sich nicht umsetzen lassen. Bei dem an sich sehr reaktionsfähigen Benzoylacetessigester unterbleibt die Alkylierung infolge der Bldg. eines schwerlös. Borfluoridkomplexes. Das Verf. bedeutet für die Darst. von Isopropyl- u. Cyclohexylacetessigester eine Verbesserung gegenüber der bisher üblichen Kondensation mittels der Na-Verbb. von Ketosäuren u. Halogenalkylen, da die Rk. bequem durchzuführen ist u. mit mindestens ebenso guter Ausbeute verläuft.

Versuche: α -Isopropylacetessigester, C₉H₁₆O₃, Kp.₂₀ 97—98°, Kp.₁₅ 90—91°, durch Sättigen von Isopropylalkohol u. I mit BF₃ bei 0° u. 2,5 std. Stehenlassen bei 28°, Ausbeute 67%; mit Isopropyläther ergaben sich bei 33° nach 12 std. Stehenlassen 61%, nach 17 std. Stehenlassen 30% u. bei 29° nach 2,5 std. Stehenlassen 50% Ausbeute. α -Cyclohexylacetessigester, C₁₂H₂₀O₃, Kp.₂₀ 146—148°, durch Sättigen von Cyclohexanol u. I mit BF₃ bei 0° u. 1—2 std. Stehenlassen bei 30°, Ausbeute 32—34%. α -tert.-Butylacetessigester (nicht rein erhalten), durch Alkylierung von I mit tert. Butanol oder Äthyl-tert.-butyläther nur in ganz geringer Ausbeute (6—14%); Alkylierung von Umesterung begleitet. α -Benzylacetessigester, durch Sättigen von Dibenzyläther u. I mit BF₃ bei -70° u. 30 Min. langes Stehenlassen bei -10°, Ausbeute 18%, unter den vorst. Bedingungen keine oder nur spurenweise Alkylierung. α -Methyl- α -isopropylacetessigester, Kp.₁₅ 98—98,5°, aus Isopropanol u. Methylacetessigester durch Sättigen bei 0° u. 14 std. Stehenlassen bei 24°, Ausbeute 55%; die Hydrolyse ergab 70% 3,4-Dimethylpentanon-2 (Semicarbazone, C₈H₁₇ON₃, F. 107—107,5°). — Keine Alkylierung, sondern nur Umesterung mit I u. n-Butanol sowie I u. sek. Butanol. Überhaupt keine Rk. von I mit Ae. oder n-Propyläther, von Benzoylessigester mit Isopropanol, Ae. oder Isopropyläther, von α -Isopropylacetessigester mit Isopropyläther, von Malonester mit Isopropyläther oder tert. Butanol u. von Nitromethan mit Isopropyläther oder tert. Butanol. (J. Amer. chem. Soc. 65. 552—54. April 1943. Durham, N. C., Duke Univ.)

Carl Niemann und G. E. McCasland, *Die Synthese von 2',6'-Dijod-dl-thyromin*-In Fortsetzung früherer Verss. (NIEMANN u. Mitarbeiter, C. 1941. II. 1011. 2806; 1942. I. 1371. 2984) wird das dritte bisher synthetisierte Dijod-dl-thyromin, das 2',6'-Isomere (I) dargestellt. — 24 std. Kochen von N-Benzoyl-dl-tyrosinäthylester, F. 120—122°, dessen Darst. ausgehend von 4-Oxybenzaldehyd u. Hippursäure beschrieben ist, mit



3,4,5-Trijod-1-nitrobenzol, wasserfreiem K₂CO₃ u. Pentanon-2 liefert den Äthylester, C₂₄H₂₀O₆N₂J₂, Krystalle aus Eisessig, F. 197 bis 198°, der dl- α -Benzamido- β -[4-(2',6'-dijod-4'-nitrophenoxy)-phenyl]-propionsäure, C₂₂H₁₆O₆N₂J₂, Nadeln aus 70% ig. Essigsäure, F. 215—216°. Gibt mit Fe (II)-Hydroxyd in W. bei 90—100° dl- α -Benzamido- β -[4-(2',6'-dijod-4'-aminophenoxy)-phenyl]-propionsäure, C₂₂H₁₈O₄N₂J₂, Krystalle aus 70% ig. A., F. 193—194°, deren Diazoniumfluorborat beim Erhitzen mit Eisessig übergeht in dl- α -Benzamido- β -[4-(2',6'-dijod-4'-acetoxyphenoxy)-phenyl]-propionsäure, C₂₄H₁₉O₆NJ₂, amorphes Pulver, F. 105—120°. Liefert bei 6 std. Kochen mit HJ, Acetanhydrid u. rotm P 2',6'-Dijod-dl-thyromin, C₁₅H₁₃O₄NJ₂ (I), Nadeln, F. 220—221°. — N-Acetyl-dl-Tyrosinäthylester, C₁₃H₁₇O₄N, aus l-Tyrosin durch Erwärmen mit Acetanhydrid u. NaOH auf 30—40° u. Kochen mit alkohol. HCl, Prismen aus W., F. 133—134°. — dl- α -Acetamido- β -[4-(2',6'-dijod-4'-nitrophenoxy)-phenyl]-propionsäure, C₁₇H₁₄O₆N₂J₂, Krystalle aus Cellosolve, F. 257° Zers., Äthylester, C₁₉H₁₈O₆N₂J₂, Krystalle aus 70% ig. Essigsäure, F. 192—193°. — dl- α -Acetamido- β -[4-(2',6'-dijod-4'-aminophenoxy)-phenyl]-propionsäure, C₁₇H₁₆O₄N₂J₂, Krystalle aus 70% ig. Essigsäure, F. 226° Zers. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1870—72. Nov. 1944. Pasadena, Calif., Inst. of Techn.)

R. C. Olberg, Herman Pines und V. N. Ipatieff, *Die Dehydratation von 1.4-Cyclohexandiol. Synthese von 1.4-Epoxycyclohexan.* Bei der Darst. von Cyclohexadienen (I) durch Dehydratation von 1.4-Cyclohexandiol (Gemisch von cis- u. trans-Form) (II) gelöst in Methanol mit aktiviertem Al₂O₃ entstehen neben den gewünschten Prodd. geringe Mengen Cyclohexen-3-ol-1 (III) u. viel (44% bei einer Reaktionstemp. von 300°) 1.4-Epoxycyclohexan, C₆H₁₀O (IV), Kp.₇₆₀ 120,1°, d₄²⁰/d₄²⁰ p (770—730 mm) = 0,080°/mm, D.₄²⁰ = 0,9707, d₄²⁰/d₄²⁰ t (20—30°) = 0,00092°, n_D²⁰ = 1,4477, lösl. in den gewöhnlichen organ. Lösungsmitteln; teilweise lösl. in W., mit dem es eine bei 90° sd. azeotrope Mischung bildet; gibt bei 6 std. Kochen mit 48% ig. HBr trans-1.4-Dibromcyclohexan, C₆H₁₀Br₂, F. 112—113°. — Bei Verss. von 275—406° mit Methanol als Lösungsm. nahm die Ausbeute an IV (berechnet auf das in Rk. getretene II) mit zunehmender Temp. ab von ca. 40 Mol-% auf 0. Bei 350 u. 400° entstand in Addition zu III u. I ein Cyclohexen, Methylcyclohexen, Formaldehyd, Methyläther u. polymere Cyclohexadiene enthaltendes komplexes Gemisch. Beim Leiten von Methanol allein über Al₂O₃ bei 400° wurde nur eine Spur Formaldehyd gebildet. — Dehydratation von II in alkohol. Lsg. bei 300° über Al₂O₃ ergab 21,4% IV; bei 340° entstand davon nichts mehr, u. das Reaktionsprod. enthielt in größerer Menge die von H-Disproportionierung resultierenden Prodd., worunter Acetaldehyd, Cyclohexen u. Cyclohexanol. Die Ausbeute an I u. III betrug 36%. — In Aceton war bei 300° die Ausbeute an IV um 17%, bei 340° 0; im Reaktionsprod. fanden sich große Mengen Isopropylalkohol u. Cyclohexen. — Kochen von II ohne Lösungsm. in Ggw. von Al₂O₃ erforderte zur vollständigen Dehydratation 21 Stdn. u. ergab 48,6 Mol-% IV neben 18,3% III. — Der Einfl. der Konfiguration auf die Ausbeute an III war sehr ausgeprägt; beim Überleiten von methylalkohol. Lsgg. von reinem cis- bzw. trans-1.4-Cyclohexandiol über Al₂O₃ bei 275° entstanden 28,0 bzw. 73,0% IV neben 27,0 bzw. 11,4% III. — Bei der Darst. von II durch Hydrierung von Chinon oder Hydrochinon in Ggw. von Ni geben frühere Autoren an, reines cis-Isomeres oder hauptsächlich cis-Isomeres erhalten zu haben. Aus der jetzt mitgeteilten therm. Analyse des Gemischs der beiden Isomeren (Eutektikum bei ca. 108° u. ca. 57% trans-Form) ergibt sich, daß ein Gemisch aus 38% cis- u. 62% trans-Form denselben F. hat wie die reine cis-Form. Bei Hydrierung von Hydrochinon bei 150° unter 120 at in Ggw. des gleichen Vol. Methanol u. 10 Gew.-% Ni-Kieselgur-Katalysator entstanden 47—58% trans- u. der Rest cis-Isomeres. Trennung der cis- u. trans-Form erfolgte nach BAEYER (Liebig's Ann. Chem. 278 [1894.] 92) über die Diacetate (trans-Form F. 103°, cis-Form F. 33—34°). Reines cis-, F. 107°, u. trans-1.4-Cyclohexandiol, F. 142°, wurden nach Verseifung mit Barytwasser (3 Stdn. Kochen) durch Verdampfen der wss. Lsg. zur Trockene u. Extraktion des Rückstands mit heißem Aceton erhalten. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1096—99. Juli 1944. Evanston, Ill., Northwestern Univ., Riverside, Ill., Universal Oil Products Co.)

BEHRLE

Herbert E. Ungnade und Dorothy V. Nightingale, *Die Wirkung von Basen auf die Hydrierung von Alkylphenolen in Gegenwart von Raneynickel.* (Vgl. UNGNADE u. McLAREN, J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 118.) Die Hydrierung der Alkylphenole in geschmolzenem Zustand in Ggw. von RANEY-Ni bei 130—150 at wird beschleunigt durch geringe (0,3—0,4 Mol-%) Mengen der wasserfreien Na-Salze dieser Phenole, wozu den geschmolzenen Substanzen die entsprechende Menge Na oder NaOH vor der Red. zugegeben wird. Die fördernde Wrkg. ist am größten in Abwesenheit von Lösungsmitteln. In Ggw. der Na-Salze werden die isomeren Methylphenole mit derselben Geschwindigkeit hydriert, ohne diese wird die o-Verb. langsamer angegriffen. Das Verhältnis der cis- zu trans-Form bei in 2 Formen auftretenden Cyclohexanolen wird durch die Ggw. der Na-Salze nicht merklich geändert außer bei hohen Temperaturen. — Es wurden bei diesen Hydrierungen immer in quantitativer Ausbeute erhalten Cyclohexanol, trans-2-, trans-3- u. trans-4-Methylcyclohexanol-1, (1t)·2c·4t-Dimethylcyclohexanol-1, (1t)·2c·5t-Dimethylcyclohexanol-1, 3,4-Dimethylcyclohexanol-1 (Phenylurethan, C₁₅H₂₁O₂N, F. 123,5—124,5°), (1t)·3c·5c-Dimethylcyclohexanol-1 u. daneben gelegentlich geringe Mengen (1c)·3c·5c-Dimethylcyclohexanol-1. Bei 4-Methyl-2-tert.-butylcyclohexanol-1 wird bei Ausführung der Hydrierung in Abwesenheit von Base oder Phenoxyd, wohl aber mit wss. NaOH bei 220° die feste u. die fl. Form gebildet, nur die fl. Form entsteht bei 190° für sich oder bei 220° mit 1,2 Mol-% seines Na-Salzes. Bei 2,4,6-Trimethylcyclohexanol-1 ergaben sich 19—30% der festen Form. Ferner 2,3,5-Trimethylcyclohexanol-1. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1218—20. Juli 1944. Columbia, Univ. of Missouri.)

BEHRLE

M. S. Kharasch, W. Nudenberg und E. K. Fields, *Synthese von Polyenen.* IV. Mitt. (III. vgl. KHARASCH u. KLEIMAN, C. 1945. I. 392.) Die Behandlung von Cinnamylchlorid (I) mit NaNH₂ in fl. NH₃ ergibt in 10% Ausbeute 1,6-Diphenyl-1,3,5-hexatrien, F. 199°. Die Natur der anderen Reaktionsprodd. hängt von der an-

gewandten Menge NaNH_2 , ab; bei dem üblichen 10% ig. Überschuß erhält man ein chlorhaltiges Harz, bei 7 Mol NaNH_2 auf 1 Mol I bildet sich ein amorpher gelber *KW-stoff* ($\text{C}_{18}\text{H}_{16}$)₃, der bei 150—160° erweicht u. bei 165° schmilzt. — α , β -Dibenzoyläthylen, aus Phenacylbromid u. NaNH_2 in fl. NH_3 , Krystalle aus A., F. 111°. — Behandeln von 2,2'-Bis-[brommethyl]-diphenyl in Ae. mit NaNH_2 in fl. NH_3 liefert in 80% Ausbeute *Phenanthren*. — Zugabe von NaNH_2 in fl. NH_3 zu 1,4-Dibrombuten-2 (F. 53°) in Bzl. ergibt eine amorphe *Verb.* $\text{C}_{98}\text{H}_{68}\text{Br}_2$, braunes Pulver, das bei 350° nicht schmilzt, wahrscheinlich Gemisch von Polymeren. — Das Hauptprod. der Einw. von NaNH_2 in fl. NH_3 auf Geranylchlorid, Kp.₃₋₄ 78—81°, ist ein *Geranylamin*, dessen *Hydrochlorid*, $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{NCl}$, bei 142—144° schmilzt, während das von FORSTER u. CARDWELL (J. chem. Soc. [London] 103. [1913.] 1343) aus Geranylazid erhaltene Präp. bei 120° schmilzt. Vielleicht liegt bei gewöhnlichem Geranylchlorid ein Gleichgewichtsgemisch von Isomeren vor. — 3-Methyl-1-phenylbutadien, $\text{C}_8\text{H}_8\cdot\text{CH}:\text{CH}\cdot\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$ (II), neben Stilben u. 2,5-Dimethylhexatrien beim Behandeln gleicher Mengen Benzylchlorid u. β -Methylallylchlorid mit NaNH_2 in fl. NH_3 ; gibt mit Maleinsäureanhydrid in Bzl. bei 100° (6 Std.) 4-Methyl-6-phenyl-1.2.3.6-tetrahydrophthalsäureanhydrid, $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_3$, Krystalle aus Ligroin, F. 90—91°, woraus mit sd. W. 4-Methyl-6-phenyl-1.2.3.6-tetrahydrophthalsäure, $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_4$, F. 194° Zers. — Isoamylbenzol, aus II mit H_2 + PtO_2 in CH_3OH , Kp.₇₄₀ 193°, $n_D^{20} = 1,4831$. — 1-Phenylbutadien, neben Stilben u. Hexatrien aus Benzylchlorid + Allylchlorid mit NaNH_2 in fl. NH_3 , Kp.₆ 75—77°, gibt mit Maleinsäureanhydrid 6-Phenyl-1.2.3.6-tetrahydrophthalsäureanhydrid, Krystalle aus Ligroin, F. 119—120°, woraus 6-Phenyl-1.2.3.6-tetrahydrophthalsäure, $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{O}_4$, F. 200—203° Zers. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1276—79. Aug. 1944. Univ. of Chicago.)

BEHRLE

Roger Adams und Z. W. Wicks, 2,3,5,8-Tetramethoxy-6,7-dimethyl-1-naphthaldehyd. 36 std. Erhitzen von o-Xylochinon mit 2,3-Dimethoxy-1,3-butadien auf 140° liefert neben Xylohydrochinon in 77—82,5% Ausbeute 6,7-Dimethoxy-2,3-dimethyl-1,4-naphthochinon (I), orangegelbe Nadeln aus Eisessig, F. 248—249°. Gibt mit H_2 (+ RANEY-Ni) in Methanol unter Druck bei 80° das entsprechende Hydrochinon, dessen Erwärmen mit Dimethylsulfat u. KOH zu 73% 1,4,6,7-Tetramethoxy-2,3-dimethylnaphthalin, $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_4$, Krystalle aus A., F. 151—152°, ergab. Daraus durch 8 std. Erhitzen mit N-Methylformanilid u. POCl_3 in 67% Ausbeute 2,3,5,8-Tetramethoxy-6,7-dimethyl-1-naphthaldehyd, $\text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{O}_6$, Nadeln aus A., F. 135—136°; Phenylhydrazon, $\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{O}_4\text{N}_2$, Krystalle aus A., F. 156—157°; Oxim, $\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{O}_5\text{N}$, Nadeln aus verd. A., F. 155—156°. Letzteres liefert bei einstd. Kochen mit Acetanhydrid 2,3,5,8-Tetramethoxy-6,7-dimethyl-1-naphthonitril, $\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{O}_4\text{N}$, Nadeln aus A., F. 122,5—123°. — 6,7-Dimethoxy-1,4-diacetoxy-2,3-dimethylnaphthalin, $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{O}_8$, durch reduzierende Acetylierung von I, Krystalle aus Methanol, F. 180,5—181°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1315—16. Aug. 1944. Urbana, Univ. of Ill.)

BEHRLE

F. F. Blicke und R. F. Feldkamp, Antispasmodica. VI. Mitt. (Vgl. Blicke u. GRIER, J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 1725.) In Form der wasserlösl. kristallisierten Hydrochloride wurden das Ester der α -Naphthyllessigsäure, α -Naphthylmethyl-, -äthyl- u. -phenylelessigsäure dargestellt u. von C. W. Geiter u. A. M. Lands pharmakol. untersucht. Alle erwiesen sich als Antispasmodica, teilweise von hoher Wirksamkeit. — 12 std. Erhitzen von α -Naphthylmethylcyanid mit alkohol. H_2SO_4 lieferte neben α -Naphthyllessigsäure, F. 131—132°, in 67% Ausbeute, deren Äthylester (I), Kp.₁₅ 180 bis 181°. — α -Naphthylmalonsäurediäthylester, man kocht kurz I mit Diäthylmalat in NaOC_2H_5 -Lsg. u. erhitzt den nicht näher beschriebenen Oxalyl- α -naphthyllessigsäurediäthylester in Ggw. von Glaspulver auf 175° bei 15 mm, Krystalle aus PaE., F. 62°, Kp.₂₋₃ 178—182°. Die Na-Verb. gibt bei 48 std. Erhitzen mit Alkyljodid in Bzl. die α -Naphthylalkylmalonsäurediäthylester, α - $\text{C}_{10}\text{H}_7\cdot\text{CR}(\text{CO}_2\cdot\text{C}_2\text{H}_5)_2$, in Krystallen mit $\text{R} = \text{CH}_3$, $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{O}_4$, F. 46—47°, Kp.₂₋₃ 170—171°; C_2H_5 , $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_4$, F. 48—49°, Kp.₃ 171 bis 174°; C_3H_7 , $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_4$, F. 51—52°, Kp.₄ 182—184°; u. C_4H_9 , $\text{C}_{24}\text{H}_{28}\text{O}_4$, F. 53—54°, Kp.₄ 185—188°. Aus ihnen durch 5 std. Kochen mit alkohol. KOH u. Erhitzen der gebildeten öligen Malonsäuren auf 180° die α -Naphthylalkyllessigsäuren, α - $\text{C}_{10}\text{H}_7\cdot\text{CHR}\cdot\text{CO}_2\text{H}$, in Krystallen mit $\text{R} = \text{CH}_3$, $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{O}_2$, F. 148—149°; C_2H_5 , $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{O}_2$, F. 86—87°; C_3H_7 , $\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{O}_2$, Kp.₄ 190°; u. C_4H_9 , $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_2$, F. 64—65°, Kp.₃ 183°. — Bei der Verbesserung der Darst. des Gemischs der Äthylester von α - u. β -Naphthylglyoxylessigsäure aus Naphthalin, Äthylaloxymethylchlorid u. AlCl_3 nach Rousset (Bull. Soc. chim. France, Mém. [3] 17. [1897.] 301) bes. durch Ersatz des als Lösungsm. dienenden CS_2 durch Tetrachloräthan ließ sich die Ausbeute von 19 auf 69% steigern. α -Naphthylglyoxylessigsäure, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{O}_3$, Krystalle aus Xylol, F. 112—113°; Äthylester, Kp.₃ 167°. — β -Naphthylglyoxylessigsäure, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{O}_3$, hellgelbe Krystalle aus Xylol, F. 92—93°, während Porovici (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 191. [1930.] 210) F. 171° angibt; Äthylester, Kp._{2,3}

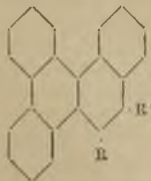
161—165°. — α -Naphthylphenylglykolsäure (α -Naphthylphenyloxyessigsäure), $C_{10}H_7 \cdot C(C_6H_5)(OH) \cdot CO_2H$, in 76% Ausbeute aus α -Naphthylglyoxyssäure u. C_6H_5MgBr in Ae., lösungsmittelhaltige Krystalle aus verd. Essigsäure, erweicht ab ca. 90° u. ist bei 147° vollständig geschmolzen. Daraus mit rotem P u. Jod α -Naphthylphenylessigsäure, $C_{10}H_7 \cdot CH(C_6H_5) \cdot CO_2H$, F. 139—140°. Entsprechend α -Naphthylpropylglykolsäure, $C_{15}H_{16}O_3$, Krystalle aus Bzl., F. 139—140°; u. α -Naphthylpropylessigsäure, Kp. 182 bis 184°; sowie α -Naphthylbutylglykolsäure, $C_{16}H_{18}O_3$, Krystalle aus Bzl., F. 116—117° u. α -Naphthylbutylessigsäure, Krystalle aus PAe., F. 62—63°. — Die bas. Ester der α -Naphthylelessigsäuren wurden dargestellt durch 40 std. Kochen der Säure mit dem bas. Alkylchlorid in trockenem Isopropylalkohol. Der von MARCKWALD u. FROBENIUS (Ber. dtsch. chem. Ges. 34. [1901.] 3557) u. von KNORR, HÖRLEIN u. ROTH (Ber. dtsch. chem. Ges. 38. [1905.] 3138) mit 208° u. von DUNLOP (J. chem. Soc. [London] 101. [1912.] 2202) mit 231° angegebene F. von β -Piperidinoäthylchloridhydrochlorid wurde bei einem nach DUNLOP (l. c.) hergestellten Präp. zu 229—230° gefunden; β -Piperidinoäthylchlorid zeigt Kp. 12 69°. Die β -Morpholinoäthylester wurden durch 2std. Kochen von β -Morpholinoäthylalkohol mit dem mittels $SOCl_2$ dargestellten Chlorid der betreffenden Essigsäure gewonnen. Aufgeführt sind die großteils aus Essigester kryst. Hydrochloride der β -Diäthylaminoäthylester, $\cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot N(C_2H_5)_2$ (A), β -Piperidinoäthylester, $\cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot NC_5H_{10}$ (B), β -Morpholinoäthylester, $\cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot NC_4H_8O$ (C) u. γ -Diäthylaminopropylester, $\cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot N(C_2H_5)_2$ (D), von folgenden Säuren, hinter denen jeweils die FF. angegeben sind: von α -Naphthylelessigsäure, $C_{10}H_7 \cdot CH_2 \cdot CO_2R$; HCl, A, $C_{11}H_{24}O_2NCl$, 128—130°; B, $C_{19}H_{24}O_2NCl$, 122—124°; C, $C_{18}H_{22}O_3NCl$, 131—132°; u. D, $C_{18}H_{26}O_2NCl$, 110—111°; von α -Naphthylmethylelessigsäure, $C_{10}H_7 \cdot CH(CH_3) \cdot CO_2R$; HCl, A, $C_{19}H_{26}O_2NCl$, 98—100°; B, $C_{20}H_{26}O_2NCl$, 115—117°; C, $C_{19}H_{24}O_3NCl$, 148—149°; u. D, $C_{20}H_{28}O_2NCl$, 90—94°; von α -Naphthyläthylelessigsäure, $C_{10}H_7 \cdot CH(C_2H_5) \cdot CO_2R$; HCl, A, $C_{20}H_{28}O_2NCl$, 117—119°; B, $C_{21}H_{28}O_2NCl$, 139—140°; C, $C_{20}H_{28}O_3NCl$, 167—168°; u. D, $C_9H_{30}O_2NCl$, 97—98°; sowie von α -Naphthylphenylelessigsäure, $C_{10}H_7 \cdot CH(C_6H_5) \cdot CO_2R$; HCl, A, $C_{24}H_{28}O_2NCl$, 124—126°; B, $C_{25}H_{28}O_2NCl$, 167—168°; C, $C_{24}H_{26}O_3NCl$, ca. 110°; u. D, $C_{25}H_{30}O_2NCl$, ca. 107°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1087—91. Juli 1944. Ann Arbor, Univ. of Michigan.)

BEHLE

Charles K. Bradsher und S. Thomas Amore, *Aromatische Cyclodehydratation*. XVI. Mitt. *Phenanthrenkohlenwasserstoffe aus unsymmetrischen Ketonen*. (XV. vgl. J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 2304.) Nach dem früher (J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 2016) angewandten Verf. wurden synthetisiert aus Phenyl-n-butylketon, o - $C_{10}H_5 \cdot MgJ$ u. $KHSO_4$ β -Propyl- α -phenyl- α -*o*-diphenyläthylen, $C_{23}H_{22} = o$ - $C_6H_5 \cdot C_6H_4 \cdot C(C_6H_5) : CH \cdot CH_2 \cdot C_3H_5$, Nadeln aus A., F. 78—79°, Kp. 207—208°, woraus durch Oxydation u. Ringschluß 9-Propyl-10-phenylphenanthren, $C_{23}H_{20}$, Nadeln aus A., F. 148,5—149,5°; ferner aus Phenyl-n-undecylketon β -n-Decyl- α -phenyl- α -*o*-diphenyläthylen, Kp. 5 242—254°, woraus 9-n-Decyl-10-phenylphenanthren, $C_{30}H_{24}$, Nadeln aus Methanol, F. 99—100°; weiterhin aus Methyläthylketon 2-*o*-Diphenylbuten-2, Kp. 132—140°, woraus 9,10-Dimethylphenanthren, $C_{16}H_{14}$, Nadeln aus Eisessig, F. 142,5—143°, Pikrat, F. 193—194°; u. aus Methyl-n-amylnketon 1-*o*-Diphenylthepten-1, Kp. 140 bis 160°, woraus 9-n-Amylphenanthren, Nadeln aus A., F. 69—70°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1280. Aug. 1944. Durham, N. C., Duke Univ.)

BEHLE

Charles K. Bradsher und Lorence Rapoport, *Aromatische Cyclodehydratation*. XVII. Mitt. 9-Methyl- und 10-Methyl-1,2;3,4-dibenzophenanthrene. (XVI. vgl. vorst. Ref.) Die früher (J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 1646) beschriebene Synth. von 1,2;3,4-Dibenzophenanthren wird auf die Methylderiv. ausgedehnt. — 4-Methyl-1-[2-diphenyl]-3,4-dihydronaphthalin, $C_{23}H_{20}$, durch Kochen von 4-Methyltetralon-1 mit o - $C_6H_5 \cdot C_6H_4Li$ in Ae. über Nacht in 64,5% Ausbeute, viscoses Öl, Kp. 6 215—218°. Gibt bei der Oxydation mit Perphthalsäure u. 48std. Erhitzen des Olefinoxyds mit 34% ig. HBr in Eisessig 9-Methyl-9,10-dihydro-1,2;3,4-dibenzophenanthren in 89,5% Ausbeute, hartes gelbes Harz; Pikrat, $C_{29}H_{21}O_7N_3$, hellrote Nadeln, F. 170,5—171°. 2std. Erhitzen der Dihydroverb. mit Pd-Kohle auf 310—350° in CO_2 -Atmosphäre liefert in 64% Ausbeute 9-Methyl-1,2;3,4-dibenzophenanthren, $C_{23}H_{18}$ (I; R = H, R' = CH_3), Prismen aus Bzl. + A., F. 147—148,5°; Pikrat, $C_{29}H_{19}O_7N_3$, dunkelrote Nadeln aus Bzl. + A., F. 207,5—208,5°. Oxydation des KW-stoffs mit $Na_2Cr_2O_7$ in Eisessig ergibt 1,2;3,4-Dibenzophenanthrenchinon, F. 237—239°. Bei längerem Aufbewahren des KW-stoffs nimmt der C- u. H-Geh. infolge O-Absorption ab. — Analog aus 3-Methyltetralon-1 3-Methyl-1-[2-diphenyl]-3,4-dihydronaphthalin, $C_{25}H_{20}$, Nadeln aus A., F. 77—78°, Kp. 8 218 bis 220°. — 10-Methyl-9,10-dihydro-1,2;3,4-dibenzophenanthren,



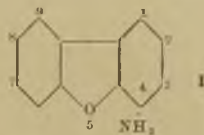
$C_{23}H_{17}$, Platten aus Bzl. + A., F. 151—152°; *Pikrat*, rot, F. 117,5—119°; *Trinitrobenzolderiv.*, $C_{29}H_{21}O_6N_3$, orangefarbene Krystalle aus Bzl. + A., F. 138,5—139,5°. — *10-Methyl-1,2;3,4-dibenzophenanthren*, $C_{23}H_{16}$ (I; R = CH₃, R' = H), Prismen aus Bzl. + A., F. 163,5—164°; *Pikrat*, rote Nadeln, F. 150—151,5°; *Trinitrobenzolderiv.*, $C_{29}H_{19}O_6N_3$, orangefarbene Nadeln aus Bzl. + A., F. 161—162°. — Analog aus 3,4-Dimethyltetralon-1 *3,4-Dimethyl-1-[2-diphenyl]-3,4-dihydronaphthalin*, $C_{24}H_{22}$, Krystalle aus A., F. 78—79,5°, Kp.₃ 217—218°. — *9,10-Dimethyl-9,10-dihydro-1,2;3,4-dibenzophenanthren*, gelbes Harz; *Pikrat*, $C_{30}H_{23}O_6N_3$, F. 154—154,5°. Die Dihydrover. gibt mit Pd-Kohle bei 310—350° in CO₂-Atmosphäre oder mit S bei 250° 9-Methyl-1,2;3,4-dibenzophenanthren. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1281—82. Aug. 1944.)

BEHRLE

H. T. Openshaw, *Heterocyclische Verbindungen*. Fortschrittsbericht auf Grund der Literatur (Indolderiv., Pyridingruppe, Chinoline u. Isochinoline, die MANNICH-Rk., Acridine, Pyrimidine u. Purine, Flavazol, die Chemie des Biotins). — 106 Literaturzitate. (Annu. Rep. Progr. Chem. 40. 160—76. 1943.)

ERBE

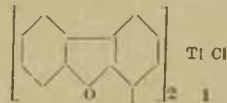
Henry Gilman und Jack Swiss, *Dibenzofuran*. XXII. Mitt. *1-Nitrodibenzofuran*. (XXI. vgl. GILMAN u. THURLE, J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 858.) Die Darst. von *4-Aminodibenzofuran* (I) erfolgte sowohl durch HOFMANNSCHE Umlagerung von



Dibenzofuran-4-carbonsäureamid mit NaOBr wie durch Erhitzen von 4-Oxydibenzofuran mit konz. NH₃ u. wss. Na-Metabisulfit auf 185—195°. Das Acetylderiv. gibt mit rauchender HNO₃ (D. 1,49) ein Eisessig bei 70° *1-Nitro-4-acetaminodibenzofuran*, $C_{14}H_{10}O_4N_2$ (II), hellgelbe Nadeln aus A., F. 216°. — *1-Nitro-4-acetaminodibenzofuran*, $C_{12}H_8O_3N_2$, Krystalle aus A., F. 219—220°. Daraus über die Diazoniumverb. *1-Nitrodibenzofuran*, $C_{12}H_8O_3N$, hellgelbe Nadeln aus A., F. 120—121°, ist nicht ident. mit der von YAMASHIRO (C. 1942. I. 194) als 1-Nitrodibenzofuran bezeichneten Verb. vom F. 126—126,5°, die vielleicht ein Isomerengemisch darstellt. — *1-Amino-4-acetaminodibenzofuran*, $C_{14}H_{10}O_2N_2$ (III), aus II mit H₂ (+RANEY-Ni) in A. unter Druck, Krystalle aus A., F. 202°. — *1,4-Bis-[acetylamino]-dibenzofuran*, $C_{16}H_{14}O_3N_2$, aus III mit Acetanhydrid in sd. Bzl. oder aus 1-Brom-4-acetaminodibenzofuran mit konz. NH₃ u. CuBr bei 175° u. Behandeln mit Acetanhydrid in Bzl., Krystalle aus Eisessig, F. 307 bis 308°. — *1,4-Diaminodibenzofuran*, F. 86—87°; *Dihydrochlorid*, $C_{12}H_{12}ON_2Cl_2$, Krystalle aus sehr verd. HCl, F. 322—323°. — Nitrierung von II mit HNO₃ (D. 1,49) in Acetanhydrid führt zu *1,7(?)-Dinitro-4-acetaminodibenzofuran*, $C_{14}H_8O_6N_3$ (IV), Krystalle aus Eisessig, F. 288°, während Nitrierung von 3-Nitro-4-acetaminodibenzofuran *3,3-Dinitro-4-acetaminodibenzofuran*, $C_{14}H_9O_6N_3$, Krystalle aus Eisessig, F. 277 bis 278°, ergibt. — Nitrierung von 4-Acetaminodibenzofuran liefert IV neben möglicherweise *3,8(?)*-Dinitro-4-acetaminodibenzofuran. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1884 bis 1886. Nov. 1944. Ames, Iowa State Coll.)

BEHRLE

Henry Gilman und R. K. Abbott jr., *Die direkte Darstellung von Thalliumverbindungen des Dibenzofurans*. Durch Umsetzung von Dibenzofuran mit Thallium(III)-chlorid läßt sich eine Verb. gewinnen, der die Formel I zukommt. Der Thalliumrest sitzt in 4-Stellung, denn die Umsetzung mit Jod liefert *4-Joddibenzofuran*.



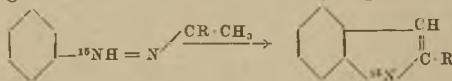
Versuche: Darst. der erwähnten Verb. $C_{22}H_{14}O_2ClTl$ durch Umsetzung einer konz. wss. Lsg. von TlCl₃ mit gut gereinigtem Dibenzofuran. Stickstoffatmosphäre. Temp. 80°, später auf 165° gesteigert. Rohprod. zur Entfernung von nicht umgesetztem Dibenzofuran mit A. extrahiert. Umkryst. aus W. Überführung in 4-Joddibenzofuran durch Behandeln mit Jod in Chlf., F. 69—72°. (Aus Methanol.) (J. Amer. chem. Soc. 65. 122—23. Jan. 1943. Chem. Labor. Iowa State Coll. Ames, Iowa.) ZOFF

F. F. Blicke, R. J. Warzynski, J. A. Faust und J. E. Gearien, *Die Darstellung einiger Säuren und Ester, die Phenylpyrrolkerne enthalten*. Kochen des rohen Äthylesters mit wss.-alkohol. KOH ergibt *5-Phenylpyrrol-2-carbonsäure*, $C_{11}H_9O_2N$, Krystalle aus A., F. 206—208° Zers. — *5-Phenylpyrrol-2-essigsäure*, $C_{12}H_{11}O_2N$, der Äthylester ($C_{14}H_{15}O_2N$, gelbes Öl, Kp._{1,2} 208—213°) entsteht beim Erhitzen von 5-Phenylpyrrol mit Diazoessigestern + Cu-Pulver, Krystalle aus 33%ig. A., F. 144—145° Zers. — Erhitzen von *Phenacylävalinsäure*, $C_8H_5 \cdot CO \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot CO \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot CO_2H$ (I), mit wss. NH₃ auf dem Dampfbad u. Ansäuern mit verd. H₂SO₄ liefert *5-Phenylpyrrol-2-[β-propiionsäure]*, Krystalle aus Chlf., F. 140—141°; *1-Methylderiv.*, $C_{14}H_{15}O_2N$, aus I u. Methylamin (2 Ausführungsformen), Krystalle aus A., F. 169—170°; *1-Phenylderiv.*, aus I u. Anilin bei 100°, F. 173—174° (Äthylester, F. 102—103°). — Dest. des rohen

Äthylesters von I unter 4 mm liefert 5-Phenylfuran-2-[β-propionsäureäthylester], Kp.₄ 167—168°. — 4-Phenylpyrrol-3-carbonsäuremethylester-2-essigsäuremethylester, aus ω-Aminoacetophenonhydrochlorid, Acetondicarbonsäureimidmethylester, Na-Acetat u. 75%ig. Essigsäure auf dem Dampfbad (8 Stdn.), Krystalle aus CH₃·OH, F. 137—138°. Gibt beim Kochen mit alkohol. KOH 4-Phenylpyrrol-2-essigsäure, C₁₂H₁₁O₂N, Krystalle aus W., F. 165—167°; Methylester, C₁₃H₁₃O₂N, Krystalle aus CH₃·OH, F. 125—127°. — 5-Methyl-3-phenylpyrrol, durch Kochen von 5-Methyl-3-phenyl-4-carbäthoxy-pyrrol mit alkohol. KOH, Kp.₁₈ 175—177°. Geht beim Erhitzen mit Diazoessigester u. Cu-Pulver über in 5-Methyl-3-phenylpyrrol-2-essigsäureäthylester, C₁₅H₁₇O₂N, Kp.₄ 225 bis 227°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1675—77. Okt. 1944. Ann Arbor, Univ. of Michigan.)

BEHRLE

C. F. H. Allen und C. V. Wilson, Die Verwendung von ¹⁵N als Indicatorelement bei chemischen Reaktionen. Der Mechanismus der Fischerschen Indolsynthese. Anilin mit schwerem Stickstoff, das aus Benzoylchlorid u. NH₃ mit einem ¹⁵N-Geh. von 7,28% des Gesamt-N u. Hofmannschem Abbau des Benzamids dargestellt worden war, wurde auf die übliche Weise durch Diazotieren u. Reduzieren in Phenylhydrazin (¹⁵N-Geh. 3,92% des Gesamt-N) übergeführt, das in α-Stellung zum Phenylring ein schweres u. in β-Stellung ein gewöhnliches N-Atom besaß. Mit Hilfe dieses Phenylhydrazins wurde das Acetophenonphenylhydrazon dargestellt u. nach FISCHER zum 2-Phenylindol cyclisiert. Da letzteres den gesamten schweren Stickstoff enthielt (¹⁵N-Geh. 7,06% des Gesamt-N), war bei dem Ringschluß das vom Phenyl entfernte gewöhnliche N-Atom als NH₃ abgespalten worden. Der Verlauf dieser Abspaltung wird diskutiert u. ein Reaktionsmechanismus vorgeschlagen, der auch auf die Bldg. von Oxindolen aus Säurehydraziden u. von Pyrrolen aus Ketazinen



anwendbar ist. (J. Amer. chem. Soc. 65. 611—12. April 1943. Rochester, N. Y., Kodak Res. Labor.)

NAFZIGER

A. Weissberger und H. D. Porter, Untersuchung von Pyrazolverbindungen. VI. Mitt. Die Kondensation einiger heterocyclischer Hydrazine mit Cyanessigsäureäthylester.

(V. vgl. C. 1945. I. 774.) Die Kondensation von Phenylhydrazin (u. Derivv.) mit Cyanessigsäureäthylester + NaOC₂H₅ in A. in der Hitze, die zu I führt (V. Mitt.), verläuft bei einigen anderen Hydrazinen in Analogie zu 2-Pyridylhydrazin, das dabei II liefert. — 1-m-Tolyl-3-amino-5-pyrazolon, C₁₀H₁₁ON₃, aus m-Tolylhydrazin u. Cyanessigester in NaOC₂H₅-Lsg. bei 120° (16 Stdn.), hellbraune Krystalle aus CH₃·OH, F. 182—183°. — 1-m-Chlorphenyl-3-amino-5-pyrazolon, C₉H₈ON₃Cl, aus m-Chlorphenylhydrazin, Krystalle aus CH₃·OH, F. 205—208° Zers. — 1-p-Methoxyphenyl-3-amino-5-pyrazolon, C₁₀H₁₁O₂N₃, aus p-Methoxyphenylhydrazin, hellbraune Krystalle aus CH₃·OH + Dioxan, F. 188—190° Zers. — 1-p-Sulfamylphenyl-3-amino-5-pyrazolon, C₉H₁₀O₃N₃S, aus p-Sulfamylphenylhydrazin (CRIPPA u. MAFFEI, Gazz. chim. ital. 72. [1942.] 97), braune Krystalle aus CH₃·OH, F. 258—260°. — 1-[3-Pyridyl]-3-amino-5-pyrazolon, C₈H₈ON₄, aus 3-Pyridylhydrazin, hellbraune Nadeln aus W., F. 216—218° Zers. Ebenso 1-[4-Pyridyl]-3-amino-5-pyrazolon, C₈H₈ON₄, Krystalle aus A. + Dioxan, F. 239—241° Zers. — 1-[2-Pyridyl]-3-oxo-5-pyrazolonimid, C₈H₅ON₄ (II), aus 2-Pyridylhydrazin mit Cyanessigester in NaOC₂H₅-Lsg. bei 120° (16 Stdn.) oder mit Cyanacetazid in Ae. bei Zimmertemp. u. Kochen des gebildeten β-Cyanacetyl-2-pyridylhydrazins, C₈H₅ON₄ (hellbraune Nadeln aus W.; F. 138—139°) mit NaOCH₃-Lsg., Nadeln aus 12%ig. Methanol, F. 189—190°. Nach beiden Verff. entsteht aus 2-Chinolyhydrazin 1-[2-Chinoly]-3-oxo-5-pyrazolonimid, C₁₂H₁₀ON₄, hellbraune Krystalle aus Dioxan, F. 218—219° Zers. — β-Cyanacetyl-2-benzthiazolyhydrazin, C₁₀H₈ON₄S, aus 2-Benzthiazolyhydrazin (III) u. Cyanacetazid in Dioxan, Krystalle aus Dioxan, F. 200—201°. Gibt mit sd. NaOCH₃-Lsg. 1-[2-Benzthiazoly]-3-oxo-5-pyrazolonimid, C₁₀H₈ON₄S, das auch aus III u. Cyanessigester entsteht, hellbraune Krystalle aus Dioxan + A., F. 234—235° Zers. Daraus durch Kochen mit Acetanhydrid 1-[2-Benzthiazoly]-3-acetoxy-5-pyrazolonacetylimid, C₁₄H₁₂O₃N₄S, Nadeln aus CH₃·OH, F. 182—183°, gibt beim Kochen mit Piperidin in Dioxan + A. 1-[2-Benzthiazoly]-3-oxo-5-pyrazolonacetylimid, C₁₂H₁₀O₂N₄S, Krystalle aus A. + Dioxan, F. 252—253°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1849—51. Nov. 1944. Rochester 4, N. Y., Kodak Res. Labor.)

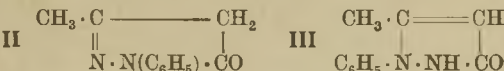
BEHRLE

A. Weissberger, H. D. Porter und W. A. Gregory, Untersuchung von Pyrazolverbindungen. VII. Mitt. Die Reaktion einiger Hydrazine mit Äthylmalonatomonoimidoester.

(VI. vgl. vorst. Ref.) Malonsäuremonoimiddiäthylester, $C_7H_{13}O_3N = C_2H_5 \cdot O_2C \cdot CH_2 \cdot C : NH \cdot O \cdot C_2H_5$ (I), aus dem Hydrochlorid mit wss. $NaHCO_3$, Nadeln aus PAe., F. 42 bis 43°. — β -[β -Phenylhydrazino]- β -iminopropionsäureäthylesterhydrochlorid, $C_{11}H_{16}O_2N_2Cl = C_6H_5 \cdot NH \cdot NH \cdot C : NH \cdot CH_2 \cdot CO_2 \cdot C_2H_5$; HCl (II), bei $\frac{1}{2}$ std. Kochen von I mit Phenylhydrazin (III) in Bzl., Platten aus n-Propanol, F. 185—186° oder 1-Phenyl-3-amino-5-pyrazolon, aus I u. III auf dem Dampfbad (3 Stdn.) oder beim Behandeln von III mit Alkalien, F. 215—216° Zers. — β -[β -(p-Sulfamylphenyl)-hydrazino]- β -iminopropionsäureäthylester, $C_{11}H_{16}O_4N_2S$, hellbraune Kristalle aus A., F. 168—169°, die wieder fest werden u. sich dann bei ca. 200° zersetzen. Daraus mit $NaOC_2H_5$ in sd. A. 1-[p-Sulfamylphenyl]-3-amino-5-pyrazolon (s. vorst. Ref.), F. 257—260° Zers. — p-Cyanphenylhydrazin, $C_7H_8N_2$, durch Red. von diazotiertem p-Aminobenzonitril mit $SnCl_2$ u. HCl, orangefarbene Kristalle aus Bzl., F. 91—93°. Gibt mit I in sd. Bzl. β -[β -(p-Cyanphenyl)-hydrazino]- β -iminopropionsäureäthylester, $C_{12}H_{14}O_2N_4$, hellgelbe Kristalle aus A., F. 153—155°. Daraus 1-[p-Cyanphenyl]-3-amino-5-pyrazolon, $C_{10}H_8ON_4$, braune Kristalle, F. 226—227° Zers. — 1-[p-Nitrophenyl]-3-amino-5-pyrazolon, $C_9H_8O_3N_4$, orangefarbenes Pulver, F. 248—250° Zers. — 1-[2-Pyridyl]-3-amino-5-pyrazolon, $C_8H_8ON_4$, aus 2-Pyridylhydrazin u. I auf dem Dampfbad, Kristalle aus A., F. 277—279°. Ebenso die im vorst. Ref. auf andere Weise dargestellten 1-[3- u. 1-[4-Pyridyl]-Isomeren. — β -[β -(2-Chinoly)-hydrazino]- β -iminopropionsäureäthylester, $C_{14}H_{16}O_2N_2$, hellgelbe Kristalle aus Bzl., F. 123—124°. — 1-[2-Chinoly]-3-amino-5-pyrazolon, $C_{12}H_{10}ON_4$, Kristalle aus n-Butanol, F. 196—197°, existiert in einer farblosen u. einer gelben Modifikation, löst sich in Pyridin farblos, in Eisessig hellgelb. — 1-[2-Chinoly]-3-benzoylamino-5-[benzoyloxy]-pyrazol, $C_{26}H_{16}O_3N_4$, weiße Nadeln aus A. + Pyridin, F. 203—204°. — 1-[2-Chinoly]-3-benzoylamino-5-pyrazolon, $C_{19}H_{14}O_2N_4$, hellgelbe Nadeln aus Eisessig u. farblose Kristalle aus verd. A. + Pyridin, F. 187 bis 188°. — β -[β -(2-Benzthiazoly)-hydrazino]- β -iminopropionsäureäthylester, $C_{12}H_{14}O_2N_4S$, Nadeln aus Dioxan, F. 181—182°. — 1-[2-Benzthiazoly]-3-amino-5-pyrazolon, $C_{10}H_8ON_4S$, Kristalle aus Dioxan, F. 254—256°. — 1-[2-Benzthiazoly]-3-benzoylamino-5-[benzoyloxy]-pyrazol, $C_{24}H_{16}O_3N_4S$, Nadeln aus A. + Dioxan, F. 202—203°. — 1-[2-Benzthiazoly]-3-benzoylamino-5-pyrazolon, $C_{17}H_{12}O_2N_4S$, Nadeln aus Eisessig, F. 225—226° Zers. — β -[β -(2-Benzoxazolyl)-hydrazino]- β -iminopropionsäureäthylester, $C_{12}H_{14}O_3N_2$, Kristalle aus A., F. 120—121°. — 1-[2-Benzoxazolyl]-3-amino-5-pyrazolon, $C_{10}H_8O_2N_4$, Nadeln aus n-Propanol, F. 226—227° Zers. — 1-[2-Pyridyl]-3-oxo-5-pyrazolonanil, $C_{14}H_{12}ON_4$, bei aufeinanderfolgendem Kochen von Acetessigester in $NaOCH_3$ -Lsg. mit Phenylisothiocyanat u. 2-Pyridylhydrazin, Kristalle aus A., F. 201 bis 202°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1851—55. Nov. 1944.)

BERGLE

H. Z. Lecher, R. P. Parker und R. C. Conn, Die Reaktionen von Arylhydrazinen mit Diketen und die Darstellung von 1-Aryl-5-methyl-3-pyrazolonen. Bei niedriger Temp. liefern Diketen (I), dessen tautomere Form $CH_2 : C(OH) \cdot CH : CO$ kurz diskutiert wird, u. Arylhydrazine in guter Ausbeute Arylhydrazone von Acetessigsäure-arylhydraziden, wie im Patent der Vff. (A. P. 2227654) beschrieben ist. Diese scheinen eine reversible therm. Dissoziation in Arylhydrazine u. Diketenarylhidrazone, $CH_2 \cdot C : (N \cdot NHR) \cdot CH : CO$, zu erleiden; letztere bilden 1-Aryl-3-methyl-5-pyrazolone (z. B. II) durch inneren Ringschluß, welche Rk. durch Entfernung des Arylhydrazins aus dem Gleichgewicht mittels I oder einer undissoziierten Säure (Essigsäure oder HCl in Bzl.) verstärkt wird. Werden andererseits die Arylhydrazone der Acetessigsäure-arylhydrazide mit starken wss. Mineralsäuren erhitzt, so wird anscheinend die Hydratbindung hydrolysiert, u. das entstehende Acetessigsäurephenylhydrazid cyclisiert sich leicht zu einem 1-Aryl-5-methyl-3-pyrazolon (z. B. III); diese lassen sich ausgezeichnet durch Erhitzen mit konz. HCl darstellen. Die 1-Aryl-5-methyl-3-pyrazolone kuppeln mit Diazo-verb. aber langsamer als die 1-Aryl-3-methyl-5-pyrazolone, wofür die verschied. große Polarisation der Enolformen verantwortlich gemacht wird. — Acetessigsäurephenylhydrazidphenylhydrazon (IV), Kristalle aus Bzl., F. 155° Zers. — Acetessigsäure-[2,5-dichlorphenylhydrazid]-2,5-dichlorphenylhydrazon, $C_{16}H_{14}ON_4Cl_2$, F. 189—190°. — Acetessigsäure-[4-nitrophenylhydrazid]-4-nitrophenylhydrazon, $C_{16}H_{16}O_5N_6$, gelbe Kristalle, F. 206° Zers., sehr wenig lösl. in organ. Lösungsmitteln. — Acetessigsäure-[1-naphthylhydrazid]-1-naphthylhydrazon, $C_{24}H_{22}ON_4$, wurde nicht rein erhalten, F. 158—159° Zers. — 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon (II), aus IV u. I in Bzl., F. 149,5—151°. — Bis-[1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolon-4], $C_{20}H_{18}O_2N_4$, aus IV erst bei 160°, dann bei 190°, schmilzt nicht bis 360°. — Erhitzen von IV mit Eisessig, Eisessig in Bzl. oder HCl in Bzl. liefert II. — Kochen von IV mit 38% ig. HCl ergibt



fast ausschließlich 1-Phenyl-5-methyl-3-pyrazolon, C₁₀H₁₀ON₂ (III), Krystalle aus A., F. 166—168°; Hydrochlorid, F. 129—130° Zers.; Pikrat, F. 148—149°. Beim Erhitzen von IV mit verd. Mineralsäuren oder 20% ig. Essigsäure entstehen Gemische von III u. II; Kochen von IV mit wss.-alkohol. NaOH führt zu II. — 1-[2'-5'-Dichlorphenyl]-5-methyl-3-pyrazolon, C₁₀H₈ON₂Cl₂, Krystalle aus Bzl., F. 245—248°, korr. — 1-[4'-Nitrophenyl]-5-methyl-3-pyrazolon, C₁₀H₉O₃N₃, gelbe Nadeln aus A., F. 233—234° Zers., korr.; gibt wie die vorige Verb. mit diazotiertem p-Nitranilin einen Azofarbstoff. — 1-[1'-Naphthyl]-5-methyl-3-pyrazolon, C₁₄H₁₂ON₂, Krystalle aus A., F. 240—241°, korr. — 1-[2'-5'-Dichlorphenyl]-3-methyl-5-pyrazolon, C₁₀H₈ON₂Cl₂, durch 7std. Kochen von Acetessigester mit 2,5-Dichlorphenylhydrazin (V) in Eisessig oder aus V mit I nach JOHNSTON (C. 1936. I. 886), Krystalle aus A., F. 173—173,5°, korr. — Kuppeln von II mit diazotiertem 2,5-Diäthoxy-4-benzoylaminoanilin (VI) in Sodalsg. ergibt einen Azofarbstoff C₂₇H₂₇O₄N₅, hellrote Krystalle, F. 254,5—255,0°, korr.; Kuppeln von III mit VI einen Azofarbstoff C₂₇H₂₇O₄N₅, hellbraune Krystalle aus A., F. 236,0 bis 236,8°, korr. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1959—63. Nov. 1944. American Cyanamid Co.)

BEHRLE

Donald B. Melville, Resynthese von Desthiobiotin aus Diaminopelargonsäure. Die durch saure oder alkal. Hydrolyse (DU VIGNEAUD, MELVILLE, FOLKERS, WOLF, MOZINGO, KERESZTESY u. HARRIS, J. biol. Chemistry 146. [1942.] 475) aus Desthiobiotin (4-Methyl-5-imidazolidon-2-capronsäure) (I) erhaltliche ζ-η-Diaminopelargonsäure (II) läßt sich mit 66% Ausbeute wieder in I umwandeln, indem die Lsg. des Sulfats von II vom F. 245—246° in 10% ig. Sodalsg. mit Phosgen gas behandelt wird, bis die Lsg. auf Kongorot sauer reagiert. I bildet aus W. Nadeln vom F. 156—158°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1422. Aug. 1944. New York 21, N. Y., Cornell Univ.)

BEHRLE

M. A. Spielman, Einige von Oxazolidin-2,4-dion abgeleitete anionische Stoffe. Nach üblichen Alkylierungsverf. wurden an N-Alkyloxazolidin-2,4-dionen dargestellt das 3-Methyl-, C₈H₉O₃N, F. 128°; 3,5-Dimethyl-, C₈H₇O₃N, Kp.₅₀ 140—144°, n_D²⁵ = 1,4574; 3,5,5-Trimethyl-, C₈H₅O₃N (I), Krystalle aus 50% ig. Methanol oder aus Ae., F. 46°, Kp.₅ 78—80°, hat brennenden, schwach bitteren Geschmack u. milden campherartigen Geruch, zu ca. 5% lösl. in W., leicht lösl. in den gewöhnlichen organ. Lösungsmitteln außer PAe.; 3-Äthyl-5,5-dimethyl-, C₇H₁₁O₃N, Krystalle aus verd. A., F. 61°; 3,5-Dimethyl-5-äthyl-, C₈H₁₁O₃N, Kp.₁₁ 101—102°, n_D²⁵ = 1,4507; 3-Methyl-5,5-diäthyl-, C₈H₁₃O₃N, Kp.₁₁ 105—108°, n_D²⁵ = 1,4500; 3-Methyl-5,5-diisopropyl-, C₁₀H₁₇O₃N, F. 46°, Kp.₄ 100—105°; u. 3-Methyl-5,5-pentamethylenoxazolidin-2,4-dion, C₉H₁₃O₃N, F. 95°. — I zeigt analget. Wrkg. im Range von Aspirin oder Amidopyrin bei bemerkenswert geringer Toxizität; bei der Hydrolyse mit NaOH ist es gegen Phenolphthalein als einbas. Säure titrierbar, es bildet sich N-Methyl-α-oxyisobutyramid, C₅H₁₁O₂N, Krystalle aus Ae., F. 78 bis 79°. — 5,5-Pentamethylenoxazolidin-2,4-dion, C₈H₁₁O₃N, aus 1-Oxycyclohexancarbonsäureäthylester u. Guanidin in A., F. 110—112°. — 3,5,5-Trimethylhydantoin, C₈H₁₀O₂N₂, aus Dimethylhydantoin mit Dimethylsulfat u. NaOH, F. 149°. — 3,5,5-Trimethylthiazolidin-2,4-dion, C₆H₈O₂NS, ebenso aus 5,5-Dimethylthiazolidin-2,4-dion, F. 49—51°. — Die beiden letzten zeigen keine analget. Wrkg. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1244—45. Aug. 1944. North Chicago, Ill., Abbott Labor.)

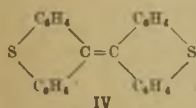
BEHRLE

Robert R. Adams und F. C. Whitmore, Heterocyclische basische Verbindungen. VI. Mitt. Dialkylaminoalkylaminopurine. (Vgl. C. 1945. II. 493.) 2-Chlor-6-amino-7-methylpurin (I) (FISCHER, Ber. dtsch. chem. Ges. 31. [1898.] 117), aus 2,6-Dichlor-7-methylpurin (II) u. konz. wss. NH₃ bei 110°, Krystalle aus W., die oberhalb 250° schmelzen. — 2-[γ-Diäthylaminopropylamino]-6-amino-7-methylpurin, aus I u. γ-Diäthylaminopropylamin bei 190°; Pentahydrochlorid, C₁₃H₂₈N₇Cl₅, Krystalle aus 1-Propanol + Methanol, schmilzt oberhalb 225°. — 2-Chlor-6-diäthylamino-7-methylpurin, C₁₀H₁₄N₆Cl, aus II u. Diäthylamin bei 110°, Krystalle aus Bzl. + Ligroin, F. 107,0—107,5°. Daraus 2-[γ-Diäthylaminopropylamino]-6-diäthylamino-7-methylpurin, Pentahydrochlorid, C₁₇H₃₆N₇Cl₅, Krystalle aus 1-Propanol + Methanol, die oberhalb 225° schmelzen. — 2-Chlor-6-[γ-diäthylaminopropylamino]-7-methylpurin, Krystalle, F. 131—133°; Pikrat, C₁₃H₂₁N₆Cl·2C₆H₃O₇N₃, Krystalle aus A., F. 195—196°. — 2-Diäthylamino-6-[γ-diäthylaminopropylamino]-7-methylpurin, Pentahydrochlorid, Krystalle aus 1-Propanol + Ae., die oberhalb 255° schmelzen; Pikrat, C₃₅H₄₀O₂₁N₁₆, Krystalle aus A., F. 165,0—165,5°. — 2-Chlor-6-diäthylamino-8-oxypurin, C₈H₁₂ON₅Cl, aus 2,6-Dichlor-8-oxypurin u. Diäthylamin bei 110°, Krystalle, die oberhalb 225° schmelzen, unlösl. in Bzl., A. u. Wasser. Daraus 2-[γ-Diäthylaminopropylamino]-6-diäthylamino-8-oxypurin, Krystalle aus Bzl., F. 222—224°; Pentahydrochlorid,

$C_{16}H_{34}ON_7Cl_5$, schmilzt oberhalb 225°. — 2-Chlor-6-[γ -diäthylaminopropylamino]-8-oxypurin, Krystalle aus A. + Essigester, F. 150°; Dihydrochlorid, $C_{12}H_{21}ON_6Cl_3$, Krystalle, die oberhalb 225° schmelzen; Pikrat, Krystalle aus A., F. 235,5°. — 2-Diäthylamino-6-[γ -diäthylaminopropylamino]-8-oxypurin, $C_{16}H_{29}ON_7$, Krystalle aus Bzl., F. 195—196°. — 8-Bromtheobromin, aus Theobromin mit Br in Chlf., schmilzt oberhalb 235°; gibt beim Erhitzen mit γ -Diäthylaminopropylamin, zuletzt auf 200° 3,7-Dimethyl-2,6-dioxy-8-[γ -diäthylaminopropylamino]-purin, $C_{14}H_{24}O_2N_6$, Krystalle, F. 306°; Pikrat, rote Nadeln, F. 210—211°. — 1,3,7-Trimethyl-2,6-dioxy-8-[γ -diäthylaminopropylamino]-purin, entsprechend aus 8-Chlorcaffein; Monohydrochlorid, $C_{15}H_{26}O_2N_6 \cdot HCl$, F. 229—231°. (J. Amer. chem. Soc. 67. 1271—73. Aug. 1945. Pennsylvania State Coll.)

BEHRLE

Alexander Schönberg und Ahmed Mustafa, Die Pyrolyse von Xanthopinakol und verwandten Verbindungen. Im Gegensatz zu den Bedingungen von BERGMANN u. SCHUCHARDT (Liebigs Ann. Chem. 487. [1931.] 225) führen Vff. die Pyrolyse von Xanthopinakol bei 160—200° ohne Lösungsm. so aus, daß auftretende Zwischenprodd. durch Abdest. vor der weiteren Pyrolyse geschützt werden; als Reaktionsprodd. konnten außer Xanthon (I) wenig Xanthen (II) u. W. isoliert werden. Vff. nehmen einen Mechanismus an, der dem der Benzopinakolpyrolyse analog ist, nur daß das dem therm. stabilen Benzhydroly (NEF, Liebigs Ann. Chem. 298. [1897.] 235) entsprechende Xanthhydroly Dixanthidyläther (III) u. W. liefert (vgl. LONDON-KNY-JONES u. WARD, J. chem. Soc. [London] 1930. 535) u. III bei höheren Temp. in I u. II zerfällt. Die Bldg. von Thiozanthen u. Thiozanthon aus Thiozanthidylol (FINZI, Gazz. chim. ital. 62. [1932.] 211) konnte von den Vff. bestätigt werden; daneben konnte noch Dithio-dixanthidylen (IV) isoliert werden. (J. chem. Soc. [London] 1944. 305—06. Juni. Cairo, Ägypten, Fuad I-Univ.)



GOLD

John Weylard, Max Tishler und John P. Messerly, Spaltung von Trigonellin. Bei Nacharbeitung der Verss. von JAHNS (Ber. dtsch. chem. Ges. 20. [1887.] 2840) ergab sich, daß im Gegensatz zu Angaben von H. MAIER-BODE u. J. ALTPETER (Das Pyridin u. seine Derivv. in Wissenschaft u. Technik [1934], S. 224) Trigonellin (I) bei 27std. Erhitzen mit konz. HCl im Rohr bei 250° in ausgezeichnete Ausbeute (83%) Nicotinsäure, $C_6H_5O_2N$ (II), liefert. Das als Nebenprod. auftretende CH_3Cl wird vermieden bei der ebenfalls in 83% Ausbeute erfolgenden Spaltung von I durch 2std. Erhitzen mit Pyridinhydrochlorid (III) bei 200—204°, wobei neben II N-Methylpyridiniumchlorid (nachgewiesen als N-Methylpyridiniumbromididibromid) gebildet wird. — Das Betain von N-Methyl- α -picolinsäure reagiert mit III schon bei 140°, wobei Pyridin entsteht, da α -Picolinsäure unter diesen Bedingungen CO_2 verliert. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1319—20. Aug. 1944. Rahway, N. J., Merck & Co.)

BEHRLE

C. F. Koelsch, Die Beständigkeit von 1-Nitrosopiperidin gegen Natriummalonsäurediäthylester. (Vgl. J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 2460; C. 1945. I. 1249). Bei 4std. Kochen von 1-Nitrosopiperidin mit Na-Malonester in A. findet keine Rk. statt. — Kochen von 4-Methoxymethylpiperidinhydrobromid mit 47% ig. HBr (6 Stdn.) u. Erwärmen des krystallinen Reaktionsprod. mit wss. $NaNO_2$ ergibt 1-Nitroso-4-brommethylpiperidin als hellgelbes Öl, das bei 2std. Kochen mit Na-Malonester in A. u. kurzem Erhitzen mit NaOH im ungelösten Anteil Bis-[1-nitrosopiperidyl-4-methyl]-malonsäurediäthylester, $C_{19}H_{32}O_6N_4$, gelbliche Prismen aus Ae., F. 108—109°, u. im verfeinerten Anteil [1-Nitrosopiperidyl-4-methyl]-malonsäure, $C_9H_{14}O_5N_2$ (I), Prismen aus Essigester + Bzl., F. 145° Zers., leicht lösl. in W., liefert. — 1-Nitrosopiperidin-4-[β -propionsäure], $C_9H_{14}O_3N_2$ (II), aus I bei 160°, Krystalle aus Ae. + Ligroin, F. 84—86°, leicht lösl. in Ae., Bzl. u. warmem Wasser. — 1-Benzoylpiperidin-4-[β -propionsäure], aus II durch Erhitzen mit CuCl + HCl, Kochen mit NaOH u. Behandeln mit $C_6H_5 \cdot COCl$, Prismen aus Toluol, F. 149—150°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1611—12. Sept. 1944. Minneapolis, Univ. of Minnesota.)

BEHRLE

C. F. Koelsch und Robert F. Raffauf, Die Konfigurationen einiger 4,5-Diarylpiperidone. Durch Red. von Diphenylcyclopentanen oder besser Anhydroacetonebenzil mit H_2 (+RANEY-Ni) in A. bei 85° u. 100 at wird cis-3,4-Diphenylcyclopentanol, $C_{17}H_{18}O$, dargestellt, das mit CrO_3 in Eisessig übergeht in cis-3,4-Diphenylcyclopentanon, F. 108—109°, dessen Oxim bei der BECKMANNschen Umlagerung mittels 75% ig. H_2SO_4 bei 150—160° cis-4,5-Diphenylpiperidin-2 (I), F. 192—193°, liefert, das mit der von KOELSCH (C. 1945. I. 1249) synthetisierten α -Form dieser Verb. ident. ist. Ebenso erwies sich die β -Form als ident. mit dem durch Umlagerung von trans-3,4-Diphenylcyclopentanon-1-oxim, F. 120—122°, mit 75% ig. H_2SO_4 bei 125—140° erhaltenen trans-4,5-Diphenylpiperidin-2 (II), F. 177—178°. Hierdurch ergeben sich auch die

entsprechenden α - (F. 83—84°) u. β - (F. 115—116°) Formen von 3,4-Diphenylpiperidin als die *cis*- bzw. *trans*-Verbindung. — β -[*m*-Aminophenyl]- γ -phenyl- γ -cyanbuttersäure-äthylester (III), aus *m*-Aminozimtsäureäthylester u. Benzylcyanid in NaOC₂H₅-Lsg., Öl; Pikrat, C₂₅H₂₃O₉N₃, gelbe Nadeln aus verd. A., F. 181—182°. Hydrierung von III mit RANEY-Ni in A. bei 150° u. 100 at ergibt ein durch fraktionierte Krystallisation aus Bzl. getrenntes Gemisch der beiden Formen von 4-[*m*-Aminophenyl]-5-phenylpiperidin-2, C₁₇H₁₈ON₂; *cis*-Form (IV), F. 183,5—184,5°; *trans*-Form (V), F. 173,5 bis 175°. Die Acetylderiv. der beiden Formen, C₁₉H₂₀O₂N₂, Nadeln aus verd. Essigsäure, schmelzen bei 206,5—207,5° bzw. 233—234,5°; das aus der *cis*-Verb. mit rauchender HNO₃ in Eisessig erhaltene *cis*-4-[5-Acetylamino-2(?)-nitrophenyl]-5-phenylpiperidin-2, C₁₉H₁₉O₄N₃, gelbliche Krystalle aus verd. Essigsäure, schmilzt bei 252 bis 257° Zers. nach Sintern bei 245°. — Das Diazoniumchlorid von IV gibt mit Hypophosphorsäure I, das von V II. — 4-[*m*-Jodphenyl]-5-phenylpiperidin-2, C₁₇H₁₆ONJ, *cis*-Form, aus dem Diazoniumsulfat von IV mit KJ, Prismen aus Bzl. + Ae., F. 146 bis 149°; entsprechend die *trans*-Form, Platten, F. 180—182,5°. — 4-[*m*-Oxyphenyl]-5-phenylpiperidin-2, C₁₇H₁₇O₂N, *cis*-Form, Nadeln aus Essigester + A., F. 232—233°; *trans*-Form, F. 218—224°. — 4-[*m*-Methoxyphenyl]-5-phenylpiperidin-2, C₁₈H₁₉O₂N, *cis*-Form, Nadeln aus Ligroin + Ae., F. 100—102°; *trans*-Form, F. 184—185°. — *cis*-4-[*m*-Aminophenyl]-3-phenylpiperidin, C₁₇H₂₀N₂, Öl, Kp., 230—235°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1857—58. Nov. 1944. Minneapolis, Univ. of Minnesota.) BEHRLE

C. F. Koelsch und Charles H. Stratton, Die *cis*- und *trans*-Formen von *dl*-3,4-Diäthylpiperidin. Die Red. von Propylidenmalonsäureäthylester mit Al-Amalgam in Ae. u. W. lieferte neben Propylmalonester hauptsächlich dimere Reduktionsprodd., bestehend aus einem Gemisch von α,δ -Dicarbäthoxy- β,γ -diäthyladipinsäureäthylester u. 2,2,5-Tricarbäthoxy-3,4-diäthylcyclopentanon. Diese ergaben beim Kochen mit methylalkohol. NaOH neben wenig Ketonen [trans-3,4-Diäthylcyclopentanon-1 (I) neben geringen Mengen *cis*-3,4-Diäthylcyclopentanon-1 (II)] ein über die Cinchoninsalze trennbares Gemisch der beiden inakt. β,γ -Diäthyladipinsäuren; saure Hydrolyse der dimeren Reduktionsprodd. mit sd. 20%ig. HCl führte vorwiegend zu I sowie *Meso*- β,γ -diäthyladipinsäure, C₁₀H₁₈O₄ (III), Krystalle aus Bzl., F. 101—102°, *Cinchoninsalz*, C₁₀H₁₈O₄ + C₁₉H₂₂ON₂, Krystalle aus A. + Aceton, F. 170—172°. — *dl*- β,γ -Diäthyladipinsäure, C₁₀H₁₈O₄ (IV), Krystalle aus Bzl., F. 133—134°; das *Cinchoninsalz* ist ein Öl; läßt sich mittels Brucin in die opt. Komponenten spalten. — *d*- β,γ -Diäthyladipinsäure, C₁₀H₁₈O₄, Nadeln aus Bzl., F. 114—114,5°, [α]_D²⁰ = +10,4° (A.; c = 5,5); *Brucinsalz*, C₁₀H₁₈O₄ + 2C₂₃H₂₆O₄N₂, Krystalle aus A., die teilweise bei 120—122° schmelzen, dann fest werden u. wieder bei 178° schmelzen. — *cis*-3,4-Diäthylcyclopentanon-1, C₉H₁₆O (II), durch Pyrolyse von III bei 270° in Ggw. von BaCO₃, Kp.₂₇ 100°; *Semicarbazon*, C₁₀H₁₉ON₃, Platten aus A., F. 185—186,5° Zers.; *Oxim*, C₉H₁₇ON (V), sintert bei 30°, schmilzt bei 38—39°, Kp.₂₇ 147°. — I, Kp.₁₇ 95°, entsteht beim Kochen von IV mit Acetanhidrid u. Erhitzen des Rückstands auf 210°, wird am besten dargestellt durch saure Hydrolyse der dimeren Reaktionsprodd. (s. o.); *Semicarbazon*, C₁₀H₁₉ON₃, Platten aus A., F. 202,5—206° Zers.; *Oxim*, C₉H₁₇ON (VI), Krystalle aus Ligroin, F. 59,5—62°, Kp.₄ 110°; 2,5-Dipiperonylidenderiv., C₂₅H₂₄O₅, gelbe Prismen aus Chlf. + A., F. 167—169°. — *cis*-4,5-Diäthylpiperidin-2, C₉H₁₇ON, aus V in 85%ig. H₂SO₄ bei 120°, F. 51—57°, Kp.₃ 141°; gibt mit Na in Butylalkohol *cis*-3,4-Diäthylpiperidin, Kp.₁₅ 125°; *Chloroplatinat*, 2C₉H₁₉N + H₂PtCl₆, blaß orangefarbene Krystalle aus A., F. 160—162°, Zers.; *Pikrat*, C₉H₁₉N + C₈H₃O₇N₃, gelbe Prismen aus CH₃-OH, F. 130 bis 132°. — *trans*-4,5-Diäthylpiperidin-2, C₉H₁₇ON, aus VI, Krystalle aus Ligroin, Kp.₅ 148°; gibt bei der Red. *trans*-3,4-Diäthylpiperidin, Kp.₉₀ 115—120°, wohl ident. mit dem 3,4-Diäthylpiperidin von KOENIGS u. BERNHART (Ber. dtsch. chem. Ges. 38. [1905.] 3049); *Chloroplatinat*, F. 158—159°; *Pikrat*, F. 106,5—107,5°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1881—83. Nov. 1944. Minneapolis, Univ. of Minnesota.) BEHRLE

Chester J. Cavallito und Theodore H. Haskell, Katalytische Hydrierung von Pyridinolen, Chinolinolen und ihren Estern. In Fortsetzung einer früheren Arbeit (CAVALLITO u. BUCK, C. 1945. I. 768) über Ester von Phenolsäuren werden deren Pyridinyl- u. Chinolinylester hergestellt. — Die Darst. von arom. Estern geschah durch Behandeln des Oxyppyridins oder -chinolins mit dem betreffenden Säurechlorid, während zur Gewinnung der Phenolsäureester das Reaktionsprod. mit Benzoyloxycaroylchlorid der katalyt. Hydrogenolyse der Benzylgruppe unterworfen wurde. Bei verschied. Hydrierungen ergaben sich dabei durchaus unerwartete Rkk., u. zur Unters. der einzelnen Hydrierungstypen wurden die isomeren Pyridinole, Chinolinole u. einige ihrer Ester untersucht. Die Hydrierung erfolgte in A. oder Dioxan mit einem Pd-Samm-Katalysator (WILLSTÄTTER u. WALDSCHMIDT-LEITZ, Ber. dtsch. chem. Ges. 51. [1921.]

123) bei 25 u. 55° unter 1—3 at H₂-Überdruck in einem modifizierten (BUCK u. JENKINS, J. Amer. chem. Soc. 51. [1929.] 2163) PARR-Niederdruckhydrogenisator. Dabei lieferte 2-Piperidinol α -Piperidon, während 3- u. 4-Piperidinol unangegriffen blieben; es entstanden aus 1-Isochinolinol 3,4-Dihydro-1-isochinolon, F. 73°, aus 2-Chinolinol 3,4-Dihydro-2-chinolon, aus 3-, 5-, 6-, 7- u. 8-Chinolinol 1,2,3,4-Tetrahydro-3- (F. 93°), -5-, -6-, -7- u. -8-chinolinol; 4-Chinolinol, 4-Methyl-2- u. 2-Methyl-4-chinolinol blieben unverändert. — 3-Pyridinol, F. 125°, war dargestellt aus 3-Aminopyridin durch Diazotieren u. Verkochen. — Zur Darst. von 4-Chinolinol, Krystalle aus Dioxan, F. 200°, wurde das aus Oxaleissäureäthylester u. Anilin in Eisessig bei 40—50° erhaltene Anil in Mineralöl bei 250° gegeben, der Kynurensäureäthylester mit sd. 4%ig. NaOH zur Säure, F. 280°, verseift u. diese in Paraffinöl bei 270° decarboxyliert. Analog erfolgte die Darst. von 2-Methyl-4-chinolinol, Krystalle aus W., F. 230°. — Alle arom. u. Phenolsäureester wurden kristallisiert erhalten, die arom. Ester scheinen beständiger zu sein als die entsprechenden aliph. Ester. 2-Benzoyloxy-pyridin, C₁₅H₉O₂N, Prismen aus Skellysolve B, F. 47°, katalyt. Hydrierung ergab Toluol u. α -Pyridon. — 3-Benzoyloxy-pyridin, F. 51°, nicht hydrierbar. — 4-Benzoyloxy-pyridin, F. 79°, sehr unbeständig, Hydrierung führt zu Toluol u. 4-Pyridinol. — 2-Benzoyloxychinolin, C₁₆H₁₁O₂N, Nadeln aus A., F. 95°, hydriert zu Toluol u. 3,4-Dihydro-2-chinolon. — 3-Benzoyloxychinolin, F. 67°, nicht hydrierbar. — 4-Benzoyloxychinolin, F. 131°, sehr unbeständig, hydriert zu Toluol u. 4-Chinolinol. — 5-Benzoyloxychinolin, F. 93°, hydriert zu 5-Benzoyloxy-1,2,3,4-tetrahydrochinolin (I). — 6-Benzoyloxychinolin, F. 118° (SKRAUP, Mh. Chem. 3. [1882.] 556, 567, gibt F. 230° an), hydriert zu 6-Benzoyloxy-1,2,3,4-tetrahydrochinolin (II). — 7-Benzoyloxychinolin, F. 85°, hydriert zu 7-Benzoyloxy-1,2,3,4-tetrahydrochinolin (III). — 8-Benzoyloxychinolin, F. 118°, hydriert zu N-Benzoyl-1,2,3,4-tetrahydro-8-chinolinol, C₁₆H₁₅O₂N, F. 174°, lösl. in Alkalien, gibt mit FeCl₃ Grünfärbung, bei der Benzoylierung entsteht N-Benzoyl-8-benzoyloxy-1,2,3,4-tetrahydrochinolin, C₂₃H₁₉O₃N, F. 146°. — 3-Benzoyloxy-1,2,3,4-tetrahydrochinolin, C₁₆H₁₅O₂N, F. 106°; ferner sind erhalten I, C₁₆H₁₅O₂N, F. 107°; II, F. 102° u. III, F. 117°. — 2-Benzoyloxy-4-methylchinolin, C₁₇H₁₃O₂N, F. 76°, sehr unbeständig, hydriert zu Toluol u. 4-Methyl-2-chinolinol. — 2-[β -Naphthoiloxy]-chinolin, C₂₀H₁₅O₂N, F. 125°, hydriert zu β -Methylnaphthalin u. 3,4-Dihydro-2-chinolon. — 2-[β -Naphthoiloxy]-pyridin, C₁₆H₁₁O₂N, F. 116°, hydriert zu β -Methylnaphthalin u. α -Piperidon. — 2-[4-(Benzoyloxy)-benzoyloxy]-pyridin, C₁₉H₁₅O₃N, F. 123—125°, hydriert zu p-Kresol (4-Nitrobenzoat, C₁₄H₁₁O₄N, F. 225° Zers.) u. α -Piperidon. — 2-[3,4,5-Tris-(benzoyloxy)-benzoyloxy]-pyridin, C₃₃H₂₇O₆N, F. 116°, hydriert zu 3,4,5-Trioxytoluol u. α -Piperidon. — 3-[3,4,5-Tris-(benzoyloxy)-benzoyloxy]-pyridin, F. 120°, hydriert zu 3-[3,4,5-Trioxylbenzoyloxy]-pyridin, C₁₂H₉O₅N, F. 180—185°. — 2-[3,4,5-Tris-(benzoyloxy)-benzoyloxy]-chinolin, C₃₇H₂₉O₅N, F. 117°, hydriert zu 3,4,5-Trioxytoluol u. 3,4-Dihydro-2-chinolon. — 8-[4-(Benzoyloxy)-benzoyloxy]-chinolin, C₂₃H₁₇O₃N, F. 163°, hydriert zu N-[4-Oxybenzoyl]-1,2,3,4-tetrahydro-8-chinolinol, C₁₆H₁₅O₃N, wasserhaltige Platten aus 70%ig. A., F. 161°. — 8-Benzoyloxy-2-chinolinol, C₁₆H₁₁O₃N, F. 208°, hydriert zu 8-Benzoyloxy-3,4-dihydro-2-chinolon, C₁₆H₁₃O₃N (IV), F. 167°. — 2,8-Bis-[benzoyloxy]-chinolin, C₂₃H₁₅O₄N, F. 108°, hydriert zu IV u. Toluol. — 1-Benzoyloxyisochinolin, C₁₆H₁₁O₂N, F. 147°, hydriert zu Toluol, 3,4-Dihydro-1-isochinolon u. N-Benzoyl-3,4-dihydro-1-isochinolon, C₁₆H₁₃O₂N, F. 132°. — 2-[3,4,5-Triacetoxybenzoyloxy]-chinolin, C₂₂H₁₇O₈N, F. 133°, hydriert zu 3,4,5-Triacetoxytoluol, F. 105—106° u. 3,4-Dihydro-2-chinolon. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1166—71. Juli 1944. Rensselaer, N. Y., Winthrop Chem. Co.)

BEHRLE
 Chester J. Cavallito und Theodore H. Haskell, Katalytische Hydrierung von Pyridinyl- und Chinolinylestern von Sulfonsäuren. Die Hydrierung der Ester von Pyridinolen u. Chinolinolen mit arom. Sulfonsäuren in Dioxan bei 55° in Ggw. von Pd verläuft teilweise etwas anders als die der entsprechenden Carbonsäureester (vgl. vorst. Ref.). — 2-[Benzolsulfonyloxy]-chinolin, F. 90°, ergibt hierbei nach Alkalischemachen des Reduktionsprod. 1,2,3,4-Tetrahydrochinolin; 2-, F. 82°, sowie 3-[p-Toluolsulfonyloxy]-chinolin, F. 81°, das Salz von 1,2,3,4-Tetrahydrochinolin mit p-Toluolsulfonsäure, F. 140°. Dieses Salz bildet sich auch in geringer Menge aus 5-, F. 73°; 6-, F. 50°; 7-, F. 85° u. 8-[p-Toluolsulfonyloxy]-chinolin, F. 62°, neben den als Hauptprod. auftretenden 5-, Prismen, F. 106°, 6-, Krystalle, F. 109°; 7-, Prismen, F. 100°, u. 8-[p-Toluolsulfonyloxy]-1,2,3,4-tetrahydrochinolin, C₁₆H₁₇O₃NS, Prismen, F. 76°. — Sehr schwer reduzierbar ist 2-[p-Toluolsulfonyloxy]-pyridin, Prismen, F. 53°; 3-[p-Toluolsulfonyloxy]-pyridin, Prismen, F. 80°, liefert Piperidinium-p-toluolsulfonat (I), Platten, F. 130°; 4-[p-Toluolsulfonyloxy]-pyridin, Prismen, F. >70° Zers., unbeständig, gibt I u. Pyridinium-p-toluolsulfonat, Platten, F. 116°. — 2-[p-Toluolsulfonamido]-pyridin, Prismen, F. 212°, nimmt keinen H₂ auf. — Chinolinium-p-

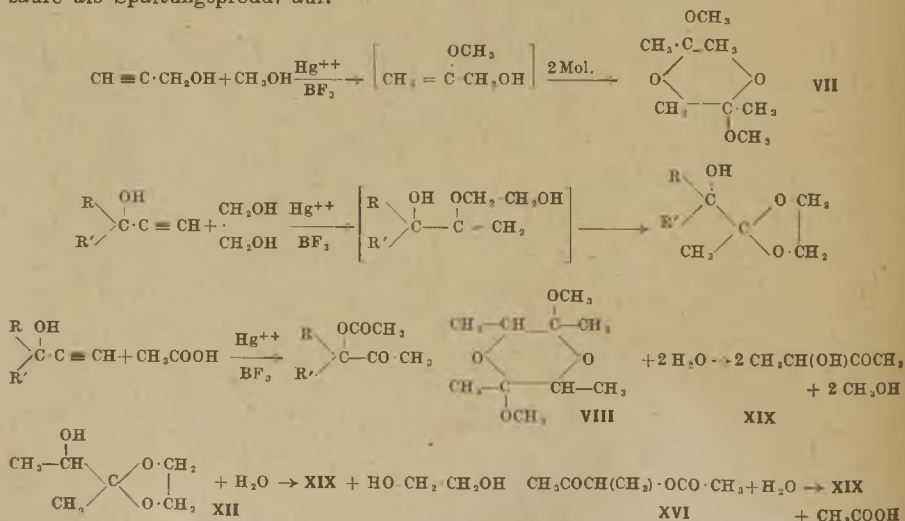
toluolsulfonat, Prismen, F. 115°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1927—29. Nov. 1944. Rensselaer, N. Y., Winthrop Chem. Co.)

BEHRLE

Henry Gilman und Lauren A. Woods, *m*-Trifluormethylphenyllithium und seine Anlagerung an einige Chinoline. Bei der Anlagerung von 3-[Trifluormethyl]-phenyllithium, dargestellt aus *m*-CF₃·C₆H₄Br u. n-C₄H₉Li in Ae., dessen Behandlung mit fester CO₂ zu 3-[Trifluormethyl]-benzoesäure, F. 97,5—99,5°, führt, an Chinolin in sd. Ae. u. Hydrolyse mit kaltem W. erhält man 2-[3-(Trifluormethyl)-phenyl]-chinolin, C₁₈H₁₀NF₃, Krystalle aus A., F. 51—52°, Kp.₁₋₂ 142—144°, lösl. in A., Bzl., Chlf. u. Aceton, unlösl. in 10% ig. HCl. Ebenso 3-Methyl-2-[3-(trifluormethyl)-phenyl]-chinolin, C₁₇H₁₂NF₃, rötlichgelbes Öl, Kp.₁₋₂ 145—147°, n_D²⁰ = 1,5406, D.₄²⁰ = 1,1475. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1981—82. Nov. 1944. Ames, Iowa State Coll.)

BEHRLE

G. F. Hennion und W. S. Murray, *Katalytische Additionsreaktionen von Alkoholen der Acetylenreihe*. XLIV. Mitt. über substituierte Acetylene und ihre Derivate. In einer früheren Arbeit (vgl. FRONING u. HENNION, J. Amer. chem. Soc. 62. [1940.] 2683) wurde die Addition von Methanol u. Essigsäure an Dimethyläthynylcarbinol unter Einw. von HgO + BF₃ untersucht. Die Vers. wurden fortgesetzt u. auf die Addition von Äthylenglykol wie auch andererseits auf andere Alkohole der Acetylenreihe ausgedehnt. Die Darst. der Alkohole geschah aus den entsprechenden Aldehyden oder Ketonen mit Acetylennatrium unter Verwendung von fl. NH₃ als Lösungsmittel. — Propargylalkohol (I) lieferte mit Methanol über 2-Methoxyallylalkohol bei folgender bimol. Kondensation 2,5-Dimethoxy-2,5-dimethyl-1,4-dioxan (VII). Entsprechend geben Methyläthynylcarbinol (II) u. Phenyläthynylcarbinol (III) 2,5-Dimethoxy-2,3,5,6-tetra-methyl-1,4-dioxan (VIII) bzw. 2,5-Dimethoxy-2,5-dimethyl-3,6-diphenyl-1,4-dioxan (IX). β-Äthynyläthanol (IV) bildet mit Methanol 3-Methoxybuten-(3)-ol-(1) (X) u. durch weitere Addition 3,3-Dimethoxybutanol (XI). Eine bimol. Kondensation kann hier nicht eintreten. Die Auswertung der gleichen Rk. mit Äthynylcyclohexanol (VI) scheiterte an experimentellen Schwierigkeiten. Äthylenglykol addiert sich an die Carbinole II, Dimethyläthynylcarbinol (V) u. VI in ähnlicher Weise wie Methanol; es folgt innermol. Kondensation zu 2-Methyl-2-(1-oxyläthyl)-1,3-dioxolan (XII) bzw. 2-Methyl-2-(1-oxylisopropyl)-1,3-dioxolan (XIII) oder 2-Methyl-2-(4-oxylcyclohexyl)-1,3-dioxolan (XIV). — Mit Eisessig reagieren die Äthynylcarbinole I, II, III, VI unter Veresterung u. Hydratation der 3fachen Bindung, was zur Bldg. von Acetylacetat (XV), Acetoacetat (XVI), Phenylacetylcarbinolacetat (XVII) u. 4-Acetylcyclohexanolacetat (XVIII) führt. IV bildet kein stabiles Produkt. Die Dioxolane u. die Acyloinacetate unterliegen in saurer Lsg. der Hydrolyse. VIII liefert z. B. das Acyloin XIX + Methanol. Bei XII u. XVI führt die Einw. von Säure gleichfalls zu XIX, daneben treten Glykol bzw. Essigsäure als Spaltungsprodd. auf.

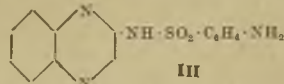


Versuche: Darst. der Äthynylcarbinole. Propargylalkohol, C₃H₄O, aus Formaldehyd u. Natriumacetylid in fl. NH₃ + Ae., Kp.₅₇ 54°, n_D²⁰ = 1,4310, D.₄²⁰ = 0,9715. — Über die Darst. der homologen Verbb. vgl. oben. Für IV diente als Ausgangs-

stoff Äthylenoxyd. II, C₂H₄O, Kp.₅₀ 46°, n_D²⁰ = 1,4256, D.²⁰ = 0,8948. — III, C₅H₈O, Kp.₄ 80°, n_D²⁰ = 1,5505, D.²⁰ = 1,0655. — IV, C₄H₆O, Kp.₂₈ 50°, n_D²⁰ = 1,4410, D.²⁰ = 0,9260. — V, C₆H₈O, Kp.₇₆₀ 104°, n_D²⁰ = 1,4211, D.²⁰ = 0,8623. — VI, C₈H₁₂O, Kp.₁₁ 68°, F. 32°, n_D²⁰ = 1,4826. — Darst. des Katalysators durch kurzes Erhitzen eines Gemisches von HgO, äther. Lsg. von BF₃ u. einiger Kryställchen Trichloressigsäure. — Rk. mit Methanol bei 45°: VII, C₈H₁₆O₄, F. 125° (aus verd. Methanol). — VIII, C₁₀H₂₀O₄, F. 77° — IX, C₂₀H₂₄O₄, F. 254—256°. (Aus Nitrobenzol oder Pyridin.) — X, C₅H₁₀O₂, Kp.₂₀ 45,5°, n_D²⁰ = 1,4164, D.²⁰ = 0,9284. — XI, C₆H₁₂O₃, Kp.₅ 54,6°, n_D²⁰ = 1,4372, D.²⁰ = 1,0140. — Rk. mit Essigsäure: Katalysator wie oben; Reaktions-temp. 55—65°. Die Reaktionsprod. werden nach Neutralisation mit Sodalg. durch Ausäthern gewonnen, dann erfolgt fraktionierte Dest. — XV, C₆H₈O₃, Kp.₁₁ 65°, n_D²⁰ = 1,4141, D.²⁰ = 1,0757. — XVI, C₆H₁₀O₃, Kp.₁₀ 56°, n_D²⁰ = 1,4129, D.²⁰ = 1,0258. — XVII, C₁₁H₁₂O₃, Kp.₁₀ 134°, n_D²⁰ = 1,5081, D.²⁰ = 1,1116. — XVIII, C₁₀H₁₆O₃, Kp.₁₁ 109°, n_D²⁰ = 1,4591, D.²⁰ = 1,0555. — Rk. mit Äthylenglykol bei 65°: XII, C₆H₁₂O₃, Kp.₁₁ 69°, n_D²⁰ = 1,4405, D.²⁰ = 1,0875. — XIII, C₇H₁₄O₃, Kp.₁₂ 70°, n_D²⁰ = 1,4416, D.²⁰ = 1,0600. — XIV, C₁₀H₁₈O₃, F. 56°. — Hydrolyse zu den Acyloinen durch Erhitzen in verd. A. unter Zusatz einiger Tropfen verd. HCl. Nach Neutralisation der Reaktionslg. Darst. der Semicarbazone. Aus VII Acetol, C₃H₄O₂; Semicarbazon, F. 190—191°. Aus VIII u. XII Acetoin, C₄H₄O₂, XIX; Semicarbazon, F. 184—186°. Aus IX u. XVII Phenylacetylcarbinol, C₆H₁₀O₂; Semicarbazon, F. 193°. Aus XIII Dimethylacetylcarbinol, C₅H₁₀O₂; Semicarbazon, F. 161—162°. Aus XIV u. XVIII 4-Acetylcyclohexanol, C₆H₁₄O₂; Semicarbazon, F. 202°. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1220—22. 8/5. 1942. Chem. Labor. Univ. Notre Dame Indiana.) ZOPFF

Frank Kipnis, Nathan Weiner und Paul E. Spoerri, 1-[4'-Diäthylamino-1'-methylbutyl]-2-keto-3-methyl-1,2-dihydrochinoxalin. Erhitzen von 1-[(4'-Diäthylamino-1'-methylbutyl)-amino]-2-aminobenzol mit Brenztraubensäure in p-Cymol ergibt 1-[4'-Diäthylamino-1'-methylbutyl]-2-keto-3-methyl-1,2-dihydrochinoxalin, hellgelbes Öl, Kp._{0,06} 144°; Dipikrat, C₃₀H₃₃O₁₅N₉, Krystalle aus Methanol, F. 168—169°, korr. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1989—90. Nov. 1944. Richmond Hill 18, N. Y., Res. Labor. Endo Prod. Inc.; Brooklyn 2, N. Y., Polytechn. Inst. of Brooklyn.) BEHRLE

John Weylard, Max Tishler und A. E. Erickson, Sulfachinoxalin und einige verwandte Verbindungen. 5 std. Erhitzen von Alloxazin mit konz. NH₃ auf 170—175° ergibt 2-Aminochinoxalin-3-carbonsäure, C₉H₇O₃N₃ (I), hellgelbe Krystalle, F. 204°. — 2-Aminochinoxalin, C₈H₇N₃ (II), aus Alloxazin mit 95% ig. H₂SO₄ bei 240—245° (10 Min.) oder durch Kochen von I in Nitrobenzol, blaßgelbe Nadeln, F. 155—156°; Acetylderiv., C₁₀H₉ON₃, gelbe Krystalle, F. 192,5—193,5°. — Äthylester von I, C₁₁H₁₁O₂N₃, Krystalle aus A., F. 165—166°. — Sulfachinoxalin (2-Sulfanilamidochinoxalin), C₁₄H₁₂O₂N₄S (III), durch Kochen des aus II u. Acetylsulfanilylchlorid in Pyridin erhaltenen Acetylderiv. (C₁₅H₁₄O₃N₄S, F. 243—244°) mit wss.-alkohol. HCl, F. 247—248°. — Deriv. von III: 2-N⁴-Benzoyl-, C₂₁H₁₆O₃N₄S, Krystalle aus Aceton + Isopropanol + W., F. 259—260°; 2-N⁴-Capproyl-, C₂₀H₂₂O₃N₄S, F. 199—200°; 2-N⁴-Succinyl-, C₁₅H₁₆O₃N₄S, F. 234—235°; 2-[N⁴-Acetylsulfanilamido]chinoxalincarbonsäure-3-äthylester, C₁₉H₁₈O₅N₄S, F. 236 bis 237°; 2-Sulfanilamidochinoxalincarbonsäure-3, C₁₅H₁₀O₄N₄S, F. 238—239°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1957—59. Nov. 1944. Rahway, N. J., Merck & Co.) BEHRLE



III

Raymond M. Hann, Alice T. Merrill und C. S. Hudson, Beweis der Konfigurationen von d-Gluco-l-gala-, d-Gluco-l-talo- und d-Gala-l-guloctose. Die Tatsache, daß d-Gala-l-guloctit (I) sowohl aus der jetzt dargestellten d-Gala-l-guloctose (II) wie aus der d-Gluco-l-galoctose (III) von E. FISCHER (Liebigs Ann. Chem. 270. [1892.] 96) entsteht, beweist endgültig die Konst. sowohl der Letztgenannten wie auch die ihres Epimeren als d-Gluco-l-taloctose. Eine Reihe von Angaben über diese Zucker ist in Tabellenform wiedergegeben, u. es wird der Nutzen einiger empir. Regeln zur Planung der Synth. von höheren Kohlenstoffzuckern aufgezeigt. Die Bldg. von I aus II wie aus III zusammen mit den bekannten Tatsachen, daß Galahexit (Dulciti) u. Glucoguloheptit kein Drehungsvermögen (meso) aufweisen, liefert einen neuen u. sehr einfachen Beweis der Konfigurationen von Glucose u. Galaktose. — Verb. der d-Gluco-l-galactosereihe. Bei der Überführung von d-Gluco-d-guloheptose in die epimeren Octonsäuren nach HOCKETT u. HUDSON (C. 1938. I. 4314) wurden erhalten d-Gluco-l-taloctonsäurelacton, [α]_D²⁰ = +25,2° (W.), dann die Ba-Salze der d-Gluco-l-galoctonsäure, Platten aus W., [α]_D²⁰ = -0,8° (W.; c = 2), sowie der d-Gluco-l-taloctonsäure, Krystalle aus W., [α]_D²⁰ = -1,0° (W.; c = 4). Aus erstgenanntem Ba-Salz wurde d-Gluco-l-galoctonsäurelacton (IV), F. 151—152°, [α]_D²⁰ = +53,7° (W.), gewonnen, aus dem

bei der Umkrystallisation aus $\text{CH}_3 \cdot \text{OH}$ gelegentlich *d*-*Gluco-l-galaoctonsäuremethylester*, $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}_8$, Platten aus verd. A., F. 162° Zers., $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +8,3^{\circ}$ (W.; c = 2), erhalten wurde. — *d-Gluco- α -l-galaoctosedihydrat*, $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (V), aus IV mit Na-Amalgam in W., Nadeln aus W., F. 96–97°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -77,5^{\circ}$ (10 Min.) — $-44,6^{\circ}$ (24 Stdn.; W.; c = 2) wenig lösl. in W., scheint die beständige Pyranoseform darzustellen. — *d-Gluco-l-galaoctosemonohydrat*, $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}_8 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (VI), durch Umkrystallisation von V aus 15 Teilen absol. $\text{CH}_3 \cdot \text{OH}$, Nadeln, F. 92°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -63,0^{\circ}$ (3 Min.) → $-46,7^{\circ}$ (24 Stdn.; W.; c = 2), leichtlösl. in W., ist auf Grund der Geschwindigkeit der Mutarotation als eine Furanoseform anzusprechen. Die Löslichkeitsbeziehungen von V u. VI in W. sind angegeben. — Aufbewahren von V in Acetanhydrid + Pyridin bei 20° (1 Woche) lieferte die durch fraktionierte Krystallisation aus absol. A. getrennten beiden Formen von *Heptaacetyl-d-gluco-l-galaoctose*, $\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{O}_{15}$, α -Form, Platten aus A., F. 138°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -75,1^{\circ}$ (Chlf.; c = 2); β -Form, Prismen aus W., F. 92–93°; zeigt in Chlf. kein merkliches Drehungsvermögen. Beide Formen werden durch 2% H_2SO_4 enthaltendes Acetylierungsgemisch (MONTGOMERY u. HUDSON, J. Amer. chem. Soc. 56. [1934.] 2463) in dasselbe Gleichgewichtsgemisch mit schätzungsweise 81% der α -u. 19% der β -Form umgewandelt. — *Methyl-d-gluco- α -l-galaoctosid*, $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}_8$, durch 2 std. Kochen von V mit methylalkohol. HCl, Platten aus $\text{CH}_3 \cdot \text{OH}$ oder A., F. 156–157°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -138,0^{\circ}$ (W.; c = 2); *Hexaacetat*, $\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_{14}$, Prismen aus 50%ig. A. oder aus Isopropylalkohol, F. 86–87°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -99,0^{\circ}$ (Chlf.; c = 0,8). — *d-Gluco-l-galaoctose-dibenzylacetal*, Nadeln aus A., F. 157°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +15,8^{\circ}$ (Pyridin; c = 0,8). — *d-Gluco-l-galaoctit*, $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}_8$ (IV), aus V mit H_2 (+ RANEY-Ni) in W. bei 98° u. 166 at, Prismen aus verd. A., F. 153–154°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +2,4^{\circ}$ (W.; c = 4); *Octaacetat*, $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{O}_{16}$, Prismen aus A., F. 88–89°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +20,7^{\circ}$ (Chlf.; c = 4). — Verbb. der *d-Gluco-l-talooctose*reihe. Behandlung des aus *d-Gluco-l-talooctonsäurelacton* dargestellten K-Salzes mit *o*-Phenyldiamin nach MOORE u. LINK (C. 1941. II. 478; 1942. II. 1790) ergibt *2-[d-Gluco-l-talohexptaooxyheptyl]-benzimidazol*, $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{O}_8\text{N}_2$, Nadeln aus A., F. 191–192°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +18,6^{\circ}$ (1n-HCl; c = 0,8); neben diesem entsteht bei Ausführung des Verf. nach HASKINS u. HUDSON (C. 1939. II. 2530) in Abwesenheit von HCl *Bis-[d-gluco-l-talooctonyl]-o-phenylendiamin*, $\text{C}_{22}\text{H}_{38}\text{O}_{16}\text{N}_2$, Nadeln aus 80%ig. A., F. 149°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +11,7^{\circ}$ (W.; c = 1). — *d-Gluco- α -l-talooctose*, $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}_8$ (VIII), aus *d-Gluco-l-talooctonsäurelacton*, Na-Amalgam u. W., Prismen aus $\text{CH}_3 \cdot \text{OH}$, F. 117–118°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -26,2^{\circ}$ (2,3 Min.) → $-6,5^{\circ}$ (24 Stdn.; W.; c = 2). — *Phenyl-d-gluco-l-galaoctosazon* (*Phenyl-d-gluco-l-talooctosazon*), $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_8\text{N}_4$, Nadeln aus A., die sich bei 216–217° zers.; $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -87^{\circ}$ (Anfangswert) → -51° (4 Tage; Pyridin; c = 1); *Hexaacetat*, $\text{C}_{32}\text{H}_{38}\text{O}_{12}\text{N}_4$, gelbes Pulver aus Pyridin + W., F. 95°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +78,0^{\circ}$ (Chlf.; c = 0,8). — *d-Gluco-l-talooctit*, $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}_8$, aus VIII mit H_2 (+ RANEY-Ni) in W. bei 98° u. 133 at, Prismen aus 50%ig. A., F. 161–162°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -0,8^{\circ}$ (W.; c = 4); *Octaacetat*, $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{O}_{16}$, Prismen aus A., F. 101–102°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +17,4^{\circ}$ (Chlf.; c = 3). — Verbb. der *d-Gala-l-guloctose*reihe. Behandlung von *d-Gala-l-guloheptose* (HANN u. HUDSON, C. 1937. II. 1373) mit fl. HCN u. wss. NH_3 lieferte über die Cyanhydrine, Amide u. die beiden epimeren Octonsäuren *d-Gala-l-guloctonsäurephenylhydrazid*, $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}_8\text{N}_2$ (IX), Platten aus W., F. 214–215° Zers., $[\alpha]_{\text{D}}^{45} = -10,3^{\circ}$ (W.; c = 1), u. *d-Gala-l-idoocctonsäurephenylhydrazid*, $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, Krystalle aus W., schmilzt von 162–166° unter Zers., je nach der Geschwindigkeit des Erhitzens, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +15,4^{\circ}$ (W.). — *d-Gala-l-guloctonsäurelacton*, $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}_8$ (X), durch 5 std. Kochen von IX mit $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ in W., Prismen aus A., F. 133°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +48,0^{\circ}$ (Anfangswert) → $44,4^{\circ}$ (Endwert; 5 Stdn.; W.; c = 1). — *d-Gala-l-guloctonsäureamid*, $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{O}_8\text{N}$, aus IX u. fl. NH_3 , Krystalle aus A., F. 153–154°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -5,8^{\circ}$ (W.; c = 0,8). — *d-Gala-l-guloctonsäure*, NH_4 -Salz, $\text{C}_8\text{H}_{19}\text{O}_8\text{N}$, Platten, F. 163–164°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -6,2^{\circ}$ (W.). — *2-[d-Gala-l-guloheptaooxyheptyl]-benzimidazol*, $\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{O}_8\text{N}_2$, Prismen aus W., F. 234–235° Zers., $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -11,2^{\circ}$ (1nHCl; c = 0,8). — *d-Gala- β -l-guloctose*, $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}_8$ (XI), aus X mit Na-Amalgam, Prismen aus W. + $\text{CH}_3 \cdot \text{OH}$, F. 187–188°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +24,8^{\circ}$ (Anfangswert) → $+19,2^{\circ}$ (Endwert; 24 Stdn.; W.; c = 2), schmeckt sehr wenig süß, wird von Hefe nicht vergoren. — *d-Gala-l-guloctosephenylhydrazon*, $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}_8\text{N}_2$, Nadeln aus W., F. 191–192° Zers. — *Phenyl-d-gala-l-guloctosazon*, $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_8\text{N}_4$, gelbe Nadeln aus 50%ig. A., F. 204–205° Zers., $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +17^{\circ}$ (10 Min.) → -44° (5 Tage; Pyridin). — XI wird von H_2 (+ RANEY-Ni) in W. bei 80° u. 100 at hydriert zu *d-Gala-l-guloctit* (I), ident. mit VII, das *Octaacetat* zeigte $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +20,5^{\circ}$ (Chlf.; c = 1,5). (J. Amer. chem. Soc. 66. 1912–21. Nov. 1944. Bethesda, Md., Nat. Inst. of Health.)

BEHLE

Anton Peterlin und Max Samec, *Versuche zum Nachweis der Strömungsdoppelbrechung von Stärkesubstanzen*. (Studien über Pflanzenkolloide. 50. Mitt.) (48. vgl. SAMEC, C. 1943. II. 1188.) Lsgg. von Kartoffelamylopektin u. Kartoffelamylose zeigen in einer einfachen Strömungssapp. mit rechteckigen Capillaren u. einer Empfindlichkeit

$\Delta = 1'$ keine Strömungsdoppelbrechung. Durch Vgl. der Rotationsdiffusionskonstante, die aus der durch die Empfindlichkeit der App. geschätzten MAXWELLSCHEN Konstante folgt, u. des für kugelförmige Teilchen berechneten Wertes findet man, daß sowohl das Amylopektin wie auch die Amylose von der Kugelgestalt nicht wesentlich abweichende Moll. besitzen. (Kolloid-Z. 109. 96—99. Nov. 1944. Laibach, Univ.)

HENTSCHEL

John D. Guthrie, Robert T. O'Connor, Mack F. Stansbury und Theodore R. Savich, *Isolierung von Quercitrin und Quercetin aus Goldrute.* Als Nebenprodd. der Extraktion von hauptsächlich aus Blättern bestehendem Material von *Solidago leavenworthii* T. u. G., mit Aceton-Bzl. zwecks Gewinnung von Kautschuk fanden sich im Acetonextrakt *Quercitrin* (3.5.7.3'.4'-Pentaoxyflavon-3-rhamnosid), C₂₁H₂₀O₁₁, sowie *Quercetin*, C₁₅H₁₀O₇; *Pentaacetat*, F. 200°, korr. Für die 3 beschriebenen Verb. sind die Absorptionsmaxima in A. angegeben. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1794 bis 95. Okt. 1944. New Orleans, La., 2100 Robert E. Lee Boulevard, Southern Reg. Res. Labor.)

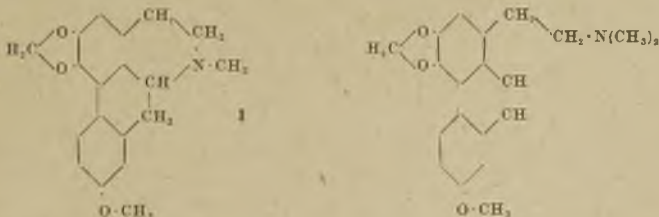
BEHRLE

E. D. Walter, *Genistin (ein Isoflavonglucosid) und sein Aglucon, Genistein, aus Sojabohnen.* WALZ (Liebigs Ann. Chem. 489. [1931.] 118) isolierte aus Sojabohnenmehl *Genistin* (5.7.4'-Trioxyisoflavon-7-glucosid). Hydrolyse mit HCl lieferte ein Mol *Genistein* (5.7.4'-Trioxyisoflavon) u. ein Mol Glucose. Vf. bestätigte diese Unterss. u. stellte weitere physikal. u. chem. Eigg. von *Genistin* u. *Genistein* fest.

Versuche: *Genistin*, C₂₁H₂₀O₁₀, aus ölfreien Sojabohnenflocken mit Methanol, aus 80% ig. A. hellgelbe Platten, F. 256°; mit FeCl₃ rotviolette Färbung, unlösl. in kaltem W., wenig lösl. in heißem W., heißem A. u. heißem Methanol, lösl. in heißem 80% ig. A., heißem 80% ig. Methanol u. heißem Aceton, leicht lösl. in Pyridin, Alkalilsg. zeigt Gelbfärbung. $[\alpha]_D^{21} = -28^{\circ}$ (n/50 NaOH). *Hexaacetat*, C₂₁H₁₄O₁₀(CH₃CO)₆, aus A. lange Prismen, F. 188°. — *Genistein*, C₁₅H₁₀O₅, aus *Genistin* mit Methanol u. konz. HCl (6 Stdn.), aus 60% ig. A. rechteckige sechsseitige Stäbe, F. 296° Zers., unlösl. in W., lösl. in den üblichen organ. Lösungsmitteln, mit FeCl₃ rotviolette Färbung, keine opt. Drehung. *Triacetat*, C₁₅H₇O₅(CH₃CO)₃, aus A. Büschel von Nadeln u. bootförmige Krystalle, F. 200°, lösl. in organ. Lösungsmitteln. Identifizierung des Zuckers als d-Glucose. (J. Amer. chem. Soc. 63. 3273—76. Dez. 1941. Lafayette, Ind., Purdue Univ., Agric. Exp. Stat., Dep. of Agric. Chem. u. U. S. Regional Soybean Ind. Prod. Labor.)

AMELUNG

Léo Marion, *Die Synthese von O.N-Dimethylanolobin.* Die Konst. des von MANSKE (C. 1938. II. 1049) aus *Asimina triloba* Dunal isolierten Alkaloids *Anolobin* wird bestätigt durch die Synth. seines O.N-Dimethylderiv. (I) u. der daraus gewonnenen, mit der aus natürlichem Anolobin ident. Methinbase (II). — β -[3.4-Methylen-dioxyphenyl]-propionsäure (III), F. 87°, korr., gibt bei Überführung in das Chlorid u. Behandeln mit konz. NH₃ nach DECKER (Liebigs Ann. Chem. 395. [1913.] 289) β -[3.4-Methylen-dioxyphenyl]-propionamid (IV), F. 123°. — Bei Einw. von SOCl₂ auf III treten 2 Atome Chlor in das Mol ein, u. beim Gießen des Reaktionsprod. in 25% ig. NH₃ entsteht eine Verb. C₁₀H₁₀O₃NCl, Krystalle aus Chlf., F. 146°, korr. — IV wurde mittels

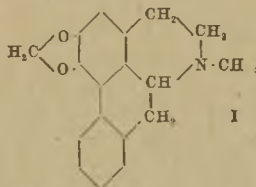


des HOFMANNschen Abbaus nach DECKER (l. c.) überführt in β -[3.4-Methylen-dioxyphenyl]-äthylamin (V), *Pikrat*, C₁₅H₁₄O₃N₄, gelbe Prismen aus Methanol, F. 180,5°, korr. — 2-Nitro-5-methoxytoluol, blaßgelbe Nadeln aus PAe., F. 54°, korr. gibt mit Diäthyloxalat u. KOC₂H₅ nach BURTON u. STOVES (J. chem. Soc. [London] 1937. 402) 2-Nitro-5-methoxyphenylbrenztraubensäure, gelbe Nadeln aus Bzl. + Methanol, F. 137°, korr. Wird von H₂O₂ u. NaOH oxydiert zu 2-Nitro-5-methoxyphenyllessigsäure, C₉H₈O₅N (VI), Krystalle aus Methanol + Bzl., F. 178,5°, korr. — 6-Nitro-3-methoxyphenyllessigsäure-[[β -3'.4'-methylen-dioxyphenyl]-äthylamid], C₁₆H₁₆O₆N₂, bei Zutropfen des aus VI mit PCl₅ in Chlf. hergestellten Chlorids in ein Gemisch von V, Chlf. u. NaOH, Nadeln aus Chlf. + Methanol, F. 188°, korr. Bei 1 Woche dauerndem Aufbewahren in einer Suspension von PCl₅ in Chlf. entsteht 6.7-Methylen-dioxy-1-[6'-nitro-3'-methoxybenzyl]-

3,4-dihydroisochinolin, $C_{13}H_{16}O_5N_2$, Prismen aus Methanol, F. 168°, korr.; *Jodmethylat*, $C_{16}H_{19}O_5N_2J$ (VII), Prismen aus Methanol, F. 205°, korr. — *2-Methyl-6,7-methylenedioxy-1-[6'-amino-3'-methoxybenzyl]-1,2,3,4-tetrahydroisochinolin*, durch Red. von VII mit Zn-Staub u. HCl; *Dihydrochlorid*, $C_{19}H_{24}O_5N_2Cl_2$ (VIII), Prismen, F. 268°, korr. — *dl-O-N-Dimethylanolobin* (I), durch Diazotieren einer Lsg. von VIII in wss.-methylalkohol. H_2SO_4 mittels wss. $NaNO_2$, Erwärmen der Diazolsg. auf dem Dampfbad unter Zugabe von Zn-Staub u. konz. HCl nach Aufhören der N-Entw., Öl, *Hydrochlorid*, $C_{18}H_{20}O_3NCl$, Nadeln aus sehr verd. HCl, F. 266° Zers., korr.; *Pikrat*, $C_{25}H_{22}O_{10}N_4$, gelbe Prismen aus Aceton + Methanol, F. 226°, korr.; *Jodmethylat*, $C_{20}H_{25}O_3NJ$ (IX), Prismen aus Methanol, F. 241°, korr. — *ON-Dimethylanolobinmethin*, $C_{20}H_{21}O_3N$ (II), durch 24 std. Erhitzen von IX in stark alkal. Lsg. auf dem Dampfbad, Nadeln aus Ae., F. 100°, korr.; *Pikrat*, $C_{26}H_{24}O_{10}N_4$, kryst. aus viel Aceton in 2 Formen: gelbe u. orange-farbene Nadeln. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1125—27. Juli 1944. Ottawa, Can., Nat. Res. Council.)

BEHRLE

Léo Marion und Vernon Grassie, *Die Synthese von l-Roemerin*. Die Struktur des von KONOWALOWA, JUNUSSOW u. ORECHOW (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 6. [1939.] 811) aus Roemeria refrakta isolierten *l-Roemerins*, $C_{18}H_{17}O_2N$, als ein Methylenedioxyaporphin (I) wird durch Synth. bestätigt. — Die Darst. von β -[3,4-Methylenedioxyphenyl]-äthylamin (II) nach MARION (J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 1125) wird etwas modifiziert. — *2-Nitrophenyllessigsäure*, aus 2-Nitrophenylbrenztraubensäure (aus o-Nitrotoluol, Äthylloxalat u. $NaOC_2H_5$ in sd. Ae.) in 2nNaOH mit 30%ig. H_2O_2 bei 50°, blaßgelbe Nadeln, F. 139—140°, korr. — *6'-Nitrophenyllessigsäure- β -(3,4-methylenedioxyphenyl)-äthylamid*, $C_{17}H_{16}O_5N_2$, aus II u. 2-Nitrophenylacetylchlorid, Nadeln aus Chlf. + Methanol, F. 120°, korr. Gibt mit PCl_5 in Chlf., Digerieren mit verd. HCl u. Behandeln mit NaOH *1-[6'-Nitrobenzyl]-6,7-methylenedioxy-3,4-dihydroisochinolin*, $C_{17}H_{14}O_4N_2$, gelbliche Nadeln aus Methanol, F. 164,5°, korr.; *Jodmethylat*, $C_{18}H_{17}O_2N_2J$, gelbe Prismen aus Methanol, F. 262°, korr. Letzteres liefert mit Zinkstaub u. HCl *1-[6'-Aminobenzyl]-2-methyl-6,7-methylenedioxy-1,2,3,4-tetrahydroisochinolin*, ölig; *Dihydrochlorid*, $C_{18}H_{22}O_2N_2Cl_2$, Nadeln aus Methanol, F. 283 bis 284°, korr. Ringschluß nach PSCHORR durch Diazotieren in verd. H_2SO_4 , Erhitzen auf dem Dampfbad u. Behandeln mit Zinkstaub u. HCl ergibt *dl-Roemerin*, $C_{18}H_{17}O_2N$ (I), Prismen aus Ae., F. 85—87°, korr., als *Hydrochlorid*, $C_{18}H_{17}O_2N \cdot HCl$, Nadeln aus W., F. 274°, korr.; *Pikrat*, hell-



gelbe Nadeln, F. 197°, korr.; *Jodmethylat*, $C_{19}H_{20}O_2NJ$ (III), Nadeln aus Methanol, F. 221°, korr. — Neben dl-I fand sich in den Mutterlauge eine Base $C_{18}H_{19}O_3N$, Prismen aus Ae., F. 133,5°, korr., weniger lösl. in Ae. als dl-I. — *Roemerinmethin*, $C_{19}H_{19}O_2N$, durch Erhitzen von III mit methylalkohol. KOH, Prismen aus Ae., F. 81°, korr.; *Jodmethylat*, $C_{22}H_{22}O_2NJ$, Nadeln aus 50%ig. Methanol, F. 280°, korr. — Die opt. Spaltung von dl-I erfolgte mit d-Weinsäure in Ae., wobei *l-Roemerin-d-tartrat*, Nadeln, F. 264,5° Zers. korr., zuerst auskristallisierte. Daraus *l-Roemerin*, Prismen aus Ae., zuerst immer vom F. 87°, korr.; war es aber einmal mit F. 102°, korr. erhalten, so kam es aus Ae. stets mit diesem F., $[\alpha]_D = -79,9^\circ$ (A.). — *d-Roemerin*, Prismen aus Ae., F. 102°, korr., $[\alpha]_D = +80,2^\circ$ (A.), *l-Tartrat*, Nadeln aus A., F. 264,5° Zers., korr.; *Jodmethylat*, F. 224,5°, korr. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1290—92. Aug. 1944. Ottawa, Can., Nat. Res. Council.)

BEHRLE

Yun-Hsi Wu, *Die Bestandteile von Fritillaria roylei*. Weitere Unters. von 2 Alkaloiden aus der chines. Droge Pei-Mu, den Wurzeln von Fritillaria roylei, ergab, daß für *Peimin*, F. 215°, $[\alpha]_D^{18} = -19,2^\circ$ (A.; c = 2) (war früher als inakt. beschrieben), die Formel $C_{26}H_{43}O_3N$ von CHI, KAO u. CHANG (J. Amer. chem. Soc. 58. [1936.] 1306) zu ersetzen ist durch $C_{27}H_{45}O_3N$, u. die von CHAO (J. Chin. Physiol. 6. [1932.] 265) für *Peiminin*, F. 135°, $[\alpha]_D^{18} = -67,3^\circ$ (A.; c = 0,6), gegebene Formel $C_{18}H_{28}O_2N$ durch $C_{25}H_{41}O_3N$. Ferner fand sich in der Droge ein neutraler Stoff von der Formel $C_{26}H_{44}O_3$ oder $C_{27}H_{46}O_3$, der als *Propieimin* (I) bezeichnet wird, Platten oder Nadeln aus Bzl. oder A., F. 186°, $[\alpha]_D^{18} = -37,8^\circ$ (A.; c = 1); *Diacetat*, $C_{30}H_{48}O_5$ oder $C_{31}H_{50}O_5$, Krystalle aus A., F. 140°. Oxydation von I mit CrO_3 in Eisessig ergibt ein *Keion* $C_{16}H_{30}O$ (II), Krystalle aus A., F. 115,5°, $[\alpha]_D^{18} = -36,3^\circ$ (A.; c = 0,1); *Oxim*, $C_{16}H_{31}ON$, Krystalle aus A., F. 201°. Die Ggw. einer benachbarten Methylengruppe in II wird angezeigt durch die mit Äthylformiat u. Na in Bzl. erfolgende Bldg. eines *Formylderiv.*, $C_{20}H_{30}O_2$, Krystalle aus A., F. 131°, gibt mit alkohol. $FeCl_3$ Violettfärbung. — *Kohlennwasserstoff* $C_{19}H_{32}$, durch Erhitzen des rohen Semicarbazons von II mit $NaOCH_3$ auf 160°, F. 55°, sublimierbar. — Eindampfen von I mit alkohol. HCl auf dem Wasserbad spaltete eine

Verb. $C_{20}H_{32}O$ (oder $C_{19}H_{30}O$ oder $C_{21}H_{34}O$) ab, Krystalle aus Aceton, F. 167°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1778—80. Okt. 1944. Tschungking, Med. Coll. of Shanghai.) BEHRLE

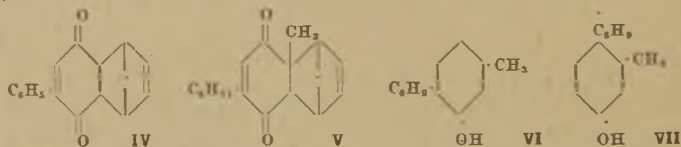
V. N. Ipatieff und Herman Pines, *Untersuchungen in der Terpenreihe. I. Mitt. Dehydratation von Alkoholen in der Terpenreihe unter Druck und in Gegenwart von verdünnten wäßrigen Salzlösungen.* Bei 2—3std. Erhitzen einer Reihe von Terpenalkoholen auf 230° (bei Borneol erst bei 285—295°) unter Druck (Maximum 70 at) im rotierenden Autoklaven in Ggw. gleicher Volumina 1—2% ig. wss. Lsg. von $MgCl_2$ tritt Dehydratisierung ein, wobei kaum Seitenrk. auftreten. So geben *Terpineol* wie auch 1,8-*p-Menthadiol* Dipenten, α -*Terpinen* u. ein *Terpen* $C_{10}H_{16}$ von unbekannter Struktur, das ein charakterist., tetragonale Prismen von F. 96° bildendes *Tetrabromid*, $C_{10}H_{16}Br_4$, liefert. Daß die Dehydratisierung von *Terpineol* ohne Isomerisierung des 6-Rings zu einem 5-Ring vor sich geht, ergibt sich daraus, daß Hydrieren der Reaktionsprodd. zum Cycloparaffin u. dessen Dehydrierung an Pt + Al_2O_3 zu *p-Cymol* führt. — Dehydratation von *Dihydroterpineol*, Kp.₅ 69°, ergibt ein Gemisch von 4-*Methyl-1-isopropyl-1-cyclohexen* u. 4-*Methyl-1-[\alpha-methylvinyl]-cyclohexan*. Aus *Menthol* erhält man mit wss. $MgCl_2$ bei 310—320° wohl hauptsächlich 2-*Methyl-5-isopropyl-1-cyclohexen*. *Isoborneol* dehydratisiert zu *Camphen*, während aus *Borneol* ein Gemisch aus *Campher* u. einem fl., bei -15° erstarrenden Isomeren entsteht, das bei der Hydrierung bei 70—80° unter Druck in Ggw. von Ni-Kieselgur einen als *Isobornylan*, $C_{10}H_{18}$, angesprochenen KW-stoff liefert. (J. Amer. Chem. Soc. 66. 1120—22. Juli 1944. Evanston, Ill., Northwestern Univ., Riverside, Ill., Universal Oil Products Co.) BEHRLE

Byron Riegel und A. Vern McIntosh jr., *Einführung des 3-Keto- Δ^4 -konjugierten Systems in der Desoxycholsäurereihe.* Erhitzen von Desoxycholsäuremethyl ester mit Cyclohexanon u. Al-tert.-Butylat in Toluol liefert in 63% Ausbeute 12-*Oxy-3-ketocholansäuremethyl ester* (I), Krystalle aus 60% ig. A., F. 140,5—142°. — 12-*Oxy-3-ketonorcholansäuremethyl ester*, $C_{24}H_{38}O_4$ (II), ebenso aus Methylnordesoxycholol, Krystalle aus 50% ig. A., F. 143—145°. — 12-*Oxy-3-ketobisnorcholansäuremethyl ester*, $C_{28}H_{38}O_4$, Krystalle aus verd. A., F. 203—204°. — 12-*Oxy-3-ketoätiolcholansäuremethyl ester*, $C_{29}H_{32}O_4$, F. 139—141,5°. — 4-*Brom-12-oxy-3-ketocholansäuremethyl ester*, $C_{25}H_{39}O_4Br$ (III), aus I mit Br in Eisessig, Krystalle aus Bzl. + PAe., F. 134—134,5°. — 4-*Brom-12-oxy-3-ketonorcholansäuremethyl ester*, $C_{24}H_{37}O_4Br$, Krystalle aus Chf. u. Ae., F. 178,5 bis 180°. — 4-*Brom-12-oxy-3-ketobisnorcholansäuremethyl ester*, $C_{23}H_{35}O_4Br$, Krystalle aus Ae. u. Chf., F. 206—207°. — 12-*Oxy-3-keto-4-cholensäuremethyl ester*, $C_{25}H_{38}O_4$, durch 4 $\frac{1}{2}$ std. Kochen von III in Pyridin, Krystalle aus 50% ig. A., F. 144—145°. Zeigt wie auch die 3 folgenden Verbb. in A. eine charakterist. Absorptionsbande bei 241 μ , u. die Extinktionskoeffizienten der vier 3-Oxo-4-cholensäureester liegen zwischen 14 100 u. 16 320. — 12-*Oxy-3-ketonor-4-cholensäuremethyl ester*, $C_{24}H_{36}O_4$, Nadeln aus verd. A., F. 136,5—137°. — 12-*Oxy-3-ketobisnor-4-cholensäuremethyl ester*, $C_{23}H_{34}O_4$ (IV), Nadeln aus verd. A., F. 164—167°. — 12-*Oxy-3-ketoätio-4-cholensäuremethyl ester*, $C_{22}H_{30}O_4$, beim Kochen des entsprechenden bromierten Methyl esters, der schlecht kryst., in Pyridin, Krystalle aus Bzl. + PAe., F. 152—153°. — 3,12-*Diacetoxynorcholansäuremethyl ester*, $C_{28}H_{44}O_6$, bei 5std. Kochen von Nordesoxycholsäuremethyl ester mit Acetanhydrid u. Pyridin, Krystalle aus Methanol, F. 153—153,4°. — 3,12-*Diacetoxibisnorcholansäuremethyl ester*, $C_{27}H_{42}O_6$, Krystalle aus A., F. 165—167°. — 3,12-*Diacetoxyätiolcholansäuremethyl ester*, $C_{25}H_{38}O_6$, Krystalle aus Methanol, F. 149 bis 150,5°. — 3-*Oxy-12-acetoxycholansäure* (V), durch 2std. Aufbewahren von 3,12-Diacetoxycholansäuremethyl ester (F. 110—113°) in 0,5n alkohol. KOH, F. 171—172,5°. Analog 3-*Oxy-12-acetoxynorcholansäure*, $C_{25}H_{40}O_5$ (VI), Krystalle aus Aceton, F. 219 bis 221°. V gibt bei lstd. Oxydation mit CrO_3 bei Zimmertemp. 12-*Acetoxy-3-ketocholansäure*, die bei Verseifung u. Methylierung mit Methanol + Acetylchlorid in I übergeht. Ebenso entsteht II, F. 146,5—147,5°, aus VI. — 12-*Oxy-3-ketobisnor-4-cholensäure*, $C_{22}H_{32}O_4$, durch Verseifung von IV, F. 210—220°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1099—1103. Juli 1944. Evanston, Ill., Northwestern Univ.) BEHRLE

Erwin Schwenk, Byron Riegel, Robert Bruce Moffett und Elsie Stahl, *Die Darstellung von Homologen der 3-Oxy-12-ketocholansäure.* Aufbewahren von Desoxycholsäure mit Succinanhydrid u. Pyridin über Nacht (oder schneller Erhitzen) ergibt *saures Desoxycholsäure-3-succinat*, $C_{28}H_{44}O_7$ (I), Krystalle aus verd. Methanol, F. 231—232°, korr. (alle FF. sind korr.), $[\alpha]_D^{20} = +51,5^\circ$ (Dioxan); *Dimethyl ester*, $C_{30}H_{46}O_7$, Krystalle aus Ae. + PAe., F. 98—100°. — 3-*Oxy-12-ketocholansäure*, aus I mit CrO_3 in wss. Essigsäure u. Verseifen durch 2—3std. Erhitzen mit wss. Alkali, F. 164—165°, $[\alpha]_D^{20} = +86,6^\circ$ (Dioxan); *saures Succinat*, $C_{28}H_{42}O_7$, Krystalle aus Bzl. + CH_3OH , F. 242—244°. — 3-*Acetoxy-12-ketocholansäuremethyl ester*, $C_{27}H_{42}O_6 \cdot H_2O$, aus der Säure erst mit Diazomethan, dann mit Acetanhydrid in sd. Eisessig, Krystalle, F. 148,5—150°. — *Saures*

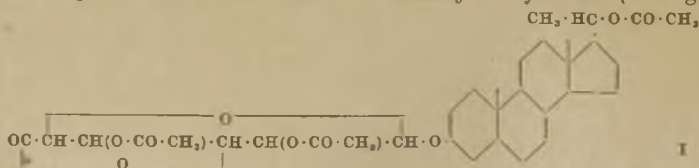
Nordesoxycholsäure-3-succinat, $C_{27}H_{42}O_7$, Krystalle aus PAe., F. 241—242°, $[\alpha]_D = +54,8^\circ$ (Dioxan). Daraus mit CrO_3 in wss. Essigsäure das saure *Succinat der 3-Oxy-12-ketonorcholansäure*, $C_{27}H_{40}O_7$, Krystalle, F. 257—258°. — *3-Oxy-12-ketonorcholansäure*, $C_{23}H_{36}O_4$, Krystalle aus Aceton, F. 250—251°, $[\alpha]_D = +69,7^\circ$ (Dioxan); *Acetat*, $C_{25}H_{38}O_5$, Krystalle, F. 207,8—209,5°, $[\alpha]_D = +99,7^\circ$ (Dioxan); *Semicarbazon*, $C_{24}H_{39}O_4N_3$, gelatinöser Nd., der sich bei ca. 250—275° zers.; gibt bei der Red. mit $NaOC_2H_5$ -Lsg. bei 180—200° im Rohr (12 Stdn.) *Lithocholsäure*, F. 183—183,5°. — *Saures Bismordesoxycholsäure-3-succinat*, $C_{26}H_{40}O_7$, Krystalle aus Ae. + PAe., F. 234—235°, $[\alpha]_D = +33,9^\circ$ (Dioxan). — *Saures 3-Oxy-12-ketobismorcholansäuresuccinat*, $C_{26}H_{38}O_7$, Krystalle aus A., F. 252—254°. — *3-Oxy-12-ketobismorcholansäure*, $C_{22}H_{34}O_4$, Krystalle aus verd. Methanol, F. 298—299°, $[\alpha]_D = +84,6^\circ$ (Dioxan); *Acetat*, $C_{24}H_{36}O_5$, Krystalle aus CH_3OH , F. 246—247°, $[\alpha]_D = +65,9^\circ$ (Dioxan); *Semicarbazon*, $C_{23}H_{33}O_4N_3$, Nadeln, die sich bei ca. 210—230° zersetzen. — *3-Oxy-12-ketoätiocholsäure*, $C_{26}H_{30}O_4$, aus Atiodesoxycholsäure durch Überführung in das saure Succinat, Oxydation mit Chromessigsäure u. Verseifung, Krystalle aus Aceton u. Ligroin, F. 213—215°, $[\alpha]_D = +127,2^\circ$ (Dioxan); *Acetat*, $C_{22}H_{32}O_5$, F. 205—206°. (J. Amer. chem. Soc. 65. 549—51. April 1943. Bloomfield, N. J., Schering Corp.; Evanston, Ill., Northwestern Univ.) BEHRLE

C. F. Koelsch und F. J. Lucht, *Modellversuche über die Verwendung von Cyclopentadien bei der Synthese von sterinartigen Verbindungen*. Bei der Anlagerung von Cyclopentadien (I) an Phenylchinon (II) oder 5-Methyl-2-cyclohexylchinon (III) in Methanol werden lediglich 1:1-Additionsprodd. von den Strukturen IV bzw. V erhalten; letztgenannte sind wahrscheinlicher als die bei Addition an der entgegengesetzten Seite des Chinons anzunehmenden. Hieraus ergibt sich auch die Konst. des Kondensationsprod. aus Cyclohexanon u. m-Kresol von NIEDERL u. NIEDERL (J. Amer. chem. Soc. 61. [1939.] 1785) als VI, da die Verb. in ein p-Chinon überführbar ist, u. nicht VII, wie NIEDERL u. NIEDERL (l. c.) ohne Beweis annahmen. —



2-Phenyl-5.8-methylen-4a.5.8.8a-tetrahydro-1.4-naphthochinon, $C_{17}H_{14}O_2$ (IV), blaßgelbe Prismen aus Methanol, F. 70,5—71°. Gibt mit Zn-Staub, W. u. Eisessig bei 70° *2-Phenyl-5.8-methylen-2.3.4a.5.8.8a-hexahydro-1.4-naphthochinon*, $C_{17}H_{16}O_2$, Nadeln aus Methanol, F. 149,5—152°, dessen CLEMMENSEN-Red. zu fl. Prodd. der ungefähren Zus. $C_{17}H_{20}$ führt. — *5-Methyl-2-cyclohexenylphenol* (VI) entsteht aus Cyclohexanon u. m-Kresol nach NIEDERL u. NIEDERL (l. c.) neben gleichen Mengen eines *Dimeren*, $C_{26}H_{32}O_2$, Prismen mit $1 C_3H_6O$ aus Aceton, F. 111—113° Zers. nach Erweichen bei 106°, verliert bei 130° das Aceton u. bildet dann Krystalle aus A. vom F. 142—143°. — *5-Methyl-2-cyclohexenylphenol*, $C_{13}H_{18}O$, aus VI mit H_2 (+ PtO_2) in Eisessig, Krystalle, F. 69—70°. Kp.₁₉ 166—169°. Daraus mit diazotierter Sulfanilsäure in NaOH u. Erwärmen mit Na-Hydrosulfit *4-Amino-5-methyl-2-cyclohexenylphenol*, $C_{13}H_{19}ON$, Krystalle aus Bzl., die sich bei 170° rosa färben u. bei 182° zu einer braunen Fl. schmelzen. Wird von $K_2Cr_2O_7$ u. verd. H_2SO_4 oxydiert zu *5-Methyl-2-cyclohexylchinon*, $C_{13}H_{16}O_2$ (III), hellgelbe Platten aus A., F. 60—61°. Red. mit granuliertem Zn in Eisessig führt zu *2-Methyl-5-cyclohexylhydrochinon*, $C_{13}H_{18}O_2$, Platten, F. 146—148°. — *4a-Methyl-2-cyclohexenyl-5.8-methylen-4a.5.8.8a-tetrahydro-1.4-naphthochinon*, $C_{18}H_{22}O_2$ (V), durch 1std. Kochen von I mit III in Methanol, hellgelbe Nadeln aus Methanol, F. 75—77°, liefert mit Zn u. Eisessig Krystalle vom F. 71—78°. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1240—42. Juni 1943. Minneapolis, Minn., Univ. of Minnesota.) BEHRLE

R. D. H. Heard, M. M. Hoffman und G. E. Mack, *Steroide*. VI. Mitt. *Die Struktur von Pregnandiolglucuronid aus menschlichem Schwangerschaftsurin*. (IV. vgl. C. 1943.



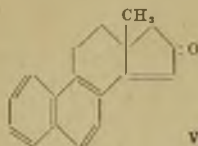
I. 853.) Behandlung des Na-Salzes von Pregnandiolglucuronid aus menschlichem Schwangerschaftsurin (VENNING u. BROWNE, Proc. Soc. exp. Biol. Med. 34. [1936.]

792) mit Acetanhydrid lieferte *Pregnandiolglucuronidtriacetatlacton*, C₂₁H₃₄·C₆H₅O₄(O·CO·CH₃)₃ (I), Krystalle aus verd. A., F. 123—125°. Da seine Hydrolyse mit sd. alkohol. HCl neben anderen Prodd. *Pregnandiol-20-monoacetat* ergab, muß der natürliche Ester *Pregnan-3 α ,20 α -diol-3- β -d-glucuronid* sein (vgl. nachst. Ref.). — Die chromatograph. Trennung von *Pregnandiol* u. seinen Acetaten ist beschrieben. (J. biol. Chemistry 155. 607—14. Okt. 1944. Halifax, Dalhousie Univ.; Montreal, Canada, McGill Univ. Clinic.)

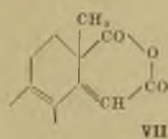
BEHRLE

Charles Ferdinand Huebner, Ralph S. Overman und Karl Paul Link, *Die Synthese von Pregnan-3- β -d-glucuronid*. (Vgl. vorst. Ref.) *Pregnandiol-20-acetyl-3-[triacetyl- β -d-glucuronidmethyl ester]*, C₃₆H₅₄O₁₂, aus *Pregnandiol-20-acetat* mit Acetobrom-d-glucuronsäuremethyl ester u. Ag₂O in Bzl., Krystalle aus A., F. 191—192°, [α]_D²⁰ = +7,5° (Bzl.; c = 1). Gibt beim Kochen mit methylalkohol. NaOH *Pregnandiol-3- β -d-glucuronid* (I), F. 176—178°, über dessen *Na-Salz*, Krystalle aus CH₃OH, F. 274 bis 275°. I erwies sich als ident. mit dem natürlichen Pregnan-3- β -d-glucuronid von VENNING u. BROWNE (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 34. [1936.] 792). — *Pregnandiol-20-acetot-3-[tetraacetyl- β -d-glucosid]*, C₃₇H₅₆O₁₂, ebenso mit Acetobromglucose, Krystalle aus A., F. 200—204°, [α]_D²⁰ = +6,1° (Bzl.; c = 1,5). — *Stigmasterintriacetyl- β -d-glucuronidmethyl ester*, C₄₂H₆₄O₁₀, Krystalle aus A., F. 172—174°, [α]_D²¹ = -52° (Bzl.; c = 2). J. biol. Chemistry 155. 615—17. Okt. 1944. Madison, Univ. of Wisconsin.) BEHRLE

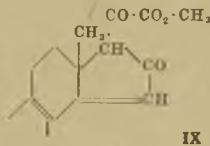
A. L. Wilds und Lloyd W. Beck, *16-Equilenon und 16.17-substituierte Equilenanderivate*. Einleiten von CH₃Br-Gas in die sd. Lsg. der Na-Verb. des [β -(1-Naphthyl)äthyl]-malonsäurediäthylesters in A., Erhitzen mit 45%ig. KOH u. Decarboxylierung bei 185—195° lieferte α -Methyl- γ -[1-naphthyl]-buttersäure, Krystalle aus PAe., F. 83 bis 84°, korr. — Behandeln ihres mit PCl₅ in Bzl. gewonnenen Chlorids mit SnCl₄ bei 15° u. Zers. des orangefarbenen Komplexes mit konz. HCl ergab *1-Keto-2-methyl-1.2.3.4-tetrahydrophenanthren* (I), Prismen aus PAe., F. 73—74°, korr.; *Pikrat*, C₁₅H₁₄O·C₆H₅O₇N₃, hellgelbe Nadeln, F. 79—80°, korr. (HAWORTH, J. chem. Soc. [London] 1932. 1132, gibt F. 104° an). — *2-Brom-1-keto-2-methyl-1.2.3.4-tetrahydrophenanthren*, C₁₅H₁₃OBr (II), Prismen aus Aceton + Methanol, F. 97—98°, korr. — Erhitzen mit Na-Malonester in Bzl., auch in Ggw. von A., lieferte *1-Keto-2-methyl-1.2.3.4-tetrahydrophenanthren-2-essigsäure*, C₁₇H₁₆O₃ (III) (s. unten) u. *2-Methyl-1-phenanthrol*, C₁₅H₁₂O, das auch aus II beim Erhitzen in 2.4.6-Trimethylpyridin entsteht, Nadeln aus Bzl., F. 124,5—125°, korr.; *Benzoat*, C₂₂H₁₆O₂, Nadeln aus Bzl. + A., F. 174,5—175,5°; *Methyläther*, C₁₆H₁₄O, Blättchen aus CH₃·OH, F. 82—83°, korr. — Kochen des hellgelben Na-Enolats von I mit Bromessigsäuremethyl ester in Ae. u. Hydrolyse mit sd. wss.-methylalkohol. KOH ergab neben geringen Mengen einer Verb. C₃₀H₂₆O₂, Nadeln aus Dioxan, F. 255—256°, vorwiegend III, Blättchen aus Bzl., F. 153—153,5°, korr.; *Methyl ester*, C₁₆H₁₆O₃, Prismen aus CH₃·OH, F. 73—73,5°, korr. — *1-Keto-2-methyl-2-acetyl-1.2.3.4-tetrahydrophenanthren*, C₁₆H₁₈O₂ (IV), aus dem mit SOCl₂ dargestellten Chlorid von III mit Na-Malonester in Ae. u. Kochen mit verd. HCl in Eisessig, Prismen aus CH₃·OH, F. 109—109,5° Zers. — $\Delta^{1'1'}$ -*2'-Keto-2-methyl-3.4-dihydro-1.2-cyclopentenphenanthren*, C₁₈H₁₆O (V), durch Ringschluß von IV mit sd. 5%ig. KOH unter N₂ (20 Stdn.), Krystalle aus Bzl. + Methanol, F. 147,5—148°, korr., die Lsg. in konz. H₂SO₄ ist gelb; *Oxim*, C₁₈H₁₇ON, Krystalle aus A., die im auf 190° vorgeheizten Bad



V



VII



IX

bei 197—205° Zers., korr. schmelzen. — *2'-Keto-2-methyl-1.2.3.4-tetrahydrocyclopentanphenanthren* (16-Equilenon), C₁₆H₁₆O, bei der Hydrierung von V bei Ggw. von Pd-Kohle in Dioxan wurde eines der beiden möglichen Diastereoisomeren in Blättchen vom F. 168,5—169°, korr. erhalten; *Oxim*, Platten aus Bzl. + Methanol, F. 211—213°, korr. — *3'-Monoxim* von $\Delta^{1'1'}$ -*2'-Keto-2-methyl-3.4-dihydro-1.2-cyclopentenphenanthren*, C₁₈H₁₅O₂N (VI), aus V mit n-Butylnitrit in Ggw. von K-tert.-Butylat, gelbe Blättchen aus CH₃·OH, F. 227,5—228° Zers., korr.; gibt bei der BECKMANNschen Umlagerung mit p-Toluolsulfonylchlorid u. verd. KOH das Anhydrid VII (s. unten). — $\Delta^{1'1'}$ -*2'-3'-Diketo-2-methyl-3.4-dihydro-1.2-cyclopentenphenanthren*, C₁₆H₁₄O₂ (VIII), beim Erhitzen von VI mit konz. HCl, Formalinlsg. u. Dioxan, orangefarbene Blättchen aus Bzl. + A., F. 203—205°, korr., die Lsg. in konz. H₂SO₄ ist olivgrün; *Chinoxalinderiv.* C₂₄H₁₈N₂, aus VIII mit o-Phenylendiamin, gelbe Blättchen aus CH₃·OH, F. 200—200,5°,

korr.; *Dioxim*, C₁₈H₁₆O₂N₂, hellgelbe Blättchen aus A., F. 237—237,5° Zers., korr. — Behandlung von VIII mit Perjodsäure in W. + Dioxan ergibt das *Anhydrid der syn-2-Methyl-2-carboxy-1.2.3.4-tetrahydrophenanthryliden-1-essigsäure* (VII), F. 191—192,5°, korr., das auch nach dem Verf. von BACHMANN u. WILDS (C. 1941. I. 1296) dargestellt wurde. — Hydrierung von VIII bei Ggw. von Pd-Kohle in Dioxan lieferte eine *Verb.* C₁₈H₁₆O₂, bei der eine der beiden Ketogruppen zur Alkoholgruppe red. zu sein scheint, hellgelbe Blättchen aus Bzl., F. 207—208,5°, korr., gibt mit konz. H₂SO₄ eine hellrote Farbe u. löst sich orangefarben; Spaltung mit Perjodsäure führte zu einer *Verb.* C₁₈H₁₆O₃, die vielleicht eine Ketogruppe von VII zur Alkoholgruppe red. enthält, hellgelbe Platten aus Dioxan + W., F. 266—275°, gibt mit konz. H₂SO₄ eine braune Färbung u. löst sich gelb. Bei Behandlung von VIII mit H₂ (+ RANEY-Ni) in Dioxan wurde unter Aufnahme von 3—4 Mol H₂ die *Verb.* C₁₈H₂₄O₂ (?) erhalten, Nadeln aus Isopropylalkohol, die bei 141—142,5°, korr., zu einer wolkigen Fl. schmilzt, die bei 147° klar wird. — *1¹.2¹.2¹-Keto-2-methyl-3.4-dihydro-1.2-cyclopentenphenanthren-3'-glyoxylsäuremethyl-ester*, C₂₁H₁₈O₄ (IX), aus V mit Dimethyloxalat u. CH₃·ONa in Bzl., gelbe Prismen aus Aceton + Methanol, F. 168,5—170°, korr., gibt mit konz. H₂SO₄ eine dunkelrote Färbung. — *1¹.2¹.2¹-Keto-2-methyl-3.4-dihydro-1.2-cyclopentenphenanthren-3'-carbonsäuremethyl-ester*, C₂₀H₁₈O₃, durch Erhitzen eines Gemischs von IX u. gemahlenem, weichem Glas (BACHMANN, COLE u. WILDS, C. 1940. II. 1148) auf 190—200° unter N₂, gelbe Nadeln aus CH₃·OH, die bei 145° erweichen u. bei 150—157° schmelzen, die Lsg. in konz. H₂SO₄ ist orangefarben. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1688—94. Okt. 1944. Madison, Univ. of Wisconsin.)

BEHLE

Ellen Burtner, *Molekulargewicht des adrenocorticotropen Hormons*. Die Best. des Mol.-Gew. des von LI, SIMPSON u. EVANS (Science [New York] 96. [1942.] 450) beschriebenen *adrenocorticotropen Hormons* mittels der Sedimentationsgeschwindigkeit in der SVEDBERG-Ultrazentrifuge u. dem Diffusionsvers. in einer LAMM-Zelle ergab einen Wert von 20000 ± 10%. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1238. Juni 1943. Madison, Univ. of Wisconsin.)

BEHLE

A. L. Wilds und Warren R. Biggerstaff, *Diäthylstilböstrol und sein Monomethyläther*. Nitrierung von α -Phenylbuttersäure mit H₂SO₄-HNO₃ ergibt α -[4-Nitrophenyl]-buttersäure, C₁₀H₁₁O₄N, blaßgelbe Prismen aus Bzl., F. 121—122,5°, korr.; *Äthylester*, C₁₂H₁₅O₄N, blaßgelbe Fl., Kp._{0,01} 93—94°, D._{27,5}^{27,5} = 1,1341, n_D^{27,5} = 1,5162. Daraus mit H₂ (+ RANEY-Ni) bei 100—140° unter 200—350 at α -[4-Aminophenyl]-buttersäure-äthylester, C₁₂H₁₇O₂N, Kp._{0,05} 101—102°, D.₂₇²⁷ = 1,0450, n_D²⁷ = 1,5240. Gibt beim Diazotieren u. Verkothen mit verd. H₂SO₄ α -[4-Oxyphenyl]-buttersäure, C₁₀H₁₂O₃, Blättchen aus Bzl., F. 129,5—130,5°, korr.; *Äthylester*, C₁₂H₁₆O₃, Blättchen aus Bzl. + PAe., F. 125—129°, korr. — α -[4-Acetoxyphenyl]-buttersäure, C₁₂H₁₄O₄, Prismen aus Bzl. + PAe., F. 90,5—92°, korr. — α -[4-Methoxyphenyl]-buttersäure, C₁₁H₁₄O₃, Nadeln aus Bzl., F. 66—67°, korr. — α -Äthyldeoxyanisoin, C₁₈H₂₀O₃ = (p)CH₃·O·C₆H₄·CH(C₂H₅)·CO·C₆H₄·O·CH₂(p) (I), aus mit SOCl₂ hergestelltem α -[4-Methoxyphenyl]-buttersäurechlorid mit Anisol in Bzl. bei Ggw. von wasserfreiem SnCl₄, Krystalle aus Bzl. + PAe., die auch nach chromatograph. Reinigung an Al₂O₃ bei 48—51°, korr. schm., wobei die Schmelze erst bei 58—60° klar wurde. Ein bei 90° geschmolzenes u. wiedererstarrtes Präp. zeigte F. 46—50° zu einer klaren Fl.; 2.4-Dinitrophenylhydrazon, C₂₄H₂₄O₆N₄, orangefarbene Krystalle aus Essigester + A., F. 121,5—122,5°, korr. — 3.4-Di-p-anisyl-3-hexanol, aus I mit C₂H₅·MgBr in Ae. + Bzl. entstehen beide stereoisomeren Formen, F. 114—117°, korr. u. F. 83—85,5°, korr. Daraus mit p-Toluolsulfonsäure bei 120—125° (30 Min.) in guter Ausbeute 4.4'-Dimethoxy- α - α -diäthylstilben, C₂₀H₂₄O₂, Blättchen aus A., F. 123—124°, korr., dessen Entmethylierung mit alkohol. KOH bei 220° 4.4'-Dioxy- α - α -diäthylstilben (Diäthylstilböstrol), [HO·C₆H₄·C(C₂H₅)₂]₂, F. 169—170°, korr., ergibt. — 1-p-Anisyl-2-[4-oxyphenyl]-1-butanol, C₁₇H₁₈O₃ = (p)HO·C₆H₄·CH(C₂H₅)·CO·C₆H₄·O·(CH₃)p (II), aus mit SOCl₂ dargestelltem α -[4-Acetoxyphenyl]-buttersäurechlorid mit Anisol in Bzl. bei Ggw. von SnCl₄ u. folgender Hydrolyse durch Erhitzen mit wss.alkohol. KOH oder neben der entsprechenden Dioxyverb. beim Entmethylieren von I mit sd. 40% ig. HBr in Eisessig, Blättchen aus Bzl., die bei sehr langsamem Erhitzen bei 111—112°, korr., eine halbste M. bildeten, die bei 115,5° zusammenfiel u. bei 116° klar wurde; zeigte nach dem Schmelzen u. Wiedererstarren F. 114—116°, korr.; 3.5-Dinitrobenzoat, C₂₄H₂₀O₆N₂, Krystalle aus PAe. + Essigester, F. 112—115°, korr. — 3-p-Anisyl-4-[p-oxyphenyl]-3-hexanol, C₁₈H₂₄O₃, aus II u. C₂H₅·MgBr in Ae. + Bzl., Prismen aus Bzl. + PAe., F. 124—125°, korr. — Daraus mit p-Toluolsulfonsäure bei 110—115° unter 0,1 mm 4-Oxy-4'-methoxy- α - α -diäthylstilben (Diäthylstilböstrolmonomethyläther), Krystalle aus Bzl. + PAe., F. 113,5 bis 114°, korr., Blättchen aus A. oder verd. A. vom F. 98—114°, die nach Trocknen bei

80° (0,1 mm) bei 113,5—114° schmelzen. (J. Amer. chem. Soc. 67. 789—93. Mai 1945. Madison 6, Univ. of Wisconsin.)

BEHRLE

Martin Rubin und Henry Wishinsky, *Funktionelle Varianten von Diäthylstilböstrol*. Es wurden Derivv. von *Diäthylstilböstrol* (4,4'-Dioxy- α,α' -diäthylstilben) dargestellt, in denen eine oder 2 der OH-Gruppen durch NH₂, Br, CO₂H- u. OCH₃-Gruppen ersetzt sind, u. von **Geschickter u. Byrnes** auf östrogene Wrkg. an Ratten sowie von **Strandskov** auf bakteriostat. Wrkg. an dem F.D.A. 209-Stamm von *Staphylococcus* geprüft. — 4-Nitro-4'-methoxydesoxybenzoin, C₁₅H₁₃O₄N, aus p-Nitrophenylacetylchlorid, Anisol u. AlCl₃ in CS₂, Krystalle aus A., F. 117—118°; gibt mit C₂H₅J in NaOC₂H₅-Lsg. 4-Nitro-4'-methoxy- α -äthyldeoxybenzoin, C₁₇H₁₇O₄N, blaßgelbes Öl, Kp._{0,8} 210 bis 215°, das auch aus 4-Nitro- α -äthylphenylacetylchlorid mit Anisol u. AlCl₃ in CS₂ erhalten wird. — 4-Amino-4'-methoxy- α -äthyldeoxybenzoin, C₁₇H₁₉O₂N, Krystalle aus PAe. + Bzl., F. 97—98,5°, Kp._{0,8} 215—220°. Gibt mit C₂H₅-MgBr in Ae. 3-[4-Aminophenyl]-4-anisylhexanol-3, C₁₈H₂₅O₂N, Krystalle aus PAe., F. 113—114°, das bei 180 bis 200° übergeht in 4-Amino-4-methoxy- α,α' -diäthylstilben, C₁₈H₂₃ON, viscoses Öl, Kp.₁ 180—182°; Benzooat, C₂₆H₂₇O₂N, F. 218—218,5°. — 4-Amino-4'-oxy- α,α' -diäthylstilben, C₁₈H₂₁ON, Krystalle aus Methanol, F. 155—156°, Kp._{0,1} 180—185°; Dibenzooat, C₃₂H₂₉O₂N, Krystalle aus A., F. 247—248°. — 4-Brom-4'-methoxy- α,α' -diäthylstilben, C₁₉H₂₁OBr (I), aus 3-Anisylhexanon-4 u. der GRIGNARD-Verb. aus p-Dibrombenzol in Ae. u. Erhitzen des Reaktionsprod. mit KHSO₄ auf 180—200°, Kp._{0,5} 170—175°. — 4-Brom-4'-oxy- α,α' -diäthylstilben, C₁₈H₁₉OBr, viscoses Öl, Kp._{0,1} 170—180°; p-Nitrobenzooat, C₂₆H₂₂O₄NBr, Krystalle aus A., F. 112—114°. — 4-Methoxy-4'-carboxy- α,α' -diäthylstilben, C₂₀H₂₂O₃, durch Behandlung von I + C₂H₅J u. Mg in Ae. mit fester CO₂, Krystalle aus 50%ig. Essigsäure, F. 165,5—167°. — *Diäthylstilben*, C₁₈H₂₀, entsteht in einer öligen u. einer festen (wohl der trans-) Form vom F. 57—58° (Krystallen aus Methanol) beim Erhitzen von 3,4-Diphenylhexanol-3 mit KHSO₄ auf 180—200°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1948—50. Nov. 1944. Belleville, N. J., Wallace and Tiernan Products Inc.)

BEHRLE

Max S. Dunn, Merrill N. Camien, Louis B. Rockland, S. Shankman und Samuel C. Goldberg, *Untersuchungen von Aminosäuren, Peptiden und Proteinen*. XVII. Mitt. *Die Bestimmung von Glutaminsäure in Proteinhydrolysaten durch eine mikrobiologische Methode*. (XVI. vgl. SCHOTT, ROCKLAND u. DUNN, J. biol. Chemistry 154. [1944.] 397; XI. vgl. C. 1944. I. 275.) Es wird ein mikrobiol. Verf. zur Best. von l(+)-Glutaminsäure (I) in Proteinhydrolysaten mittels *Lactobacillus arabinosus* beschrieben. Es ergaben sich damit in Casein 22,5 u. in Seidenfibroin 2,03% I. (J. biol. Chemistry 155. 591—603. Okt. 1944. Los Angeles, Univ. of Calif.)

BEHRLE

Robert C. Warner, *Trennung von α - und β -Casein*. Durch fraktionierte Fällung einer 1%ig. Lsg. von Casein in NaOH mit einem p_H 6,5 mittels verd. HCl, die vorwiegend bei 2° durchgeführt wird u. keine größeren p_H-Unterschiede als 3,5 einer- u. 6,5 andererseits in sich schließt, wird eine Trennung in α - u. β -Casein erreicht. Diese stellen die 2 Spitzen im elektrophoret. Diagramm von Casein bei p_H 7 dar. Die elektrophoret. Vers. sind ausgeführt im App. von TISELIUS (C. 1938. I. 1625; vgl. auch LONGSWORTH, C. 1945. II. 110.) Die Existenz eines von MELLANDER (C. 1939. I. 6417) auf Grund einer dritten Spitze angenommenen γ -Caseins ist unsicher. Die beiden Caseinfraktionen sind nicht unter allen Bedingungen elektrophoret. homogen, wurden aber soweit gereinigt, daß keine etwas von der anderen enthält. Die Existenz von Komplexbildg. zwischen α - u. β -Casein ist wohl anzunehmen. — Die isoelekt. Punkte sind 4,0—4,1 für α -Casein u. 4,5 für β -Casein bei einer Ionenstärke von 0,1. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1725—31. Okt. 1944. Philadelphia, Pa., Eastern Reg. Res. Labor.)

BEHRLE

Laura E. Krejci, *Elektrophoretischer Beweis für eine Komplexbildung im Casein*. Eine Richtigstellung. Die Richtigstellung bezieht sich auf die Veröffentlichung von KREJCI, JENNINGS u. SMITH (J. Franklin Inst. 232. [1941.] 592), in der man bei der Elektrophorese von saurem alkohollösl. Casein eine Asymmetrie feststellte u. daraus auf das Vorhandensein einer reversibel dissozzierenden Komplexverb. zwischen α - u. β -Casein schloß. Die Annahme, daß die Konzentrationserhöhungen im Kathodenarm des U-Rohrs den tatsächlichen, freien u. gebundenen α - u. β -Caseinkonz. entsprechen, war falsch, da der Einfl. der verschied. Beweglichkeit freien u. komplex gebundenen β -Caseins auf das Konzentrationsgefälle nicht berücksichtigt wurde. Anwendung der Gleichung von LONGSWORTH u. MAC INNES (C. 1943. II. 322) zeigt, daß 73—76% α -Casein neben 14—16% β - u. 8—13% γ -Verb. auftreten. Die Geschwindigkeitskonstante der Komplexbildg. u. -dissoziation hat dieselbe Größenordnung u. ist groß im Verhältnis zur elektrophoret. Trennung. — Schlüsse aus der Sedimentationsgeschwindig-

keit in der Ultrazentrifuge auf die Komplexbldg. zu ziehen, ist offenbar unzulässig, da der Komplex nicht lange genug beständig ist, um für sich zu sedimentieren. Vielmehr dürfte das Gemisch zugleich mit einer Komponente, u. zwar schneller als die nicht assoziierte Einheit, sedimentieren. (J. Franklin Inst. 234. 197—201. Aug. 1942.)

SCHEUCK

Michel Macheboeuf und A.-M. Monnier, *Eine sehr einfache optische Anordnung zur Sichtbarmachung der Wanderung von Eiweißstoffen im Verlauf der elektrophoretischen Trennung*. Mitt. des Prinzips u. der techn. Ausführung zur Feststellung der Proteinwanderung im elektr. Felde. Einzelheiten sowie 3 Abb. vgl. Origina. (Ann. Inst. Pasteur 68. 488—91. Sept./Okt. 1942.)

BRÜGGEMANN

A. G. McCalla und Nils Gralen, *Untersuchungen an Gluten mit Hilfe der Ultrazentrifuge und Diffusion*. Es wird die Mol.-Größe des Glutens in Natriumalicylatlsg. auf Grund der Sedimentationsgeschwindigkeit, des Sedimentationsgleichgewichts u. der Diffusion zu ermitteln versucht. Der Anteil des gesamten mol.-dispersen Glutenproteins nimmt zu mit steigender Konz. an Natriumalicylat (von meist 8% bis zu 12%); doch zeigen die dispergierten Anteile im wesentlichen die gleiche Sedimentationskonstante ($2,5 \pm 0,15 \cdot 10^{-13}$), unabhängig von der Konz. des dispergierenden Mediums. Die am leichtesten lösl. Fraktion, 25% des Glutens, ist vollständig mol.-dispers, aber ausgesprochen inhomogen. Das Mol.-Gew. (auf Teilchengewicht bezogen) dieser Fraktion beträgt 44 000, doch spricht manches dafür, daß der Minimalwert ca. 35 000 betragen dürfte. Von den anderen Fraktionen war keine vollständig mol.-dispers, wobei dieser Anteil mit fallender Löslichkeit der Fraktionen abnahm. In allen Fraktionen traten Aggregate von verschied. Teilchengrößen auf, aber nur die am wenigsten lösl. enthielten genügend große Aggregate, um Trübung zu verursachen. Die Sedimentationskonstanten der mol.-dispersen Anteile stiegen etwas mit fallender Löslichkeit an, während die Diffusionskonstanten deutlich abnahmen. Keine dieser Fraktionen ergab n. Kurven (Diffusionsdiagramme), doch näherte sich die Kurve um so eher der n., je löslicher die betreffende Fraktion war. Die für die verschied. Diffusionsgeschwindigkeiten verantwortliche Inhomogenität ist zum Teil auf Unterschiede in den Anteilen u. Eigg. des mol.-dispersen Glutens u. zum Teil auf Aggregatbldg. zurückzuführen. Alle Eigg. zeigten progressive Veränderungen sowohl innerhalb der einzelnen willkürlich abgegrenzten Fraktionen als auch zwischen diesen. Doch stützen die erhaltenen Ergebnisse die Vermutung, daß im Gluten ein Eiweißsyst. vorliegt, das fortschreitende u. regelmäßige Änderungen seiner Eigg. zugleich mit den Änderungen in seiner Löslichkeit aufweist. (Canad. J. Res., Sect. A 20. 130—59. März 1942.)

HENTSCHEL

Chester J. Cavallito und John Hays Bailey, *Allicin, der antibakterielle Stoff von Allium sativum*. I. Mitt. *Isolierung, physikalische Eigenschaften und antibakterielle Wirkung*. Bei Extraktion der Zwiebeln des Knoblauchs, Allium sativum, mit A. fand sich nach Ersetzen des A. während der Dest. im Vakuum (10—15 mm) durch W. u. Extraktion der wss. Lsg. mit Ae. im Ae.-Rückstand neben etwas W. ein farbloses, ziemlich unbeständiges Öl (ca. 6 g aus 4 kg Knoblauch), dessen Geruch bedeutend charakteristischer für Knoblauch war als der der verschied. Allylsulfide. Es bestand aus einem gegen grampositive wie gramnegative Bakterien wachstumshemmende Wrkg. aufweisenden Stoff, der als *Allicin* (I) bezeichnet wird. Er zeigte $D_{20}^{20} = 1,112$, $n_D^{20} = 1,561$, opt. inakt., bei 10° zu ca. 2,5% in W. lösl., mischbar mit A., Bzl. u. Ae., ziemlich unlösl. in den Skellysolves. Reizt die Haut. Alkal. Hydrolyse liefert SO₂ u. Diallylsulfid, C₆H₁₀S. Die bedeutend mehr bakteriostat. als baktericide Wrkg. von I auf Staphylococcus aureus ist ca. 1% von der Aktivität des Penicillins. Die Toxizität für Mäuse ist angegeben. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1950—51. Nov. 1944. Rensselaer, N. Y., Winthrop Chem. Co.)

BEHRLE

Chester J. Cavallito, Johannes S. Buck und C. M. Suter, *Allicin, der antibakterielle Stoff von Allium sativum*. II. Mitt. *Bestimmung der chemischen Struktur*. (I. vgl. vorst. Ref.) Auf Grund von Analyse u. kryoskop. Mol.-Gew.-Best. in Bzl. kommt dem *Allicin* (I) die Zus. C₆H₁₀OS₂ zu. Die Rk. mit Cystein (siehe unten) u. die Wasserlöslichkeit sprechen neben anderem für die Konst. als CH₂:CH·CH₂:SO·S·CH₂:CH:CH₂, neben der C₃H₅·S·O·S·C₃H₅ nicht ganz ausgeschlossen ist. — Bei Hydrolyse mit 0,1n u. 0,5nNaOH wurden immer ca. 0,4 Mol SO₂ u. ebensoviel Diallylsulfid pro Mol I erhalten. — Beim Aufbewahren in wss. oder nichtwss. Lsg. geht I in ca. 2 Tagen in eine inakt. viscose, in W. unlösl. Fl. vom Mol.-Gew. ca. 485 über (berechnetes Mol.-Gew. für I 162), wobei auch geringe Mengen SO₂ entstehen. — Die Rk. von I in W. mit l-Cystein bei pH 6 liefert pro 1 Mol I 2 Mol S-[Allylthio]-cystein, C₆H₁₁O₂NS₂=CH₂:CH·CH₂:S·S·CH₂:CH(NH₂)·CO₂H, Kristalle, schmilzt oberhalb 185° unter Zers., [α]_D = ca. —150° (1nHCl), löst sich langsam in heißem Wasser. — I zeigt zwischen λ 224 u. 440 mμ keine selektive spektrale Absorption. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1952—54. Nov. 1944.)

BEHRLE

E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

E₁. Allgemeine Biologie u. Biochemie.

J. N. Davidson und C. Waymouth, *Faktoren im Pankreatin, welche den Nucleoproteidgehalt in vitro wachsender Fibroblasten beeinflussen.* (Vgl. C. 1944. I. 865.) Zu sätzliche Anwendung des aus Pankreatin gewonnenen Materials an Kulturen aus 9 Tagealten Hühnerembryoherzen neben Embryonalextrakt bewirkt ein dichteres Aussehen der Kulturen, eine erheblich stärkere Zunahme des Nucleoproteidphosphors u. morpholog. Änderungen der Zellen, die polyedr., kräftig ernährt u. mit runden Kernen ausgestattet sind. Der wirksame Faktor ist in neutraler u. leicht saurer Rk. bei 100° thermostabil, leidet jedoch beim 30 Min. langen Erhitzen bei p_H 8,0—10,0 auf 100°, ohne, wie Ribonuclease, die reichlich in den Präpp. vorhanden ist, seine Wirksamkeit ganz zu verlieren. Der wirksame Faktor läßt sich den rohen Präpp. durch Phenol entziehen u. aus diesem nach Versetzen mit Ä. wieder in W. überführen. Zur Reinigung werden 25 g Handelspankreatin mit 120 ccm dest. W. über Nacht bei 37° gehalten, dann 10 Min. auf 100° erhitzt, durch Zentrifugieren geklärt, mit A. (6fach Vol.) gefällt u. mit A. u. Ä. gewaschen u. getrocknet. Ausbeute 500—700 mg. Das Material wird nun 1%ig gelöst, auf 100° erhitzt, zentrifugiert u. die Lsg. mit Phenol mehrfach extrahiert. Der geklärte Phenolextrakt wird mit 500—700 ccm Ae. versetzt u. mit kleinen Mengen W. mehrfach extrahiert. Die vereinigten wss. Extrakte (75—90 ccm) werden mit Ae. von Resten Phenol befreit u. auf 25—35 ccm eingengt. Nach Klären durch Zentrifugieren wird mit A. gefällt. Ausbeute 50—140 mg. (Quart. J. exp. Physiol. cognate med. Sci. 33. 19—33. Sept. 1944. Aberdeen, Univ., Physiol. Dep.)

JUNKMANN

Frédéric Joliot, *Die biologischen Anwendungen der künstlichen Radioelemente.* Vortrag, in dem neben der Bedeutung der Neutronen als neuartige Strahlenquelle mit besonderer biolog. Wirksamkeit die Rolle der radioakt. Isotopen biolog. wichtiger Elemente (C, P, Na, Cl, Br, J, S, Fe) als Indicatoren besprochen wird. Hingewiesen wird bes. auf den P-Stoffwechsel bei Tier u. Pflanze, die Fe-Aufnahme bei der Hämoglobinbildg. u. die Aufnahme von ionisiertem J durch die Schilddrüse. (Bull. Acad. Méd. 127. 617—22. 16/23. 11. 1943.)

HENTSCHEL

V. W. Murray Wright, *Über die Anwendung radioaktiver Substanzen in der Medizin.* Radioakt. Stoffe dienen nicht nur dazu, den n. Verlauf physiol. Vorgänge im Organismus zu ergründen, sondern auch zur Bekämpfung gewisser patholog. Zustände. So hat bes. die Therapie mit radioakt. P ausgezeichnete Ergebnisse erzielt in der Behandlung von chron. Leukämie einerseits u. bei Polycytämie andererseits. In beiden Fällen wurden intravenöse Injektionen kleiner Mengen von radioakt. Na₂HPO₄-Lsg. durchgeführt. Gegenüber der bisher in solchen Fällen angewandten Röntgenstrahlentherapie hat diese Meth. den Vorteil, daß die zum Teil schweren Röntgenstrahlenschädigungen fortfallen, da die Strahlung des radioakt. P natürlich „intern“ zur Wrkg. gelangt. Nach Meinung des Vf. übt der radioakt. P keine direkte Heilwrkg., sondern eine den Organismus kontrollierende Funktion aus, vergleichbar der des Insulins bei der Zuckerkrankheit. Zur Bekämpfung von Schilddrüsenerkrankungen findet — ebenfalls intravenös gegeben — radioakt. Jod Verwendung, wobei auch hier neben der schnellen Absorption des radioakt. Jods durch die Schilddrüse dessen „innere Strahlung“ mitwirkt. Da radioakt. Sr sehr schnell vom Knochensyst. absorbiert u. gespeichert wird, gelangt es zur Anwendung bei Knochenkrebs u. entsprechenden Sarkomen. Mehrere krebserkrankte Patienten, die gleichzeitig an gewissen Hautkrankheiten litten, wurden durch die Behandlung mit radioakt. Sr aus noch unbekanntem Ursachen von diesen geheilt. (J. Franklin Inst. 234. 90—92. Juli 1942.)

MENGELEBERG

J. E. Kenny, *Primäres Adenocarcinom des Euters einer Milchkuh.* Klin. u. patholog.-anatom. Beschreibung eines einschlägigen Falles. (Veterin. Rec. 54. 240—41. 13/6. 1942. Thorndale, Dublin, Veter. Res. Labor.)

JUNKMANN

Edward B. Sanigar, Laura E. Krejci und Elmer O. Kraemer, *Untersuchung der Ascitesflüssigkeit eines Krebskranken mit Hilfe der Ultrazentrifuge und Elektrophorese.* Von einem an Appendixkrebs Erkrankten werden ca. 2,5 Liter Ascitesfl. im Vgl. mit dem Serum einer gesunden Versuchsperson der Unters. in der Ultrazentrifuge u. der TISELIUS-App. unterzogen. Die Sedimentationskurve für die unbehandelte u. dialysierte Ascitesfl. zeigt 2, dem Albumin- u. Globulinanteil zugehörige Gipfel. Das nach der Dialyse gegen einen NaCl-Na₂HPO₄-Puffer (pH 8) erhaltene Elektrophorese-diagramm ist demjenigen eines leicht verd. n. Serums ähnlich, auch hinsichtlich der prozentualen Zusammensetzung. Unterschiede bestehen nur in dem α-Globulinanteil. Für die elektrophoret. getrennten Albumin- u. Globulinfraktionen werden gesonderte Sedimentationskurven aufgenommen. Schließlich wird auch die Ascitesfl. nach dem

Trocknen im gefrorenen Zustand untersucht, wobei sich die α -Globulinfraktion auf Kosten der übrigen Globulinanteile vergrößert hatte. Somit zeigt das koll.-chem. Verh. der untersuchten Ascitesfl. 3 Besonderheiten: Konzentrationsanstieg u. Grenz-zonenverschiebung der α -Globulinfraktion; niedrige Sedimentationskonstante für das Globulin u. das Fehlen der bei unverd. Serum auftretenden Dissoziationserscheinungen. (J. Franklin Inst. 235. 298—313. März 1943.) HENTSCHEL

E₂. Enzymologie. Gärung.

J. K. Parnas, *Co-enzymatische Reaktionen*. Gegenüberstellung der Vorstellungen des Vf. (C. 1941. II. 2092) mit denen anderer Autoren. (Nature [London] 151. 577—80. 22/5. 1943.) HESSE

H. Jensen und Leon E. Tenenbaum, *Weitere Reinigung der Catecholase (Tyrosinase)*. Die Reinigung der Catecholase aus *Psalliotia campestris* (TENENBAUM u. JENSEN, J. biol. Chemistry 145. [1942.] 293) wird verbessert. Es werden Präpp. erhalten mit 1200 ADAMS-NELSON-Einheiten der Catecholase u. 48 Kresolaseeinheiten je mg organ. Trockengewicht. Der Cu-Geh. beträgt 0,20%. (J. biol. Chemistry 147. 737—38. März 1943. Kalamazoo, The Upjohn Co.) HESSE

Walter Abbott Wisansky, *Über die Wirkung von Säuren in der allgemeinen Bedeutung des Ausdrucks auf die Aktivität der Invertase*. Aus dem Verlauf der Aktivitäts- p_H -Kurven läßt sich nachweisen, daß Säuren, im weitesten Sinne des Wortes, die enzymat. Wirksamkeit der Invertase unter Bedingungen zu hemmen vermögen, die den Dissoziationsgrad des Enzyms konstant erhalten (konstante Ionenstärke u. konstanter p_H -Wert). Daher wird angenommen, daß das Oxoniumion n. Säuren im allg. die Aktivität eines Enzyms durch Trennung der intramol. Wasserstoffbindungen im Enzymprotein beeinflußt. Infolge der Trennung solcher Wasserstoffbindungen kann eine modifizierte Form des Enzyms mit einer größeren Anzahl an inneren Freiheitsgraden u. geringerer katalyt. Wirksamkeit entstehen. (J. Amer. chem. Soc. 61. 3330 bis 3334. Dez. 1939. New York.) HENTSCHEL

Elphège Bois und Jean Savary, *Die Glucidasen und die Glucide von Ipomoeabatatas und von Solanum tuberosum*. Dialysierte Säfte von Knollen der genannten Pflanzen (Bataten) liefern bei Einw. auflösl. Stärke neben Maltose auch Saccharose sowie Invertzucker. Dementsprechend wird Ggw. von „maltogene-amylose“, „sucrogene-amylose“ sowie Saccharase angenommen. Maltase ist nicht vorhanden. — In den Bataten findet man nur Saccharose u. Invertzucker, nicht aber Maltose. (Canad. J. Res., Sect. A 20. 195—201. Okt. 1942. Quebec, Univ. Laval.) HESSE

A. E. Oxford, *Bildung einer löslichen Pektinase in einem einfachen Medium durch gewisse pflanzenpathogene, zur Gruppe Pseudomonas gehörende Bakterien*. Von 35 pflanzenpathogenen Stämmen von Pseudomonas waren nur 6 zum Abbau von Pektin befähigt. Die exocelluläre Pektinase wirkt optimal bei p_H 7—8. (Nature [London] 154. 271—72. 26/8. 1944. London W. C. 1, London School of Hygiene and Tropical Med.) HESSE

Ralph W. Kerr, *Über die Bedeutung des Abbaues von Stärke durch Bacillus macerans*. Vf. läßt Amylase aus Bac. macerans (während bisher zur Herst. der SCHARDINGER-Dextrine der Bac. selbst verwendet werden mußte) auf Stärke einwirken, die mit verd. Alkali verkleistert u. dann auf p_H 6,0 gebracht wurde. Die entstehenden SCHARDINGER-Dextrine, welche resistent gegen Gerstenamylase sind, sind nicht in der Stärke vorgebildet, sondern entstehen (im Gegensatz zu den Grenzdextrinen) „synthet.“ bei der Enzymwirkung. — Aus Maisstärke wird bei dieser Arbeitsweise eine unlösl. „Amylose“-fraktion erhalten, die bei Kartoffelstärke fehlt. Der in A.-W.-Gemischen leicht lösl. Anteil der verkleisterten Maisstärke gibt bes. hohe Ausbeute an SCHARDINGER-Dextrinen. (J. Amer. chem. Soc. 65. 188—93. Febr. 1943. Argo, Ill., Corn Products Refining Co.) HESSE

E. V. Eastcott und J. J. Rae, *Faktoren im Kulturmedium, welche den Gehalt der Hefe an Phosphatase beeinflussen*. In ungenügend gepufferten Systemen kann zwar eine gute Ausbeute an Hefe erhalten werden, aber der Geh. an Phosphatase ist geringer als beim Wachstum der Hefe in gut gepufferten Systemen. Auch bei starker Variierung ist der Geh. der Nährlsgg. an Mg ohne Einfl. auf den Geh. der Hefe an Phosphatase. — Läßt man in einem Syst. wachsen, welches Tomatensaft enthält u. das nur einen niedrigen Geh. an P hat, so resultiert eine Hefe mit hohem Geh. an Phosphatase. (Canad. J. Res., Sect. A 20. 202—06. Okt. 1942. Toronto, Ontario, Univ. of Toronto.) HESSE

E₃. Mikrobiologie. Bakteriologie. Immunologie.

Virginia Mims, John R. Totter und Paul L. Day, *Eine Methode der Bestimmung von Substanzen, die sich enzymatisch in den Faktor überführen lassen, der Streptococcus lactis R stimuliert.* In Brauerhefe fand sich eine Substanz (oder Substanzen), die für das Wachstum von Streptococcus lactis R nicht verwendbar ist, aber nach Incubation mit frischer Rattenleber dazu geeignet wurde. Aus letzterer ließ sich jetzt ein verhältnismäßig stabiles Präp. des diese Umwandlung bewirkenden Enzyms darstellen. Durch Prüfung von Gewebsextrakten vor u. nach Incubation mit dem Rattenleberenzym ließ sich ermitteln, daß außer Hefe auch Kohl, Kartoffeln, Weizen u. anderes biol. Material diesen Streptococcus lactis stimulierenden Stoff enthalten. (J. biol. Chemistry 155. 401—05. Okt. 1944. Little Rock, Univ. of Arkansas.) BEHRLE

Herbert P. Sarett und Vernon H. Cheldelin, *Verhinderung der Ausnützung von Thiamin und Diphosphothiamin für das Wachstum von Mikroorganismen.* Pyriothiamin (Hydrobromid des 1-[(4-Amino-2-methyl-5-pyrimidylmethyl)-2-methyl-3-(β -oxyäthyl)-pyridiniumbromids] u. 2-Methyl- u. 2-Methyl-5-äthoxymethyl-6-aminopyrimidin sowie 2,6-Dioxypyrimidin (Uracil) behindern die Ausnützung von Diphosphothiamin für das Wachstum von Lactobacillus fermentum mehr als die von Thiamin. Dasselbe gilt von Penicill. digit. Zugabe von Jodacetat, Fluorid, Malonat, Cyanid oder Dinitrophenol hindert das Wachstum oder die Säureproduktion von Lactobac. ferment. Die gleiche Wrkg. tritt ein in Ggw. von Thiamin, Monophosphothiamin oder Diphosphothiamin. Es wird der Schluß gezogen, daß Thiamin in der Carboxylase stärker gebunden ist als Diphosphothiamin u. daß das Thiamin an das Apoenzym gebunden wird vor der Phosphorylierung. (J. biol. Chemistry 156. 91—100. Nov. 1944. Corvallis, Oregon State Coll.) DORFMÜLLER

Robert Ballentine, Gwendolyn M. Tuck, Lillian K. Schneider und Francis J. Ryan, *Ein unidentifizierter Wachstumsstoff für ein Gasgangrän Clostridium.* Ein komplexes synthet. Medium wie das, welches das Wachstum von Clostridium tetani fördert, erwies sich als ungeeignet für das Wachstum von Clostridium perfringens. Zusatz von Hefeextrakt, Pepton oder einem rohen Biotinkonzentrat ergab ausgezeichnetes Wachstum. Durch Fällung mit Bleihydroxyd ließ sich aus Hefeextrakt der Wachstumsstoff gewinnen u. einige Angaben über das chem. Verh. machen, wie die Inaktivierung durch HCl in A., HNO₂ oder bei 100° durch n. Alkalien u. Säuren. Er ist nicht ident. mit Sporogenesvitamin (PAPPENHEIMER, Biochemic. J. 29. [1935.] 2057) oder mit Streptogenin. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1990—91. Nov. 1944. New York 27, Columbia Univ., Zool. Dep.) BEHRLE

—, *Wirkung von Pektin auf das Bakterienwachstum.* (Vgl. J. Pediatrics 15. [1939.] 710.) Pektin selbst ist nicht baktericid. Nickelzusatz wirkt entsprechend seiner Konz. bakterientötend. (J. Amer. med. Assoc. 114. 664. 24/2. 1940.) JUNKMANN

Sidney W. Fox, Marguerite Fling und G. Norris Bollenback, *Hemmung des Bakterienwachstums durch d-Leucin.* Auffallenderweise hemmt d-Leucin das Wachstum eines Stammes von Lactobacillus arabinosus, der zur Entw. das natürlich vorkommende Isomere (l-Leucin) benötigt. — Die Darst. von Formyl-dl-leucin aus dl-Leucin mit 85% ig. Ameisensäure bei 55—60° wird beschrieben u. festgestellt, daß die opt. Spaltung mit Bruzin zu auch von Spuren von Bruzin freiem d- u. l-Leucin führt. (J. biol. Chemistry 155. 465—68. Okt. 1944. Ames, Iowa State Coll.) BEHRLE

E. Fischer, O. Hoffmann und E. Prado, *Die Aufhebung der bakteriostatischen Wirkung von Malachitgrün durch seine Leukobasen.* Während Triphenylmethanfarbstoffe (I) auf grampositive Mikroorganismen wirken, besitzen ihre Leukobasen keinerlei Wirkung. Vf. fanden nun, daß die bakteriostat. Wrkg. von I mit der ihrer Carbinolbasen, ihrer Sulfit- u. Hydrosulfitabkömmlinge übereinstimmt; die Leukobasen waren bis zu einer Verdünnung von 10⁻⁴ unwirksam; sie vermindern sogar die Wrkg. von Malachitgrün u. oben genannter wirksamer Abkömmlinge. Die Verss. erfolgten mit einem Stamm von Scharlachstreptokokken (Dochez) in Peptonglucosebouillon. (Science [New York] 100. 576—77. 22/12. 1944. Santiago De Chile, Inst. Bacteriol. de Chile.) ROTHMANN

F. H. Verhoeff, *Verbesserte Färbungsmethode für Leptotrichen der Parinaudschen Konjunktivitis und grampositive Mikroorganismen im Gewebe.* Die vom Vf. früher vorgeschlagene Färbemeth. hatte verschiedene Mängel. Daher sind eine Reihe Nachunterss. nicht erfolgreich gewesen. Folgendes Vorgehen bewährt sich besser u. ist auch der gewöhnlichen GRAM- oder GRAM-WEIGERT-Meth. vorzuziehen: Fixierung des frischen Gewebes in ZENKERS Fl. oder Formaldehyd. Einbettung in Paraffin oder besser Celloidin. Färbung mit Hämatoxylin-Eosin u. Auswahl der Schnitte, die die größten Herde von Makrophagen enthalten. Es folgt: Färbung in einer Lsg. aus

STERLINGS Krystallviolett 5,0, A. 95% ig. 10 cem, Anilin 2 cem, W. 88 cem durch 2 Min., Waschen unter öfterem Wasserwechsel 2 Min., Behandlung mit LUGOL-Lsg. durch 20—60 Sek. u. Übertragung der Schmitte in A. 95% ig. Sobald innerhalb 5 Sek. reichlich Farbaustritt erfolgt, Übertragung in Trichloräthylen, aus dem sie nach etwa 5 Sek., wenn die Farbabgabe deutlich nachläßt, in Thymianöl 1 Min., 95% ig. A. 5 Sek. u. wieder in Thymianöl zur mkr. Unters. kommen. Bei ungenügender Differenzierung wird die Behandlung je 5 Sek. in 95% ig. A. u. Thymianöl wiederholt. Schließlich Waschen mit Xylol u. Einbetten in Cedernöl. (J. Amer. med. Assoc. **115**. 1546—47. 2/11. 1940. Boston.)

JUNKMANN

R. Prigge, Über Reindarstellung, Wirkungsmechanismus und Wertbemessung von Tuberkulin. Zusammenfassender Vortrag. (Schweiz. med. Wschr. **75**. 63—66. 20/1. 1945. Frankfurt a. M.)

GEHRKE

Joseph R. Spies, E. J. Coulson und Henry Stevens, Die Chemie von Allergenen. X. Mitt. Vergleich der chemischen und immunologischen Eigenschaften von CB-1 A-Präparaten aus einheimischen Ricinusbohnen und brasilianischem Ricinusbohnenrester. (IX. vgl. SPIES, COULSON, CHAMBERS, BERNTON u. STEVENS, J. Amer. chem. Soc. **66**. [1944.] 748.) Die in 1,8% Ausbeute aus einheim. Ricinusbohnen (SPIES u. COULSON, J. Amer. chem. Soc. **65**. [1943.] 1720) gewonnene allergene Fraktion, CB-1 A, ließ sich in 0,45% Ausbeute auch aus brasilian. Ricinusbohnenrestern erhalten, nachdem sie vorher zur Entgiftung des Ricins erhitzt worden waren. Beide Präpp. zeigten weitgehende Übereinstimmung der chem. u. immunolog. Eigenschaften. (J. Amer. chem. Soc. **66**. 1798—99. Okt. 1944. Washington, D. C., U. S. Dep. of Agric.; Providence Hosp.)

BEHRLE

Hellmut Anton, Bienengift und Immunität. Vf. prüft die Frage, ob sich durch langdauernde Vorbehandlung mit Bienengift eine echte Immunität erzielen läßt, an Tiervers. nach verschied. Richtungen. Sie muß auf Grund des Ausfalles der Verss. verneint werden. Ein Urteil über den Wert der Bienengifttherapie wird hierdurch nicht gefällt. Es erscheint aber nunmehr unwahrscheinlich, daß der Wirkungsmechanismus des Bienengiftes in der Rheumabehandlung in einer Änderung der Immunitätslage zu suchen ist. Die Grundlagen für eine biolog. Standardisierung der in der Rheumatherapie zur Anwendung gelangenden Bienengiftpräpp. auf der Basis einer Messung der gewebsschädigenden u. entzündungserregenden Wrkg. wurden krit. untersucht u. die Bedingungen für ein solches Meßverf. festgelegt. (Z. Immunitätsforsch. exp. Therap. **105**. 241—71. 16/11. 1944. München, Univ. Hyg. Klinik.)

BAERTICH

Charles L. Hoagland, S. M. Ward, Joseph E. Smadel und Thomas M. Rivers, Bestandteile der Elementarkörper von Vaccinen. IV. Mitt. Nachweis von Kupfer im gereinigten Virus. Nach J. exp. Medicine **71**. [1940.] 737 konz., gereinigte u. getrocknete akt. Virussubstanz wurde auf Ggw. von Bestandteilen untersucht, die in Bakterien u. höher organisierten Zellen als Teile von Oxydationsreduktionsketten fungieren können. Weder auf spektroskop. noch auf enzymat. Wege ließ sich Cytochrom oder Cytochromoxydase nachweisen. Mit zunehmender Reinigung stieg der Kupfergehalt, bis zu 0,05%. Der Kupferkörper ließ sich nicht durch Auswaschen, Ultrafiltration, Dialyse gegen 0,1 mol. KCN oder Elektrodialyse über einen p_{H} -Bereich entfernen, bei dem das Virus selbst akt. blieb. Emissionsspektren anderer Metalle außer Cu von nennenswerter Stärke waren nicht zu entdecken. Zum Unterschied von den auch Cu enthaltenden Enzymen Oxydase, Laccase u. Tyrosinase katalysiert der Viruskörper nicht die Oxydation gewisser Benzolverbb., wohl aber die von Cystein. (J. exp. Medicine **74**. 69—80. 1/7. 1941. Rockefeller Inst. for Med. Res.)

SCHENCK

M. Tsurumi, K. Ogasawara, K. Fujii und Y. Sasaki, Untersuchungen über das Influenzavirus. V. Mitt. Ergebnisse über die Elementarkörper des Influenzavirus. Die in der IV. Mitt. (Jap. J. med. Sci., Sect. VI **1**. [1940.] 153) berichtete Auffindung von Elementarkörpern des Influenzavirus in Lungenverreibungen infizierter Mäuse wird bestätigt, u. es werden weitere Einzelheiten darüber angegeben. Neben den früher genannten Färbemethoden wurden einige neue gefunden u. für die GIEMSA-Meth. als p_{H} -Optimum der Bereich zwischen p_{H} 6,06 u. 7,84 erkannt. Durch mehrfache Zentrifugierung u. Ultrazentrifugierung von Lungenverreibungen in Phosphatpufferlsg. mit 3000 bzw. 12 800 Touren pro Min. wurde eine Fraktionierung u. damit eine Reinigung u. Konzentrierung der Elementarkörper erzielt u. so ein Material von hoher Infektionsfähigkeit gegenüber Mäusen gewonnen. (Jap. J. med. Sci., Sect. VI **2**. 1—7. März 1941. Nagoya, Japan, Imperial Univ., Bacteriological Dep., Fac. of Med.)

HAUPT

E₄. Pflanzenchemie u. -physiologie.

W. Z. Hassid, W. L. McRary, W. H. Dore und R. M. McReady, Inulin in Guayule, *Parthenium argentatum* Gray. Auf Grund des Röntgenogramms u. der Struktur der

beim Abbau erhaltenen Prodd. wird der Beweis geführt, daß das zuletzt von McRRARY u. TRAUB (Science [New York] 99. [1944.] 435) untersuchte Fructosan aus Guayule ident. ist mit *Inulin*, wie schon GUGLIELMINETTI (Azzura Agricola Floreale 16. [1936.] 63) annahm. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1970—72. Nov. 1944. Berkeley, Calif. Coll. of Agric.)

BEHRLE

L. Carroll King, Charles D. Ball, Byron Riegel, Carl E. Schweitzer, Perrin G. Smith und Edwin W. Meyer, *Die Isolierung von β -Amyrin aus den Blättern und Samen von Alfalfa*. Sowohl aus dem Unverseifbaren von Alfalfasamenöl wie aus Alfalfablattmehl wurde β -Amyrin isoliert u. als Acetat, Benzoat u. p-Nitrobenzoat charakterisiert. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1168—70. Juni 1943. Evanston, Ill., Northwestern Univ.; East Lansing, Mich., Michigan State Coll. of Agricult.)

BEHRLE

A. L. Curl und E. K. Nelson, *Ein wasserlösliches Mannan aus den Samen von *Daubentonia Drummondii**. Die Samen von *Daubentonia Drummondii*, einem in der Küstenebene von Florida bis Texas wachsenden Strauch, ergab im P_{Ae.}-Extrakt 4,4% eines gelben halbtrocknenden fetten Öls, JZ. 122,6, in den folgenden Ae.- sowie Chlf.-Extrakten viscoses grünes Material u. beim folgenden Ausziehen mit A. in 16% Ausbeute eine wasserlösl. Fraktion, die hauptsächlich aus Mannan bestand, $[\alpha]_D^{20} = +50,6^{\circ}$ (W.), wird beim Erhitzen auf 260° braun ohne zu schmelzen, die bei 2std. Erhitzen mit 0,5% ig. HCl auf 130° 43% Mannose (als Phenylhydrazon) lieferte. Es kann also hier Ausgangsmaterial zur Gewinnung von Mannose vorliegen. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1227. Juli 1944. Washington, D. C., Bureau of Agric. and Ind. Chem., Agric. Res. Admin., U. S. Dep. of Agric.)

BEHRLE

E. C. Humphries, *Welken der Kakaofrüchte (*Theobroma cacao*)*. II. Mitt. *Eine vorläufige Übersicht des Kohlenhydratstoffwechsels mit besonderer Berücksichtigung der Wellempfindlichkeit*. Während der Entw. der Kakaofrüchte von der Befruchtung bis zur Reife wurden die Änderungen im W.-Geh., Trockenrückstand, in den Kohlenhydraten u. glucosidisch gebundener Glucose in Schale u. Mark untersucht. Das Wachstum zerfällt in 2 Hauptphasen. Während der ersten, etwa 75 Tage währenden Phase steigt der W.-Geh. bis zu einem Maximum an, während dieser Zeit ist die Frucht auch hinsichtlich physiol. Wellens empfindlich. In den ersten 50 Tagen, d. h. bis zur ersten Teilung der Zygote, steigt der Trockenrückstand, in der Schale nimmt der Fructosegeh. dauernd zu, während Glucose erst zu-, dann abnimmt. Im Mark nehmen Fructose u. Glucose zunächst ab, dann zu. Während der zweiten Phase akt. Stoffwechsels werden Fett, Stärke u. Saccharose im Samen aufgebaut. Diese Phase zerfällt in 3 Perioden. Während der ersten Periode (75—87 Tage) nehmen im Mark Saccharose u. Fructose zu, Glucose ab; in dieser Phase scheint der Umsatz reduzierender Zucker zu Fetten vorbereitet zu werden. In der zweiten Periode (87—143 Tage) setzt im Mark die Anhäufung von Fetten mit allmählich abnehmender VZ. (steigender Mol.-Größe) ein, Saccharose, Stärke u. Glucoside werden gebildet, der Fructosegeh. geht stark zurück; die Kotyledonen färben sich purpurn. In der dritten Periode (143—170 Tage) nimmt das Fruchtvol. nicht mehr zu, im Mark werden weiterhin Saccharose, Stärke u. Fette (Ester der Palmitin-, Olein- u. Stearinsäure), außerdem Anthocyan gebildet, in der Schale Fructose (bei abnehmender Glucose). Schließlich erfolgt die an der Färbung erkennbare Reifung: die Lsg. der Samenkörner von der Schale. (Ann. Botany 7. 45—61. Jan. 1943. Trinidad, Imp. Coll. of Trop. Agric.)

SCHENCK

F. C. Gustafson, *Studien über Wuchshormone einiger diploider und autotetraploider Pflanzen*. Von diploiden u. autotetraploiden *Tagetes* (Guinea Gold u. Golden West) sowie *Lycopersicon pimpinellifolium* (cherry tomato) werden in verschied. Entwicklungsstadien die Wuchshormone kalt mit Ae. extrahiert, nachdem das Pflanzenmaterial unter Trockeneis gepulvert wurde. Die Auswertung der Ae.-Extrakte im Avena-Koleoptilentest ergab, daß die autotetraploiden Pflanzen gegenüber den entsprechenden diploiden nur 56,8—76,3% Wuchshormone enthielten. (J. Heredity 35. 269—72. Sept. 1944. Ann Arbor, Univ. of Michigan.)

PRIEVE

E₅. Tierchemie u. -physiologie.

Jesse P. Greenstein und Florence M. Leuthardt, *Cystin und Cystein in den wasserlöslichen Proteinen der Ratten- und Kaninchenorgane*. Der Gesamtgeh. an den beiden geschwefelten Aminosäuren war bei beiden Tierarten nahezu der gleiche. Aber das Verhältnis von Cystin zu Cystein war ungefähr 3.1:1 bei Ratte u. 0.7:1 bei Kaninchen. In der fötalen Leber waren die Verhältnisse wie in der von erwachsenen Tieren. Der Methioningeh. war bei erwachsenen Tieren in der Leber niedriger als bei Föten. In vergleichbaren Trächtigkeitsperioden war die Schwefelentw. in der fötalen Leber der Kaninchen bei weitem nicht so weit gediehen wie bei der Ratte. (J. biol. Chemistry

156. 349—53. Nov. 1944. Bethesda, Md., Nat. Cancer Inst., Nat. Inst. of Health, U. S. Publ. Health Serv.) DORFMÜLLER

Eric G. Ball und Pauline A. Ramsdell, *Der Flavinadenindinucleotid-Gehalt der Laternen von Glühwürmchen*. Mittels der Fähigkeit, den O₂-Verbrauch in einem coenzymfreien d-Aminosäureoxydasesyst. in der von WARBURG u. CHRISTIAN (Biochem. Z. 298. [1938.] 150; C. 1939. I. 1575) beschriebenen Art u. Weise wiederherzustellen, wurde im Leuchtapp. von Glühwürmchen der Geh. an *Flavinadenindinucleotid* zu 36—70 γ je g Trockengewicht ermittelt. Die Konz. im übrigen Insektenkörper betrug nicht mehr als 15% derjenigen in den Laternen. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1419—20. Aug. 1944. Boston, Mass., Harvard Univ.) BEHRLE

J. M. R. Beveridge und Colin C. Lucas, *Aminosäuren von Hausenblase*. An einem Material aus der getrockneten Schwimmblase eines als „hake“ bezeichneten Fisches, wahrscheinlich *Urophycis tenuis* oder *Urophycis chuss* wurde durch 8std. Kochen mit 80HCl die Hydrolyse zu den Aminosäuren durchgeführt. Die Summe der Ausbeuten entspricht 96,6% des Fischproteins oder 83,2% an Gesamt-N. Im einzelnen wurden in % des Proteins erhalten Glycin 9,55, Alanin 14,7, Serin 4,13, Threonin 3,22, Valin 2,29, Leucin 3,76, Isoleucin 2,99, Asparaginsäure 4,72, Glutaminsäure 8,19, Arginin 9,33, Histidin 1,09, Lysin 4,35, Oxylysin 0,36, Cystin 0,1, Methionin 2,78, Phenylalanin 1,83, Prolin 17,8, Oxyprolin 4,68 u. NH₃ 0,68. Es fehlen Tyrosin u. Tryptophan. (J. biol. Chemistry 155. 547—56. Okt. 1944. Univ. of Toronto, Canada.) BEHRLE

—, *Der gegenwärtige Stand des gonadotropen Hormons aus dem Serum schwangerer Stuten: Gonadogen (the Upjohn Company), Anteron (Schering Corporation) und Gonadin (Cutter Laboratories) nicht annehmbar für die „Neuen nichtoffizinellen Heilmittel“*. Eine krit. Besprechung der einschlägigen Literatur kann das COUNCIL ON PHARMACY AND CHEMISTRY nicht davon überzeugen, daß die von den herstellenden Firmen für das gonadotrope Hormon aus dem Serum schwangerer Stuten in Anspruch genommenen Indikationen wissenschaftlich genügend begründet sind. Die Präpp. sind daher so lange nicht in die Liste der „Neuen nichtoffizinellen Arzneimittel“ aufzunehmen, als nicht überzeugendere Beweise für ihre Brauchbarkeit beigebracht werden. (J. Amer. med. Assoc. 115. 1998—99. 7/12. 1940.) JUNKMANN

Th. Koller, *Weitere Ergebnisse mit der quantitativen Bestimmung östrogenen Stoffe im Harn und Blut*. (Vgl. C. 1942. I. 1013. 2415.) In den letzten Wochen der Schwangerschaft erfolgt, wie an den Bestimmungen bei einer alten Erstgebärenden u. bei 3 Sectiofällen gezeigt werden kann, ein langsames stetiges Ansteigen der Östrogenmengen im Harn. Kurz vor der Geburt erfolgt eine Abnahme u. nach der Geburt bzw. Sectio sinken die Hormonwerte rasch ab. Die Hormonwerte im Blutserum bei jugendlichen gesunden Erstgebärenden stehen in einer deutlichen Beziehung zur Größe der Placenta u. dem Gewicht des Kindes (am Ende der Schwangerschaft). Es wurden Werte von 166—1660 Ratteneinheiten je Liter gefunden. Während der Geburt erfolgt in der Austreibungsperiode ein starker Anstieg der Hormonwerte im Blut, der schon in der Placentalperiode einem starken Abfall Platz macht. Im Nabelschnurserum sind die Werte eher etwas höher als im mütterlichen Blut. Es wurde weiter die tägliche Hormonausscheidung im Harn im Verlauf des n. Cyklus untersucht. Die erhaltenen Kurven sind bei derselben Frau in aufeinanderfolgenden Zyklen nicht gleich. Das Minimum der Hormonausscheidung war immer während der Menses. Das Maximum zeigte verschied. Lage. (Helv. med. Acta 9. 392—96. Juli 1942. Zürich.) JUNKMANN

Charles D. Kochakian, *Die Wirkung von Kastration und verschiedenen Steroiden auf die Arginaseaktivität der Gewebe der Maus*. 16,5—19,5 g schwere Mäuse wurden kastriert u. ihnen nach 1 Monat 14 ± 1 mg an verschied. Steroiden subcutan appliziert. Nach 10 u. 30 Tagen wurden Bestimmungen der *Arginase* durchgeführt. Keines der Steroide beeinflusste den Enzymgeh. von Leber oder Eingeweide, viele erhöhten u. einige verringerten die Arginasemenge in der Niere. Die Größenordnung der Beeinflussung in % Differenz je g Nierengewebe für die 30-Tage-Verss. war: *Methyltestosteron (Metandren)* 632, *Testosteron* 584, *Testosteronpropionat (Perandren)* 308, *17-Methylandrostandiol-3 α .17 α* 269, *Androstanol-17 α -on-3* 135, *α -Östradiol (Ovocylin)* 88, *Androstandiol-3 α .17 α* 71, *17-Vinyltestosteron* 55 u. *Testosteronacetat-3-propionat-17* 35. 18 andere Verbb. waren wirkungslos, u. *Isoandrosteron*, *17-Methylandrostandiol-3 β .17 α* u. *17-Methylandrostandiol-3 β .17 α* bewirkten Abnahmen von 33—39%. (J. biol. Chemistry 155. 579—89. Okt. 1944. Rochester, N. Y., Univ. of Rochester.) BEHRLE

Kenneth W. Buchwald und Leona Hudson, *Die biochemischen Wirkungen von Sexualhormonen. Saure und alkalische Phosphataseaktivität, Calcium und Phosphor*. Unterss. an Ratten von 125—135 g. Das Verh. unbehandelter oder mit täglichen In-

jektionen von 0,1 ccm Sesamöl behandelte Tiere wird mit dem von mit 0,1 mg *Diäthylstilböstrol* oder 0,2 mg *Testosteronpropionat* in 0,1 ccm Sesamöl täglich behandelten Tieren verglichen. *Diäthylstilböstrol* senkte die saure Phosphataseaktivität des Bluterserums u. die alkal. Phosphataseaktivität im Femur, ohne die alkal. Phosphataseaktivität des Bluteserum zu verändern. Andererseits steigerte *Testosteronpropionat* die alkal. Phosphataseaktivität des Bluteserums, ohne die saure Phosphatase des Bluteserums oder die alkal. Phosphatase der Knochen zu beeinträchtigen. Der Serumphosphorgehalt wurde durch *Testosteronpropionat* nicht beeinflusst, durch *Diäthylstilböstrol* leicht gesenkt. Das Serum-Ca erfuhr keine Veränderungen, die Calcium- u. Phosphorausscheidung in den Fäces wurde nicht beeinflusst. Auf Parallelen der Wrkg. des *Diäthylstilböstrols* beim Prostatacarcinom wird hingewiesen. Es wird offen gelassen, ob die Wrkg. auf die saure Phosphatase bei der Ratte durch eine Beeinflussung der Prostata oder anderer Organe zustandekommt. Ferner bestehen Beziehungen zwischen der Wachstumswrkg. des *Testosteronpropionats* u. der Wrkg. auf die alkal. Phosphatase. (*Endocrinology* 35. 73—82. Aug. 1944. Buffalo, N. Y., State Inst. for the Study of Malignant Diseases, Dep. of Biochem.)

JUNKMANN

Dorothy Price und Evelina Ortiz, *Die Beziehung des Alters zur Reaktivität des reproduktiven Systems bei der Ratte*. Ratten erhalten durch 6 Tage täglich subcutane Injektionen von 20 internationalen Einheiten *Stutenserumgonadotropin*, 0,1 mg *Testosteronpropionat* oder 1 Ratteneinheit *Östradiolbenzoat*. Mit den Injektionen wird entweder am Tage der Geburt oder 4, 8, 12, 20, 30 oder 50 Tage später begonnen. Gewicht u. Histologie der prim. u. sek. Geschlechtsorgane werden als Maß der Anspruchsfähigkeit des reproduktiven Systems beobachtet. Ganz junge Tiere sprechen nicht auf *Stutenserumgonadotropin* an. Die Anspruchsfähigkeit steigt dann mit zunehmendem Alter u. erreicht mit 26 Tagen ein Maximum, während zu einem späteren Zeitpunkt getötete Tiere wiederum kleinere Ovarien zeigen. Nach 18 Tagen wurde zwar Thekahypertrophie u. Follikelvergrößerung, aber keine Follikelreifung gefunden. Möglicherweise hängt die nach 36 u. 56 Tagen beobachtete *Corpus luteum*-Bldg. mit den dann beobachteten geringeren Ovargewichten zusammen. Die Rk. von Uterus u. Eileiter ist ebenfalls am 26. Tag am größten, was aber nicht als Ausdruck einer bes. großen Sekretion von Follikelhormon zu diesem Zeitpunkt aufgefaßt werden kann, da auch direkt injiziertes *Östradiolbenzoat* das gleiche Optimum der Wirksamkeit zeigt. Zusammen mit dem Follikelhormon wird auch, kenntlich an dem Clitoriswachstum nach *Gonadotropininjektion*, vom 10. Lebenstage an männliches Hormon von den Ovarien gebildet. Die Red. des Ovargewichtes durch *Testosteronpropionat* zeigte mit zunehmendem Alter keinen einheitlichen Verlauf. Nach 14 u. 18 Tagen fand sich Red. u. bindegewebiges Aussehen von Theca u. Interstitium, Verminderung der großen Follikel u. Abnahme der Follikelhöhlung, während nach 26 Tagen eher Follikelvergrößerung beobachtet wurde. Es wird angenommen, daß dies über eine Anregung der Hypophyse erfolgt. Auch *Östradiol* bewirkte je nach dem Alter Hemmung (10—18 Tage) oder Förderung (über 36 Tage) der Ovarien. Der Uterus wurde durch alle 3 untersuchten Stoffe vergrößert. Die beste Reaktivität wurde bei 26 Tagen gefunden. *Gonadotropin* u. *Östradiol* bewirkten auch Differenzierung des Endometriums, während *Testosteronpropionat* nur Vergrößerung auslöste. Der Uterus sprach weniger stark an als die Samenblasen. Die Hoden reagierten etwas früher auf die *Gonadotropinbehandlung* als die Ovarien mit Hypertrophie der interstitiellen Zellen u. Gewichtszunahme. Das Optimum war nach 14 Tagen. Die Hormonproduktion der Testes war in jedem Alter, gemessen am Gewicht der Anhangsdrüsen, gesteigert. *Testosteroninjektionen* führten zu Abnahmen der Hodengewichte, die in keiner Beziehung zum Alter der Versuchstiere standen. *Östradiolinjektionen* verursachten in allen Altersklassen Gewichtsabnahmen der Hoden, die jedoch nicht in allen Fällen signifikant waren. Außer nach 56 Tagen bewirkten die *Östradiolinjektionen* auch regelmäßig Einschränkung der Androgensekretion der Hoden. Die Anspruchsfähigkeit der männlichen accessor. Drüsen für *Testosteronpropionat* erreichte bei der Prostata ihr Optimum bei 18 Tagen u. bei den Samenblasen u. Coagulationsdrüsen mit 26 Tagen. (*Endocrinology* 34. 215—39. April 1944. Chicago, Ill., Univ., Hull Zool. Labor.)

JUNKMANN

Lorenz P. Hansen, A. Cantarow, A. E. Rakoff und K. E. Paschkis, *Untersuchungen über die Zimmermannreaktion: Faktoren, die die Farbintensität beeinflussen; Beziehung der Molekularstruktur zur Farbentwicklung*. Unterss. mit der Modifikation der Technik von HOLTORFF u. KOCH (vgl. *J. biol. Chemistry* 135. [1940.] 377). Als Lösungsm. für die zu prüfenden Substanzen u. für m-Dinitrobenzol wurde jedoch absol. A. benutzt. Die optimale Zeit des Erwärmens bei 25° wurde beim Behandeln abgestufter Mengen von *Androsteron* (0,02—0,1 mg) durch verschied. lange Zeit (30—75 Min.) unter Ver-

wendung von 5nKOH u. 2%ig. m-Dinitrobenzol mit 60 Min. gefunden. Wenn 0,02 bis 0,075 mg Androsteron oder Dehydroisoandrosteron mit 5nKOH u. abgestuften Dinitrobenzolkonz. behandelt wurden, so ergab sich zunehmende Farbintensität mit zunehmender m-Dinitrobenzolkonzentration. Höhere Konz. als 2% zu benutzen, ist nicht zweckmäßig, weil die Farbzunahme durch Konzentrationssteigerung in diesem Bereich relativ gering ist u. weil die dadurch erhöhten Blindwerte die Empfindlichkeit der Rk. herabmindern. Auch können Ausfällungen auftreten. Die Verwendung von 1n bis 8n abgestuften KOH-Konz. ergab bei allen Konz. mit Androsteron u. Dehydroisoandrosteron recht konstante Absorptionskonstanten. Die höheren Konz. liefern unangenehm hohe Blindwerte. Deshalb sind Konz. von 5—6n optimal. Unter den ermittelten optimalen Bedingungen (Erhitzen durch 60 Min. auf 25° mit 2%ig. Dinitrobenzol u. 5nKOH) wird die Absorption der erhaltenen Farblsgg. zwischen 420 u. 660 μ unter Verwendung von RUBICON-Filtern mit einer Anzahl weiterer Steroide bestimmt. Nur Dehydroisoandrosteron u. Östron haben eine ähnlich starke oder stärkere Absorption als Androsteron. Die Absorptionswerte von α -Östradiol, α -Östradiolbenzoat u. Östriol sind zu vernachlässigen. Die Absorptionskurven der weiter untersuchten Steroide liegen höher, lassen jedoch den zwischen 420 u. 520 μ bei Androsteron, Dehydroisoandrosteron u. Östron deutlichen Gipfel vermissen u. sinken von 520 μ an stetig ab. Nach abnehmender Intensität der Absorption geordnet folgen dem Progesteron Testosteron, Methyltestosteron, Desoxycorticosteronacetat u. Pregnenolon. Gewisse Gallensäuren geben mit der ZIMMERMANNschen Rk. Färbungen, die bei der Best. der 17-Ketosteroide stören können. So gibt 3,7,12-Triketocholonsäure eine 8% des Adrosteroneffekts entsprechende Färbung, während die keine Carbonylgruppen im Kern besitzende Desoxycholsäure nur in zu vernachlässigendem Maße zur Farbentw. führt. Aceton liefert eine Färbung, die 70% der von Androsteron gegebenen entspricht, die jedoch qualitativ verschieden u. quantitativ nicht verwertbar ist. (Endocrinology 33. 282—88. Nov. 1943. Philadelphia, Pa., Jefferson Med. Coll.)

JUNKMANN

C. A. Pfeiffer, C. W. Hooker und A. Kirschbaum, Ablagerung von Pigment im Sperlingsschnabel als Reaktion auf direkte Applikationen als spezifischer und quantitativer Test für Androgen. Verss. an weiblichen oder kastrierten männlichen Sperlingen. Tägliche intramuskuläre Injektionen von Testosteronpropionat bewirkten in 10 Tagen Schwärzung des Schnabels. Minimal wirksam waren Tagesgaben von 5,0—10,0 γ . Die Kastraten waren etwas empfindlicher als die Weibchen. Bei intracutaner Einreibung alkohol. Lsgg. sind Gaben von 8,0 γ wirksam. Bei einseitigem Auftropfen alkohol. Lsgg. an der Schnabelbasis wurden frühestens in 3—4 Tagen lokale Rkk. erhalten. Männchen reagierten empfindlicher u. gleichmäßiger. Minimal wirksam sind 0,125 γ als Tagesdosis in 4 Tagen, andererseits wirkt eine Gesamtdosis von 1,0 γ innerhalb 4, 8 oder 16 Tagen ebenfalls. Androsteron wirkte in der gleichen Applikationsart gleich stark wie Testosteron. Von Progesteron u. Desoxycorticosteronacetat hatten selbst große Dosen (0,5 mg) täglich keinen Einfluß. Gleichzeitig mit 0,25 γ Testosteron lokal applizierte Tagesgaben von 10,0 γ Östradiolbenzoat beeinträchtigen die Rk. des Schnabels nicht. Auswertungen von Extrakten aus Hoden von Ratte oder Stier durch lokale Applikation am Sperlingsschnabel ergaben den nach der Auswertung am Kapauenkamm erwarteten, Geh. an Androgen. (Endocrinology 34. 389—99. Juni 1944. New Haven, Conn., Yale Univ., School of Med., Dep. of Anatomy.)

JUNKMANN

Samuel Lubin, Leo S. Drexler und Walter A. Bilotta, Pyelouretherale Veränderungen nach Hormonanwendung nach der Geburt. 30 Frauen im Alter von 17—28 Jahren wurden nach der Entbindung, 7 Tage später u. womöglich noch 6 Wochen danach mittels Diodrastdarst. der Harnwege auf das Verh. von Nierenbecken u. Urether untersucht. In Gruppen von je 6 Patientinnen wurde der Einfl. der Anwendung verschied. Mittel auf die Rückldg. der Dilatationen der Harnwege gegenüber dem Verh. bei 6 Kontrollen geprüft. Tägliche Injektion von 1ccm = 10 Einheiten Hinterlappenextrakt durch 7 Tage beschleunigte die Rückldg., so daß diese Kranken sich nach dieser Zeit n. verhielten. Tägliche Injektion von 1 mg Progesterin verzögerte die Rückldg., während tägliche Injektion von 1000 Ratteneinheiten gonadotropem Hormon, ebenfalls durch 7 Tage die Rückldg. beschleunigte, wenn auch nicht so deutlich wie die Hinterlappeninjektionen. Orale Gabe von täglich 5 mg Stilböstrol durch 7 Tage war ohne Einfluß. (Surgery, Gynecol. Obstetr. 73. 391—95. Sept. 1941. Brooklyn, N. Y., Cumberland Hosp., Obstetrical and Genito-Urinary Services.)

JUNKMANN

Joseph B. DeLee, Die Anwendung der Lösung von Hypophysenhinterlappen in der modernen Geburtshilfe. Vf. bespricht eingehend die Gefahren der Anwendung von Hinterlappenpräparaten. Er wendet sich gegen verschiedene Kombinationspräpp., wie Thyrophysin, Thytutary, Pituthymin u. Kombinationen mit Chinin. Neben den

Schäden, die durch Forcierung der Wehen entstehen, drohen noch die Gefahren der Anaphylaxie u. die Möglichkeit von Schock, die Zwischenfälle bei hormonalen Störungen, Kreislaufkrankungen u. Nierenschädigungen erklären können. Trotzdem ist eine ganze Reihe von Indikationen anzuerkennen: Pyelitisbehandlung, sogar in der frühen Schwangerschaft, beim fortgeschrittenen, auch sept. Abort zur Beschleunigung der Austreibung u. Einsparung von Blut, bei gleichzeitiger Appendektomie auch zur Verhütung von paralyt. Ileus. Zur Einleitung der Frühgeburt in kleinen Dosen (1 Einheit alle 20—30 Min., nach Weheneintritt Dosierung individuell weiter variiert, jedoch nie mehr als 10 Einheiten im ganzen). In gut beobachteten Fällen von Atonia uteri, prim. Wehenschwäche u. bei Fehlen mechan. Geburtshindernisse ist ein vorsichtiger Vers. mit Hinterlappen erlaubt auch während der Eröffnungsperiode. Im 2. Stadium der Geburt ist noch größere Vorsicht erforderlich. Während des 3. Stadiums der Geburt hält Vf. den Vorteil der Hinterlappenbehandlung nicht für erwiesen. Ein Nutzen wird nur nach operativ beendeten Geburten u. bei Atonia uteri anerkannt. Bei Blutungen post partum sind Hinterlappenpräp. souverän, versagen jedoch manchmal. *Ergonovin* ist hier jedoch ebenfalls, bes. intravenös wertvoll. Im Puerperium ist *Ergonovin* vorzuziehen. (J. Amer. med. Assoc. 115. 1320—24. 19/10. 1940. Chicago.)

JUNKMANN

John A. Sharkey, *Soll Lösung von Hypophysenhinterlappen im ersten und zweiten Stadium der Geburt angewendet werden?* Vf. lehnt den Gebrauch von Hypophysenhinterlappenpräp. im Verlauf der n. Geburt ab u. erkennt nur wenige scharf begrenzte Indikationen an: gewisse Fälle prim. Wehenschwäche bei fehlenden mechan. Geburtshindernissen, ferner an Stelle der Beckenausgangszange bei Unmöglichkeit ihrer Anwendung zur raschen Beendigung der Geburt u. in besonderen Fällen von Placentalösung. Die Anwendung sollte nicht in größeren Gaben als 0,18 ccm, zweckmäßig in solchen von 0,06 ccm in Abständen von 30 Min. durchgeführt werden. Auch die nasale Anwendung durch Einlegen eines mit 0,5 ccm getränkten Wattetampons, der bei Auftreten zu heftiger Wehen entfernt wird, kommt in Frage. (J. Amer. med. Assoc. 115. 1315—17. 19/10. 1940. Philadelphia.)

JUNKMANN

George F. Pendleton, *Mißbrauch der Lösung von Hypophysenhinterlappen im Beginn der Geburt.* Unter eingehender Berücksichtigung eigener Erfahrungen kommt Vf. zu dem Schluß, daß die Anwendung von Hinterlappenpräp. in den ersten Stadien der Geburt abzulehnen ist, da sie für Mutter u. Kind erhebliche Gefahren mit sich bringt. (J. Amer. med. Assoc. 115. 1318—20. 19/10. 1940. Kansas City.)

JUNKMANN

W. J. Eversole, R. Gaunt und E. C. Kendall, *Die Wirkungen der Nebennierensteroide bei der Wasservergiftung.* Vf. geben an 18 Stdn. vor dem Vers. adrenaletomierte Ratten nach 12 std. Fasten in 5 einstd. Intervallen 6% ihres Körpergewichtes an Wasser. Andere Tiere erhielten unmittelbar nach der Operation 10%, vor der W.-Gabe 70% u. mit jeder W.-Gabe je 5% des zu untersuchenden Präparats. Ein unfraktionierter Rindenextrakt wirkte lebenserhaltend u. wachstuserhaltend u. schützend gegen den W.-Überschuß. Dazu waren 1,5 g des Extraktes erforderlich. *Desoxyzcorticosteronacetat* war etwas schwächer wirksam als der Gesamtextrakt. Die täglich erforderliche Dosis beläuft sich auf 3—4 mg. Hinsichtlich des Schutzes gegen den W.-Überschuß war *17-Oxy-11-dehydrocorticosteron* mindestens 3 fach wirksamer als *Desoxyzcorticosteronacetat*. Hinsichtlich der Erhaltung des Lebens war eine amorphe Fraktion des Gesamtextraktes ebenso wirksam wie der Gesamtextrakt selbst, aber sie war als Schutz gegen den W.-Überschuß nur gering wirksam; das zeigte sich auch an nebennierenlosen Hunden. (Amer. J. Physiol. 135. 378—82. 1/1. 1942. New York, Washington Square Coll. of Arts and Science, Dep. of Biology; Mayo Foundation, Div. of Biochemistry.)

GEHRKE

C. M. Pomerat, C. G. Breckenridge und L. Gordon, *Homoioplastische Nebennieren- transplantate in die Hirnrinde von Ratten.* Implantation der Nebennieren neugeborener Ratten ins Gehirn erwachsener Ratten gelingt. Die Nebennierenrinde gelangt hier, wie die histolog. Unters. der Transplantate lehrt, zur vollen Entwicklung. Sie gestattet nachträgliche Epinephrektomie u. ein prakt. unbegrenztes Überleben der operierten Tiere. Die Transplantate sind demnach auch funktionell vollwertig. (Endocrinology 34. 60—68. Jan. 1944. Alabama, Univ., Dep. of Biol.)

JUNKMANN

Warren O. Nelson, Robert Gaunt und Malvina Schweizer, *Wirkungen von Nebennierenrindenzugstoffen auf die Lactation.* Meerschweinchen beiderlei Geschlechts von 300 bis 450 g werden mit Tagesgaben von 100 internationalen Einheiten Östrogen durch 25—30 Tage vorbehandelt. 2—3 Tage nach Beendigung dieser Vorbehandlung werden die Tiere hypophysektomiert, um die nach dem Absetzen des Östrogens auftretende Lactation zu verhindern. In Verss. mit *Lactogen*präp. verschied. Reinheitsgrades

zeigt sich, daß diese allein nicht imstande sind, an solchen Tieren eine Lactation auszulösen oder zu unterhalten. Auch gleichzeitige Applikation von *Desoxycorticosteronacetat* zusammen mit dem Lactogen war unwirksam, dagegen war *17-Oxy-11-dehydrocorticosteron (compound E)* wirksam. Wenn mit Östrogen vorbehandelte Tiere nicht hypophysektomiert wurden, so trat nach Absetzen der Östrogenbehandlung innerhalb 5 Tagen Lactation auf, die durch 10—12 Tage anhielt. Wurde solchen Tieren eine Tagesdosis von 3,0 mg *Desoxycorticosteronacetat* durch 10 Tage gegeben, so sistierte die Lactation innerhalb 3 Tagen u. trat nach Absetzen der Behandlung wieder auf. Wird mit der *Desoxycorticosteron*-behandlung sofort nach dem Absetzen des Östrogens begonnen, so trat keine Lactation auf, sie stellte sich aber 4 Tage nach dem Absetzen des *Desoxycorticosteronacetats* ein. Auch Tagesgaben von 2,0 u. 1,0 mg lassen schon eine lactationshemmende Wrkg. erkennen. Da die Hemmungswrkg. des *Desoxycorticosteronacetats*, wie Verss. an östrogenvorbehandelten nicht hypophysektomierten Männchen zeigen, durch zusätzliche Lactogengaben behoben werden kann, wird geschlossen, daß diese Hemmungswrkg. im wesentlichen durch Hemmung der Lactogenproduktion der Hypophyse zustandekommt. Ebenso wie andere lactationshemmenden Stoffe bewirkt auch *Desoxycorticosteronacetat* Mammaentw. u. Zitzenwachstum. 2,0 mg täglich durch 25—40 Tage waren gut wirksam. Ebenso wie nach dem Absetzen einer Östrogenbehandlung trat auch nach Absetzen der *Desoxycorticosteron*-behandlung bei n. Männchen Lactation auf. Implantation von Tabletten mit 25 mg *Desoxycorticosteronacetat* war wegen mangelhafter Resorption (5,0 mg in 5 Wochen) nicht wirksam. Die Verss. zeigen, daß lactogenes Hormon ohne ausreichende Unterstützung durch bestimmte Stoffe der Nebennierenrinde, die wohl ihrerseits über die Normalisierung des W.- u. Salzhaushaltes wirksam sind, nicht imstande ist, Lactation auszulösen. Für die lactationshemmende Wrkg. des *Desoxycorticosteronacetats* scheint das Meerschweinchen empfindlicher als die Ratte zu sein. (*Endocrinology* 33. 325—32. Nov. 1943. Detroit, Mich., Wayne Univ., Med. School, Dep. of Anatomy, und New York, N. Y., Univ., Washington Square Coll. of Arts and Science, Dep. of Biol.)

JUNKMANN

Dwight J. Ingle, Choh Hao Li und Herbert M. Evans, *Die Wirkung von reinem adrenocorticotropem Hormon auf die Arbeitsausdauer von hypophysektomierten Ratten*. Männliche Ratten von 180 g wurden hypophysektomiert u. anschließend dreimal täglich mit 0,5 mg gereinigtem adrenocorticotropem Hormon (vgl. Li, C. 1944. I. 867) behandelt. Während der 14 tägigen Behandlungszeit wurde der Gewichtsverlust der Tiere beschleunigt, die Atrophie der Nebennierenrinde verhindert u. sogar eine Hypertrophie ausgelöst. Der Thymus wurde atrophisch. Im Arbeitsausdauerstest waren die behandelten Tiere unbehandelten Kontrollen wesentlich überlegen. Die Wrkg. war auch schon deutlich, wenn mit der Prüfung gleich anschließend an die Hypophysektomie begonnen wurde, also zu einer Zeit, wo eine Nebennierenrindenatrophie noch nicht ausgebildet ist. (*Endocrinology* 35. 91—95. Aug. 1944. Berkeley, Calif., Univ., Inst. of Exp. Biol., und Kalamazoo, Mich., Upjohn Res. Labor.)

JUNKMANN

Curt P. Richter und Sylvia Helfrick, *Verminderter Phosphorhunger von parathyreoid-ektomierten Ratten*. (Vgl. *Endocrinology* 21. [1937.] 50.) 74 Tage alte männliche Ratten wurden bei einer phosphorarmen Diät gehalten. Es wurde ihnen neben dem Trinkwasser eine Phosphatlg. angeboten. Es wurde dann ein Teil der Tiere parathyreoid-ektomiert. Die operierten Tiere verminderten ihre Aufnahme von Phosphatlg. u. erhöhten die Aufnahme von Trinkwasser. Die Futteraufnahme blieb unbeeinflusst. Behandlung mit täglich 0,3 cem Parathyreoidaeextrakt oder Zumischung von 1 cem A. T. 10 zu 100 g Futter erhöhten ohne Beeinflussung der Futteraufnahme die Phosphataufnahme. (*Endocrinology* 33. 349—52. Dez. 1943. Baltimore, Ma., Johns Hopkins Hosp., Phipps Psychiatric Clinic.)

JUNKMANN

A. Vannotti, *Die Porphyrine in Biologie und Klinik*. (Vgl. C. 1936. I. 4754; 4773. 1938. II. 879.) Zusammenfassende Arbeit über die chem. Unterss., die physiol. Wrkgs., sowie über das Auftreten der Porphyrine bei patholog. Erscheinungen. (Helv. med. Acta 6. 658—71. 1939. Lausanne, Univ., Poliklinik.)

BAERTICH

John H. Talbott und Madelaine R. Brown, *Ménières Syndrom. Säurebasenbestandteile des Blutes; Behandlung mit Kaliumchlorid*. Bestimmungen der Kationen u. Anionen des Serums bei 28 von 48 MÉNIÈRE-Fällen, sowohl im Anfall wie im Intervall, deckten keine charakterist. Verschiebungen auf. Nur bei 4 Fällen, die im Anfall untersucht wurden, fand sich eine Vermehrung des Kaliums u. eine Verminderung des Natriums im Serum. Ein Vers., durch Injektion oder perorale Gabe von Na-Salzen den Na-Geh. des Serums zu erhöhen u. dadurch Anfälle auszulösen, blieb ohne Erfolg. Ebenso wenig löste künstliche Alkalose Anfälle aus. Es wird daher angenommen,

daß weder Alkalose, noch Hydratation, noch Erhöhung des Serum-Na Anfälle auslöst oder die Krankheit verschlechtert. Von den Erfahrungen ausgehend, daß NaCl-arme Kost die Krankheit bessert, wurde versucht, ob nicht der gleiche Effekt durch eine Verschiebung des Na:K-Verhältnisses erzielt wird, die bei n. NaCl-Zufuhr durch erhöhte K-Gabe bewirkt wird. Dazu wurden 6—10 g KCl täglich in wss. Lsg. gegeben. Dadurch wurde bei allen 48 Patienten Besserung, wenn auch keine Heilung erzielt. Eine operative Behandlung wurde seit Einführung dieser Behandlungsmeth. überflüssig. Die Wrkg. wird teilweise auf die diuret. Wrkg. der Kaliumsalze u. den damit verbundenen Na-Verlust zurückgeführt. Außerdem wird daran gedacht, daß ein bestimmtes K:Na-Verhältnis für die optimale Übertragung von Nervenimpulsen notwendig ist. Nebenwrkgg. der K-Behandlung sind selbst bei monatelanger Anwendung nicht zu befürchten. (J. Amer. med. Assoc. 114. 125—30. 13/1. 1940.)

JUNKMANN

C. L. G. Pratt, *Das Altern von Vogelplasma*. Bekanntlich setzt sich in Vogelplasma während mehrwöchiger Aufbewahrung bei 0° ein geringer weißer Nd. ab, u. danach wird es durch Trypsin nicht mehr gefällt. Als Ursache vermutet Vf. die Inaktivierung oder Fällung von Lecithin oder einer durch Lecithin ersetzbaren Substanz. Dafür spricht 1. daß wie Trypsin sich auch die mit Lecithin wirksame Thrombokinase aus Daboiagift verhält, während Thrombokinase aus Testis ihre Fällungswrkg. behält u. 2. daß nach Lecithinzusatz Trypsin u. Daboiathrombokinase wieder das Plasma fällen. Trifft die Hypothese zu, so spielt Lecithin wahrscheinlich auch bei der n. Blutgerinnung eine Rolle. (J. Physiology 98. 20P—21P. 24/7. 1940. Oxford, Univ.) SCHENCK

Evelyn Sanders, I. Forest Hudleson und P. J. Schaible, *Eine elektrophoretische Untersuchung von Serum und Plasma aus normalen und mit Leukosis behafteten Kühen*. Elektrophoret. Analyse der Proteine in Seren von Kühen, die mit den verschied. Formen der Vogelleukose behaftet waren, ergibt die Ggw. einer in n. Serum nicht vorhandenen, als L-Komponente bezeichneten, dem γ -Globulin nahe verwandten Proteinkomponente. Kühen, die große Leukoseschädigungen aufweisen, enthielten ca. 10% der gesamten Serumproteine als L-Komponente. Diese hatte die Beweglichkeit $-2,55 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2 \text{ sek.}^{-1} \text{ volt}^{-1}$. Sie tritt bei Injektion mit einem akt. übertragbaren Tumor schon am 3. Tag auf, läßt sich aber auch durch Injektion eines inaktivierten transmissiblen Tumors erzeugen, wobei sie erst nach dem 15. Tag erscheint. (J. biol. Chemistry 155. 469—81. Okt. 1944. East Lansing, Mich. State Coll.) BEHRLE

Choh Hao Li, *Elektrophorese von Rattenserum*. Von n. u. hypophysektomierten Ratten wird das Elektrophoresediagramm des Serums aufgenommen. Es zeigten sich 5 Bestandteile, Albumin, α -, β - u. γ -Globulin u. ein als x bezeichneter Bestandteil (wird von einigen Autoren, vgl. LONGSWORTH, Chem. Reviews 30. [1942.] 323, als α_1 -Globulin bezeichnet). Letzterer konnte im Serum von hypophysektomierten Ratten nicht beobachtet werden. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1795—97. Okt. 1944. Berkeley, Univ. of Calif.) BEHRLE

Earl W. Flösdorf, F. J. Stokes und Stuart Mudd, *Der Desivac-Prozeß zur Trocknung im gefrorenen Zustand*. Zur Herst. von Trockenserum zur Schockbehandlung gab es bisher 2 Verf., deren mengenmäßige Leistungsfähigkeit begrenzt ist. Bei dem „lyophilen Prozeß“ wird der W.-Dampf in einem durch CO₂-Schnee auf -78° gekühlten Kühler kondensiert. Er benötigt ein Vakuum unter 0,2 mm. Bei dem „Kryochem-Prozeß“ der zur Beseitigung des W.-Dampfes ein Trockenmittel (Ca-Sulfat), welches regenerierbar ist, benutzt, genügt ein Vakuum von 1—2 mm. Das Trockenmittel ist also in der Beseitigung des W.-Dampfes wirksamer als der Tiefkühler. Der DESIVAC-Prozeß beseitigt den W.-Dampf durch direktes Abpumpen durch Ölpumpen mit großer Förderleistung, wobei das Öl auf der atmosphär. Seite der Pumpe kontinuierlich durch Zentrifugieren von dem ausgeschiedenen W. befreit wird, um die erforderliche niedrige Dampftension des Öls aufrecht zu erhalten. Unter diesen Umständen genügen 4,5 mm Vakuum, um ein Auftauen des Materials zu verhindern. Gegen Ende der Verdampfung gewährleistet ein Vakuum von 0,2 mm Trocknung auf unter 1% Feuchtigkeitsgehalt. Entgasen u. Selbstgefrieren kann ebenso angewendet werden wie vorangehendes Gefrieren des Materials, doch kann bei bestimmter Größe der App. im ersteren Falle nur ungefähr halb soviel getrocknet werden wie in letzterem. Allerdings kann das erste Vorgehen durch Zuhilfenahme, wenn auch unzureichender Kühlung, wirksamer gestaltet werden. Die Trocknung kann im ganzen oder in den endgültigen Behältern erfolgen. Zusätzliche Heizung beschleunigt die Verdampfung. Die Vakuumbehälter sind zur Sterilisierung unter Dampfdruck eingerichtet u. gestatten tägliche Trocknung von 10—100 Liter Serum. Das Verf. eignet sich bes. für die Großproduktion, während der Kryochemprozeß bei kleineren Mengen vorzuziehen ist. Dabei kann die durch die

W.-Absorption entstehende Wärme zur Verdampfung ausgenutzt werden. (J. Amer. med. Assoc. 115. 1095—97. 28/9. 1940. Philadelphia, Pa., Univ., School of Med., Dep. of Bacteriol. und F. J. Stockes Machine Co.)
JUNKMANN

Erwin Chargaff, Aaron Bendich und Seymour S. Cohen, Das thromboplastische Protein: sein Aufbau, seine Eigenschaften und Zerlegung. (Vgl. CHARGAFF u. BENDICH, Science [New York] 99. [1944.] 147.) Das thromboplast. Protein aus Rinderlunge gehört zu den Gewebefaktoren, die durch ihre Einw. auf das Prothrombin die Blutgerinnung in Gang bringen. Die Isolierung dieses hochmol. Lipoproteins durch verschied. Zentrifugalmethoden wird diskutiert. Die Zus. der Lipoidfraktion wird studiert, die Anwesenheit von Ribosenucleinsäure wahrscheinlich gemacht, beide sind verbunden mit einer Eiweißkomponente. — Die Substanz wird durch Kalteeinw. in Ggw. von Ae. in eine Anzahl von Fraktionen zerlegt. A. u. proteolyt. Enzyme wirken zerlegend. Die so erhaltenen Fraktionen werden auf thromboplast. u. phosphat. Wrkg. untersucht; einige zeigen eine bemerkenswert hohe thromboplast. Wirkung. Eine trypsinähnliche Wrkg. konnte nicht nachgewiesen werden, wenn die Veränderung der Viscosität einer Gelatineslg. als Kriterium benützt wurde. Die allenfallsige Funktion der Lipide bei der Erhaltung des Aufbaus des thromboplast. Proteins wird diskutiert. (J. biol. Chemistry 156. 161—78. Nov. 1944. New York, Columbia Univ., Coll. of Physic. a. Surg.)
DORFMÜLLER

N. L. VanDemark und G. W. Salisbury, Die Konzentration von einigen B-Vitaminen in Bullensamen. Der Geh. an Thiamin, Riboflavin, Pantothensäure u. Niacin in frischem Bullensamen wurde gefunden zu 0,89; 2,09; 3,71 u. 3,63 γ /ccm. Vgl. zwischen Vitamingeh. u. Spermatozoenzahl bzw. Initialmotilität. (J. biol. Chemistry 156. 289—91. Nov. 1944. Ithaca, Cornell Univ.)
DORFMÜLLER

Francis J. Pilgrim und C. A. Elvehjem, Weitere Studien über den Brenztraubensäurestoffwechsel bei Lebern von Vitamin B-armen Ratten. Die Oxydation von Brenztraubensäure durch Lebern von Ratten in verschied. Ernährungsstadien wurde gemessen in Anwesenheit u. Abwesenheit von Mg-Ionen in Phosphatpuffer. Die Anwesenheit von Mg verursachte eine Verminderung des Q_{O_2} in Lebern von Ratten, die einen Mangel an Pantothensäure oder Biotin aufwiesen oder Sulfadiazin im Futter hatten. Im Falle von Riboflavin- u. Thiamin-armen Ratten u. n. Tieren, die mit beschränkten Mengen einer gereinigten Kost gefüttert wurden, verursachte das Mg keine bemerkenswerte Hemmung. Die Ergebnisse waren variabel, wenn die Ratten gefüttert wurden mit p-Aminobenzoesäure, Thioharnstoff oder Grundnahrung ad libidum. Biotin u. Pantothensäure haben demnach direkt oder indirekt einen Einfl. auf den Brenztraubensäurestoffwechsel. Die Verss. mit p-Aminobenzoesäure, Thioharnstoff u. der ad libidum gefütterten Grunddiät zeigen, daß noch nicht vollständig bekannte Faktoren eine Rolle spielen. (J. biol. Chemistry 156. 257—64. Nov. 1944. Madison, Univ. of Wisconsin, Coll. of Agric.)
DORFMÜLLER

Phyllis G. Croft, Maxwell S. Jones und Derek Richter, Vitamine B₁ und C beim Anstrengungssyndrom. Bei zwei Gruppen von Personen mit diesem Syndrom von konstitutionellem bzw. neurot. Typus wurde der Vitamin B₁- u. C-Ernährungszustand durch Best. der Ausscheidung u. des Sättigungszustandes in Belastungsverss. festgestellt. Der Vitamin C-Ernährungszustand war im Vgl. zu den meisten angegebenen Standardwerten niedrig, jedoch nicht niedriger, als er von Vff. zur gleichen Jahreszeit bei anderen Gruppen von Patienten u. n. Personen gefunden worden war (Blut-Vitamin C im Mittel 0,30 mg%, tägliche Ausscheidung 13—14 mg, meist >6 Tage bis zum Eintritt der Sättigung). Die B₁-Ausscheidung war bei beiden Gruppen n. (142 γ in 24 Stdn.), u. die Sättigung war in n. Zeit vorhanden (Ausscheidung von im Mittel 115 γ in 4½ Stdn. nach Eingabe von 1 mg B₁ per os). Bei dem Anstrengungssyndrom ist demnach ein Mangel an den Vitaminen B₁ u. C im allg. nicht ursächlich beteiligt. (J. mental Sci. 90. 603—06. April 1944. London, Central Pathol. Labor. und Mill Hill Emergency Hosp.)
SCHWAIBOLD

C. J. Campbell, Raymond A. Brown und A. D. Emmett, Die Rolle des kristallisierten Vitamins Bc in der Ernährung des Huhnes. In Ergänzung früherer Verss. mit oraler Zufuhr dieses Vitamins wurden nun noch solche mit subcutaner Zufuhr (Kontrollen mit oraler Zufuhr) durchgeführt, um den möglichen Einfl. dieses Vitamins auf die Bldg. anderer Faktoren durch Darmbakterien (z. B. B₁₀ u. B₁₁) auszuschalten. Es wurde gefunden, daß das Vitamin Bc parenteral die gleiche Wrkg. zeigt wie bei oraler Zufuhr u. das Wachstum u. das Blutbild in spezif. Weise beeinflusst. (J. biol. Chemistry 154. 721—22. Aug. 1944. Detroit, Parke, Davis and Co., Res. Laborr.)
SCHWAIBOLD

L. Randoin und A. Raffy, *Beträchtliche Verminderung des Vitamin B₂-Gehalts der Frauenmilch im Verlauf der gegenwärtigen Periode der Nahrungsmittelbeschränkung.* Frauenmilch enthält im Sommer mehr B₂-Vitamin als in der kalten Jahreszeit. Ein Vgl. in den Jahren 1940 u. 1942 ergibt, daß mit der Beschränkung der Nahrungsmittel der B₂-Vitamingeh. der Milch abnimmt. Das Jahresmittel für 1940: 311 γ /Liter, 1942: 218 γ /Liter. In der Zuteilung FA betrug der Vitamin B₂-Geh. 1182 γ /Tag gegenüber 2000 γ /Tag normalerweise. Es ist daher in der Lactation zusätzlich B₂-Vitamin in Form von Hefe, Leber usw. zu verabreichen. (Bull. Acad. Méd. 127. 12—14. 5/12. 1. 1943. Ecole des Hautes Etudes, Labor. de Physiolog. de la Nutrition et Inst. océanographique, Labor. de Physiolog.)

LANGECKE

W. A. Krehl und F. M. Strong, *Versuche über die Verteilung, Eigenschaften und Isolierung eines natürlich vorkommenden „Provitamins“ der Nicotinsäure.* Verss. zur Isolierung u. Konst.-Ermittlung der von ANDREWS, BOYD u. GORTNER in Weizen u. anderem biolog. Material entdeckten wasserlös. Substanz (vgl. Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 14. [1942.] 663), die nach schwach alkal. Behandlung das Wachstum von *Lactobacillus arabinosus* wie *Nicotinsäure* fördert. Vork. in den einzelnen Teilen des Weizenkorns, Kartoffeln usw. s. Tabelle. Höchste Extraktionsausbeute an inaktiviertem Provitamin mit 0,1 nHCl bei 100°; höchste Ausbeute, unter gleichzeitiger Aktivierung, mit nNaOH bei 120°. Löslichkeit in organ. Lösungsmitteln s. Tabelle. Optimum der Aktivierung bei p_H 10,0; 3 Stdn. bei 37°. Pikrinsäure fällt nicht, Phosphorwolframsäure, Silber-, Blei- u. Quecksilbersalze geben Verluste. Die Substanz ist dialysabel durch Cellophanmembran; sie ist ein Zwitterion mit isoelekt. Punkt bei ca. 3,47. Takadiastase u. Papain hydrolysieren nicht. Ein Aktivkohlenpräp. mit einem 13,5 mal so großen Geh. an Provitamin als Nicotinsäure wurde hergestellt, aber das Provitamin war nicht eluierbar. Die Hauptmenge der Nicotinsäure war durch Pyridinmethanol eluiert worden. Andere Verss. der Anreicherung durch verschied. Methoden der Extraktion, Fällung, Adsorption, Elution, Dialyse verliefen ergebnislos. Das Provitamin scheint ein Abkömmling der Nicotinsäure zu sein, bestehend aus einem Nicotinsäurerest u. einer Komponente mit einer funktionellen Gruppe, die das ganze Mol. sauer u. wasserlös. macht. (J. biol. Chemistry 156. 1—12. Nov. 1944.)

DORFMÜLLER

W. A. Krehl, C. A. Elvehjem und F. M. Strong, *Die biologische Wirksamkeit eines Provitamins der Nicotinsäure in Getreideprodukten.* (Vgl. vorst. Ref.) Die Existenz eines alkaliempfindlichen Provitamins der Nicotinsäure in gewissen Naturerzeugnissen wird sichergestellt. Der Hund kann das Provitamin direkt als Nicotinsäurequelle ausnützen (anti-blacktongue-Test). Das Hydrojodid des Nicotinsäureamidglucosidjodids u. seine o-Dihydro-Verb., das Nicotinsäureamidnucleosid, hergestellt durch Partialhydrolyse des Coenzym, *Arcocolinhydrojodid*, *Piperin* u. *Nicotinsäureamidchlormethylat*, verhalten sich gegenüber *Lactobacillus arabinosus* nicht wie Provitamin. Das Nicotinsäureamidnucleosid zeigt allerdings schon volle Wirksamkeit wie Nicotinsäure, läßt sich aber nicht weiter aktivieren durch schwach alkal. Behandlung (vgl. vorst. Ref.). Wohl aber verhalten sich in dieser Beziehung ähnlich dem Provitamin einige einfache Ester der Nicotinsäure (*Äthyl-, Propyl-, Butyl-*). (J. biol. Chemistry 156. 13—19. Nov. 1944. Madison, Univ. of Wisconsin, Dep. of Bioch., Coll. of Agric.)

DORFMÜLLER

Tien Ho Lan und Robert Ridgely Sealock, *Der Stoffwechsel in vitro von Tyrosin durch Leber- und Nierengewebe von normalen und Vitamin C-defizienten Meerschweinchen.* Überlebendes Lebergewebe von n. Meerschweinchen vermag *l-Tyrosin* (I) zu oxydieren, wobei pro Mol I etwa 1 Atom Extrasauerstoff zu rechnen ist, während Vitamin C-defiziente Leber fast keine Oxydation von I bewirkt. Skorbut. Tiere sind jedoch bei Verabreichung von *l-Ascorbinsäure* in der Lage, I zu oxydieren, u. entsprechend resultiert bei Zugabe des Vitamins C zu skorbut. Gewebe in vitro Wiederkehr der n. Funktion. Ebenso ist bei Nierengewebe die Oxydation von I abhängig von einem adäquaten Ascorbinsäurespiegel, obgleich die Bedeutung der Niere im Katabolismus von I ausgesprochen geringer zu sein scheint als die der Leber. Über mit n. u. skorbut. Meerschweinchen in bezug auf die Oxydation von I in vivo erhaltene Ergebnisse s. SEALOCK u. SILBERSTEIN (J. biol. Chemistry 135. [1940]. 251). (J. biol. Chemistry 155. 483—92. Okt. 1944. Rochester, N. Y., Univ. of Rochester.)

BEHRLE

W. P. Stamm, T. F. Macrae und Simon Yudkin, *Das Auftreten von Gaumenblutungen unter dem R. A. F.-Personal und der Wert der Ascorbinsäure bei der Behandlung.* In der Nahrung der Versuchsgruppen wurden im Herbst 1941 25,8 mg Ascorbinsäure im Mittel gefunden, im März 1942 16,8 mg täglich. Bei der Prüfung von 2962 Personen wurde bei 588 (etwa 20%) das Bestehen von Gaumenblutungen beobachtet, u. zwar in gleichem Ausmaß bei verschied. Stationen u. in den verschied. Jahreszeiten. Die Ver-

suchspersonen erhielten 7 Tage lang je 200 mg Ascorbinsäure u. 14 Tage lang je 100 mg; bei diesen wurde keine andere Veränderung des Blutungszustandes beobachtet wie bei den Kontrollpersonen, die keine C-Zulagen erhielten. Die individuellen Schwankungen waren erheblich. Die subjektive Beurteilung der Wirksamkeit der Behandlung stand in keiner Beziehung zur objektiven Veränderung. (Brit. med. J. 1944. II. 239—41. 19/8. R. A. F. Inst. Pathol. and Trop. Med.)

SCHWAIBOLD

Frederick A. Coller und J. Matthews Farris, Die Behandlung des Ikterspatienten mit besonderer Berücksichtigung des Vitamin K. Kurze zusammenfassende Darst. der Physiologie der Blutgerinnung u. der Bedeutung des Vitamin K. Die Prothrombinbest. nach SMITH erwies sich klin. als sehr geeignet. In den meisten Fällen ist K-Avitaminose eine Resorptionsstörung durch Fehlen der Galle. Sie kann auch durch Anwendung wiederholter Absaugung der Galle durch den WANGENSTEENSCHEN App. zustandekommen. Andererseits kann eine Hypoprothrombinämie auch durch wiederholte Blutungen mit wiederholter intravenöser Flüssigkeitszufuhr als Folge von Erschöpfung des Leberparenchyms entstehen. Hepatotox. Substanzen können auch den Prothrombinspiegel senken. Andererseits kann aber auch selbst bei weitgehender Zerstörung des Lebergewebes durch starke Cirrhose oder Geschwulstmetastasen die Prothrombinbildungsfähigkeit erhalten bleiben. Die Lehren, die sich aus der Kenntnis der Physiologie des Vitamin K für die Behandlung von Ikterspatienten ergeben, werden besprochen. Bes. wird das Blutungsrisiko bei notwendigen operativen Eingriffen wesentlich verringert, während die übrige Behandlung in erster Linie das Wegsmachen der Gallengänge u. die Hebung der Leberfunktion durch zweckmäßige Diät unter Berücksichtigung des sonstigen Vitaminbedarfs, gegebenenfalls unter Anwendung von Herz- u. Kreislaufmitteln, anzustreben hat. (Surgery, Gynecol. Obstetr. 73. 21—29. Juli 1941. Ann Arbor, Mich., Univ., Dep. of Surgery.)

JUNKMANN

F. Koller, Weitere Erfahrungen mit Vitamin K. Synthetische Vitamin K-Präparate. Der Vitamin K-Test, eine Leberfunktionsprüfung. (Vgl. C. 1941. I. 2135.) Die günstige Wrkg. des wasserlös. Vitamin K (Bernsteinsäureester des Methyl-naphtho-hydrochinons als Synkavit) nach Eingabe per os wurde bei Fällen mit totalem Gallengangverschluss bestätigt. Auf die im Verhältnis zum Erwachsenen mit Stauungsikterus (20—30 mg) große Menge Synkavit (10 mg), die vom Neugeborenen zur Normalisierung der Hypoprothrombinämie benötigt wird, wird hingewiesen (ungenügende Ausbildg. der Prothrombinbildg. bei letzterem). Von den drei Gruppen hämorrhag. Diathesen, die mit der für die K-Avitaminose charakterist. Gerinnungsstörung einhergehen („Resorptions-K-Avitaminose“ bei Krankheiten mit Störungen der Fettsorption, hämorrhag. Diathese der Leberparenchymkrankungen, Hypoprothrombinämie der Neugeborenen) wurden bei der mittleren Unterss. durchgeführt, die ergaben, daß die Wrkg. des Vitamin K bei relativ geringgradigen Hypoprothrombinämien um so deutlicher ist, je leichter die vorliegende Leberparenchym-schädigung ist. Diese erweist sich um so leichter, je mehr sich die Prothrombinzeit nach K-Behandlung der Norm nähert. Daraus ergibt sich eine einfache Leberfunktionsprüfung: Verabreichung von 30 mg Synkavit oral oder parenteral u. Feststellung des Einfl. auf die Prothrombinzeit am nächsten Tage. Die diagnost. u. prognost. Bedeutung der Befunde wird gekennzeichnet. (Helv. med. Acta 7. 651—56. März 1941.)

SCHWAIBOLD

F. Koller, Die Beeinflussung der Blutgerinnung durch Vitamin K. (Vgl. C. 1939. II. 4272.) Im Gegensatz zur hämorrhag. Diathese des Skorbut ist die Blutungsneigung der K-Avitaminose (nach den neuesten Forschungen gehört das Vitamin K in die Gruppe der Naphthochinone) durch eine enorme Verlängerung der Gerinnungszeit charakterisiert. Das Vitamin K ist mit dem Prothrombin nicht identisch. Zusatz von Vitamin K zum Plasma beeinflußt die Gerinnungsstörung nicht. Die Verhältnisse scheinen vielmehr so zu liegen, daß das Vitamin K zur Bldg. des Prothrombins in der Leber unentbehrlich ist. Aus den Unterss. des Vf. geht hervor, daß das Vitamin K eine wertvolle Bereicherung des therapeut. Rüstzeuges bedeutet u. daß es in gewissen Fällen, speziell bei der hämorrhag. Diathese des Okklusionsikterus, lebensrettend wirken kann. (Helv. med. Acta 6. 686—91. 1939. Zürich, Univ., Med. Klinik.)

BAERTICH

David M. Greenberg, D. Harold Copp und Elizabeth M. Cuthbertson, Untersuchungen über den Mineralstoffwechsel mit Hilfe künstlich radioaktiver Isotope. VII. Mitt. Die Verteilung und Ausscheidung, insbesondere auf dem Wege über die Galle, von Eisen, Kobalt und Mangan. (Vgl. C. 1941. I. 1434.) Als radioaktive Indikatoren wurden verwendet ⁵⁶Mn, ⁵⁵Fe u. ⁵⁶Co u. ⁵⁸Co. Parenteral zugeführtes Eisen konnte nur in sehr kleinem Prozentsatz in den Ausscheidungen nachgewiesen werden. Oral gegebenes Kobalt wird nur zum Teil resorbiert u. erscheint zu hohem Prozentsatz in den Fäces. Die Leber speichert Kobalt erheblich. Mangan wird ausschließlich mit den Fäces aus-

geschieden. (J. biol. Chemistry 147. 749—56. März 1943. Berkeley, Univ. of California, Medical School, Div. of Biochemistry.)

BORN

S. Ratner, Norman Weissman und Rudolf Schoenheimer, d-Lysin im Stoffwechsel nach Untersuchungen mit Deuterium und schwerem Stickstoff. d-Lysin mit schwerem Stickstoff in der α -Aminogruppe u. an Kohlenstoff gebundenem Deuterium wurde 4 Tage lang an Ratten verfüttert. Die Hälfte der verfütterten Menge wurde unverändert mit dem Urin ausgeschieden. Ein anderer Teil wurde unter Verlust der Aminogruppe abgebaut. Der indizierte Stickstoff dieser Aminogruppe erschien zu 19% im Urin, zu 21% in verschied. Aminosäuren der Gewebsproteine, *l*(+)-Lysin aus den Gewebsproteinen enthielt weder Deuterium noch schweren Stickstoff. Offenbar ist also der Rattenorganismus nicht imstande, d-Lysin in Lysin n. Konfiguration umzuwandeln. Dies Ergebnis stimmt überein mit früheren Beobachtungen (vgl. BERG, J. Nutrit. 12. [1936.] 671), daß *l*-Lysin aus desaminierten Abbauprod. in vivo nicht wieder aufgebaut werden kann. (J. biol. Chemistry 147. 549—56. März 1945. New York, Columbia Univ.)

BORN

Paul E. Nielson, Untersuchung der Permeabilität der Rattenplacenta für Phospholipide mit radioaktivem Phosphor. Ratten wurden mit ³²P-haltigem Phosphat gefüttert u. aus ihren Lebern, Nieren, Milz u. Därmen ein ³²P-haltiges Phospholipid extrahiert. Dieses Lipoid wurde in Lebertran gelösetragenden Ratten peroral zugeführt. Nach 6 Stdn. wurden die Tiere getötet u. der Geh. der Föten an ³²P ermittelt. Es ergab sich, daß der Übergang dieser Stoffe in den Fötus nur sehr langsam verläuft. Analoge Befunde wurden nach Fütterung der Mütter mit ³²P-haltigem Phosphat erhoben. (Amer. J. Physiol. 135. 670—75. 1/2. 1942. Madison, Univ. of Wisconsin, Dep. of Anatomy.)

GEHRKE

W. O. Fenn, T. R. Noonan, L. J. Mullins und L. Haege, Der Austausch von radioaktivem Kalium gegen das Kalium des Organismus. (Vgl. NOONAN, C. 1943. II. 336; 1942. II. 305.) In Ergänzung der früheren Unterss. wurden entsprechende Verss. nun auch bei Kaninchen, Katze u. Frosch durchgeführt; die Verteilung des durch Injektion zugeführten radioakt. K war im allg. ähnlich wie bei der Ratte. Die weitere experimentelle u. theoret. Prüfung der Ergebnisse zeigte, daß die auftretenden Austauschvorgänge nicht durch einen einfachen Austausch von ⁴²K für ³⁹K durch Diffusion erklärt werden können. Ein Überschuß von K im Plasma wird wahrscheinlich rasch durch die Eingeweide zusammen mit einem Anion aufgenommen u. langsam an die Muskeln abgegeben. Bei mehreren Versuchspersonen ergab die Best. des Verhältnisses von Radioaktivität zu Kalium im Harn nach Eingabe von Lsgg. von radioakt. K, daß beim Menschen wie beim Kaninchen der Austausch des K des Organismus langsamer erfolgt als bei der Ratte. Bei allen Versuchstieren wird sämtliches K im Organismus offenbar im Verlauf weniger Tage gegen eingegebenes radioakt. K ausgetauscht. (Amer. J. Physiol. 135. 149—63. 1/12. 1941. Rochester, N. Y., Univ., School Med., Dep. Physiol.)

SCHWAIBOLD

Martin Deakins und Richard L. Burt, Die Ablagerung von Calcium, Phosphor und Kohlendioxyd bei der Verkalkung des Zahnemals. Während der Entw. des Zahnemals des Schweines wächst der Ca-, P- u. CO₂-Geh. linear u. in konstantem Verhältnis zueinander, vom niedrigsten bis zum höchsten Grade der Verkalkung. Diese Konstanz steht im Gegensatz zu den wechselnden Verhältnissen beim Knochen nach den Befunden anderer Autoren. Es wird der Schluß gezogen, daß die genannten Elemente abgelagert werden als eine komplexe Verb. mit fester Zusammensetzung. Ihre atomaren Verhältnisse stimmen nicht auf die Formel eines Hydroxylapatits oder Carbonatapatits. Die wechselnde Zus. des Knochens dürfte eher auf histolog. Veränderungen im Laufe des Alterns zurückzuführen sein als auf eine Änderung in dem Grundprozeß der Verkalkung. Dadurch wird es nahegelegt, die Emaille, die histolog. einheitlich ist u. durch Wachstum u. Resorption nicht beeinflusst wird, zu Studien über den Verkalkungsprozeß zu benützen, nicht aber den Knochen. Beschreibung einer Meth. zur Best. von CO₂ in 5—10 mg Gewebe mit Hilfe der WARBURG-Apparatur. (J. biol. Chemistry 156. 77—83. Nov. 1944. Boston, Harvard School of Dent. Med.)

DORFMÜLLER

Jan Roche und Guy-H. Deltour, Der Mechanismus der Knochenverkalkung und die Theorie des Calciumfixators. Die Theorie von FREUDENBERG u. GYÖRGY über die Ossifikation (vgl. Biochem. Z. 142. [1923.] 407) sucht eine Erklärung der histolog. Vorgänge der Calcifikation in einem chem. Mechanismus. Die Untersuchungen beziehen sich auf hyaline Gelenksknorpel, also nicht ossifizierbare Teile des Skeletts. Die Theorie von ROBINSON (The New-York Univ. press. ed. 1932. Vol. 1. 104) führt die Bldg. der Knochensalze auf ein physikochem. Phänomen, auf Sekretion u. Aktivität einer Phosphatase, zurück. Es wurden quantitative Verss. über Calcifikation in vitro

von verschied. embryonalen Knochenregionen in Ggw. von Ca^{++} u. PO_4 bzw. Ca^{++} u. β -Glycerophosphat durchgeführt. Es wurde die Fixation von Calcium u. Phosphor im Bereich des wachsenden Metaphysenkorpels u. im hyalinen Knorpel untersucht. 24 Verss., Technik wie in einer früheren Arbeit (vgl. Bull. Soc. Chim. biol. 1943), Knorpelstücke von 0,2–0,5 mm Dicke, Tibia u. Femur von 30 bis 40 cm langen Schafembryonen u. metaphysäre Knochen. Die Stücke wurden bei $37^\circ 10$ –16 Stdn. in Lsgg. von pH 7,2 eingetaucht, die 5% P u. 10% Ca entweder als PO_4 u. C^{++} oder als β -Glycerophosphat, Na u. Ca^{++} enthielten. Es wurde von 2 zu 2 Stdn. die fixierte Ca- u. P-Menge bestimmt. Der wachsende Knorpel u. der metaphysäre Knochen reichern sich in Gegenwart von Ca^{++} u. P-Ionen an, der hyaline, nicht ossifizierbare Knorpel hingegen nur selektiv u. in geringerem Grade. Auch in Ggw. von Glycerophosphat zeigt sich dieser Unterschied. Die Anreicherung an P ist in den ersten Stunden größer als die an Calcium. Der Quotient aus fixiertem Ca u. fixiertem P spricht für die Bldg. von Tricalciumphosphat oder einer Mischung aus Bicalciumphosphat u. Tricalciumphosphat. Mit dem Einsetzen des Freiwerdens von Phosphationen kommt es zu einem beträchtlichen Calciumionenangebot. Die Phosphatase spielt demnach die Rolle, direkt den Knochen an P anzureichern u. sekundär eine echte Drainage für Calciumionen herbeizuführen. Es haben demnach an der Ossifikation aktiv die Proteine u. die Knochenphosphatase Anteil. Sie ist kein einfacher physikochem. Prozeß, abhängig von der Löslichkeit der PO_4 u. Ca^{++} . Nicht das Calcium, sondern PO_4 hat die initiative Rolle. Die Phosphatase greift sehr komplex in das Geschehen ein. (Bull. Acad. Méd. 127. 488–92. 5/12. 10. 1943. Marseille, Fac. de Méd. et de Pharm., Labor. Chim. biolog.)

LANGECKER

Walter Constantin Meyer, *Die Rolle der Leber im Urobilinstoffwechsel*. Kurze Besprechung des gegenwärtigen Standes der Kenntnis in dieser Frage; wobei bes. auf den dritten, von Vf. beobachteten Urobilinkörper u. seine Bedeutung für die Klärung weiterer Einzelheiten hingewiesen wird. (Münchener med. Wschr. 91. 410–11. 11/8. 1944.)

SCHWAIBOLD

Tr. Baumgärtel, *Wo entsteht das Urobilinogen?* Vf. zeigt mit einer zusammenfassenden Besprechung neuerer Untersuchungsergebnisse, daß im menschlichen Organismus zwei verschied. Reduktionsprodd. des Bilirubins entstehen: Urobilinogen, das bei Luftoxydation in Urobilin übergeht, u. Stercobilinogen, das an der Luft zu Stercobilin oxydiert wird; diese „Bilirubinoide“ sind physikal. u. chem. unterscheidbar. Bei der enteral-bakteriellen Red. des Bilirubins entsteht entgegen der bisherigen Anschauung kein Urobilinogen, sondern Stercobilinogen; dieser Befund spricht gegen die „entomere“ Theorie der Urobilinogenbildung. Das bei zahlreichen Krankheiten in Form der sog. „Urobilinurie“ auftretende Urobilinogen ist extraintestinalen Ursprungs, da es überall dort im Organismus entsteht, wo Blutfarbstoff zu Bilirubin abgebaut wird, dessen Ausscheidung gehemmt ist u. das unter Umwandlung in das leicht diffundible Urobilinogen weiter red. wird. (Münchener med. Wschr. 91. 407–10. 11/8. 1944. München, Univ., II. Med. Klinik.)

SCHWAIBOLD

DeWitt Stetten jr. und Juan Salcedo jr., *Die Herkunft des „Extra-Leberfettes“ bei verschiedenen Arten von Fettleber*. BARRETT, BEST u. RIDOUT (C. 1939. II. 672) markierten bei ihren Unterss. mit dem gleichen Ziel die Depotfettsäuren mit Deuterium. Im Gegensatz dazu wählten Vf. eine Kennzeichnung der neu aufgebauten Fettsäuren mit Deuterium. Die Leberverfettung bei Cholinmangel beruht auf einer Störung des Fettsäuretransportes von der Leber zu den Depots. Bei Cystinfütterung ist sie ähnlich wie bei Thiamin zurückzuführen auf eine erhöhte Fettsäuresynthese. Einspritzung von Hypophysenvorderlappen-Substanz bei hungernden Mäusen bewirkt eine bes. starke Mobilisierung von Depotfett, das zur Leber wandert. (J. biol. Chemistry 156. 27–32. Nov. 1944. New York, Columbia-Univ., Coll. of Physic. a. Surg., Dep. of Biochem.)

DORFMÜLLER

C. R. Treadwell, Herbert C. Tidwell und J. H. Gast, *Die Beziehung des Methionins zur Entstehung der Fettleber und zum Wachstum*. Unter den Bedingungen dieser Arbeit wird durch die Menge der übrigen in der Nahrung anwesenden wichtigen Aminosäuren auch die Menge des zum Wachstum verwendeten Methionins der Nahrung bestimmt. Die Menge des in der Nahrung vorhandenen Methionins, das für seine lipotrope Wrkg. zur Verfügung steht, wird beschränkt durch die für das Wachstum benötigte Menge. Ratten, die 20 g Arachin u. 0,5 g Methionin auf 100 g Diät erhielten, wuchsen n. u. entwickelten Fettlebern. Ratten, die 20 g Arachin u. 1 g Methionin auf 100 g Nahrung erhielten, wuchsen n., u. der Geh. an Leberlipoiden lag nur wenig über dem normalen. Die Zugabe von Methionin zu einer methioninlosen Kost förderte die Ablage von Pro-

tein u. Fett in den Geweben. (J. biol. Chemistry 156. 237—46. Nov. 1944. Houston, Baylor Univ., Coll. of Med. u. Dallas, South West Med. Coll.) DORFMÜLLER

D. Mark Hegsted, *Wachstum von Hühnchen bei Fütterung mit Aminosäuren*. Eine Nahrung, die Aminosäuren enthält, bestehend aus Leucin, Isoleucin, Threonin, Phenylalanin, Valin, Methionin, Tryptophan, Cystin, Arginin, Lysin, Histidin, Glycin, erlaubt bei Hühnchen Wachstum, allerdings viel weniger als eine vergleichbare Menge von adäquatem Protein. Die Weglassung von Leucin, Isoleucin, Threonin, Phenylalanin oder Valin von dieser Mischung bewirkt Mangel an Wachstum u. Verlust an Gewicht. Wenn Glycin weggelassen wird, ist es noch möglich, das Gewicht aufrechtzuerhalten oder ein geringes Wachstum. — Diese Befunde legen nahe, daß Leucin, Isoleucin, Threonin, Phenylalanin u. Valin für die Hühnchen wesentliche Aminosäuren darstellen. Glycin ist erforderlich für n. Wachstum. (J. biol. Chemistry 156. 247—52. Nov. 1944. Boston, Harvard med. School u. Harvard school of publ. Health.)

DORFMÜLLER

E₆. Pharmakologie. Therapie. Toxikologie. Hygiene.

R. Glénard und L. Lescoeur, *Das Reduktionsvermögen alkalischer Wässer an der Quelle*. Vgl. des Reduktionsvermögens von unter Ausschluß des Luftsauerstoffs an der Quelle entnommenen Mineralwässern mit abgefüllten, dem Handel entnommenen Wässern (Permanganattitration). Die Wässer von Vichy zeigen große Unterschiede, in Flaschen abgefüllt ist kein Permanganatverbrauch festzustellen. In andern Wässern ist die Differenz kleiner, offenbar unter dem Einfl. der Ferro-Ferri-Pufferung. Die Abnahme des Reduktionsvermögens geht einher mit dem Auftreten von Flockungen infolge Bldg. von Ferrihydroxyd. Für die Therapie wird dem W. an der Quelle der Vorzug zu geben sein. (Bull. Acad. Méd. 127. 529—32. 19/26. 10. 1943.) LANGBECKER

R. T. Bothe, L. E. Beaton und H. A. Davenport, *Reaktion des Knochens auf multiple Metallimplantate*. Katzen erhalten in den Femur in vorgebohrte 1,5 mm starke Löcher passende Metallimplantate. Die Tiere werden durch 7 Monate beobachtet. Messung der Potentialdifferenzen zwischen den verschied. Metallen zeigt, daß keine direkte Beziehung zwischen diesen u. den durch die Metalle hervorgerufenen Rkk. in den Knochen bestehen. Viel eher ist eine Beziehung chem. Natur, entsprechend der Elektronenkonfiguration der einzelnen Metalle anzunehmen. Hervorgehoben wird, daß *Mn*, dessen Einw. auf den Knochen noch nicht bekannt war, starke Kallusbldg. hervorruft, während *Titan* sehr gut, wenn nicht besser als *rostfreier Stahl* u. *Vitalium* (Legierung aus Cr, Co u. Mo) ertragen wurde. (Surgery, Gynecol. Obstetr. 71. 598 bis 602. Nov. 1940. Chicago, Ill., Northwestern Univ., Med. School, Dep. of Anatomy and Dep. of Surgery.)

JUNKMANN

Frank A. Lorenzo, *Molybdänstahlschraube zur inneren Fixation von Schenkelhalsfrakturen*. Nach allg. Bemerkungen über die Behandlung von Schenkelhalsfrakturen wird eine Behandlungsmeth. geschildert, die sich der Fixation durch eine liegenbleibende Schraube aus Molybdänstahl („18—8—S—Mo“ = ein kaltgewalzter Stahl mit 18% Cr, 10% Ni u. 2,36% Mo) bedient. Die Schraube erlaubt keine Belastung, sondern soll nur die Verbindung der Knochenenden u. ihre Ruhigstellung sichern. Belastung erst nach Knöcherner Heilung, nicht vor 5—6 Monaten zulässig. (Surgery, Gynecol. Obstetr. 73. 99—104. Juli 1941. Punksutawney, Pa.)

JUNKMANN

H. E. Bywater, *Verträglichkeit von Kupfersulfat beim Schaf*. Eine als parasitäre Gastroenteritis aufgefaßte Erkrankung in einer Schafherde wurde nach einem vergeblichen Behandlungsvers. mit *Phenothiazin* mit *Kupfersulfat*-Lsg. behandelt. Durch einen Berechnungsfehler wurde die beabsichtigte Dosis überschritten u. die Tiere erhielten 2 g in 2%ig. Lösung. Darauf erfolgte prompt der Abgang von massenweise Bandwürmern der Gattung *Monezia*. Der Befund zeigt, daß die Gefahren der üblichen Behandlung mit Kupfer u. Arsen umgangen werden können, wenn Kupfer allein verwendet wird u. daß die Giftigkeit von Kupfersulfat für das Schaf gering ist. Bis zu 4 g werden vertragen. (Veterin. Rec. 54. 380. 19/9. 1942. West Ham.)

JUNKMANN

—, *Calciummandelat und Calciummandelat-Mallinckrodt Chemische Werke*. Nach kurzer krit. Besprechung der einschlägigen Literatur wird die Frage diskutiert, ob Calciummandelat den Ca-Blutspiegel zu beeinflussen in der Lage ist. Es wird entschieden, daß nur eingehende Stoffwechselunters. diese Frage klären können. Die Frage der Mandelsäurekonz. im Harn nach Ca-Mandelat im Vgl. mit anderen Salzen ist nicht geklärt. Das COUNCIL ON PHARMACY AND CHEMISTRY hält es nicht für ausgeschlossen, daß das Ca-Mandelat ebenso wirksam ist wie andere Salze, beanstandet aber den Mangel ausreichender klin. Beweise u. stellt daher den Antrag der MAL-

LINCKRODT CHEMICAL WORKS bis zur Beibringung dieser Unterlagen zurück. (J. Amer. med. Assoc. 115. 1365. 19/10. 1940. JUNKMANN

Takaaki Sasaki und Naoaki Nagao, *Untersuchung über die chemische Morphopathologie. — Versuche mit 4-Dimethylaminoazobenzolarsinsäure-(4')*. Ratten erhielten eine

0,09% 4-Dimethylaminoazobenzolarsinsäure-(4'), $(\text{CH}_3)_2\text{N} \langle \quad \rangle \text{N}:\text{N} \langle \quad \rangle \text{AsO}(\text{OH})_2$, enthaltende Diät. Kontrollen erhielten 4-Dimethylaminoazobenzol allein oder in Kombination mit *p*-Aminophenylarsinsäure. Bei letzteren traten nach etwa 90 Tagen Hepatome u. Cholangiome auf, während die Versuchstiere tumorfrei blieben. Dagegen fanden sich unregelmäßig in den Acini verteilte Lebernekrosen, Hyperplasie der Gallengangsepithelien mit gleichzeitiger Vermehrung der Bindegewebsfasern u. leichte Hypertrophie der Leberzellen. Bes. auffällig war eine erhebliche Erweiterung des Ductus choledochus. 0,018 u. 0,009% Zusatz zum Futter ließen die Veränderungen in den Gallengangsepithelien zurücktreten, dagegen wurde auch damit bei genügend langer Versuchsdauer Choledochuserweiterung ohne Obstruktion erzielt. Auch nach länger fortgesetzter intraperitonealer Injektion traten die Veränderungen auf, während nach 3 Tagen nur Blutungen der Submucosa, Degeneration u. Desquamation, sowie Regeneration der Epithelien u. Exsudation ins Lumen des Choledochus beobachtet wurden. (Proc. Imp. Acad. [Tokyo] 15. Nr. 5. 156—60. 1939. Tokyo, Sasaki-Labor.)

JUNKMANN

Otto Steinbrocker, George C. McEachern, Emanuel P. La Motta und Freeman Brooks, *Erfahrungen mit Cobragift bei Arthralgien und verwandten Zuständen*. 61 Patienten (23 Osteoarthritis, 13 rheumat. Arthritis, 13 Fibrositis- u. 12 Neuralgiefälle), die erfolglos mit verschied. antirheumat. Mitteln behandelt worden waren, wurden einer Behandlung mit Cobragift unterworfen. 36 Fälle, die NaCl-Injektionen erhielten, dienten als Kontrollen. Außerdem wurde bei den behandelten Fällen durch Zwischenschaltung von NaCl-Injektionen ein subjektiver Einfl. der Cobragiftbehandlung ausgeschlossen. Die Injektionen erfolgten, wenn möglich, täglich, wobei mit 5 Mäuseeinheiten in 1 ccm intramuskulär begonnen wurde. Die Fortsetzung geschah mit 10 Mäuseeinheiten in 2 ccm. Bei Besserung wurde die Dosis herabgesetzt oder es wurden die Intervalle verlängert. Besserungen wurden bei 50,01% der behandelten u. bei 19,4% der Kontrollfälle beobachtet. Bes. ausgesprochen waren die Erfolge der Cobragiftbehandlung bei rheumat. Arthritis (11 von 13), etwas geringer bei den Osteoarthritis (17 von 23). Von den 13 Fibrositisfällen gaben nur 2 u. von den 12 Neuralgiefällen 6 leichte Besserungen an. Die Wrkg. bestand in milder bis mäßiger Red. der Beschwerden u. in geringem Maße auch Besserung der Motilität. Die Besserungen traten frühestens nach der 5., oft erst nach der 10. Injektion ein. Nebenwrkgg. (lokale Reizerscheinungen, einmal Nausea) waren geringfügig. Im allg. wird das Cobragift weiterer Prüfung in analogen Fällen für wert erachtet. (J. Amer. med. Assoc. 114. 318—22. 27/1. 1940. New York, Bellevue Hosp., Fourth Med. Div., Arthritis Clinic.)

JUNKMANN

Anders Westerborn, *Einige Erfahrungen über zehnjährige Anwendung von Evipannarkose*. Bericht über die Erfahrungen über 8000 Evipannarkosen. In resistenten Fällen darf nicht durch Erhöhung der Evipanmenge Vollnarkose zu erzwingen versucht werden, sondern muß Mischnarkose, am besten Evipan-Lustgas, angewandt werden. Bei langen Operationen wird die Narkose mit Evipan eingeleitet u. dann unter Lustgaszufuhr wiederholte kleine Mengen Evipan gegeben. Das N₂O schwächt den Einfl. des Evipans auf die Atmungszentren ab. Praemedikation mit Morphium oder Scopedal ist für den Verlauf der Narkose von Bedeutung. Die Spinalanästhesie kann gleichfalls durch eine oberflächliche Evipannarkose ergänzt werden. Die einzige absolute Kontraindikation gegen Evipannarkose ist langer Ikterus. Bei Diabetes ist Evipannarkose eine sehr geeignete Betäubungsform. (Acta chirurg. scand. 91. 67—80. 20/12. 1944. Sahlgrönsches Krankenhaus.)

KLEVER

Peter Adler, *Lokalanästhetica und ihre Anwendung bei Patienten mit endokrinen Störungen*. Novocain u. chem. ident. Präpp. wie Surocain, Merocait oder Minocain unterscheiden sich deutlich in Krystallform u. Größe. Auch hinsichtlich ihrer anästhesierenden Wirksamkeit bestehen Differenzen bei diesen chem. ident. Präpp., nur sind diese Unterschiede schwer exakt meßbar. Auch die beigegebenen vasokonstriktor. Mittel *Adrenalin, Epinephrin, Suprarenin, Sympatol, Ephedrin, Corbasil* oder *Hinterlappenpräpp.* sind von Einfl. auf die Indikationsstellung zur Lokalanästhesie. Im allgemeinen können Patienten mit endokrinen Störungen zahnärztlichen Operationen ohne weiteres unterworfen werden. Kontraindikationen bestehen nur bei Tetanie, ausgesprochenem Hyperthyreoidismus, hypophysärer Kachexie u. beim Status thymi-

colymphaticus. In diesen Fällen ist nach Hospitalisation u. entsprechender Vorbereitung die Operation meist auch noch möglich. (Amer. J. Orthodontics oral Surg. 27. 620—27. Nov. 1941. Szentes, Hungary, Hosp. of the county Csongrád.) JUNKMANN

Inder Singh und Inderjit Singh, *Behandlung des Schwarzwasserfiebers*. Im Blut von 3 Patienten ließen sich kurz vor einem Anfall von Hämoglobinämie hämolyt. Substanzen nachweisen, die sich isolieren lassen, wenn die Blutkörperchen, an die sie bei der Hämolyse gebunden werden, rasch abzentrifugiert werden. Die Hämolyse wird durch *Chinin* 1 : 300, *Pumachin* 1 : 1000 u. *Mepacrin* 1 : 500 verstärkt, durch *Antivenin* antagonist. beeinflußt. Klin. Anwendung von Antivenin (beginnend mit 200 ccm, anschließend 4stündlich 10 ccm) bewährte sich bei 36 Fällen. Bei weiteren 3 Fällen heilte Mepacrin in voller Dosierung zusammen mit Antivenin das Schwarzwasserfieber u. die zugrundeliegende Infektion. (Nature [London] 154. 84. 15/7. 1944. Allahabad, Brigade Labor.) JUNKMANN

F. Wyss-Chodat, *Bemerkungen zur Anwendung des Merfen-Borat-Wundpuders in der Dermatologie*. Der Merfen-Borat-Wundpuder, ein organ. Hg-Präp., konnte mit Erfolg als Antisepticum in der Dermatologie u. der Gynäkologie angewandt werden bei tiefen Hautinfektionen u. gynäkolog. Verbänden, z. B. bei Vaginitis. Abgesehen von einigen Fällen von Überempfindlichkeit gegen Hg, die sich nicht voraussehen lassen, war der Erfolg der Behandlung immer ein guter bei totaler Resorption des Mittels, z. B. bei Furunkulose, Impetigo, Acne, Ekzemen, einfacher chron. Vaginitis u. Vaginitis gonorrhöischen Ursprungs. (Schweiz. med. Wschr. 74. 1327—28. 23/12. 1944. Genf.) GEHRKE

Henry McIlwain, *Theoretische Anschauungen über bakterielle Chemotherapie*. Krit. zusammenfassende Darst. unter eingehender Berücksichtigung der einschlägigen Literatur. (Biol. Rev. Cambridge philos. Soc. 19. 135—49. Okt. 1944. Sheffield, Univ., Med. Res. Council, Dep. of Bacterial Chemistry.) JUNKMANN

John S. Lockwood, *Sulfonamidtherapie als Hilfe für die Chirurgie*. Die theoret. Grundlagen der Sulfonamidbehandlung werden kurz besprochen u. ihre Berücksichtigung wird gefordert. Die Wrkg. der Sulfonamide hängt ab von ihrer Konz. u. von dem Zustand der cellulären Abwehr. Sie wird nachteilig beeinflusst durch die Ggw. von Hemmungsstoffen, wie sie bes. in lokalisierten nekrot. Herden u. Abszessen gegeben ist. (Surgery, Gynecol. Obstetr. 72. 307—11. Febr. 1941. Philadelphia, Pa. Univ., School of Med., Harrison Dep. of Surgical Res.) JUNKMANN

A. J. MacLennan, *Die lokale Applikation von Sulfonamiden*. Gute Erfahrungen mit der lokalen Anwendung von Sulfonamiden bes. bei der Prophylaxe von Infektionen chirurg. oder Gelegenheitswunden. Bei schon infizierten Wunden ist die Wrkg. zwar auch vorhanden, aber bedeutend weniger ausgesprochen. (Veterin. Rec. 54. 473—74. 7/11. 1942. Edinburgh.) JUNKMANN

Jacob Heyman, *Behandlung subakuter bakterieller Endocarditis mit Sulfanilamid*. Bericht über einen wohlbegründeten Fall 18 Monate nach der Heilung. Bericht über einen Fall (Frau von 38 Jahren), der durch lange Zeit fortgesetzte, relativ kleine Gaben von Sulfanilamid geheilt wurde. Nach einer ersten Tagesdosis von 4 g wurden durch 2 Tage je 2,6 g u. anschließend durch 3 Monate 1,3—2,0 g täglich gegeben. Es trat nur sehr langsam Besserung ein. Die Behandlung wurde dann mit Tagesgaben von 1,0—1,3 g fortgesetzt. Nach 7monatlicher Behandlung war die klin. Heilung vollkommen u. die Sulfonamidarreicherung wurde abgesetzt. Nachkontrollen während 18 Monaten nach Behandlungsabschluß ergaben kein Rezidiv. Vf. glaubt in der langen Verabreichung relativ kleiner Gaben den Grund für den Erfolg der Behandlung zu erblicken. Nebenwrkkg. wurden, bis auf gelegentliches Erbrechen u. Appetitlosigkeit, nicht beobachtet. (J. Amer. med. Assoc. 114. 2373—75. 15/6. 1940. Newark, N. J.) JUNKMANN

Kaj Larsen, *Sind Sulfonamide bei akuter Tonsillitis, Peritonsillarabszess, ulceröser Tonsillitis und Mononucleosis infektiösa indiziert?* Die im Titel gestellte Frage wird verneint, da Verss. mit Sulfanilamid u. Sulfathiazol an einer größeren Anzahl von einschlägigen Fällen keine Beeinflussung des Verlaufs u. der Häufigkeit von Komplikationen, sowie der Krankheitsdauer erkennen lassen. Dagegen sind bes. beim Sulfanilamid Nebenwrkkg. keineswegs zu vernachlässigen. (Ugeskr. Laeger 107. 179—86. 1/3. 1945. Blegdamhosp.) JUNKMANN

Bertil Sjögren, *Sulfanilamide und experimentelle Tuberkulose. Einige neue Wege*. Kurze Übersicht über eigene u. fremde Bestrebungen auf dem Gebiet der Chemotherapie der Tuberkulose. Besondere Erwähnung finden die Verss., Sulfanilamid in einer Weise chem. abzuwandeln, daß eine Wirksamkeit gegenüber Tuberkelbacillen erreicht

wird. Da Tuberkelbacillen Vitamin K-artige Stoffe bilden, wurden *2-Methyl-1-sulfanilamidonaphthalin*, F. 248°, u. *2-Methyl-1-oxy-4-sulfanilamidonaphthalin*, F. 209° Zers., untersucht, die schwerlös. in W. u. leicht in organ. Lösungsmitteln lös. waren. Sie waren wirksam gegen Pneumokokken Type I u. III, Coli u. auch gegen Tuberkelbacillen, in vivo wegen der schlechten Löslichkeit u. Resorbierbarkeit bisher jedoch nicht mit Erfolg prüfbar. Wegen der Affinität gewisser Triphenylmethanfarbstoffe zum Tuberkelbacillus wurden folgende Derivv. untersucht: *N¹-Methyl-4-sulfanilamidotriphenylmethan*, F. 199—201°, *4-Sulfanilamidotriphenylmethan*, F. 155—156°, *4-Sulfanilamidotetraphenylmethan*, F. 264—265°, *N¹-Methyl-4-sulfanilamidotetraphenylmethan*, *4,4'-Tetramethyl-diamino-4''-sulfanilamidotriphenylmethan*, F. 261—263°, u. *N⁴-Triphenylmethyl-2-sulfanilamidopyridin*, F. 246—248°. Auch hier wirkte sich die schlechte Löslichkeit der Verbb. ungünstig auf die Unters. der Wirksamkeit aus. Die Antisulfanilamid-wrkg. der *p-Aminobenzoessäure* beim Tuberkelbacillus wird erörtert. (Svedberg-Festschr. 1944. 547—57. Södertälje, Schweden, Aktiebolaget Astra, Central Labor. Sep.)

JUNKMANN

Saul Solomon, *Chronische Friedländerinfektionen der Lungen. Mitteilung von 17 Fällen und Beobachtungen über die Therapie mit Sulfapyridin und Sulfanilamid*. Die akute FRIEDLÄNDER-Pneumonie, deren Mortalität sehr hoch ist, geht nach einigen Wochen in eine chron. Form über. Auch hier beträgt die Mortalität noch 23,5%. Vf. hat 17 derartige Fälle beobachtet. Die chron. Erkrankung dauerte Monate bis Jahre. Der Erreger wurde in jedem Falle in Sputum, Pleura- oder Lungenfl. oder im Blut nachgewiesen. Bakteriämie wurde bei 31% der chron. u. bei 70% der akuten Fälle beobachtet. Der Verlauf ist wechselhaft. Fieberhafte u. fieberfreie Perioden kommen vor. Das anfänglich schleimig-blutige Sputum wird später schleimig-eitrig. Die Erreger sind im direkten Ausstrich färb. leicht nachweisbar. Durch Verimpfung auf Mäuse werden Reinkulturen erhalten. Die Typendiagnose von 9 Fällen ergab 7 Type A u. je einen Typ B u. C. In den späteren Stadien der Erkrankung finden sich Mischinfektionen. Als Komplikationen wurden Lungenabszesse, Bronchiektasien, Lungenfibrose, Pleuraexsudate u. Empyeme beobachtet. Am häufigsten waren Lungenabszß (60%) u. Empyem (23,5%). Verwechslungen der Spätstadien der Erkrankung mit Tuberkulose sind möglich, bes. durch die Röntgenbilder. 4 mit *Sulfapyridin* u. 1 mit *Sulfanilamid* behandelter Fall lassen diese Behandlung weiterer Prüfung wert erscheinen. (J. Amer. med. Assoc. 115. 1527—36. 2/11. 1940. New York.)

JUNKMANN

J. M. Johnston, *Ulceroglanduläre und Lungen-Tularämie, behandelt mit Sulfanilamid*. Bericht über einen Fall von Tularämie. Die Ansteckung war durch den Biß eines Hühnerhabichts erfolgt, der an einem toten Kaninchen gefressen hatte. 3stündliche durch 8 Tage gereichte Gaben von 1 g Sulfanilamid bewirkten Heilung der lokalen u. allg. Erscheinungen. Vf. läßt jedoch die Frage offen, ob Sulfanilamid tatsächlich für den Verlauf der Erkrankung entscheidend gewesen ist. (J. Amer. med. Assoc. 115. 1360. 19/10. 1940. Pittsburgh.)

JUNKMANN

John A. Foley und Elton R. Yasuna, *Sulfanilamid bei der Behandlung von Erysipel*. Nach einleitenden Bemerkungen über die Klinik des Erysipels u. seine bisherige Behandlung insbes. mit Serum u. mit Sulfanilamid wird über 80 eigene mit Sulfanilamid behandelte Fälle im Vgl. mit 70 unbehandelten Kontrollen berichtet. Die sonstige Behandlung war in Versuchsgruppe u. Kontrollgruppe gleich u. bestand in reichlicher Flüssigkeitszufuhr, Katharsis, kalten Magnesiumsulfatumschlägen u. symptomat. Maßnahmen. Die Sulfanilamidbehandlung begann mit einer Tagesgabe von 7—8 g. Sie wurde mit Tagesgaben von 5—6 g fortgesetzt u. dauerte durchschnittlich 4,5 Tage, maximal 8 Tage. Die Dauer des Fiebers war bei den Behandelten durchschnittlich 2,94, bei den Unbehandelten 4,74 Tage. Der Hospitalaufenthalt war 10,0 bzw. 12,9 Tage, die Zahl der Komplikationen 9 bzw. 22,5%, die Mortalität 2,5 bzw. 10,0%. Nebenwrkgg. waren zwar häufig, jedoch immer geringgradig (Cyanose, Nausea, Appetitlosigkeit, Krankheitsgefühl oder mäßige Anämie). (J. Amer. med. Assoc. 115. 1330—33. 19/10. 1940. Boston City, Univ., School of Med., Fourth Med. Service, Hosp.) JUNKMANN

Russell V. Lee, *Reaktionen nach Massen Anwendung von Sulfadiazin*. 25 000 Versuchspersonen wurde durch 5 Tage täglich eine Dosis von 2 g Sulfadiazin nach dem Frühstück gegeben. Dabei traten 0,51% Nebenwrkgg. auf. Unter den insgesamt 128 Fällen waren folgende Gruppen zu unterscheiden: 15 mit milden generalisierten erythematösen oder follikulären Exanthenen, meist verbunden mit leichten Konjunktivitiden; 100 leichte Allgemeinrkk., wie Krankheitsgefühl, Nausea, Durchfall, Erbrechen, Mattigkeit von höchstens 24 Stdn. Dauer; 4 schwere Hautrkk., 2 davon exfoliative Dermatitis, 2 mit Ödemen, die jedoch leicht auf Epinephrin ansprachen;

6 schwere Allgemeinrkk. mit mehr oder weniger hohen Temperatursteigerungen, Schüttelfrösten, Hautrkk. u. meist Konjunktividen u. 3 ernste Zwischenfälle, ebenfalls mit Temperatursteigerungen u. Bewußtseinsstörungen bis zu Delirien, Ödemen u. Atemstörungen infolge Schleimhautschwellungen. (J. Amer. med. Assoc. 126. 630—31. 4/11. 1944. Army of U. S., Med. Corps.) JUNKMANN

J. M. Alston und J. C. Broom, *Die Wirkung von Penicillin auf Leptospira und Leptospiainfektionen beim Meerschweinchen*. In Konz. über 0,4 Oxfordeinheiten in 3,5 cem FLETCHER-Bouillon wirkt Penicillin auf Leptospira icterohämorrhagiae deutlich wachstumshemmend, wenn nicht abtötend. Es tritt auch bei Beobachtung über 14 Tage in den Kulturen kein Wachstum auf. Versuchstemp. 32°. In Abtötungsverss. zeigte sich, daß Konz. unter 15 Einheiten in 10 cem ohne Einfl. waren. Höhere bewirkten innerhalb 12 Tagen eine erhebliche Red. der lebenden Leptospiren, ohne jedoch alle abzutöten. Intraperitoneal mit Leptospira icterohämorrhagiae infizierte Meerschweinchen starben, wenn sie sofort nach der Infektion u. 48 Stdn. später mit je 60 Einheiten Penicillin-Ca behandelt wurden. Behandlung nach dem Einsetzen der Symptome am 6. bis 7. Tag war ebenfalls erfolglos. Behandlungsbeginn 2 Tage vor dem Auftreten der Krankheitserscheinungen gab keine klaren Resultate. Bei einem weiteren Vers., bei dem 15 Meerschweinchen 18 Stdn. nach der Infektion mit 2mal 200 u. 1mal 400 Einheiten von Penicillin-Na in Öl suspendiert zum Teil subcutan, zum Teil intraperitoneal behandelt wurden, ergab sich eine gewisse Beschränkung der Todesrate, wenn die Behandlung an den 2 folgenden Tagen mit 2mal 400 Einheiten täglich fortgesetzt wurde. Das Auftreten von Antikörpern (Agglutination) wurde durch die Behandlung nicht verhindert. Das verwendete Penicillin war gut verträglich. Die Meerschweinchen zeigten nach 15 Tagen täglich 800 Einheiten u. nach weiterer Behandlung mit täglich 2mal 1100 Einheiten durch 3½ Tage keine Erscheinungen. (Brit. med. J. 1944. II. 718—19. 2/12. London, Archway Hosp., und Wellcome Res. Inst.) JUNKMANN

Louis Despain Smith und Thelma Hay, *Die Wirkung von Penicillin auf das Wachstum und die Morphologie von Staphylococcus aureus*. In Grenzkonz. von Penicillin in DIFCO-Herzbouillon wuchsen 4 verschied. Stämme eine gewisse Zeit, deren Länge von der Höhe der Penicillinkonz. u. von der Größe der Einsaat abhängig war. Anschließend erfolgte Klärung durch Lysis u. Absterben der Mehrzahl der Keime. Die nach mehrtägigem Aufenthalt überlebenden Keime erwiesen sich gegenüber Penicillin resistent als die Ausgangskultur. Die Zellen der in solchen Grenzkonz. von Penicillin gewachsenen Kokken zeigten Vergrößerung, hervorgerufen durch unvollkommene Teilungen. Im Stadium der Lysis fanden sich granuläre Massen als Resultat der Auflsg. der Zellen. Die Veränderungen sind augenscheinlich mit dem Wachstum des Staphylococcus aureus verknüpft, denn in vielfach höheren Penicillinkonz. kamen derartige Erscheinungen nicht zur Beobachtung. (J. Franklin Inst. 233. 598—602. Juni 1942.) JUNKMANN

Henry Mellwain und Frank Hawking, *Chemotherapie durch Blockierung von Bakteriennährstoffen. Antistreptokokkenwirkung des Pantothyltaurins*. Pantothylaurin zeigt eine wachstumshemmende Wrkg. gegen Bakterien, die zum Wachstum Pantothensäure benötigen. Das Fehlen dieser Säure im Nährboden hemmt ihre Entw., bes. bei *Streptococcus hämolyticus*. Wird in Nährböden diese Säure zur Hälfte durch Pantothylaurin ersetzt, so bleibt das Bakterienwachstum aus, bei niederen Konz. wird es gehemmt. Das Pantothylaurin wird von Ratten rasch ausgeschieden. Doch gelingt es durch häufige subcutane Injektionen, eine wirksame Konz. im Blut zu erhalten, so daß die Tiere gegen eine mäßige Streptokokkeninfektion geschützt sind. Bei Mäusen, bei denen der Pantothentatg. des Blutes höher liegt als bei Ratten, gelingt der Schutz nicht. Auch sulfonamidresistente Streptokokkenstämme u. einige Stämme von *C. diptheriae* waren gegen Pantothylaurin empfindlich. Da der Pantothentatg. des Menschenblutes geringer ist als bei der des Rattenblutes, eröffnen sich hier neue therapeut. Möglichkeiten. (Lancet 244. 449—51. 10/4. 1943. Sheffield, Univ., Dep. of Bacterial Chemistry, National Inst. f. Medical Res.) GEHRKE

J. Carmichael und F. R. Bell, *Die Anwendung einer neuen Phenanthridinum-Verbindung 1553 zur Behandlung der Infektion mit Trypanosoma congolense bei Rindern*. Die Verb. 1553 ist das 2,7-Diamino-9-phenyl-10-methylphenanthridiniumbromid, eine purpurfarbene kryst. Verb., lösl. in W. bei Zimmertemp. zu 1%, in heißem W. zu 4% zu einer portweinfarbenen Lösung. Zur Verwendung gelangte eine 2% ig., sterile Lsg., die Rindern mit *Tryp. congolense*-Infektion subcutan in einer Dosis von 2 mg/kg Körpergewicht gegeben wurde. Auch intramuskuläre u. intravenöse Darreichung ist möglich. Die Verb. hat eine hohe, trypanocide Wrkg. u. zeigte einen guten Heilerfolg. Unter

39 behandelten Fällen traten nur 4 Rückfälle ein. (Veterin. Rec. 56. 495—96. 16/12. 1944. Ensebbe, Uganda, Veterinary Res. Labor.) GEHRLE

**F. Švec, A. Hasik und S. Gallas, Die Wirkung von Digitalissubstanzen auf die Dünn-
darmperistaltik.** Verss. am Meerschweinchendarm in situ mit der Meth. von STRAUB.
Injektion von Digitalisstoffen (*Digitoxin, Strophanthin*) führt zu einer Erhöhung der
Füllung bei gleichem Füllungsdruck (diastol. Wrkg.), zu Vergrößerung der Amplitude
der Kontraktionen (systol. Wrkg.) u. zu einer Vermehrung ihrer Zahl. Enteral gegeben
sind die Digitalisstoffe unwirksam. Außerdem bewirkten die Digitalisstoffe eine er-
hebliche Sensibilisierung für die Wrkg. intraarteriell mit besonderer Technik injizier-
ten *Acetylcholins*. Die Möglichkeit, daß diese Sensibilisierung von Bedeutung für den
Wirkungsmechanismus der Digitalisstoffe ist, wird erörtert. Nach den Verss. ist es
fehlerhaft, die Digitalisstoffe als reine Herzmittel aufzufassen. (Schweiz. med.
Wschr. 74. 1320—23. 23/12. 1944. Bratislava, Slowakei, Univ., Inst. für Pharmakol.
u. Pharmakognosie.) JUNKMANN

**F. W. Hartman, Victor Schelling, Brock Brush und Kenneth W. Warren, Der
relative Wert von Pektinlösung bei Schock.** Bewertung u. Fortschrittsbericht der
schon früher vorgeschlagenen intravenösen Verwendung von koll. Pektinlsgg. (Viscosität
von 2—4 bei 38°, osmot. Druck von 45—70 mm Hg je nach dem Prozentsatz
an Pektin 0,75—1,5; Mol.-Gew. von 60000—75000) bei Schock. (J. Amer. med.
Assoc. 121. 1337—42. 24/4. 1943. Detroit.) BEHRLE

R. Coulonjou, Diabetes insipidus nach Schocktherapie mit Cardiazol. Eine 18jährige
Schizophrene erhielt von einer 10% ig. Cardiazollsg. 4 ccm bei den ersten 2 Injektionen
u. 5 bei den folgenden 9 Injektionen; 2—3 Injektionen je Woche wurden verabreicht
u. eine günstige Beeinflussung der Schizophrenie erzielt. 4 $\frac{1}{2}$ Monate später traten
Amenorrhoe u. Zeichen eines Diabetes insipidus auf. Die Röntgenaufnahme der Sella
turcica war normal. Mit Hinterlappenextrakt besserte sich der Zustand. 2 Monate
später trat die Menstruation auf. Es handelt sich offenbar um eine durch die Krämpfe
hervorgeufene traumatische Veränderung im Zwischenhirn. Da eine der Schwestern
der Patientin endocrine Störungen zeigte, wird empfohlen, bei einer Schocktherapie
auf hereditäre Dispositionen endocriner Art zu achten. (Bull. Acad. Méd. 127. 425—27.
6/13. 7. 1943.) LANGECKER

**Harald Boas, H. Lausten Hansen und H. Bernsen, Neue Mittel zur Scabiesbehand-
lung.** Im allg. gute Erfahrungen bei Behandlungsverss. mit *Tetraäthylthiurammono-*
-disulfid, sowie mit *Pentachlordiphenyläthan*. (Ugeskr. Læger 107. 210—12. 8/3. 1945.
Frederiksberg Hosp., Apotek og Afd. C.) JUNKMANN

**Philip J. Howard und Charles A. Tompkins, Pektinagar gegen Diarrhöe bei Kindern
und Neugeborenen.** Eine rationelle, einfache und wirksame Behandlung. Bei 23 Neu-
geborenen u. bei einer Reihe älterer Kinder bewährte sich die Verwendung von Pektin-
agar gegen Durchfälle ausgezeichnet. Mit dem als Pulver vorliegenden Präp. lassen
sich leicht verschied. sehr geeignete Zubereitungen durch Kochen mit Milch oder W.
herstellen. Durch Zugabe von Kohlenhydraten u. anderen Nahrungsmitteln lassen
sich kalorienreiche Diätformen zusammenstellen. (J. Amer. med. Assoc. 114. 2355—58.
15/6. 1940. Detroit, Henry Ford Hosp., und Omaha.) JUNKMANN

W. B. Davidson, Nitratvergiftung beim Vieh. Bericht über Nitratvergiftungen
von Rindern durch faules Futter, bes. Heu u. Hafer, in dem bis zu 4,2% KNO₃ nach-
gewiesen werden konnte. 25 g KNO₃ sind für 112 lbs. Körpergewicht toxisch. Die
charakterist. Erscheinungen der Nitratvergiftung werden beschrieben. (Veterin. Rec.
54. 185. 9/5. 1942.) JUNKMANN

**William L. Lidbeck, Irvin B. Hill und Joseph A. Beeman, Akute Natriumfluorid-
vergiftung.** Im Oregon State Hospital zu Salem, Ore., hatten 263 Patienten irrig bei
einer Mahlzeit in gekochten Eiern NaF beigemischt erhalten; 47 starben. (J. Amer.
med. Assoc. 121. 826—27. 13/3. 1943, Salem und Portland, Ore.) BEHRLE

R. F. Bridgman, Ein Vergiftungsfall mit Bariumcarbonat. Infolge Mangel an
Kontrastmitteln wurde in einer Apotheke Bariumcarbonat abgegeben, das bei einer
23jährigen Frau nach der Einnahme von 13 g zu einer schweren Vergiftung führte.
Auffallend war die fortschreitende Lähmung der quergestreiften Muskulatur, begleitet
von Erbrechen, Diarrhoen u. Anurie. Bes. wertvoll erwies sich eine Strychninbehand-
lung (in 18 Stdn. 24 mg). In 54 Stdn. waren die Erscheinungen behoben. (Bull. Acad.
Méd. 127. 360—62. 22/29. 6. 1943.) LANGECKER

D. D. Ogilvie, Verdacht auf Kupfervergiftung bei Schweinen. Schweine erkrankten
unter den Erscheinungen von Fieber, Appetitlosigkeit, Durchfall oder Verstopfung
u. Hemiplegieeinigung. Geschlachtete kranke Tiere wiesen nur subakute Gastroenteritis
mit Blutungen der Darmschleimhaut auf. Die Begleitumstände ließen darauf schließen,

daß es sich um Kupfervergiftung infolge Benutzung eines mit Grünspan bedeckten Kupfergefäßes zur Zubereitung des Futters handele. (Veterin. Rec. 54. 301. 25/7. 1942. Kingston on Thames.)

JUNKMANN

Ira D. Cardiff, *Wie giftig ist Bleiarsenat?* Bleiarsenat in Tagesdosen von 1 grain an eine Versuchsperson verabfolgt erwies sich nicht als tox. u. zeigte keine Beeinflussung des Blutbildes. Bei Darreichung bis zu 100 grains an eine Kuh zeigte sich ebenfalls keine tox. Wrkg., u. in der Milch konnte As nur spurenweise wiedergefunden werden. Ebenso zeigte sich $PbHAsO_4$ als vollkommen ungiftig gegenüber Algen, Bakterien, Schimmelpilzen u. Hefe. Auf Zwiebeln übt die Substanz bis zu Mengen von 112 grain/cub.-foot im Boden sogar einen stimulierenden Einfl. aus. Größere Konz. führen zu Wachstumshemmung; manche Pflanzen vermögen anscheinend As_2O_3 aus Bleiarsenatssgg. im Boden zu assimilieren. (J. ind. Hyg. Toxicol. 22. 333—46. Dez. 1940. Yakima, Wash.)

HENTSCHEL

Harry D. Baernstein, J. A. Grand und P. A. Neal, *Der Einfluß von Proteinzufuhr auf die Bleivergiftung.* (Vgl. C. 1943. II. 544). Bleichlorid setzt den Fettverbrauch weißer Ratten u. ihre Wachstumsgeschwindigkeit herab. Eiweißzufuhr hemmt die Wirkung. Phosphat hemmt die Bleiwrkg. ebenfalls etwas. Bei allen Versuchstieren, welche länger als 12 Tage Bleichlorid (1,5 g pro 100 g Futter) erhielten, nehmen Hämoglobingeh. u. Erythrocytenzahl ab. Der O_2 -Verbrauch der Leber war bei den Bleitieren leicht erhöht. Die Erhöhung trat nicht ein bei einem Caseingeh. des Futters von 20% u. bei Zusatz von Methionin. (J. biol. Chemistry 140. Proc. 8. Juli 1941. Bethesda, Maryland, National Institute of Health, Div. of Industrial Hygiene.)

ZTFP

Seymour S. Kety und T. V. Letonoff, *Die Behandlung der Bleivergiftung mit Natriumcitrat.* Es werden 15 Fälle akuter Pb-Vergiftung mit Kolik beschrieben, bei denen perorale u. intravenöse Verabreichung von Na-Citrat zu weitgehender Besserung bzw. Heilung führte. Nebenwrkkg. wurden nicht beobachtet. Die perorale Behandlung kann längere Zeit hindurch fortgesetzt werden. (Amer. J. med. Sci. 205. 406—14. März 1943. Philadelphia, Pa., General Hosp., Neurological and Surgical Services, Div. of Biochemistry.)

GEHRKE

Harold W. Ruf, *Untersuchungen über Bleischädigungen bei bestimmten Arbeitsgängen in Druckereibetrieben.* I. Mitt. *Wirkliche Bleigefährdung auf Grund der Messungen des Bleigehaltes in der Luft von Druckereien.* II. Mitt. **Elston L. Belknap**, *Wirkliche Bleiaufnahme auf Grund des physischen Befundes und der Untersuchungen an Blut und Harn.* Aus einer großen Anzahl von Analysen des Pb-Geh. in je 10 cbm Luft (Dithizon-Meth.) in möglichster Nähe des Arbeitsplatzes ergibt sich, daß die Pb-Gefährdung bei den verschied. Gieß- u. Setzmaschinen (Linotype, Monotype, Ludlow) im allg. recht gering ist (<1 mg). Größere Konz. werden nur bei der Reinigung der Sammelgefäße von metall. Rückständen, sowie beim Umschmelzen angetroffen, in letzterem Fall steigt der Pb-Geh. der Luft mit dem Ausmaß der Bewegung der Metallschmelze; die ruhende Schmelze überzieht sich mit einer die Verdampfung hindernden Oxydschicht. Trotzdem sind an den Arbeitsplätzen die üblichen hygien. Maßnahmen zu befolgen. Im 2. Teil wird über die klin. Befunde an 40 Arbeitern aus 14 verschied. Betrieben, unter denen 70% über 5 Jahre an der gleichen Stelle tätig waren, berichtet. Die Unterss. erstreckten sich neben der Best. des Pb im Harn auf Beobachtung des Bleisaumes sowie von Magen- u. Darmbeschwerden, Störungen der Nerven- u. Muskel-tätigkeit, Hämoglobingeh. u. Eiweißgeh. im Harn. Obwohl alle Arbeiter sich in guter körperlicher Verfassung befanden u. weder Bleisaum noch Tüpfelzellen im Blut beobachtet wurden, zeigte der Harn im Durchschnitt einen verhältnismäßig hohen Pb-Gehalt. Trotz der damit nachgewiesenen erheblichen Aufnahme von feinverteiltem Pb aus der Luft scheint dieses Metall nicht so tox. zu sein, wie allg. angenommen wird. Im Vgl. mit Akkumulatorenfabriken kann die Pb-Gefährdung im Druckereigewerbe als minimal angesehen werden. (J. ind. Hyg. Toxicol. 22. 445—71. Dez. 1940. Madison u. Milwaukee, Wisc.)

HENTSCHEL

Robert A. Kehoe, *Bemerkung zu den „Untersuchungen über Bleischädigungen bei bestimmten Arbeitsgängen in Druckereibetrieben“.* VI. weist auf die Unstimmigkeiten hin, die bei den Unterss. von RUF u. BELKNAP (vgl. vorst. Ref.) an Arbeitern in Druckereibetrieben bzgl. der Bleischädigungen bestehen. Während der klin. Befund u. das Blutbild keinen Hinweis auf beginnende Bleivergiftung gibt, zeigt der Pb-Geh. im Harn einen ziemlich hohen Wert. Zur Erklärung wird auf die unzureichende Probenahme des Harns im Betrieb hingewiesen. (J. ind. Hyg. Toxicol. 23. 159—60. April 1941. Cincinnati, Univ.)

HENTSCHEL

F. Pharmazie. Desinfektion.

Aage Hansen und Kaj Nielsen, *Tabletten mit einem Gehalt an Theobromin und Jodid*. Die eingehenden Unterss, deren Ergebnisse in Tabellen niedergelegt sind, führten zu folgenden Herstellungsvorschriften. *Tabl. joditheobromini barbituricae* (Theobrominum 500 g, Phenämalnatrium 16,4 g, Amylum Solani 97,6) I, (Gelatina alba 6 g Aqua dest. 150 g) II, (Kalii jodatum 50 g, H₂O 50 g, C₂H₅OH 100 g) III, (Talcum 60 g, Amyl. Sol. 20 g) IV, *Tabl. joditheobromini* (Theobrominum 500 g, Amyl. Sol. 120 g) I, Gelatina alba 6 g, H₂O 150 g, n/1-NaOH 15 ccm), II, III u. IV dieselbe Mengen. Die, unter I genannten Stoffe werden mit II befeuchtet. Das getrocknete Granulat wird mit III behandelt in der Weise, das zuerst KJ in W. gelöst wird. Nach Verdunstung des A. bei gewöhnlicher Temp. auf einer nicht absorbierenden Unterlage u. an einem dunklen Platze wird die Trocknung über Kalk abgeschlossen, worauf das Glättungsmittel IV zugesetzt wird. (Arch. Pharmac. og Chem. 52. (102.) 37—65. 3/2. 1945. Labor. d. pharmaz. Visitatoren u. Grøndals Apoth.) E. MAYER

H. Lindholm, *Über die Herstellung und Haltbarkeit von einigen pharmazeutischen Präparaten mit Vitamin D₂ und D₃*. Vf. zeigt durch eigene u. fremde Unterss., daß Calciferolum solum (auch in Ampullen), Guttæ calciferoli, Guttæ D Vitamini conc., Oleum calciferoli pro emulsione u. Tablettae calciferoli (I) haltbar sind, wenn die vorgeschriebenen Herstellungs- u. Aufbewahrungsvorschriften eingehalten werden. Vf. konnte auch die Vorschrift von SANDELL (vgl. Farmac. Rev. 1943. 193 u. 1944. 23) zur Herst. von haltbaren I bestätigen. (Arch. Pharmac. og Chem. 51. [101.] 715—22. 9/12. 1944. Kontroll-Labor. d. Apothekervereinigung Dänemarks.) E. MAYER

Teodor Canbäck, *Studien über Thiouracile*. I. Mitt. *Quantitative acidimetrische Bestimmung von 2-Thiouracil und 4-Methyl-2-thiouracil*. Vf. hat die Meth. von BOIE für Theobromin auf die Best. von 2-Thiouracil (I) u. 4-Methyl-2-thiouracil (II) mit gutem Erfolge übertragen u. empfiehlt auf Grund potentiometr. Titrationsen folgende acidimetr. Best.: Zu einer Lsg. von 0,05 g Substanz in 100 ccm W. werden 20 ccm n/10-AgNO₃ u. 10 Tropfen Bromthymolblau (0,05 g + 0,8 ccm n/10-NaOH in 100 ccm W.) zugeben u. mit n/10-NaOH bis zur deutlichen Blaufärbung titrieren. 1 ccm n/10-NaOH entspricht 0,006408 g I oder 0,00729 II. (Svensk farmac. Tidskr. 49. 51—55. 10/2. 1945. Stockholm, Staatl. pharmazeut. Labor.) E. MAYER

Peter Klee, Frankfurt a. M., *Hautsalbe*. Als Salbengrundlage wird ein Gemisch aus Lanettewachs SH, wasserfreiem Lanolin, Hirschtalg u. wss. Hamamelisextrakt verwendet. Der wirksame Bestandteil ist Polyoxymethylen mit einer Korngröße von 1/50 bis 1/1000 mm. Außerdem kann noch Zinkstearat, Glycerin, Titanoxyd, Menthol u. etwas äther. Öl zugesetzt werden. Die Salbe ist bes. geeignet für Amputierte u. Prothesenträger. (Portug. P. 22 984 vom 10/7. 1944, Auszug veröff. 30/9. 1944.)

KALIX

△ **Parke, Davis & Co.**, übert. von: **Russell Hopkinson und Alexander V. Tolstouhov**, *Mittel gegen Spirochäten*. Man mischt in trockenem Zustande 3-Amino-4-oxyphe-nylarsinoxyd-HCl u. (3-Amino-4-oxyphe-nyl)-dichlorarsin mit der 2—5fachen Menge einer Puffersubstanz wie Na-Succinat, Na-Malonat oder Na-Citrat. Beim Auflösen des Gemisches in W. erhält man dann eine Lsg. mit dem p_H-Werte 5,4, die der Fl. im menschlichen Körper isoton. ist. Man mischt z. B. 0,04 g der As-Verbb. mit 0,15 g Puffersubstanz u. löst in 10 ccm Wasser. (A. P. 2 349 729, ausg. 23/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1509.)

KALIX

△ **Winthrop Chemical Co., Inc.**, übert. von: **Wm. Hiemenz und Paul Setz**, *Herstellung von Sulfathiazolen*. Die neuen Verbb. haben die allg. Formel S·CH: CX·N: CNHR. Hierin ist R eine p-Aminophenylsulfonylgruppe oder das Säureradikal einer niederen p-Acylaminophenylsulfonylfettsäure oder ein p-Alkylaminophenylsulfonylradikal mit einer niederen Alkylgruppe. X bedeutet ein H-Atom oder eine niedere Alkyl- oder Phenylgruppe. Die Verbb. werden hergestellt durch Rk. von Verbb. vom Typus S·CH: CX·N: CNH₂ mit Chloriden von niederen p-Aminobenzolsulfonylfettsäuren in einem wasserfreien säurebindenden Medium, vorzugsweise einer tert. organ. Base wie Pyridin oder Chinolin. Die Reaktionsprodd. können verwendet werden so, wie sie anfallen, man kann aber auch die Säuregruppe verseifen, um zu Sulfanilamidothiazolen zu gelangen. Auf diese Weise wurden folgende neuen Verbb. hergestellt: 2-Sulfanilamidothiazol, F. 195—196° (aus p-Aminobenzolsulfonylchlorid u. 2-Aminothiazol); 2-Sulfanilamido-4-methylthiazol, F. 240—241°; 2-Sulfanilamido-4-phenylthiazol, F. 192 bis 193°. Die so erhaltenen Verbb. sind ausgezeichnete Antigene bei Pneumokokken-

infektionen. (A. P. 2 366 189, ausg. 2/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1737.)

KALIX

△ **Burroughs, Wellecome & Co., Inc.**, übert. von: **Carl J. Klemme** und **Richard Baltzly**, Neues pharmazeutisches Präparat. 1-Methyl-4-piperidinol wird mit Mandelsäure in 10%ig. HCl verestert u. die nicht umgesetzte Mandelsäure mit Ac. extrahiert. Dann wird die Lsg. alkal. gemacht, der Ester mit Ac. extrahiert u. mit wasserfreier HCl wieder ausgefällt. Er ist pharmazeut. verwendbar, da er mydriat. eigg. besitzt. (A. P. 2 370 114, ausg. 20/2. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3883.)

KALIX

○ **Jean Lucien Regnier**, Paris, Frankreich, Alkaloidsalze. Man läßt auf einen p-Aminobenzoessäureester eines Alkamins ein acylierendes Mittel einwirken, u. zwar eine Aralkylmonocarbonsäure, deren aliph. Teil einschließlich der Carbonsäuregruppe 3—6 C-Atome enthalten soll, u. setzt das acylierte Alkamin mit einer Säure um. Ein Salz aus β -Phenylpropionsäure u. Diäthylaminoäthanol-p-aminobenzoat ist eine wasserlösl., anästhesierend wirkende Verbindung. (A. P. 2 312 440 vom 27/3. 1936, ausg. 2/3. 1943. F. Prior. 2/4. 1935. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.)

ROICK

F. Hoffmann-La Roche & Co. A.G., Basel (Erfinder: **T. Reichstein**), Herstellung eines reinen Herzglykosids aus *Adonis vernalis* L. Die bei der Vorreinigung anfallende neutrale konz. wss. Lsg. wird mit einer Mischung von Chlf. u. A. extrahiert, der Extrakt nach einer Wäsche mit verd. Alkalilsg. getrocknet, dann im Vakuum eingedunstet u. zur Krystallisation gebracht. Das reine Prod. kryst. in farblosen Krystallen, F. 263—265°, spezif. Drehung $[\alpha]_D^{16} = -27^\circ$, Acetat, F. 148°. (Schwed. P. 111 122 vom 19/2. 1943, ausg. 11/7. 1944. Schwz. Prior. 25/6. 1942.)

J. SCHMIDT

○ **Ogilvie Flour Mills Co. Ltd.**, Montreal, übert. von: **William Douglas McFarlane**, Ste. Anne de Bellevue, Quebec, Canada, Gewinnung von Tocopherol (Vitamin E) und wertvollen Nebenprodukten aus pflanzlichen Ölen. Diese werden in einem organ. Lösungsm. gelöst u. mit kalter konz. H_2SO_4 behandelt. Danach wird die Phase des organ. Lösungsm. abgetrennt u. das Lösungsm. abgedampft. Es bleibt ein Öl zurück, das reich an Tocopherol ist. (A. P. 2 321 928 vom 8/5. 1941, ausg. 15/6. 1943. Can. Prior. 7/1. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ **Roche-Organon, Inc.**, Nutley, N. J., übert. von: **Tadeus Reichstein**, Basel, Schweiz, Herstellung von Derivaten der Cyclopentanopolyhydrophenanthrenreihe, die am 17 C-Atom eine Seitenkette der Form $-CHR_1 \cdot CH_2R_2$, worin R_1 u. R_2 einen Rest bedeuten, der in eine OH-Gruppe überführbar ist, u. am C_3 -Atom eine OH-Gruppe besitzen, die in eine Ketogruppe übergeführt wird. (A. P. 2 312 482 vom 9/1. 1939, ausg. 2/3. 1943. Holl. Prior. 13/1. 1938. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ **Roche-Organon, Inc.**, Nutley, N. J., übert. von: **Tadeus Reichstein**, Basel, Schweiz, Herstellung von Verbindungen der Cyclopentanodimethylhydrophenanthrenreihe, die am 17 C-Atom eine Seitenkette $-CO-CH_2R$, worin R ein Halogen-, OH-, Alkoxy-, Aralkoxy- u. Acyloxyrest ist, u. am 3 C-Atom eine OH-, Acyloxy- oder Ketogruppe besitzen. (A. P. 2 312 483 vom 7/2. 1941, ausg. 2/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ **Schering Corp.**, Bloomfield, N. J., übert. von: **Willy Logemann**, Berlin-Charlottenburg, Herstellung von Verbindungen der Cyclopentanopolyhydrophenanthrenreihe bes. von Ätiocholyglyoxal, darin bestehend, daß eine Steroidverb., die an dem 17 C-Atom eine Seitenkette mit einer reaktionsfähigen Methylengruppe enthält, mit einer Verb. umgesetzt wird, die eine Carbonylgruppe besitzt, welche mit einer reaktionsfähigen Methylengruppe zu reagieren vermag. Das erhaltene Kondensationsprod. wird danach oxydiert. (A. P. 2 321 690 vom 21/6. 1938, ausg. 15/6. 1943. D. Prior. 7/7. 1937. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)

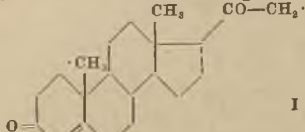
M. F. MÜLLER

○ **Schering Corp.**, Bloomfield, N. J., übert. von: **Willy Logemann**, Berlin, Herstellung von mehrwertigen Alkoholen der Cyclopentanopolyhydrophenanthrenreihe aus einer Verb. der Ätiocholanreihe, die eine ungesätt. Seitenkette! am 17 C-Atom besitzt, durch Behandlung mit einem Mittel, das befähigt ist, ein O-Atom an die Doppelbindung anzulagern. Das Umsetzungsprod. wird einer Hydrolyse unterworfen. (A. P. 2 312 344 vom 10/7. 1937, ausg. 2/3. 1943. D. Prior. 14/7. 1936. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ **Roche-Organon, Inc.**, Nutley, N. J., übert. von: **Tadeus Reichstein**, Zürich, Schweiz, Herstellung von substituierten Derivaten von gesättigten oder ungesättigten Pregnandionen (z. B. Pregnen-4-dion-3.20-ol-21[I]) von der allg. Formel $C_{21}H_{30}O_3$. Das Prod. besteht aus

langen Nadeln, F. 137—139°. Eine Lsg. dieser Verb. red. eine ammoniakal. Silberlsg. in der Kälte. Das UV-Spektr. zeigt das typ. Band der α,β -ungesätt. Ketone von 240 μ . Die Verb. ist in Eisessig, A., Methanol, Aceton, Dioxan, Bzn., Ae. löslich. In PAe. u. W. ist sie wenig löslich. (A. P. 2 312 481 vom 10/3. 1938, ausg. 2/3. 1943. Schwz. Prior. 24/3. 1937. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.) M. F. MÜLLER



Dr. Madaus & Co., Radebeul-Dresden (Erfinder: A. Kuhn und G. Albus), Herstellung von Trockenpräparaten aus Blut oder Blutserum. Man dunstet diese unter Zuzugabe von Stärke bei Temp. unterhalb der Koagulationstemp. der vorhandenen Eiweißstoffe ein. Die Prodd. sind in W. wieder vollkommen löslich. (Schwed. P. 111 144 vom 28/8. 1942, ausg. 11/7. 1944. D. Prior. 29/9. 1941.) J. SCHMIDT

○ Brockway Glass Co., Inc., übert. von: Glenn A. Mengle, Brockway, Pa., V. St. A., Verfahren und Vorrichtung zum sterilen Abfüllen von Glasflaschen durch Einbringen bei Temp. von etwa 1000° F (538° C) in eine Kühlkammer, wo die Temp. der Glasware auf unterhalb 180° F (82° C) gebracht wird u. das Gut anschließend einer UV-Lichtbehandlung unterworfen wird. — Zeichnung. (A. P. 2 321 152 vom 7/5. 1941, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.) M. F. MÜLLER

○ Walter S. Davis, San Bernardino, und Charles T. Davis, Los Angeles, Calif., V. St. A., Sterilisieren und Verpacken von Fäden. Man wickelt den Faden um eine Rolle, gibt den aufgerollten Faden in eine an einem Ende offene Glasröhre, verschließt diese Öffnung mit einem Baumwollstopfen, stellt die Glasröhre in einen Kessel, sterilisiert den gesamten Inhalt des Kessels unter Erhitzen im Vakuum, kühlt ab, hebt das Vakuum auf, läßt eine aseptische Fl. in den Kessel einfließen bis sie über dem Baumwollstopfen steht, saugt dann die Luft teilweise aus dem Kessel, um den Luftdruck in der Glasröhre zu verringern u. läßt sodann die Luft wieder in den Kessel strömen, wobei die Fl. durch den Baumwollstopfen filtriert in das Glasröhrchen gelangt u. dieses zum Teil ausfüllt. Man nimmt dann die Glasröhre aus dem Kessel u. verschließt sie luftdicht. (A. P. 2 318 380 vom 8/8. 1941, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.) ROICK

○ Walter S. Davis, San Bernardino, und Charles T. Davis, Los Angeles, Calif., V. St. A., Behandeln und Verpacken von Fäden. Zum Sterilisieren von Fäden u. dgl. verwendet man 2 Heizbadbehälter, die mit Röhren u. einer Pumpe zum Befördern der Heizfl. u. mit je einer Heizschlange verbunden sind. Geheizt wird der Sterilisierungsbehälter (I) u. ein Behälter (II), der eine Röhrenanlage mit Sterilisierungsfl. (a) enthält. I u. II sind durch Rohre miteinander verbunden. Aus II kann man a durch Druckunterschiede in I u. II nach I befördern, dort auf einen bestimmten Stand bringen u. a durch weitere Druckänderung in die an den Enden durch Filter verschlossenen u. mit den zu sterilisierenden Fäden versehenen Glasröhren eindringen lassen. (A. P. 2 318 381 vom 8/8. 1941, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.) ROICK

G. Analyse. Laboratorium.

S. Leroy Brown und Lisle L. Wheeler, Verwendung des mechanischen „Multiharmonographen“ zur graphischen Darstellung von Funktionen und zur Lösung von Paaren nichtlinearer Gleichungen. Kurze Angaben über ein mechan. arbeitendes Gerät, das die Behandlung von Gleichungen ermöglicht, die durch Polartransformation in eine trigonometr. Form gebracht werden können. (Rev. sci. Instruments 13. 493—95. Nov. 1942.) REUSSE

M. A. Fill und J. T. Stock, Automatische Pipette zum Einbringen von Säuren in Gerber-Rohre. Beschreibung der Vorr. mit Skizze. (Analyst 70. 22. Jan. 1945. South London Central Public Labor., London, S. E. 11.) WINIKER

S. C. Coroniti, Elektronisches Meßgerät zur Messung der Höhe einer Flüssigkeitssäule. Die Messung kleinerer Abstände zwischen zwei Flächen kann derart realisiert werden, daß eine der beiden Flächen mit einer Flüssigkeitssäule gekoppelt wird. Diese Säule bildet die Füllung eines Zylinderkondensators, der in einen Schwingkreis als frequenzbestimmendes Element eingebaut ist. Mit der Höhe der Flüssigkeitssäule ändert sich die Kapazität des Zylinderkondensators u. damit die Resonanzfrequenz des Schwingkreises. Deren Änderung dient als Maß für die Lageänderung der Flüssigkeitssäule. Die Anordnung ist so gewählt, daß sowohl leitende als auch nichtleitende

Flüssigkeiten verwendet werden können. (Rev. sci. Instruments 13. 484—88. Nov. 1942. Binghamton, N. Y., Agfa Ansco Res. Labor.)
REUSSE

Carl E. Nielsen, *Eine mögliche neue Anwendung der Wilson'schen Nebelkammer*. Es wird gefunden, daß Staubteilchen von $0,5 \mu$ Durchmesser u. auch Bakterien von $0,5-2 \mu$ Durchmesser als Kondensationskerne in der Nebelkammer dienen können. Folglich ist es möglich, die Nebelkammer zum Niederschlagen von Bakterien zu verwenden. Nach dieser Meth. lassen sich alle Bakterien aus der Luft entfernen. (Physic. Rev. [2] 64. 187. Univ. of California.)
SCHÖNE

Morris Neustadt, *Zeitliche Änderung von Nebel und Druck in einer Wilson'schen Nebelkammer*. Alle Messungen werden sowohl für die Ausdehnung auf konstantes Endvol. als auch auf konstanten Enddruck gemacht. Die Ausdehnungsverhältnisse erstrecken sich von unterhalb der Ionengrenze bis oberhalb der Nebelgrenze. Je größer das Ausdehnungsverhältnis ist, um so größer ist dp/dt nach der Ausdehnung. Wenn starker Nebel vorhanden ist, tritt ein schneller Druckanstieg wegen der Kondensationswärme auf. Anfänglich wächst der Nebel proportional t^2 , nach einiger Zeit aber proportional t . Nebel bei konstantem Druck zerstreuen mehr Licht als Nebel bei konstantem Volumen. (Physic. Rev. [2] 64. 187—88. 1943. Univ. of California.)
SCHÖNE

Arthur E. Lockenvitz, *Ein hochempfindliches Saitengalvanometer*. Ein Pt-Draht von 0,001 mm Dicke u. ca. 7 cm Länge wird an beiden Enden so eingespannt, daß er noch sehr schlaff hängt. Nahe dem einen Ende wird ein Draht gleicher Dicke mit seiner Mitte befestigt u. auch an den Enden eingespannt. Die Drähte werden nun so in ein Magnetfeld gebracht, daß beide zum Feld in rechtem Winkel stehen. Schickt man nun durch den Hilfsdraht einen Strom von wenigen Mikroampere, dann wird der erste Faden einer konstanten Spannung unterworfen. Die mit dieser Anordnung erzielte Empfindlichkeit ist 10^{-9} A/Skalenteil, bei einer Periode von ca. 0,1 Sekunde. Durch eine einfache Schaltung kann die Empfindlichkeit in weiten Grenzen variiert werden. (Physic. Rev. [2] 65. 153. 1/15. 2. 1944. Univ. of Texas.)
FLASCHEKA

S. H. Bauer, J. M. Hastings und D. P. MacMillan, *Spannungsgleichhalter, insbesondere für die Aufnahme von Elektronenbeugungsbildern*. Vff. beschreiben eine Röhrenschaltung zur Konstanthaltung der Spannung eines Hochspannungsnetzgerätes nach dem Superregenerativprinzip, die in die positive geerdete Leitung des Netzanschlußgerätes geschaltet wird. Sie stellt eine Modifikation der Schaltung von PARRATT u. TRISCHKA (Rev. sci. Instruments 13. [1942.] 17) dar u. arbeitet bis zu 50 kV Spannung u. 50 mA Strom. Die Schaltung wird in allen Einzelheiten beschrieben, sie ist speziell für die Aufnahme von Elektronenbeugungsdiagrammen entwickelt worden. (Rev. sci. Instruments 14. 30—32. Febr. 1943. Ithaca, N. Y., Cornell Univ., Dep. of Chem.)
REUSSE

M. E. Rose und W. E. Ramsey, *Das Verhalten von Proportionalzählerversärfkung bei niedrigen Spannungen*. (Vgl. C. 1944. I. 1407.) (J. Franklin Inst. 233. 500—502. Mai 1942.)
GOTTFRIED

Howard Brackney und Z. J. Atlee, *Berylliumfenster für ständig evakuierte Röntgenröhren*. Der Wunsch nach einer großen Ausbeute an langwelligen Röntgenstrahlen führte zur Konstruktion von Be-Fenstern für die Röntgenstrahlenaustrittsfenster. Die Arbeit zeigt die große Überlegenheit von Be-Fenstern gegenüber Fenstern aus LINDEMANN-Glas. Nach Best. einiger Eigg. anderer Fenstersubstanzen werden die Eigg. von Be speziell für diesen Zweck näher beschrieben. So konnte kürzlich eine 250 kV Therapieröntgenröhre mit einem Be-Fenster von 1,3 mm Dicke versehen werden. Darüber hinaus hat sich die Anwendung derartiger Fenster bei Feinstruktur-röntgenröhren sehr gut bewährt. Insbesondere können noch langwellige Röntgenstrahlen, z. B. Cr-K α -Strahlung u. Ti-K α -Strahlung, speziell zur Unters. von Substanzen mit großen Gitterkonstanten oder großer mol. Ausdehnung, benutzt werden. Das dünnste Be-Fenster, das bisher hergestellt werden konnte, hat nur eine Dicke von etwa 0,003 mm. Auch bei Röhren für die Mikroradiographie bei Spannungen unter 3 kV finden Be-Fenster mit gutem Erfolg Anwendung. (Rev. sci. Instruments 14. 59—63. März 1943. Chicago, General X-Ray Corp.)
NITKA

E. W. Greenfield, *Die Anwendung von Abschirmelektroden bei dielektrischen Messungen*. Vf. teilt verschied. Erfahrungen über Messungen der Vol.-Leitfähigkeit, der DE. u. des Leistungsfaktors mit, bei denen Schutzelektroden benutzt werden, um störende Oberflächenströme derart abzuleiten, daß sie nicht über die eigentlichen Meßinstrumente laufen. (Rev. sci. Instruments 13. 489—92. Nov. 1942. Hastings on Hudson, N. Y., Anaconda Wire and Cable Co.)
REUSSE

A. R. Stokes, *Mikroschwärzungsmessung in der Röntgenstrahl-Krystallanalyse*. Nach einem Überblick über die Röntgenkamera von BRADLEY, LIPSON u. PETCH (vgl. C. 1943. I. 187) beschreibt Vf. einen lichtelektr. Schwärzungsmesser zur Ausmessung der mit dieser Kamera gewonnenen Diagramme. (Photographic J. 84. 290—93. Okt. 1944. Cambridge, Trinity Coll., Crystallographic Labor.) KURT MEYER

C. E. Barnett, *Infrarotabsorptionsspektren in gefärbten Systemen*. Manche fein verteilten Oxyde u. Sulfide zeigen in ihren Kurven der spektralen Durchlässigkeit im sichtbaren Spektr. ein Gebiet hoher Undurchlässigkeit, während sie in der Nähe der Infrarotstrahlung ein Gebiet selektiver Durchlässigkeit haben, wenn die Wellenlänge der Strahlung groß ist im Hinblick auf die Ausdehnung der Teilchen. In diesem letzten Gebiet zeigen die meisten organ. Fl. starke Absorptionsbanden, die in Ggw. der oben erwähnten Farbstoffe gemessen werden können. Die Absorptionsspektren von Filmen, die solche Farbstoffe enthalten, zeigen also im Infrarot nur die Absorptionsbanden der organ. Substanz. Setzt man solche Filme verschied. äußeren Einflüssen aus, so wird sich eine chem. Veränderung, die etwa auf den Einfl. der enthaltenen Oxyde oder Sulfide zurückzuführen ist, durch eine Veränderung der Absorptionsbanden bemerkbar machen. (J. opt. Soc. America 34. 348. Juni 1944. New Jersey Zinc Co., Palmerton, Pa.) FRETZDORFF

J. M. Vandenberg, Jean Forsyth und Ann Garrett, *Auslöschungskoeffizienten von spektrophotometrischen Normalproben*. Die Brauchbarkeit des Spektrophotometers von BECKMAN für die Best. der Auslöschungskoeffizienten verschied. Substanzen (KNO₃ in W. bei λ 301 μ , K₂CrO₄ in 0,05 n KOH bei λ 373 μ u. λ 273 μ , Antrachinon in A. bei λ 323 μ , Salicylaldehyd in A. bei λ 326 μ u. Vitamin A-Ester in A. bei λ 327 μ) wurde untersucht. Das Optimum lag bei einer D. von 0,5—1,9. Die Ergebnisse stehen in guter Übereinstimmung mit den Werten, die mit anderen Spektrometern erhalten werden. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 17. 235—37. 20/4. 1945. Detroit, Parke, Davis & Co., Res. Laborr.) NOUVEL

L. C. Nickolls, *Ein verbessertes Verfahren zur Prüfung von zu forensischen Zwecken gemachten spektrographischen Aufnahmen*. Zur Vereinfachung der Auswertung von spektrograph. Aufnahmen wird eine Anzahl Fe-Platten von der Länge des Gesichtsfeldes des Projektors mit matter weißer Farbe bestrichen, eine Tuschlinie quer über die Länge der Platte gezogen u. darunter eine Anzahl charakterist. Fe-Linien u. oberhalb der Linie die hauptsächlichsten U- u. V-Linien der wichtigsten Elemente eingetragen. Außerdem werden einige Liniengruppen eingetragen, die für bestimmte Elemente charakterist. sind. Für den Gebrauch werden Bogenspektrenaufnahmen des Musters u. der Vergleichsmaterialien nacheinander gemacht, jedes mit zugefügtem Fe-Spektr. u. Wellenlängeskala. Die Platte mit dem Spektr. kommt in den Projektor, u. die Fe-Platten werden eine nach der anderen in die Mitte des Gesichtsfeldes gebracht, wobei die Bogenlinien des Fe auf der Platte genau mit den entsprechenden projizierten Fe-Linien zur Deckung gebracht werden; Linien, die auf der Platte mit dem Spektr. mit auf der Fe-Platte eingetragenen Linien zusammenfallen, werden notiert u. die Ergebnisse von allen Platten in Tabellenform gebracht. Damit werden die vorliegenden Elemente festgestellt. Ein visueller Vgl. der relativen Intensitäten der verschied. Elemente gibt einen Anhalt für ihren relativen Anteil. Die Prüfung eines Legierungsstahles mit Identifizierung von 40 Elementen konnte in 15 Min. ausgeführt werden. (J. Soc. chem. Ind. 62. 31—32. Febr. 1943.) METZNER

S. Tolansky, *Neuer Beitrag zur Interferometrie*. III. Mitt. *Die Phasenverschiebung der polarisierten Strahlen gegeneinander bei Reflexion an dünnen Silberschichten*. (II. vgl. C. 1945. I. 698.) Es werden die qualitativen Beobachtungen an aufgedampften Silberschichten näher quantitativ untersucht. Die Dicke dieser Schichten beträgt $\frac{1}{10}$ der Wellenlänge Hg 5461 Å. Sie ist aus dem Reflexionskoeffizienten u. der Durchlässigkeit auf 20% genau abzuschätzen. Mit Hilfe NEWTONScher Ringe werden die Phasenverschiebungen in Abhängigkeit vom Einfallswinkel gemessen. Die Meßwerte weichen bis zu Einfallswinkeln von etwa 40° um einen sehr kleinen konstanten Betrag von den theoret. Werten nach MAC LAURIN ab, zeigen aber dann in der Nachbarschaft von 63° eine stärkere Aufbiegung der Kurve mit Wendepunkt. Das Intensitätsverhältnis der gegeneinander polarisierten reflektierten Strahlen nimmt mit der Größe des Einfallswinkels stark ab, da die Welle mit dem magnet. Vektor in der Einfallsebene bei zunehmend flacherem Eintritt weitgehend absorbiert wird. Die Funktion für das Intensitätsverhältnis zeigt ebenfalls einen Wendepunkt bei etwa 46° Einfallswinkel. Es werden die Folgen dieser Beobachtungen für den Gebrauch des PÉROT-FABRY-Interferometers erörtert, soweit sie die Schärfe der einzelnen Interferenzstreifen, ihre Auflösung in die zwei polarisierten Komponenten, ihre Ordnung u. Intensität be-

treffen. (London, Edinburgh Dublin philos. Mag. J. Sci. [7] 35. 179—87. März 1944.)

P. WULFF

C. V. Raman, *Neuer Beitrag zur Interferometrie*. I. Mitt. Diskussionsbemerkung. (London, Edinburgh Dublin philos. Mag. J. Sci. [7] 35. 210. März 1944.)

P. WULFF

S. Tolansky, *Neuer Beitrag zur Interferometrie*. I. Mitt. *Eine Erwiderung*. Antwort auf die vorst. Diskussionsbemerkungen. (London, Edinburgh Dublin philos. Mag. J. Sci. [7] 35. 211—13. März 1944.)

P. WULFF

L. B. Tuckerman, *Neuer Beitrag zur Interferometrie*. Diskussionsbemerkung mit Hinweis darauf, daß R. POHL (Physikal. Z. 22. [1940.] 498) ähnliche Beobachtungen mitgeteilt hat. (London, Edinburgh Dublin philos. Mag. J. Sci. [7] 35. 211. März 1944.)

P. WULFF

John H. Bower, *Neue Ergebnisse mit Trockenmitteln für Gase*. Frühere Verss. zum Trocknen von Gasen mit Magnesiumperchloratanhydrid $[Mg(ClO_4)_2]$, Silicagel u. Tonerde (vgl. C. 1935. I. 2564) wurden mit anderen Proben dieser Stoffe wiederholt. Bei Magnesiumperchlorat wurden jetzt die gleichen Werte gefunden wie früher, nämlich 0,002 mg W. in 1 Liter Luft. Mit den neuen Proben Silicagel konnte die Entwässerung von früher 0,03 mg/l Luft jetzt auf 0,006 mg/l u. bei Tonerde von früher 0,005 mg/l jetzt auf 0,001 mg/l verbessert werden. (J. Res. nat. Bur. Standards 33. 199—200. Sept. 1944.)

HÖGEL

—, *Gasdetektor*. App. zum Nachw. u. zur Best. geringster Mengen gasförmiger Verbindungen. Ein erhitzter Strahl der vermuteten Verb. sendet infrarote Wellen aus. Diese läßt man durch einen Zylinder treten, der sicher frei von der betreffenden Verb. ist, u. durch das zu untersuchende Muster. Liegt in diesem die vermutete Verb. vor, so werden die infraroten Wellen der Eigenschwingung absorbiert u. in Wärme verwandelt. Diese Absorption wird dadurch gemessen, daß man die Wellen auf eine Thermosäule fallen läßt u. die Verringerung ihrer Intensität nach dem Durchgang durch das Muster mißt. (Rev. sci. Instruments 12. 111. Febr. 1941.)

METZENER

Ernst Karwat, *Bestimmung von Kohlenoxyd in Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch mit Jodpentoxyd*. Um das in LINDE-Anlagen durch Tiefkühlung aus Koksofengas oder anderen H_2 -haltigen Gasgemischen gewonnene u. zur NH_3 -Synth. verwendete N_2 - H_2 -Gemisch auf seinen CO-Geh., der nur sehr gering sein darf, etwa 10 ccm CO auf 1 cbm Gemisch, zu untersuchen, empfiehlt Vf. folgende Meth.: Eine gemessene Menge des Gasgemisches wird bei 120° über J_2O_5 geleitet. Hierbei wird das CO zu CO_2 u. ein Teil des H_2 zu H_2O oxydiert. Das bei der Oxydation freiwerdende Jod wird von Cu abgefangen. Das gebildete CO_2 u. H_2O wird durch Tiefkühlung kondensiert bzw. bei kleinsten Konz. an Silicagel adsorbiert. Durch Auftauen bzw. Desorbieren führt man die CO_2 in Barytwasser über u. titriert. (Chemie 56. 272—73. 2/10. 1943. Gesellschaft für Linde's Eismaschinen.)

FRETZDORFF

Julius Sendroy jr. und Edward J. Fitzsimons, *Bestimmung von Kohlenmonoxyd in Gasgemischen*. Verbesserung der ursprünglichen Meth. von SENDROY (J. biol. Chemistry 95. [1932.] 599) zur Best. von Kohlenoxyd in Konz. von 0,05—0,8% durch Absorption in Blut u. Messung in der App. von VAN SLYKE. (J. biol. Chemistry 156. 61—75. Nov. 1944. Chicago, Loyola-Univ. School of Med., a. Mercy Hosp.)

DOREMÜLLER

a) Elemente und anorganische Verbindungen.

Denis Dickinson, *Bestimmung von Schwefelwasserstoff in Nahrungsmitteln und Abwässern*. Die in Nahrungsmitteln bzw. Abwässern vorhandenen geringen Mengen H_2S werden durch Dest. im N_2 -Strom (zur Vermeidung von durch Oxydation entstehenden Verlusten) von den organ. Stoffen getrennt. Im Destillat wird der H_2S dann durch Titration mit ammoniakal. $AgNO_3$ -Lsg. (n/80-Lsg. mit leichtem NH_3 -Überschuß) bestimmt. Als Indicator dient p-Dimethylaminobenzalrhodanin (0,03% ig. Lsg. in Aceton). Die Endpunktsbest. der Titration erfolgt als Tüpfelrk.: schwach hellviolette Färbung. Die erhaltenen Werte sind meist um ca. 10% zu niedrig. (Analyst 70. 5—7. Jan. 1945. Univ. of Bristol, Res. Station Campden, Gloucestershire.)

WINKER

I. M. Kolthoff, W. E. Harris und G. Matsuyama, *Eine neue Methode zur polarographischen Bestimmung von Nitrat*. Zur polarograph. Best. von Nitrat mittels der Hg-Tropf-Elektrode schlagen Vf. als „Aktivator“ Zusatz von Uranylion vor. Bei Ggw. von Uranylion besteht eine befriedigende Proportionalität zwischen Nitratkonz. u. dem Diffusionsstrom, wenn das Verhältnis von Nitrat zu Uranyl oberhalb einem gewissen Minimum liegt. Für eine Lsg., die 0,1nKCl, 0,01nHCl u. $2,0 \cdot 10^{-4}$ -n Uranyl-

chlorid enthält, liegt die optimale Nitratkonz. zwischen $5 \cdot 10^{-6}$ u. $4 \cdot 10^{-4}$ n. Die Red. des Nitrates unter diesen Bedingungen benötigt fünf Elektronen entsprechend einer Red. bis zum Stickstoff. — Die vorgeschlagene Meth. ist der mit Lanthanchlorid als „Aktivator“ bekannten Bestimmungsmeth. vorzuziehen. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1782—86. 9/10. 1944. Minneapolis, Minn., Univ., School of Chem.) GOTTFRIED

J. A. C. McClelland und P. J. Hardwick, *Absorptiometrische Phosphorbestimmung unter Verwendung der Molybdänblaumethode*. Die Best. kleiner Mengen P mit Hilfe der Molybdänblaumeth. wird dadurch erschwert, daß auch bei Abwesenheit von P eine Blaufärbung auftritt, die auf der Red. von Ammoniummolybdat durch Stannochlorid beruht. Diese Schwierigkeit kann durch Zusatz von 1 ccm einer 4%ig. KClO_3 -Lsg. weitgehend behoben werden (vgl. HARDWICK, Analyst 68. [1943.] 183). (Analyst 69. 305—06. Okt. 1944. Government Labor., London, W. C. 2.) WINIKER

M. Rogosa, *Mikrobiologische Methode zur quantitativen Bestimmung kleiner Mengen Kalium*. Die Best. beruht auf der Tatsache, daß das Wachstum, die Säureproduktion u. die pH -Änderung von *Lactobacillus casei* No. 7469 quantitativ mit steigenden Konz. an K ansprechen. Na u. NH_4 sprechen nicht an. Mit gereinigtem KCl u. einem Medium, das Caseinhydrolysat, Glucose, Phosphat, Adenin, Guanin, Xanthin, Uracil, Na-Acetat, Asparagin, Tryptophan, Cystin, Methionin, Mineralsalze u. Vitamine enthält, wurde eine Standardkurve aufgenommen aus den Ergebnissen der Säureproduktion, bzw. der pH -Änderung bei 0—14 γ K^+ je ccm Medium. (J. biol. Chemistry 154. 307—08. Juni 1944. Washington, Dep. of Agricult.) BAERTICH

A. Robertshaw und G. C. Bromfield, *Zinnbestimmung in Stählen*. Bei hochlegierten Stählen besteht die Gefahr, daß die gewöhnlich verwandte HCl nicht alles Sn löst. Die Vff. benutzen daher verd. H_2SO_4 u. festes KMnO_4 zum Aufschluß der Proben: 2 g der Probe werden in 70 ccm 15%ig. H_2SO_4 (Vol.-%) unter gelindem Erwärmen so weit wie möglich gelöst. Man läßt etwas abkühlen, fügt 2 g festes KMnO_4 zu u. läßt 10 Min. lang schwach sieden. Die Lsg. wird mit ca. 25 ccm gesätt. H_2SO_3 -Lsg. reduziert. Zum Vertreiben des Überschusses an H_2SO_3 wird 5 Min. zum Sieden erhitzt. Anschließend wird mit Ni u. konz. HCl, der etwas NaCl zugesetzt ist, reduziert (50 ccm konz. HCl, 200 ccm H_2O , 10 g NaCl). Sodann wird die übliche jodometr. Sn-Best. durchgeführt. Die Meth. eignet sich für Sn-Gehh. > 0,5%. V u. W stören. Bei V-Gehh. bis zu 1% ist der Fehler allerdings so gering, daß er vernachlässigt werden kann. Bei Ggw. von W wird wie folgt verfahren: Nach dem Verkochen des H_2SO_3 -Überschusses werden 50 ccm konz. HCl zugegeben. Man fügt 20 ccm Cinchoninlsg. (10% in 1:3 H_2SO_4) hinzu, erhitzt zum Sieden u. läßt 30 Min. digerieren. Man filtriert, wäscht dreimal mit Cinchoninlsg. (1:30) nach u. verwirft den Filtrückstand. Zu dem Filtrat gibt man 10 g NaCl, füllt auf ca. 300 ccm auf u. führt nunmehr die Red. mit Ni durch. (Analyst 69. 340—43. Nov. 1944. Bragg Labor., Sheffield.) WINIKER

J. W. Price, *Bestimmung der Dicke und Zusammensetzung von Zinn-Blei-Überzügen auf Stahl*. Die Dickebest. erfolgt durch Feststellung des Gewichtsverlustes, der bei Behandlung mit kalter, SbCl_3 -haltiger HCl eintritt (vgl. CLARKE, Analyst 59. [1934.] 525). Die Zus. der Überzüge wird durch Titration des Sn mit K-Jodat bestimmt: Die Metalle werden in 100 ccm HCl-SbCl₃ (800 ccm HCl der D. 1,16, 200 ccm W. u. 20 g Sb_2O_3) gelöst. Die Lsg. wird 10 Min. gekocht. Dann verbindet man mit einem CO_2 -Entwicklungsapp. u. kühlt ab. Schließlich gibt man 100 ccm W., 5 ccm 1%ig. Stärkelsg., sowie 1 ccm 10%ig. KJ-Lsg. zu u. titriert mit $\frac{n}{20}$ K-Jodat. Nur unter diesen Bedingungen werden feste Endpunkte erhalten. Die Zugabe des KJ ist wichtig. (Analyst 70. 10—14. Jan. 1945. Tin. Res. Inst., Greenfor, Middlesex.) WINIKER

B. S. Evans, *Bleiabdrücke zur Feststellung der Gegenwart und Ablagerung von Blei in Stählen und Messingarten*. Die bisher üblichen Pb-Abdruckverf. beruhten meist auf der Bldg. von Pb-Sulfid. Bei geringen Pb-Konz. besteht aber die Gefahr einer Verwechselung mit C oder Fe-Sulfid. In nächst. Meth. wird daher die scharlachrote Dithizonverb. des Pb zum Nachw. benützt. — *Prüfung auf Pb*: Die Probe wird mit Schmirgelpapier aufgeraut, mit HNO_3 angeätzt, unter fließendem W. abgespült, in Aceton getaucht u. getrocknet. Sodann wird ein mit einer Mischung von gleichen Teilen konz. CH_3COOH u. einer 10%ig. CrO_3 -Lsg. getränktes Stück Filtrierpapier vorsichtig auf die Probe aufgedrückt. Nach 5 Min. wird es abgezogen u. in 10%ig. CH_3COOH gebracht. Fe usw. löst sich hierbei in braunen Flocken. Schließlich wird das Filtrierpapier wie eine photograph. Platte in fließendem W. gewaschen u. nunmehr in eine Mischung einer 1%ig. KCN-Lsg. mit einer 0,1%ig. Dithizonlsg. (in Chlf.) gebracht; Mischungsverhältnis 10:1. Nach 15 Min. wird das Filtrierpapier bei gewöhnlicher Temp. getrocknet; direktes Sonnenlicht ist zu vermeiden. War Pb vorhanden, so erscheinen rote Flecke auf dem Papier. — *Feststellung von Pb-Ablagerungen*: Hierzu ist

die Verwendung von Gelatinepapier zweckmäßig (die Pb-Teilchen erscheinen dann als Punkte u. nicht als verwaschene Flecke). Das Gelatinepapier wird mit CH_3COOH (1 : 1) getränkt u. auf das Probestück gedrückt. Nach 5 Min. nimmt man es ab u. legt trockenes Fließpapier darauf, auf das man eine 10% ig. CrO_3 -Lsg. tropfen läßt. Das Fließpapier wird vorsichtig angepreßt u. nach 5 Min. entfernt. Nunmehr wird das Gelatinepapier in 10% ig. CH_3COOH gebracht, nach 10 Min. mit fließendem W. gewaschen u. schließlich weitere 10 Min. der Einw. einer 10% ig. KCN-Lsg. ausgesetzt. Sodann wird es in W. getaucht u. weiter mit KCN-Dithizon behandelt, wie oben angegeben. (Analyst 69. 368—69. Dez. 1944. Armament Res. Dep.)

WINIKER

John H. High, *Photometrische Analyse von Kupferlegierungen*. I. Mitt. *Bestimmung von Eisen und Mangan*. 0,5 g der Legierung werden in 15—20 ccm Säuremischung (450 ccm H_2SO_4 der D. 1,84, 200 ccm HNO_3 der D. 1,42 u. 1400 ccm H_2O) gelöst. Man kocht einige Min., kühlt ab u. füllt mit H_2O auf 100 ccm auf. — *Fe-Best.*: Man gibt einen aliquoten Teil in einen Meßkolben (mit 100 u. 110 ccm-Marke) u. fügt entweder 20 ccm 15% ig. HNO_3 oder 20 ccm 10% ig. HCl u. 10 ccm 0,5% ig. $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ -Lsg. hinzu. Dann füllt man mit W. auf 100 ccm u. schließlich mit 20% ig. NaSCN -Lsg. auf 110 ccm auf. Anschließend Absorptionsmessung im SPEKKER-Absorptiometer. — *Mn-Best.*: Ein aliquoter Teil der ursprünglichen Lsg. wird mit 0,05 g K-Perjodat u. 10 ccm 30% ig. H_3PO_4 zum Sieden erhitzt (die Cu-Konz. muß hierbei 0,25 g betragen). Nach dem Kochen wird abgekühlt u. in einem 100 ccm-Meßkolben bis zur Marke mit W. aufgefüllt. (Analyst 69. 375—76. Dez. 1944. Photometr. Labor. der Langley Alloys Ltd., Langley, Slough, Bucks.)

WINIKER

John H. High, *Photometrische Analyse von Kupferlegierungen*. II. Mitt. *Bestimmung von Mangan durch Oxydation bei Zimmertemperatur*. (I. vgl. vorst. Ref.) Die Meth. zur Mn-Best. (I. c.) wird folgendermaßen abgeändert: Nachdem der Cu-Geh. auf 0,25 g gebracht wurde, werden 10 ccm einer filtrierten 15% ig. $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ -Lsg., 1 ccm 7,5% ig. AgNO_3 -Lsg. u. 1 ccm einer filtrierten 10% ig. Harnstofflsg. zugegeben. Man läßt mindestens 15 Min. stehen, füllt dann mit W. auf 100 ccm auf u. mißt die Absorption. — Diese Modifikation der Mn-Best. ist bes. für kleine Mn-Mengen geeignet. Auf Stähle ist sie jedoch nicht anwendbar, da unter den gegebenen Bedingungen Cr schneller oxydiert wird als Mn. (Analyst 70. 18—19. Jan. 1945. Photometr. Labor. der Langley Alloys Ltd., Langley, Slough, Bucks.)

WINIKER

b) Organische Verbindungen.

Lennart Smith und Stig Sunner, *Verbrennungen von chlor- und bromhaltigen Substanzen in beweglicher Bombe*. Vergleichende Bestimmungen mit Hilfe der Quarzwollemeth. (I) (vgl. SMITH, Svensk kem. Tidskr. 40. [1928.] 297 u. 41. [1929.] 272) u. der Schaukelmeth. (II) (vgl. POROFF u. SCHIROKISCH, Z. physik. Chem., Abt. A 167. [1933.] 183) ergaben, daß die Werte der II durchgehend etwas niedriger ausfallen. Zur Feststellung, ob dieser Unterschied in der II selbst begründet ist, wurde die Rotationsmth. (III) (vgl. ROTH, Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 45. [1939.] 341) weiterentwickelt. Es ergab sich, daß die I u. III gute Übereinstimmung zeigten, woraus hervorgeht, daß die Abweichung der II-Werte in der Methodik selbst begründet liegen. Bezüglich der Konstruktion der für die II u. III benutzten Bomben vgl. das Original. (Svedberg-Festschr. 1944. 352—69. Lund, Univ., Organ.-Chem. Labor. Sep.)

KLAUS

A. A. Houghton und H. A. B. Wilson, *Mikrobestimmung der Alkoxygruppen*. Ausführliche Beschreibung einer verbesserten Mikroapparatur. (Analyst 69. 363—67. Dez. 1944. „Rowanhurst“, Grove Road, Beaconsfield, Bucks.)

WINIKER

A. A. Houghton, *Mikrobestimmung von Methoxyl- und Athoxygruppen nebeneinander*. Bei der Einw. von Jodwasserstoffsäure auf Alkoxyverb. entstehen die entsprechenden Alkyljodide. Vf. bestimmt das Verhältnis von Methyljodid zu Äthyljodid mit Hilfe von D.- bzw. Kp.-Bestimmungen. Für die D.-Bestimmungen werden bei einer Fehlergrenze von nur 1% 30 mg Substanz benötigt. Zu Kp.-Bestimmungen reichen 3 mg Substanz aus, doch beträgt die Fehlergrenze 5%. Bezüglich apparativer Einzelheiten vgl. die Originalarbeit. (Analyst 70. 19—21. Jan. 1945. „Rowanhurst“, Beaconsfield, Bucks.)

WINIKER

Henry Gilman und A. H. Haubein, *Die quantitative Analyse von Alkylithiumverbindungen*. Bei der Best. von Alkylithiumverb. nach ZIEGLER, CRÖSSMANN, KLEINER u. SCHÄFER (Liebigs Ann. Chem. 473 [1929.] 31) wird die Zerstörung der RLi-Verb. vor der zweiten Titration besser mit Benzylchlorid (I) als mit der Kombination Butylbromid + Dibenzylquecksilber durchgeführt. — Die Einw. eines großen Überschusses an I auf Butyllithium in Ae. ergibt Dibenzyl, *n*-Amylbenzol u. wenig

n-Octan, als Zwischenprod. ist $C_6H_5CH_2Li$ anzunehmen. Letztgenanntes läßt sich bei der Rk. von I mit C_2H_5Li bei -50° in Ac. dadurch nachweisen, daß die Reaktionslg. mit festem CO_2 rasch Phenylelessigsäure bildet. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1515—16. Sept. 1944. Ames, Iowa State Coll.) BEHRLE

Walter Hawkins, Donald Milton Smith und J. Mitchell jr., *Analytische Verfahren unter Verwendung von Karl Fischer-Reagens*. XII. Mitt. *Die Bestimmung von primären Aminen*. (XI. vgl. MITCHELL, HAWKINS u. SMITH, J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 782.) Prim. aliph., alicycl. u. arom. Amine wie auch Aminoalkohole, die keine sek. Amino-N-Gruppe enthalten, lassen sich bestimmen, indem man das W., das sich bei der Rk. des Amins mit Benzaldehyd bildet, mit KARL FISCHER-Reagens titriert, nachdem der überschüssige Aldehyd mittels der Cyanhydrinrk. (BRYAND, MITCHELL u. SMITH, C. 1941. II. 783) entfernt worden ist. Heterocycl. sek. Amine wirken störend. Durch Kombination dieses Verf. mit der Acetylierungstechnik (XI. Mitt.) u. einer totalen Basentitration lassen sich Gemische von prim., sek. u. tert. Aminen rasch u. genau bestimmen. — Verb. $C_{11}H_{15}O_2N_2$ aus Diäthanolamin u. Benzaldehyd, Kp. 160° . — *N,N'*-Benzaldipiperidin, aus Piperidin u. Benzaldehyd, F. 83° . (J. Amer. chem. Soc. 66. 1662—63. Okt. 1944. Wilmington, Del., Du Pont de Nemours & Co.) BEHRLE

B. M. C. Hopewell und J. E. Page, *Colorimetrische Bestimmung langkettiger aliphatischer Amine*. Die Hydrochloride der Amine werden mit Leichtbzn. ($80-100^\circ$) aus schwach saurer wss. Lsg. oder direkt aus Blut extrahiert. Der Extrakt wird mit dem gleichen Vol. Chlf. versetzt. Auf Zugabe von Pikrinsäure entsteht die gelbe Färbung der entsprechenden Pikrate, die mit einem SPEKKER-Absorptiometer gemessen wird. Zur Best. werden 2,5 ccm Lsg. benötigt; der Geh. an Amin soll 20—200 mg/ccm betragen. — Zur Best. von Diäthylmethylamin in Harn u. Gewebeeextrakten (aber nicht im Blut!) kann man auch wie folgt verfahren: Durch Zugabe einiger Tropfen CH_3J zu der Lsg. wird das Amin in das quaternäre NH_4 -Salz übergeführt. Dieses bildet mit Bromphenolblau einen blauen Farbstoff, der colorimetr. bestimmt wird. Einfache Amine u. Cholin geben keine Färbungen. (Analyst 70. 17. Jan. 1945. Glaxo Laborr., Ltd., Greenford, Middlesex.) WINIKER

H. Barnes, *Bestimmung kleiner Mengen Diphenylamin*. Zu der Lsg. des Amins in 21 ccm W. gibt man 6,2 ccm einer $K_2Cr_2O_7$ -Lsg. (0,1 g in 250 ccm) u. fügt dann langsam unter Kühlung u. Umschütten konz. H_2SO_4 hinzu, bis das Vol. 30 ccm beträgt. Die kalte Lsg. gibt man in eine 4 cm-Zelle u. mißt die Lichtabsorption im SPEKKER-Absorptiometer, indem man ein gelbes Filter benutzt u. das Instrument gegen eine Lsg., die nur dest. W. u. die Reagenzien enthält, setzt. Die Empfindlichkeitsgrenze dieser Meth. liegt bei 2—3 γ in 30 ccm Lösung. (Analyst 69. 344. Nov. 1944. Millport, Scotland, The Marine Stat., Keppel Pier.) FRETZDORFF

Hubert Bradford Vickery und Jane K. Winternitz, *Die Bestimmung von Histidin mit Hilfe von 3,4-Dichlorbenzolsulfonsäure*. Histidin wird aus der Mischung von Aminosäuren, die bei der Hydrolyse von Proteinen erhalten werden, durch Fällung seiner Silberverb. quantitativ abgeschieden u. wird isoliert als *Bis*-[3,4-dichlorbenzolsulfonat], Krystalle aus W., Zersetzungspunkt zwischen 278 u. 281° . Fehlergrenze 2—3%. — Die Darst. von 3,4-Dichlorbenzolsulfonsäure (I) wird stark abgekürzt durch ca. 3std. heftiges Rühren von o-Dichlorbenzol mit H_2SO_4 bei $170-180^\circ$. — *Cystin-bis*-[3,4-dichlorbenzolsulfonat], das Salz entsteht durch Erwärmen von Cystin mit ca. 4 Mol I-Dihydrat in W., Krystalle aus W., die sich bei 215° zersetzen — *Cystein*-[3,4-dichlorbenzolsulfonat], Krystalle, F. 197° Zers. bei langsamem Erhitzen. (J. biol. Chemistry 156. 211—29. Nov. 1944. New Haven, Conn., Agric. Exper. Stat.) DORFMÜLLER

c) Bestandteile von Pflanzen und Tieren.

K. J. McNaught, *Kobaltbestimmung in tierischem Gewebe: Modifikation der Methode*. Neuere Unters. des Vf. ergaben, daß die früher (Analyst 64. [1939.] 23) beschriebene Meth. am zuverlässigsten im sauren bzw. schwach bas. pH -Bereich (pH 4—8) arbeitet. Die in der ursprünglichen Arbeitsvorschrift vorgesehene Neutralisation mit Alkali kommt daher in Fortfall. (Analyst 69. 307. Okt. 1944. Wellington, N. Z., Chemistry Section, Dep. of Agriculture.) WINIKER

R. W. Luecke und P. B. Pearson, *Die Bestimmung von freiem Cholin in tierischen Geweben*. Die mikrobiolog. Verf. von LUECKE u. PEARSON (J. biol. Chemistry 153. [1944.] 259) sowie von HOROWITZ u. BEADLE (C. 1944. II. 1210) wurden der Best. von freiem Cholin (I) in tier. Geweben angepaßt. Frische Rinderleber enthält 0,08—0,20 mg I per g, was ca. 2% des Gesamtcholingeh. der Leber ausmacht. Inkorporation von 1% I in die Diät der Ratte führte zu einem ziemlichen Ansteigen des freien Cholingeh. der

Niere, während Leber- u. Hirngewebe keine entsprechende Zunahme zeigten. (J. biol. Chemistry 155. 507—12. Okt. 1944. Agric. and Mechan. Coll. of Texas.) BEHRLE

d) Medizinische und toxikologische Analyse.

M. X. Sullivan und W. C. Hess, *Eine Untersuchung der verschiedenen Verfahren für die Bestimmung von Tryptophan*. Durch 4 verschied. colorimetr., p-Dimethylaminobenzaldehyd verwendende Verf. wurde der nach den Angaben der Literatur von 0,51—2,4% schwankende Geh. von Casein an Tryptophan zu 1,2—1,3% bestimmt. Bes. befriedigend waren hierbei die Methoden von FOLIN u. CIOCALTEU (J. biol. Chemistry 73. [1927.] 627) sowie von BATES (J. biol. Chemistry 119. [1937.] VII). Nach diesen beiden Verf. wurde der Tryptophangeh. ermittelt für Melonenkürbissamenglobulin zu 1,7, Eialbumin zu 1,2 u. Pepsin zu 2,2. (J. biol. Chemistry 155. 441—46. Okt. 1944. Washington, Georgetown Univ.) BEHRLE

George Kitzes, C. A. Elvehjem und H. A. Schuette, *Die Bestimmung von Blutplasmaeisen*. Bei dem in dieser Arbeit vorgeschlagenen Verf. zur Best. von Plasmaeisen werden die Schwierigkeiten der Fällung von Plasmaproteinen durch Trichloressigsäure durch vorheriges Denaturieren der Proteine mittels kurzem Erwärmen auf 90—95° überwunden. Zur colorimetr. Best. des Fe wurde $\alpha.\alpha'$ -Bipyridyl im Bereich von 1—4 γ verwendet. Bei Benutzung eines Essigsäureacetatpuffers bei pH 4,6 tritt die Färbung sofort auf. Bei 30—90 γ Fe enthaltendem Blutplasma hat das Verf. einen Maximalfehler von $\pm 10\%$, bei 100—200 γ Fe enthaltendem Plasma einen solchen von $\pm 5\%$ (J. biol. Chemistry 155. 653—60. Okt. 1944. Madison, Univ. of Wisconsin.) BEHRLE

Réginald M. Archibald, *Bestimmung von Citrullin und Allantoin und Nachweis von Citrullin im Blutplasma*. (Vgl. C. 1944. II. 1283.) Farbkr. mit Diacetylmonoxim nach FEARON (Biochemic. J. 33. [1939.] 902) in stark (trichloressig-)saurer Lösung. Entfernung von Harnstoff nach GORNALL u. HUNTER (Biochemic. J. 35. [1941.] 650) mit Hilfe von Urease. Empfohlen wird Zusatz von KCN zur Ausschaltung von anderen Enzymen, die in den käuflichen Ureasepräpp. enthalten sind. Allantoin u. andere Verunreinigungen der Ureasepräpp. werden ausgeschaltet durch Dialyse. Best. von Allantoin u. Citrullin nebeneinander durch Adsorption des Citrullins mit Amberlit bei pH 6—7. Die Differenz der Färbung vor u. nach der Adsorption ergibt das Maß für Citrul in. — Das n. Plasma im Fastenzustand enthält an Citrullin beim Menschen 0,3—1,0 mg/100 ccm u. beim Hund 0,8—1,5 mg/100 ccm. (J. biol. Chemistry 156. 121—42. Nov. 1944. New York, Hosp. of the Rockefeller Inst. for Med. Res.) DORFMÜLLER

Arthur E. Teeri, *Über die Bestimmung von Cholesterinestern*. Die Analyse von 100 Blutplasmaproben von 29 Kälbern ergab, daß Cholesterinester aus Kalbsblut mit dem LIEBERMANN-BURCHARDSCHEN Reagens im Durchschnitt ca. 25% stärkere Färbungen liefern als dieselbe Menge freies Cholesterin. Diese Tatsache muß beachtet werden bei Analysenmethoden, die keine Verseifung enthalten. (J. biol. Chemistry 156. 279—81. Nov. 1944. Durham, Univ. of New Hampshire.) DORFMÜLLER

F. Teyeau, *Einfache und schnelle Bestimmung von Cholesterin im Blutserum*. Auf Grund von Unterss. über die Stabilität des Fett-Eiweiß-Systems des Blutserums hat Vf. beobachtet, daß gewisse Saponine in Ggw. von Ae. die Eig. besitzen, das Cholesterin des Serums herauszulösen u. es somit in den Ae. zu überführen. Diese Beobachtung verwandte Vf. zur Ausarbeitung einer Bestimmungsmeth. für das Cholesterin. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 138. 63—64. Jan. 1944.) BAERTICH

Nikolaus Thorsen, *Blutzuckeruntersuchungen an der Leiche*. Unters. des Blutzuckergeh. des Blutes von Leichen mit verschied. Todesursachen ergab, daß der Blutzucker in vitro abgebaut wird. Dieser Abbau findet jedoch in der Leiche viel langsamer statt, so daß sich aus der Unters. von Leichenblut in den ersten Tagen nach dem Tode noch hypoglykäm. Schock oder Coma diabeticum als Todesursache wahrscheinlich machen läßt. Zwischen dem Plasma u. den Blutkörperchen finden in der Leiche in bezug auf den Zucker Diffusionsvorgänge statt, die mehrere Std. benötigen. (Dtsch. Z. ges. gerichtl. Med. 38. 358—90. 20/11. 1944. Königsberg i. Pr., Univ., Inst. für gerichtl. Med.) GERKE

K. Zipf, *Quantitative Kollidonbestimmung im Harn und Blut (Peristonnachweis)*. 100 ccm Harn werden mit 5 g Kaolin u. 10 ccm 2nH₂SO₄ versetzt u. in bedecktem ERLÉNMEYER-Kolben kurz aufgekocht oder 10 Min. in siedendem Wasserbad gehalten. Statt dieser Meth. der Enteiweißung kann auch folgendes Vorgehen verwendet werden: 100 ccm Harn werden mit 5 ccm 2nH₂SO₄, 2,5 ccm gesätt. CuSO₄-Lsg. u. 2,5 ccm gesätt. Kaliumferrocyanidlg. versetzt u. filtriert oder zentrifugiert. 1 ccm Urharn = 1,1 ccm „Kaolinharn“ oder „Ferrocyanidkupferharn“. Zur Fällung des Kollidons werden je nach dem erwarteten Gehalt Mengen von 5,5—33 ccm des eiweißfreien Harns mit

Trichloressigsäurereagens (= 150 g Trichloressigsäure + 150 ccm 2nH₂SO₄ auf 300 ccm mit W. aufgefüllt, zweckmäßig durch Zugabe von wenig BaCO₃ u. Zentrifugieren geklärt) in der gleichen Menge wie die angewendete Harnmenge versetzt. Nach Zentrifugieren wird mit einem Gemisch Trichloressigsäurereagens + W. zu gleichen Teilen gewaschen u. in 20 ccm Methanol gelöst. Mit 10 ccm Methanol wird nachgewaschen. Der durch Mikro-KJELDAHL im Methanolextrakt bestimmte Stickstoff liefert unter Berücksichtigung des N-Geh. des Kollidons (11,8%) den Kollidongehalt. In Blut, Plasma oder Serum erfolgt die Enteiweißung nach Verdünnen von 5 ccm mit 35 ccm W. durch Zugabe von 2,5 ccm CuSO₄- u. Kaliumferrocyanidlg. u. Auffüllen mit W. auf 50. Best. wie im Harn. Die theoret. Begründung des Vorgehens soll später gegeben werden. (Klin. Wschr. 23. 340. Aug./Sept. 1944. Königsberg i. Pr., Albertus-Univ., Pharmakol. Inst.)

JUNKMANN

Anthony A. Albanese, Jane E. Frankton und Virginia Irby, Die Bestimmung von Methionin in Proteinhydrolysaten und menschlichem Urin. Oxydationsmischung: HClO₄ u. H₂O₂; Katalysatormischung: KJ mit Ammoniummolybdat. Schnellmethode. Resultate in Übereinstimmung mit der Meth. von BAERNSTEIN (J. biol. Chemistry 115. [1936]. 25. 33) u. mit der Überjodsäuremeth. von LAVINE (J. biol. Chemistry 151. [1943]. 281; C. 1945. I. 586). Der n. Erwachsene scheidet täglich 247—494 mg Methionin aus. (J. biol. Chemistry 156. 293—302. Nov. 1944. Baltimore, The Johns Hopkins Univ. u. Johns Hopkins Hosp.)

DORFMÜLLER

Melvin Hochberg und Daniel Melnick, Eine einfache Abänderung der colorimetrischen Methode zur Reihenbestimmung der Thiaminausscheidung. Eine Vereinfachung der colorimetr. Meth. von MELNICK u. FIELD (vgl. C. 1939. II. 4514) zur Best. von Thiamin in Urin: Direkte Adsorption aus einem 1 Stde.-Muster von Urin an eine vereinfachte Zeolithsäule, Elution mit saurer Kaliumchloridlg., Kupplung mit diazotiertem p-Aminoacetophenon, Extraktion mit Xylol u. Messung des Farbstoffs. (J. biol. Chemistry 156. 53—59. Nov. 1944. Long Island city, New York, Food Res. Labor. Inc.)

DORFMÜLLER

Aaron S. Goldberg und Alice R. Bernheim, Bestimmung von Citronensäure. Genaue Best. von Citronensäure (I) in reiner Lsg. u. in Urin. Bereich der Meth. von 1—40 mg I mit einer Genauigkeit von 0,5%, über 5 mg sogar 0,2%. Neben Pentabromaceton entstehen auch noch Tetra- u. Hexabromaceton, je nach Konz. von Säure u. Citrat u. nach Temperatur. Die genauen Bedingungen für die Bldg. von Pentabromaceton u. seine Best. werden festgelegt. Methode: Die Citronensäure wird oxydiert durch Mangan-dioxyd in Ggw. von Brom zu Acetondicarbonsäure u. rasch weiterbromiert unter Decarboxylierung zu Pentabromaceton. Nach Red. eines Überschusses von Mangan-dioxyd u. Brom mit Hydrazin wird das Pentabromaceton isoliert durch Extraktion mit Pae. u. zerstört mit einer Sulfitslg., unter Freilegung aller 5 Bromatome als Bromidionen, welche direkt argentometr. titriert werden können. (J. biol. Chemistry 156. 33—46. Nov. 1944. New York, The New York Hosp. und Cornell Univ. Med. Coll.)

DORFMÜLLER

H. Angewandte Chemie.

I. Allgemeine chemische Technologie.

A. M. Clark, Kälteanwendung in der chemischen Industrie. Die Trennung von Gasen. Allg. Übersicht. (Mod. Refrigerat. 48. 11—12. Jan. 1945.) HENTSCHEL

G. Lowrie-Fairs, Waschanlagen für Säurenebel nach Calder Fox. Beschreibung des Baues u. der Wirkungsweise dieser Gaswäscher, die zur Entfernung feiner Säurenebel mit Tröpfchengrößen bis zu 2 μ herab dienen; bei verschied. Ausführungsformen liegt allen das Prinzip zugrunde, das Gas unter genügend hoher Geschwindigkeit für eine turbulente Strömung unter Richtungsänderung auf mit Löchern oder Schlitzzen versehene Prallflächen aufzutreffen undurch, wodurch die fl. oder festen Nebelteilchen koagulieren. (Chem. Trade J. chem. Engr. 115. 571—73. 1/12. 1944.) HENTSCHEL

L. Meissner, Wasserturbinen als Entspannungsvorrichtung für die Druckgaswäsche. Für das Waschverf. mit niederen Drucken in Höhe von rund 10 atü sind die früher verwendeten Freistrahlturbinen wegen ihrer dann erforderlichen großen Abmessungen nicht geeignet u. werden besser durch die FRANCIS-Spiralturbinen ersetzt. Als Werkstoff hat sich Chromstahlguß bewährt, für die Abdichtungen sind Manschetten aus künstlichem Kautschuk geeignet. (Chem. Techn. 17. 43—45. 2/12. 1944. Heidenheim.)

HENTSCHEL

Julian C. Smith, Kondensation von Dämpfen aus nichtkondensierenden Gasen. Das Verf. von COLBURN u. HONGEN zur Konstruktion von Kondensatoren für Mi-

schungen von Dämpfen u. nichtkondensierbaren Gasen vernachlässigt einen Teil des Wärmeverlustes durch die Kondensatschicht, indem es punktweise den Wert für den Wärmefluß im Kondensator berechnet. Falls es sich bei dem zu kondensierenden Dampf um denjenigen eines organ. Lösungsm. mit niedriger Verdampfungswärme handelt, muß der gesamte Wärmeverlust des Kondensats von Punkt zu Punkt berücksichtigt werden. Es wird ein typ. Fall (Kondensation von Äthylacetatdampf im N_2 -Strom) nach 2 Verf. behandelt, um den Einfl. zu zeigen, den die Vernachlässigung des Spitzenverlustes der Wärme durch das Kondensat ausübt. Die nach dem genaueren Verf. berechnete erforderliche Oberfläche ist 14,5% geringer als die nach dem ursprünglichen Konstruktionsverf. ermittelte. Es wird noch ein graph. Verf. zur Best. der Zwischenkondensattemp. angegeben, das die bei dem modifizierten Verf. erforderliche langwierige Lsg. durch Ausprobieren der einzusetzenden Werte vermeidet. (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 34. 1248—52. Okt. 1942.) HENTSCHEL

C. J. Heckmann, *Werkstoffersparnis im Kolonnenbau*. Die Kolonne ist ein für die Gestaltung neuzeitlicher Industriebauten der chem. Großindustrie ausschlaggebendes Element geworden. Durch ingenieurmäßige Umgestaltung gewohnter Formen nach neuzeitlichen Gesichtspunkten ist bedeutende Werkstoffersparnis erzielbar. An Bauteilen n. schmiedeeiserner Glockenbodenkolonnen werden Überlegungen angestellt (betreffs zweckmäßiger Gestaltung von Kolonnenmantel, Tragfüßen, Glockenboden u. Glocken), die sinngemäß auf das Gesamtgebiet des Kolonnenbaus anwendbar sind. (Z. Ver. dtsch. Ing., Beih. Verfahrenstechn. 1944. 1—5. Breslau.) HENTSCHEL

Kodak-Pathé, Soc. An. Française, Paris, *Wärmeaustauscher*. Die Wärmeaustauschewände bestehen aus einem leichten u. billigen Material, das in geringer Wandstärke allein oder mit einer stützenden Fläche, z. B. einem Gewebe, verarbeitet werden kann, wie plast. MM. auf Cellulose-, Harz- oder Gummibasis. (Belg. P. 449 424 vom 1/3. 1943, Auszug veröff. 7/4. 1944. F. Priorr. 23/1. u. 30/12. 1941.) GRASSHOFF

○ Day & Zimmermann, Inc., übert. von: John Phillips Badenhausen, Philadelphia, Pa., V. St. A., *Wiedergewinnung von Wärme und Chemikalien aus Flil.*, die brennbare Bestandteile u. Chemikalien enthalten, bei einem Mehrkammerofen. Die Fl. wird aufwärts in eine Zone der Heizkammer eingespritzt, in der sie nicht mit den heißen Kammerwänden in Berührung kommt. In diese Zone münden die Zuführungen für die Teilverbrennung der brennbaren Bestandteile ein. Die chem. wiederzugewinnenden Teile fallen hierbei in geschmolzener Form an u. werden gesammelt. Der gasförmige Strom wird in eine 2. Kammer, die von der ersten getrennt ist, geleitet. In dieser 2. Kammer findet die restliche Verbrennung der brennbaren Bestandteile u. die Wiedergewinnung der restlichen Chemikalien statt. (A. P. 2 262 420 vom 23/1. 1937, ausg. 11/11. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 11/11. 1941.) HAUSWALD

○ E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: Arthur A. Levine und Roy Jackson Dent, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Vorrichtung zum Extrahieren*. — Zeichnung. (A. P. 2 321 923 vom 26/4. 1940, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) M. F. MÜLLER

△ Process Management Co., übert. von: Edwin T. Layng, *Chromoxydkatalysator für die Hydrierung und Dehydrierung*. Der Katalysator wird durch Erhitzen einer O-Verb. des Cr mit einer O-Verb. des B erhalten. Geeignete Cr-Verbb. sind NH_4 -, Na- u. K-Chromate, Polychromate, Chromalaun, Cr-Nitrat, -Sulfat u. -Hydroxyd, geeignete B-Verbb. H_2BO_3 , B_2O_3 u. Borate wie Borax. Die Ausgangsverbb. werden mit H_2O zu einer Paste angerührt u. bis zum Schmelzen erhitzt. Die Schmelze wird bis etwa 650° oder höher erhitzt, bis die Nebenprod. abgetrieben sind. Der Rest wird in einer großen Menge dest. W. abgelöscht u. dann annähernd 1 Stde. gekocht, filtriert, gewaschen u. getrocknet. (A. P. 2 363 187, ausg. 21/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3299.) ROICK

△ Alan Kissock, *Gewinnung eines Molybdats und von Tonerde aus ausgebrauchten Katalysatoren*. Der Molybdat u. Al_2O_3 enthaltende Katalysator wird zur Bindung des Mo mit einer ausreichenden Menge eines Alkalimetallsalzes behandelt. Die Mischung wird in der Luft so erhitzt, daß sich ein lösl. Molybdat des Alkalimetalles u. Al_2O_3 bildet. (A. P. 2 367 506, ausg. 16/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3403.) HAUSWALD

III. Elektrotechnik.

W. F. Davidson, *Fortschrittsbericht über die Alterung von Kabelisolationen unter erhöhter Temperatur*. Nachdem im Vorjahr ein Bericht über den Einfl. von höherer

Temp. auf die Papierisolation von Hochspannungskabeln für die Versuchsdauer von $4\frac{1}{2}$ u. 9 Monaten gegeben wurde, folgt nun die Mitt. einiger Untersuchungsergebnisse für 15 u. 24 Monate. Es werden die durch Auftragen der jeweils gemessenen Werte des Leistungsfaktors gegen die Anfangswerte erhaltenen Kurven diskutiert. Die Alterungstemp. war 100° . Ein abschließendes Urteil kann erst nach Beendigung der Verss. gegeben werden. (Electr. Engng. 60. 25. Jan. 1941.) FLASCHKA

Paul Cloke, L. A. Philpott und F. H. Stetson, *Der Einfluß der Elektrodenoberfläche auf den dielektrischen Durchschlag*. Die Unterss. wurden an schwarzgestrichenem Batist von 10 mm Dicke mit einem Spannungsanstieg von 83—1000 V/Sek. ausgeführt. Die Proben waren während der Prüfung in Transformatoröl getaucht. Der Geschwindigkeitsanstieg der Spannung u. des Energieflusses wurde als beherrschender Faktor für den Durchschlag erkannt. (Electr. Engng. 60. 26. Jan. 1941.) FLASCHKA

J. B. Whitehead und M. R. Shaw jr., *Gasentladung in festen Isolatoren*. Nach der etwas abgeänderten Meth. von ARMAN u. STARR werden Proben von Isolationspapier mit eingeführten Luftblasen bekannter Größe geprüft. Unter gleichmäßigem Spannungsanstieg trat nach 72 Stdn. bei 679 V/mm Ionisation auf, die rasch anstieg. Mit fallender Spannung ist die Ionisation viel geringer als mit steigender. Bei konstanter Feldstärke von 400 V/mm nahm die Ionisation mit der Zeit ab u. erlosch schließlich gänzlich. Es wird gezeigt, daß konstante Spannung (niederer als der krit. Wert) die Ionisation zurückdrängt. Die Gründe werden diskutiert. (Electr. Engng. 60. 25—26. Jan. 1941.) FLASCHKA

Herman Halperin und O. B. Turbyfill, *Einwirkung von hoher Temperatur auf die Isolation ölgefüllter Kabel*. Zu experimentellen Zwecken wurden in Chicago drei ölgefüllte Kabel durch $8\frac{1}{2}$ Jahre auf abnormal hoher Temp. gehalten. Genaue Unters. der Eigg. wurde nach dieser Zeit durchgeführt. Eine nennenswerte Änderung des Leistungsfaktors war nach dieser Zeit nicht zu bemerken, gleichwohl die Erwärmung auf 100° getrieben war. Die höchstzulässige Temp. scheint weniger durch Änderung des Leistungsfaktors, als vielmehr durch Nachlassen der physikal. Eigg. des Papiers gegeben zu sein. Demnach scheint die Grenze bei 100° zu liegen. (Electr. Engng. 60. 24—25. Jan. 1941.) FLASCHKA

W. A. Del Mar, J. H. Palmer und E. J. Merrell, *Fortschrittsbericht über Elektrodenmaterial und Ölstabilität unter elektrischer Entladung*. Der Einfl. der Wahl von Öl u. Metall auf die Haltbarkeit von Kabeln wird untersucht. Die relative Ölstabilität wird aus der Änderung des Leistungsfaktors u. der Gasentw. bestimmt. Die Unterss. werden an einem Öl A mit 10% Kolophonium u. einem ungebleichten Handelsprod. B niedriger Viscosität ausgeführt. Bei A zeigt das Elektrodenmaterial keinen Einfluß. Für B ist der Leistungsfaktor bei Kupfer 160 u. bei Silber 380% . Für andere Metalle wurde nachst. Reihenfolge ermittelt: Blei, Gold, Nickel, Zinn, Chrom u. Aluminium. Der Durchschnittsanstieg für A war nur 7,5% dessen von B. Mit A hergestellte Kabel zeigen bei längerem Gebrauch bessere Stabilität. (Electr. Engng. 60. 24. Jan. 1941.) FLASCHKA

W. N. Arquist, *Einige bei Stabilitätsprüfungen von ölprägnierten Papieren auftretende physikalische Erscheinungen*. Bei niedriger Voltzahl u. 60 Perioden wurden an vakuumprägnierten Papierblöcken (Blöcke mit 8 Schichten je 0,5 mm Kondensatorpapier, zwischen Aluminiumfolie) Leistungsfaktor- u. Kapazitätsmessungen vorgenommen sowie Einfl. von Alterung, Feldstärke, Thermokonvektion zwischen dem Öl im Becherglas u. Papier u. Diffusion in das Papier studiert. Die Ergebnisse sind: Durch Oxydation tritt Verschlechterung des Öles an der Oberfläche auf. Durch Diffusion dringen die Oxydationsprodd. in das Papier ein u. bewirken ein Ansteigen von Leistungsfaktor u. Dielektrizitätskonstante. Ein Gleichgewicht tritt hierbei nicht auf, da die Oxydation fortlaufend weitergeht. Die Verteilung der Oxydationsprodd. wird durch die Anwesenheit elektr. Felder begünstigt, da es sich bei den entstandenen Stoffen um stark polare Substanzen handelt. (Electr. Engng. 60. 24. Jan. 1941.) FLASCHKA

Sidney X. Shore, *Die Herstellung von Schwingquarzen*. Als Ätzmittel zur Herst. von dünnen Quarzplättchen nennt Vf. außer Flußsäure noch Ammoniumbifluorid. Die Auflösung geht dabei in den verschied. Krystallrichtungen verschied. schnell vor sich. Durch Beobachtung des an den entstehenden Ätzflächen reflektierten Lichtes kann man die für bestimmte Zwecke, z. B. der Hochfrequenztechnik, günstigsten Schnitte ermitteln. Im Einzelnen wird dann die techn. Fertigung geeigneter Krystallplättchen beschrieben, wie sie als Frequenznormale benötigt werden. (Communications [New York] 1944. 46—52. 79. 80. Jan.) RUSSE

C. Zellweger, *Dimensionierung der Selengleichrichter-Elemente bei Batterie-Ladung*. Vf. weist darauf hin, daß Gleichrichterelemente in Batterieladekreisen prakt. unbegrenzte Lebensdauern zeigen, wenn bestimmte Vorsichtsmaßnahmen berücksichtigt werden. Die Ladekreise sind mit einem zusätzlichen Strombegrenzungsglied (bei kleinen Leistungen Ladewiderstand, bei größeren Ladedrosselspule) auszurüsten, um einen maximal zulässigen „Formfaktor“ zu fixieren u. andererseits den durch Netzüberspannung bedingten Überstrom zu begrenzen. Der Formfaktor k_b wird bestimmt durch das Verhältnis ϵ der Batteriegegenspannung zum Scheitelwert der Wechselspannung. Die Erfahrung lehrt, daß die Gleichrichterelemente günstigst ausgenutzt werden, wenn $k_b = 1,3$ gemacht wird, ϵ wird dann gleich 0,435. Zum Schluß werden Berechnungsbeispiele gebracht. (Bull. schweiz. elektrotechn. Ver. 35. 610—12. 18/10. 1944. Zürich.)
REUSSE

○ Edward G. Budd Mfg. Co., übert. von: Joseph Winlock und John J. Mac Kinney, Philadelphia, Pa., V. St. A., *Schweißelektrode*. Sie besitzt eine gekrümmte Elektroden spitze mit einem Bogenradius von 1—2 $\frac{1}{2}$ Zoll u. einer Radiuslänge, die 3—8 mal den Durchmesser der Elektroden spitze ausmacht. — Zeichnung. (A. P. 2 322 101 vom 3/2. 1942, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)
M. F. MÜLLER

C. Lorenz Akt.-Ges., Berlin-Tempelhof, *Bedeckung von Metallkörpern mit einer Isolationsschicht*. Die Schicht wird mittels Elektrophorese einer Suspension erzeugt, deren Teilchen in der Größenordnung von 1—0,05 μ liegen. Die Suspension, der man einen Peptisator zufügen kann, kann durch (fraktioniertes) Schlämmen, Filtrieren, Sedimentieren, Zentrifugieren erhalten werden. (Schwz. P. 231 127 vom 15/1. 1942, ausg. 1/6. 1944. D. Prior. 2/3. 1941.)
STREUBER

△ General Electric Co., übert. von: Frank M. Clark, *Isoliermasse*. Die charakterist. Bestandteile der M. sind *Tetrachlor-o-nitrobiphenyl* u. *Pentachlorbiphenyl*. Diese Verb. werden halogenierten Aryl-KW-stoffen in Mengen bis zu 1% zugesetzt u. sollen ihre therm. Zerstörung verzögern. (A. P. 2 358 627 u. 2 358 628, ausg. 19/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1484.)
KALIX

○ Westinghouse Electric & Mfg. Co., East Pittsburgh, übert. von: Clarence W. Dodds, Sharon, Pa., V. St. A., *Herstellung eines isolierten elektrischen Leiters* zur Verwendung in dielektr. Flüssigkeiten. Auf den Leiter wird eine Isolierschicht aufgebracht, die für die dielektr. Fl. durchlässig ist. Darüber kommt eine Isolierschicht, die ein Bindemittel enthält, das für die dielektr. Fl. undurchlässig ist. Die Winkelschichten werden so aufgebracht, daß Zwischenräume entstehen, durch die die dielektr. Fl. eindringen kann bis zu der flüssigkeitsdurchlässigen Isolierschicht. — Zeichnung. (A. P. 2 314 694 vom 6/1. 1942, ausg. 23/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.)
M. F. MÜLLER

—, *Luftraumisoliertes koaxiales Kabel mit einem Innenleiter, der mittels eines schraubenförmig gewundenen Abstandhalters aus polymerisiertem Styrol innerhalb des Außenleiters konzentrisch gehalten ist*. Der Abstandhalter besteht aus einem Gemisch von zwei Polymerisationsprod., von denen eines bei einer Temp. unter 100° u. das andere bei einer Temp. über 100° polymerisiert ist. Das Polystyrol kann durch Zusatz von Gummi plast. gemacht werden. (D. R. P. 747 694 Kl. 21c vom 28/11. 1935, ausg. 9/10. 1944.)
STREUBER

○ Okonite-Callender Cable Co., Inc., übert. von: Harry L. Beede, Fort Lee, N. J., V. St. A., *Elektrisches Kabel*, welches mit einer Isolierfl. imprägniert ist, die den Kabelkern umgibt. Der Drahtkern des Kabels ist von einer rohrähnlichen Metallhülle umgeben, die die Isolierfl. von dem inneren Kern fern hält. — Zeichnung. (A. P. 2 315 039 vom 3/10. 1941, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.)
M. F. MÜLLER

○ International Standard Electric Corp., New York, übert. von: Thomas Robertson Scott, London, *Elektrisches Kraftkabel*, bestehend aus einem elektr. Leiter, der mit einem Zinnüberzug versehen ist. Um den Leiter herum ist eine Metallschicht, die mit Kautschukvulkanisat überzogen ist. Der Außenmantel besteht aus Isoliermaterial, einer mit Vulkanisat versehenen Metallschicht u. mit Messing überzogenen Bleistreifen. — Zeichnung. (A. P. 2 316 293 vom 26/3. 1940, ausg. 13/4. 1943. E. Prior. 20/6. 1939. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 13/4. 1943.)
M. F. MÜLLER

△ Stackpole Carbon Co., übert. von: Erle I. Shobert II und Alfred J. Schutz, *Elektrische Kontakte*. Staubförmiges Kontaktmetall, wie Ag, wird mit 9—11% CdO vermischt. Die Mischung wird in einer N-Atmosphäre bei Temp. zwischen 1200 u. 1600° F (650 u. 870° C) zusammengebacken, wobei die eine Seite der zusammengebackenen Teilchen

reduzierenden Bedingungen ausgesetzt wird, um das CdO auf der anderen Seite zu reduzieren. (A. P. 2 360 522, ausg. 17/10. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1361.)
HAUSWALD

△ P. R. Mallory & Co., übert. von: Franz R. Hensei und Earl I. Larsen, *Elektrisches Kontaktmaterial*. Das Kontaktmetall besteht aus Ni- oder Co-Teilchen, die mit Pd, Pt oder Rh überzogen sind. Die überzogenen Teilchen werden mittels Cu, Ag oder Au miteinander verbunden. (A. P. 2 358 326, ausg. 19/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1387.)
HAUSWALD

Fides Gesellschaft für die Verwaltung und Verwertung von gewerblichen Schutzrechten m. b. H., Berlin (Erfinder: L. Krampe), *Hülsenverbindung für dünne Drähte*. Dünne elektr. Leitungsdrähte aus verschied. Metallen, bes. Al u. Cu, mit bis zu 1 mm Durchmesser werden mit den Enden in eine Fe-Hülse gesteckt, die einen etwas weiteren Querschnitt aufweist, u. dann so durch Schweißen vereinigt, daß die Schmelze des leichter schmelzenden Metalls den gesamten Hülsenraum erfüllt. (Schwed. P. 111 597 vom 13/1. 1944, ausg. 29/8. 1944. D. Prior. 17/1. 1942.)
J. SCHMIDT

Nicolas Slommesco-Bangerter, Bienne, Schweiz, *Schleifkohle*. Aus Kienruß u. einer kleinen Menge von viscosen KW-stoffen, wie Paraffinöl, Tetralin, wird eine Paste hergestellt, die in einem Strom von organ. Dämpfen, die reich an Kohlenstoff sind, hoch erhitzt wird. Hierzu dient ein Porzellanrohr, das im elektr. Ofen auf etwa 1950° gebracht wird. Nach 12std. Erhitzung ist das Prod. fertig. Für seine Verwendung wird das Erzeugnis pulverisiert u. in W. gewaschen. Die Härte der einzelnen Partikelchen nähert sich der von Diamant. (Schwz. P. 232 109 vom 26/5. 1942, ausg. 1/8. 1944.)
HAUSWALD

Comp. Générale d'Électricité S. A., Paris, Frankreich, *Elektrodengitter für Bleisammler mit verbessertem Modul Bruchbelastung/Einheitsdehnung*. Man verwendet ternäre Bleilegierungen mit einem Geh. von 3–4(%) Sb u. 2–5 Sn, die einer therm. Behandlung unterworfen werden, bei der die Legierung nach dem Erwärmen auf 200° plötzlich in W. von Raumtemp. eingetaucht wird. (D. R. P. 747 964 Kl. 21b vom 13/5. 1939, ausg. 23/10. 1944.)
STREUBER

Accumulatoren-Fabrik A.G., Berlin (Erfinder: Friedrich Schneider, Hagen, Westf.), *Absperrventil für (alkalische) Sammler mit einer zwischen zwei feinporigen Platten derart angeordneten Hg-Schicht*, daß bei der Normal- u. Seitenlage des Sammlers die in dem Akkumulator sich entwickelnden Gase ungehindert austreten können. Die feinporigen Platten bestehen aus einer Fritte eines vom Elektrolyten unangreifbaren, flüssigkeitsabweisenden bzw. eines mit einem die Elektrolytl. abweisenden u. von dieser unangreifbaren Stoff überzogenen Kunststoffes (Polystyrol). (D. R. P. 747 244 Kl. 21b vom 13/8. 1939, ausg. 15/9. 1944.)
STREUBER

— (Erfinder: Edgar Haverbeck, Berlin), *Sammlerscheider aus übereinanderliegenden Schichten aus Glaswolle und kleinstückigen, porösen Füllstoffen (für Anlasserbatterien von Kraftwagen)*. Dünne Schichten aus Glaswolle u. kleinstückigem Holz liegen abwechselnd ohne Anwendung von unlösl. Bindemitteln übereinander, oder der ganze Scheider besteht aus einer Mischung beider Stoffe. Die Ränder des Scheiders sind verfestigt bzw. eingefaßt. (D. R. P. 747 692 Kl. 21b vom 29/9. 1938, ausg. 9/10. 1944.)
STREUBER

* Thomas Tyrer & Co. Ltd. und Pearce Siges Ltd., übert. von: Horace H. Snook, *Lumineszenzschicht*. Die Schicht enthält Cadmium-Beryllium-Metasilicat u. einen Aktivator wie z. B. MnO₂. (E. P. 568 789, ausg. 20/8. 1945.)
KALIX

○ Bell Telephone Laboratories, Inc., New York, übert. von: Elmer A. Thurber, Brooklyn, N. Y., V. St. A., *Elektronen emittierender Körper*. Er besteht aus einem Metallkern u. einer Überzugsmasse, die aus einem Elektronen emittierenden Stoff u. einem vollständig nitririerte Cellulose enthaltenden Bindemittel besteht. (A. P. 2 352 137 vom 18/12. 1941, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.)
STREUBER

Soc. An. pour les Applicatoinis de l'Electricité et des Gaz rares Etablissements Claude-Paz & Silva, Paris (Erfinder: R. Penon und P. Lemaigre), *Herstellung emittierender Elektroden für elektrische Entladungsröhren*. Zwecks Herst. gleichmäßiger Emissionsoberflächen bringt man auf die Elektrodenunterlage ein homogenes Gemisch aus Ba(OH)₂ mit 1–1,1, bes. 1,03–1,07 Mol W. auf. Dann wird unter solchen Bedingungen entwässert, daß hierbei keine fl. Phase entsteht. Das wasserhaltige Barytgemisch wird entweder aus Ba(OH)₂·8H₂O durch vorsichtiges Entwässern bei von etwa 70 bis

125° steigenden Temp., ebenfalls unter Vermeidung der Bldg. einer fl. Phase, gewonnen. Man kann aber auch von reinem Ba(OH)₂ ausgehen u. vorsichtig W. in der erforderlichen Menge anlagern. (Schwed. P. 111 479 vom 4/1. 1943, ausg. 15/8. 1944. F. Prior. 15/1. 1942.)

J. SCHMIDT

— (Erfinder: **Erich Schantl, Walter Schnabel und Wolfram Uhlmann**, Berlin), *Stabförmig ausgebildete und auf ihrer Stirnseite die emittierende Schicht tragende, mittelbar geheizte Kathode für Braunsche Röhren*. An einem stabförmigen Körper aus Isolierstoff ist ein von Isolierstoff umschlossener zylindr. Raum vorgesehen, in dem sich der gewendelte Heizdraht befindet u. auf den eine an ihrer Stirnseite die emittierende Schicht tragende topfförmige Metallkappe aufgeschoben ist. (D. R. P. 749 662 Kl. 21g vom 26/2. 1937, ausg. 29/11. 1944.)

STREUBER

— (Erfinder: **Theo Volk, Kurt Langer und Willy Nürnberg**, Berlin), *Gesockeltes elektrisches Entladungsgefäß, insbesondere Sende- oder Verstärkeröhre und dazugehörige Fassung*. Die gesockelte Röhre weist am Umfang zwei Führungsnasen auf, die, von der Röhrenachse aus gesehen, einen bestimmten, für die Röhre kennzeichnenden Winkel einschließen. Die Fassung ist aus zwei gleichachsigen Teilen zusammengesetzt, von denen jeder eine Führungsrinne für eine der Nasen aufweist. Beide Fassungsteile sind in einer solchen Stellung unlösbar miteinander verbunden, daß die Führungsrinnen denselben Winkel miteinander einschließen wie die Nasen. (D. R. P. 749 660 Kl. 21g vom 28/6. 1941, ausg. 30/11. 1944.)

STREUBER

Patentverwertungs-G. m. b. H., Berlin (Erfinder: **G. Engelhardt und C. v. Kerczek**), *Metallampfgleichrichter*. Die Schwierigkeit, die vom metall. Gleichrichterkörper isoliert angeordnete Kathode gut zu befestigen, wird hier beseitigt durch eine zwischen den sich überlappenden Kanten des Gleichrichterkörpers u. der Kathode befindliche Glasschmelze, die aber nur einen schmalen, freilich ziemlich dicken Ring bilden darf u. vor allem die freien Enden der Metallkanten freilassen muß. (Schwed. P. 109 438 vom 15/3. 1941, ausg. 4/1. 1944. D. Priorr. 15/3. 1940 u. 31/3. 1941.)

J. SCHMIDT

○ **Union Switch & Signal Co.**, Swissvale, Pa., V. St. A., übert. von: **Leslie Ernest Thompson und Alexander Jenkins**, London, England, *Selengleichrichter*. Die Gegen-
elektroden aus Sn, Cd oder einer Legierung aus beiden mit einem kleinen Tl-Geh. werden durch einen kleinen Hg-Zusatz verbessert. (A. P. 2 328 179 vom 12/2. 1943, ausg. 31/8. 1943. E. Prior. 2/9. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 31/8. 1943.)

STREUBER

IV. Wasser. Abwasser.

Heinz Hoek, *Leistungssteigerung von Wasserentkeimungsfiltern mit Kieselgurkerzen*. Die Laufzeiten keram. Entkeimungskerzen werden durch Korngröße, Struktur u. Menge der Verunreinigungen des W. sehr verschied. beeinflusst. Sand, auch in ziemlich feiner Körnung, hat kaum Wrkg., dagegen verursachen schleimige, sich in den obersten Poren absetzende Stoffe raschen Leistungsrückgang, der häufige Reinigung erfordert. Grundwasser mit gelösten Fe- u. Mn-Salzen scheiden diese in der Porenmasse ab, was durch Vorenteisung u. -entmanganung verhindert wird. An Stelle der nun in Verb. mit Flockung wirksamen Vorschaltung von Kiesfiltern wird durch Bldg. von Vorfiltern auf den Kerzen selbst mit Hilfe von Anschwemmsschichten aus aufbereiteter Kieselgur, die durch laufenden Zusatz zum W. erneuert werden, eine 5–10fache Steigerung der Laufzeit erzielt. Zur gleichzeitigen Entfärbung u. Geschmacksbeseitigung wird ein bes. auf Kieselgurbasis hergestelltes, hochadsorptive Gele enthaltendes Anschwemmmaterial empfohlen. (Gas- u. Wasserfach 87. 145–48. 2/10. 1944. Celle.)

MANZ

L. A. Allen, T. G. Tomlinson und Irene L. Norton, *Wirkung der Reinigung auf Trophkörpern auf die Keimzahlen*. Vergleichende chem. u. bakteriolog. Unterss. an Zu- u. Ablauf einer mit 0,36 cbm/cbm/Tag beaufschlagten einfachen bzw. der vierfachen Menge beschickten täglich wechselseitig betriebenen doppelten Trophkörperanlage. Die Agarkeimzahlen bei 37° waren immer niedriger als die bei 20 u. 30°. Coli-artige Keime machen nur einen kleinen Anteil der bei 37° wachsenden Keime aus. Der beträchtlichen Minderung von Sauerstoffzehrung u. KMnO₄-Verbrauch entspricht nur bei dem einfachen schwächer belasteten Trophkörper eine niedrige Keimzahl, dagegen ist der Ablauf des ersten Doppelkörpers in der kalten Jahreszeit keimreicher als der Zulauf, der Ablauf des zweiten Doppelkörpers enthält wesentlich mehr Keime als der Ablauf des einfachen Körpers. Die chem. Beschaffenheit des Ablaufes gestattet keinen Rückschluß auf die bakteriolog. Befunde. Im geklärten Abwasser sind die Keimzahlen im Sommer höher als im Winter. (Munic. Engng., sanit. Rec. munic.

Motor 114. 267—69. 7/12. 1944. Dep. of Scientific and Ind. Res., Water Pollution Res. Staff.) MANZ

L. A. Allen, T. G. Tomlinson und Irene L. Norton, *Wirkung der Reinigung auf Tropfkörpern auf die Keimzahlen*. Inhaltlich ident. mit der vorst. ref. Arbeit. (Surveyor Munic. County Engr. 103. 585—87. 1/12. 1944.) MANZ

K. Kellermann und K. Griebel, *Neuzeitliche Wasseraufbereitung mit Phosphaten, insbesondere polymeren Phosphaten*. Verss. über die Verhinderung der Nd.-Bldg. in künstlichen carbonatharten Wässern bei geringen Zusätzen polymerer Phosphate unter Berücksichtigung der Beeinflussung der Krystallisationsvorgänge. Das im Vgl. zu Hexametaphosphat gepörfte Tripolyphosphat zeigt in der ersten Stde. gleichartige Wrkg., verhindert aber nach 80 Stdn. die schlagartige Abscheidung größerer Nd.-Mengen nicht. In der für die Kühlwasserbehandlung üblichen niedrigen Konz. geht Tripolyphosphat bei Raumtemp. allg., bes. in neutraler Lsg., rascher in die Orthoform über als Metaphosphat. 10 mg/l. Hexameta- u. 15 mg/l. Tripolyphosphat verhalten sich stabiler als 2 bzw. 3 mg/l. (Wärme 67. 77—90. April/Mai 1944. Aachen, TH, Köln, TÜV.) MANZ

James H. Edmondson, *Zukunft der Abwasserbeseitigung*. Überblick über Nachkriegsprobleme des Baues von Kläranlagen in Hinblick auf Wohnungsbeschaffung u. techn. Neuerungen an hochbelasteten Tropfkörpern, Dungschlammverwertung. (Surveyor Munic. County Engr. 103. 609—10. 15/12. 1944. Inst. of Sewage Purification.) MANZ

S. C. Pillai und V. Subrahmanyam, *Rolle der Protozoen bei der aeroben Abwasserreinigung*. Aus Schleimmassen an den Seitenwänden eines Belebungsbeckens durch wiederholtes Zentrifugieren u. Züchtung in steriler Abkocung von Fäkalstoffen unter gleichzeitiger starker Belüftung erhaltene bakterienfreie Protozoen (*Eristylis* sp.) zeigten bei Abwasser gleiche Reinigungswrkg. wie Belebtschlamm. Die Wrkg. geht durch Erhitzen auf 50°, Zusatz selektiv auf Protozoen wirkender Farbstoffe, Methyleneblau, Acridingelb, Zusatz von Chironomuslarven oder keimender Hefe verloren. (Nature [London] 154. 179—80. 5/8. 1944. Bangalore, Dep. of Biochemistry, Indian Inst. of Science.) MANZ

○ Sunshine Mining Co., Yakima, Wash., übert. von: Alexander Goetz, Pasadena, Calif., V. St. A., *Herstellung von Trinkwasser aus NaCl- und MgCl₂-haltigem Salzwasser*. Die Cl⁻-Ionen werden durch Silberoxyd u. Silbercarbonat ausgefällt, u. das dabei entstandene NaOH u. Na₂CO₃ wird durch eine ungiftige schwache organ. Säure neutralisiert. (A. P. 2 322 689 vom 4/8. 1942, ausg. 22/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 22/6. 1943.) LEHMANN

△ Blockson Chemical Co., übert. von: Charles S. King, *Glasige Phosphate zur Behandlung von Wasser*. Eine Mischung von 23 g 85% ig. H₃PO₄, 5,89 g NaOH, 1,62 g 97% ig. Mg(OH)₂ wird für 1 Stde. auf 800—850° erhitzt. Die Schmelze wird schnell abgekühlt u. das klare Glas mit Metallmetaphosphat vermischt. Eine ähnliche Mischung kann durch Erhitzen von 23 g 85% ig. H₃PO₄, 7,10 g NaOH u. 0,78 g Al(OH)₃ auf 900° für 1 Stde. u. nachfolgendes rasches Kühlen erhalten werden. Die Systeme P₂O₅-MgO-Na₂O-K₂O u. P₂O₅-MgO-Na₂O wurden auf Hygroskopizität, Festhalten des Ca-Ions u. Verzögerung des CaCO₃-Nd. durch die Prodd. gepörf. Die Kontrolle der Art der Lsg. u. der Hygroskopizität dieser Polyphosphate wird durch Änderung der Zuss. ermöglicht. (A. P. 2 370 472, ausg. 27/2. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3386.) HAUSWALD

△ Blockson Chemical Co., übert. von: Charles S. King, *Wasserbehandlung*. Glasige Phosphate oder Polyphosphate werden zum Weichmachen von W. benutzt. Die charakterist. Eigg. der Polyphosphate in physikal. u. chem. Beziehung werden in bezug auf ihre Verwendung zur Behandlung von Haushaltswaschwasser u. Industrierwasser, die u. a. zur Dampferzeugung dienen, beschrieben. (A. P. 2 370 473, ausg. 27/2. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3386.) HAUSWALD

Magno-Syn-Werk, Oskar Ritschel, Duisburg, *Herstellung von Rostschutzüberzügen in Wasserleitungsrohren*. Man leitet das W. vorher durch eine Schicht aus einem Gemisch aus alkal. reagierenden Erdalkaliverbb., z. B. von aus erdalkalihaltigen Gesteinen (Marmor, Kalkstein, Dolomit, Magnesit) gewonnenen Carbonaten oder Oxyden u. Erdalkaliphosphaten. Es bildet sich dann in den Leitungsrohren ein korrosionsfester Überzug aus Rost u. Erdalkalicarbonaten u. -phosphaten. (N. P. 67 536 vom 17/2. 1942, ausg. 6/3. 1944. D. Prior. 28/11. 1941.) J. SCHMIDT

○ Reconstructoin Finance Corp., Chicago, Ill., übert. von: Eric Geertz und Charles A. Getz, Glen Ellyn, Ill., V. St. A., *Regelung der Kohlensäurezufuhr für die Herstellung*

kohlensäurehaltiger Wässer. Die CO_2 wird als Gas aus einem wärmeisolierten Vorratsbehälter für fl. CO_2 entnommen u. nach Erwärmung dem Sättiger zugeführt; dabei wird der Druck der in den Zuführleitungen verbleibenden CO_2 innerhalb eines verhältnismäßig engen Bereichs gehalten, während die für die Erwärmung der CO_2 erforderliche Wärme in solchen Mengen zugeführt wird, die die bei der Entnahme der CO_2 auftretende Abkühlung ausgleichen. (A. P. 2 322 625 vom 11/9. 1941, ausg. 22/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 22/6. 1943.) LEHMANN

○ **Reconstruction Finance Corp.,** Chicago, Ill., übert. von: **Charles A. Getz,** Glen Ellyn, Ill., V. St. A., *Regelung der Kohlensäurezufuhr für die Herstellung kohlensäurehaltiger Wässer.* Die CO_2 wird aus einem wärmeisolierten Vorratsbehälter für fl. CO_2 solange als Gas entnommen, bis infolge der Abkühlung der Druck im Vorratsbehälter einen bestimmten Mindestwert angenommen hat, dann solange als Fl., bis der Druck im Vorratsbehälter infolge Wärmeaufnahme einen bestimmten Höchstwert erreicht hat; diese Betriebsweise wird während der ganzen Entnahme der CO_2 fortgesetzt, gasförmige u. fl. CO_2 werden im Gegenstrom zu dem zu sättigenden W. geführt, welches die gasförmige u. fl. CO_2 in überhitzten CO_2 -Dampf verwandelt, der in den Sättiger gelangt. (A. P. 2 322 627 vom 18/11. 1940, ausg. 22/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 22/6. 1943.) LEHMANN

V. Anorganische Industrie.

D. D. Howat, *Thermische Verfahren zur Gewinnung von Wasserstoff.* Besprochen wird die großtechn. Darst. von H_2 aus Eisen u. W.-Dampf, aus Wassergas sowie aus Naturgasen (Cracken von CH_4) nebst Reinigung von CO_2 u. H_2S auf Grund der neueren Patentliteratur. (Chem. Age 51. 539—42. 561—65 u. 581—86. 9/12. 1944.)

HENTSCHEL

—, *Chlordioxyd. Ein neues fabrikmäßiges Verfahren.* Es werden techn. u. industriell verwertbare Methoden zur Darst. von Chlordioxyd besprochen, bei denen die Möglichkeit besteht, den Chlordioxydstrom nach Bedarf zu regeln. Zwei Methoden werden als brauchbar erkannt. Während bei einer ClO_2 durch Einleiten von Chlor in eine wss. Lsg. von Natriumchlorit erhalten wird, läßt man bei der zweiten Meth. trockenes Chlor auf festes Natriumchlorit einwirken ($\text{NaClO}_2 + \text{Cl}_2 \rightarrow \text{NaCl} + 2\text{ClO}_2$). Diese Rk. verläuft bei Zimmertemperatur. Beim Erhitzen entsteht statt Chlordioxyd Chlorat. Für beide Methoden werden die großtechn. Anlagen beschrieben. (Chem. Age 51. 247—49. 256. 9/9. 1944.)

KORKISCH

T. M. Oza, *Reine Kohle aus Rohrzucker.* Nach der Meth. von KING (J. chem. Soc. [London] 1933. 843) wurde eine reine Kohle hergestellt. Große Rohrzuckerkrystalle wurden in einer Porzellanschale verkohlt, die erhaltene Kohle 7 Stdn. lang im Hochvakuum auf 500° u. darauf im Cl -Strom auf 500° erhitzt. Durch eine Schicht der erhaltenen Kohle wurde dann bei Zimmertemp. eine Stde. lang u. weiter bei 500° eine Stde. lang ein H_2 -Strom durchgeleitet. Die Kohle wurde darauf im Pt-Tiegel mit HF behandelt, getrocknet, stark erhitzt, in reine konz. HCl gebracht u. 1 Stde. lang gekocht. Nach Verdünnen mit viel W. wurde die Kohle filtriert, gewaschen u. getrocknet. Es wurde so eine Kohle mit einem Aschegeh. von 0,07% erhalten. Durch eine weitere Behandlung mit HF usw. wurden die mineral. Bestandteile vollständig entfernt. (J. Indian chem. Soc. 21. 38. Jan. 1944. Dharwar, Karnatak Coll.)

POETSCH

I. W. Silva und **I. E. Chenevey,** *Spezifisches Gewicht von Aluminiumsulfat-Lösungen.* Angabe der Daten der D. der Lsgg. von Al-Sulfat innerhalb eines Konzentrationsbereiches von 0 bis zum Sättigungspunkt u. eines Temperaturbereiches von 15 — 105° . (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 37. 1016—18. Okt. 1945.)

SCHWECHTEN

Austin F. Rogers und **Francis J. Sperisen,** *Amerikanischer synthetischer Smaragd.* Die erste Synth. von Smaragd stammt von HAUTEFEUILLE u. PERREY (1888). Die I. G. Farbenindustrie (Bitterfeld) stellte 1930 den sog. Igmerald her. In U.S.A. gelang es 1935 CHATHAM, den ersten künstlichen Smaragd herzustellen. Die Fabrikationsmeth. ist nicht veröffentlicht. In der Farbe sind die künstlichen Smaragde denen der columbianischen Vorkommen ähnlich. Zum Teil sind die einzelnen Krystalle sehr dünn, kurzprismat., gut entwickelt (10 $\bar{1}0$), (1120), (0001), auch (hOhl), zum Teil mit Vicinalflächen. — Ein Basisschnitt zeigt gut entwickelte zonare Struktur, zwischen gekreuzten NIKOLS Doppelbrechung. An Längsschnitten lassen sich opt. Anomalien u. Pleochroismus beobachten. $n_\alpha = 1,573$; $n_\gamma = 1,578$; $n_\gamma - n_\alpha = 0,005$. Die Indices sind höher als beim Igmerald, dagegen sehr ähnlich denen der russischen Smaragde

vom Ural. Spezif. Gew. = 2,667. Die von CHATHAM hergestellten Smaragde weisen zwei Arten von Einschlüssen auf: 1. Schwärme von dunkelroten isotropen Krystallen mit hohem Relief, 2. sog. „courtains“ (Vorhänge) von fl. Gaseinschlüssen, welche als gute Unterscheidungsmerkmale vom natürlichen Smaragd dienen u. in der Arbeit durch ausgezeichnete Abbildungen gezeigt werden. — Die chem. Analyse ergab in %: SiO_2 64,30, Al_2O_3 18,65, BeO 13,20, Fe_2O_3 0,30, Cr_2O_3 2,00, CaO 0,73, MgO 0,10, K_2O 0,21, Na_2O 0,56, H_2O 0,14, TiO_2 0,05. — Spektrograph. Unterss. zeigten gute Linien für Al, Be, Si, helle für Cr, Mg, Ti, schwache für Ca, Cu, Na. Die künstlichen geschliffenen Smaragde sind trotz ihrer Kleinheit von guter Qualität. — Als Begleitmineralien wurden farblose Phenakitkrystalle (Be_2SiO_4) identifiziert. (Amer. Mineralogist 27. 762—68. Nov. 1942. Stanford Univ. u. San Francisco, Calif.)

RÖSING

△ Imperial Chemical Industries Ltd., übert. von: Ronald B. Mooney und Godfrey E. Wentworth, *Chlorsulfonsäure*. Die Säure wird kontinuierlich durch Vermischen eines HCl enthaltenden Gasstromes mit einem SO_3 enthaltenden Gasstrom bei 20—40° hergestellt. Man wählt hierbei die Mengen derart, daß SO_3 im Überschuß vorhanden ist. Man kühlt das Gasgemisch auf nicht über 110° ab, trennt die kondensierte Chlorsulfonsäure ab u. behandelt das Kondensat mit dem HCl enthaltenden Gasstrom, der dann wiederum mit dem SO_3 -Gasstrom gemischt wird. (A. P. 2 377 642, ausg. 5/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3636.)

SCHWECHTEN

○ Canadian Copper Refiners Ltd., Montreal, Quebec, Canada, übert. von: Charles W. Clark, Montreal, Quebec, Canada, *Gewinnung von Selen als Selenige Säure aus Schlämmen der elektrolytischen Kupferraffination*. Die Schlämme werden zunächst unter Vermeidung einer Dest. des Se bei ungefähr 400° F (205° C) mit Schwefelsäure behandelt, wobei das gesamte Se in SeO_2 übergeht; unter Rösten des Reaktionsprod. wird dann die SeO_2 abgetrieben u. als Kondensat aufgefangen. (A. P. 2 322 348 vom 26/3. 1941, ausg. 22/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 22/6. 1943.)

LEHMANN

Stora Kopparbergs Bergslags Aktiebolag (Erfinder: K. N. Cederquist), *Hydrazin* wird durch Behandeln von NH_3 , *Harnstoff* oder einem ihrer Derivv. u. *Hypochlorit* in einer Lsg. erhalten, die Abfallaure aus der Celluloseherst. nach dem Sulfit-, Natron- oder Sulfatverf. enthält. Die Abfallaure kann durch Lignosulfonsäuren oder Alkalilignin ersetzt werden, die durch Behandeln der Lauge mit CO_2 erhalten werden. (Schwed. P. 115 217, ausg. 23/10. 1945.)

ROICK

△ Commercial Solvents Corp., übert. von: Philip F. Tyron, *Ammoniumchlorid*. Ein Gemisch, das wss. HCl, NH_4 -Sulfat u. einen niedrigen aliphat. Alkohol enthält, wird erhitzt, z. B. auf 70°. Hierauf kühlt man so weit ab, daß NH_4 -Chlorid ausfällt u. trennt dieses ab. (A. P. 2 377 193, ausg. 29/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3637.)

SCHWECHTEN

△ Socony-Vacuum Oil Co., übert. von: Leonard C. Drake und Louis P. Evans, *Oxyd-gele*. Anorgan. Gele werden durch Einleiten von Dämpfen flüchtiger Salze der III. oder IV. Gruppe des Period. Syst. zusammen mit einem inerten Trägergas in das gut durchgerührte alkal. Reagens erzeugt. Durch die Anwendung eines inerten Gases wie N_2 wird das Problem der Verhinderung der vorzeitigen Hydrolyse gelöst. Gemischte Gele können durch Verwendung von Na-Silicat oder -Aluminat oder deren Mischungen erhalten werden. Ein Strom von N_2 wird durch TiCl_4 bei 99° geleitet u. dann in eine verd., stark umgerührte Lsg. von Na-Silicat geführt. Die Geschwindigkeit des Gasstromes wird so bemessen, daß alles TiCl_4 adsorbiert ist, bevor es die Oberfläche der Lsg. erreicht. Das erhaltene TiO_2 - SiO_2 -Gel wird abgetrennt, gewaschen u. getrocknet. (A. P. 2 378 290, ausg. 12/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3889.)

HAUSWALD

△ Philipps Petroleum Co., übert. von: Wm. N. Axe, *Wiedergewinnung von Borhalogeniden*. B-Halogenide werden aus diese enthaltenden Lsgg. durch Behandlung mit Äthern, die mit den Halogeniden Additions- oder Komplexverb. zu bilden vermögen, abgeschieden. Nach Abtrennen des B-Halogenid enthaltenden Äthers erhitzt man diesen, um das B-Halogenid in Freiheit zu setzen. Die verwendeten Äther entsprechen der Formel $\text{X}-\text{O}-\text{Y}$, in der X einen gegebenenfalls substituierten Alkylrest u. Y einen Alkyl- oder Arylrest bedeutet. Auch diese Reste können substituiert sein, z. B. durch Halogen, Alkoxygruppen oder veresterte Carboxylgruppen. Geeignete

Äther sind *Anisol*, *Phenetol* u. *2,2'-Dichlordiäthyläther*. (A. P. 2 377 396, ausg. 5/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3637.)

SCHWECHTEN

△ **Mathieson Alkali Works**, übert. von: **Homer L. Robson**, *Neutrales Calciumhypochlorit*. Schlämme von neutralen $\text{CaCl}(\text{OCl})$ -Krystallen mit ausgezeichneten Filtrierfähigkeiten werden erhalten, wenn in gleichmäßiger Weise zu einem Schlamm eines zweibas. Ca-Hypochlorits mit einer D. von 40—44° Tw. ein zuvor hergestellter Schlamm von neutralem $\text{CaCl}(\text{OCl})$ zugesetzt wird. Gleichzeitig wird Cl in diese Mischung in einem annähernd zum zugefügten zweibas. Schlamm äquivalenten Verhältnis eingeleitet. Der Geh. der Mischung an freiem CaO wird unter 1,5%, vorzugsweise bei etwa 0,5 Gew.-% gehalten. Die Temp. beträgt 15—20°. Das zweibas. Hypochlorit kann durch Chlorieren von $\text{Ca}(\text{OH})_2$ bis zur Bldg. einer klaren Fl., die von dem Schlamm mit der gewünschten D. abgetrennt wird, gewonnen werden. (A. P. 2 368 042, ausg. 23/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3888.)

HAUSWALD

△ **Keasby & Mattison Co.**, übert. von: **Lewis B. Miller**, *Magnesiumcarbonat aus Dolomit*. Dolomit wird bei verhältnismäßig niedriger Temp. calciniert. Das calcinierte Prod. wird in W. aufgeschlämmt u. bei 60—130° F (16—54° C) mit CO_2 behandelt zwecks Bldg. eines Nd. mit wenig CaCO_3 u. viel MgCO_3 . Die Krystalle werden mechan. abgetrennt. (A. P. 2 358 818, ausg. 26/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1517.)

HAUSWALD

△ **Aluminium Co. of America**, übert. von: **James W. Newsome** und **Ralph B. Derr**, *Tonerdeadsorbens*. Die Behandlung von bei 300—500° aktiviertem Al_2O_3 in einem Autoklaven in Ggw. von W. oder Dampf steigert die Adsorptionsfähigkeit für W. bei geringen Feuchtigkeiten u. erniedrigt den Verlust an Adsorptionsfähigkeit bei wiederholter Reaktivierung. Al_2O_3 , das aus einer wss. Lsg. niedergeschlagen worden ist, enthält nach dem Calcinieren bei 300—500° 2—15% H_2O . Das Erhitzen dieses Al_2O_3 mit H_2O unter Druck erhöht die Dichte. Ein Teil setzt sich dabei zu α -Monohydrat um u. nimmt bis zu 5% W. in einer Form auf, in der es bei n. Erhitzung nicht abgetrieben werden kann. Andere Substanzen, wie Oxyde des Fe, Cr, Zr u. Si, Chromate u. Chromsalze u. Salze von Na, Ca, Ni, Fe, Cu, Zn, Mn u. Mg, können dem Al_2O_3 vor der Autoklavenbehandlung zugesetzt werden. (A. P. 2 378 155, ausg. 12/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3887.)

HAUSWALD

△ **Canadian Refractories Ltd.**, übert. von: **Frank E. Lathe** und **Alan T. Prince**, *Magnesiumoxyd und Siliciumdioxid aus Dolomit*. Kieselsäurehaltige Dolomite werden calciniert u. in einer 5—15% ig. Zuckerlsg. gelöst, um das CaO zu entfernen. Das Prod. wird in eine grobe u. feine Fraktion klassiert. Aus der feinen Fraktion wird im wesentlichen reines MgO gewonnen, während die grobe Fraktion in der Zuckerlsg. absetzen gelassen wird, um eine im wesentlichen kalkfreie Mischung von MgO u. SiO_2 zu erhalten. (Can. P. 425 184, ausg. 23/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1522.)

HAUSWALD

△ **Harshaw Chemical Co.**, übert. von: **Carl F. Swinehart** und **John O. Hay**, *Kontinuierliche Herstellung von CuCl_2 und CuCl* . Eine mit Raschig-Ringen, durchbohrten Glaskugeln u. dgl. gefüllte Kolonne ist durch Siebplatten in Abteilungen zerlegt, um Konvektionsströme zu verhindern. Chlor wird am Boden des Turmes eingeleitet, während Dampf am oberen Teil des Turmes eintritt, der mit Cu-Draht, -Schnitzeln oder -Kugeln gefüllt ist. Die Rk. beginnt bei etwa 70° mit dem Optimum bei 100—110°. In dem oberen Teil des Turmes bildet sich eine konz. Lsg. aus CuCl_2 u. CuCl , von der ein Teil kontinuierlich abwärts läuft u. in ein Krystallisiergefäß gelangt. In dieses wird HCl eingeleitet, wodurch eine 10% oder weniger CuCl_2 enthaltende Lsg. gebildet wird. Die Mutterlauge wird nach einem Neutralisierungsgefäß abgezogen u. dort mit soviel CuO behandelt, daß die HCl neutralisiert wird. Die neutralisierte Mutterlauge fließt nach dem Turm zurück. Falls CuCl als Endprod. gewünscht wird, wird von dem oberen Ende des Turmes abgezogene Fl. gekühlt, nachdem man sie vorzugsweise über metall. Cu geleitet hat. Die Krystallisation wird durch Verdünnen der Lsg. mit W. gefördert. Die Mutterlauge kann nach dem oberen Ende des Turmes zurückgeleitet werden. — Vorrichtung. (A. P. 2 367 153, ausg. 9/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2853.)

SCHWECHTEN

Berlin-Lübecker Maschinenfabriken Bernhard Berghaus, Berlin-Lankwitz (Erfinder: **H. Schäfer**), *Herstellung von Eisen auf chemischem Wege*. Man hydrolysiert FeCl_3 , auch techn. FeCl_3 , mit W. oder Wasserdampf zu FeOCl , vorteilhaft derart, daß hierbei trockenem HCl entsteht, u. red. dann das FeOCl , vorteilhaft mittels H_2 oder Wassergas, zu Fe. Das frei werdende HCl kann zur Herst. von FeCl_3 aus Fe-Erzen ausgenutzt werden. Nach Schwed. P. 111 588 kann das bei dieser Red. anfallende W. unmittelbar

zur Hydrolyse des FeCl_3 zu FeOCl verwendet werden. (Schwed. PP. 111 588 u. 111 589 vom 4/9. 1943, ausg. 29/8. 1944. D. Prior. 5/9. 1942.) J. SCHMIDT

○ **American Cyanamid Co.**, New York, N. Y., übert. von: **George H. Foster** und **Louis L. Lento jr.**, Stamford, Conn., V. St. A., *Kalium-Natrium-Ferricyanid*. Zur Herst. des Dikaliummononatriumferricyanides wird festes KCl zu einer wss. Lsg. von Natriumferricyanid im Verhältnis von 1—4 Mol KCl zu 1 Mol Na-Ferricyanid gegeben. Die Mischung wird auf etwa 65° erhitzt, danach auf etwa 15° abgekühlt u. das kryst. $\text{K}_2\text{NaFe}(\text{CN})_6$ gewonnen. (A. P. 2 314 347 vom 2/3. 1940, ausg. 23/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.) HAUSWALD

△ **Ted E. Foulke** und **Helen M. Holtan**, übert. von: **General Electric Co.**, *Herstellung von reiner Wolframsäure*. H_2WO_4 läßt man in eine heiße Lsg. eintropfen, die genau die zur Neutralisation nötige Menge von Na_2CO_3 enthält. Das so erzeugte Na_2WO_4 läßt man in noch heißem Zustande in ein kochendes Gemisch von $\text{HCl} + \text{H}_2\text{SO}_4$ eintropfen, wobei die Ausflußgeschwindigkeit nach der Formel $R = 9,1 (1,083)^x$ geregelt werden muß. Hierin ist R die Anzahl der in der Min. austretenden ccm Lsg. u. x die Höhe der Mündung der Capillare über der Oberfläche der Säure, gemessen in inches zu 2,54 cm. Die Wolframsäure, die sich als feines Pulver absetzt, wird dekantiert, gewaschen u. abfiltriert. (A. P. 2 366 250, ausg. 2/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1740.) KALIX

VI. Silicatechemie. Baustoffe.

H. H. Macey und **F. G. Wilde**, *Versuche über das Trocknen von Ton*. Inhaltsgleich mit der C. 1945. I. 1402 ref. Arbeit. (Brit. Clayworker 53. 100—04. 16/10. 1944.) HENTSCHEL

R. D. Leitch und **J. G. Calverley**, *Prüfung des Einflusses saurer Grubenwässer auf verschiedene Zemente*. Auffallenderweise war bei 8 verschied. Zementsorten (3 Standard-Portlandzemente, ein frühfester u. ein wasserdichter Portlandzement, sowie je ein kieselsäurereicher, tonerdereicher u. eisenreicher Zement) die Zugfestigkeit nach 7 u. 28 Tagen beim Anmachen mit saurem Grubenwasser (400 bzw. 8750 mg Säure im Liter) durchweg etwas höher als beim Anmachen mit Leitungswasser. Visuell zeigten jedoch Probeplatten nach längerer Lagerungsdauer (510 Tagen) in der stärker sauren Lsg. alle mit Ausnahme des kieselsäurereichen (Puzzolan-) Zementes weitgehende Korrosion. (Engng. Min. J. 141. 117—18. März 1940.) HENTSCHEL

J. F. Hyslop, *Feuerfeste Stoffe. — Einige Bemerkungen über ihre Konstitution und ihre Reaktionen*. Inhaltlich ident. mit der C. 1942. II. 2190 ref. Arbeit. (Iron Coal Trades Rev. 142. 631—32. 6/6. 1941.) HABBEL

W. L. Fedorow, *Die Deformation von Beton bei dauernder Belastung*. Mathemat. Überlegungen zur Klarstellung der verschied. in die Deformation von Beton eingehenden Funktionen, von denen bisher nur $2, \varphi$ u. η , experimentell untersucht worden sind, während die übrigen nur annähernde, qualitative Charakteristiken darstellen. Doch gelingt es schon jetzt, zu einer annähernden Berechnung der Elemente von Konstruktionen aus Eisenbeton zu kommen. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. techn.] 1941. 31—38.) ULMANN

○ **Poor & Co.**, übert. von: **Allan E. Chester**, Chicago, Ill., V. St. A., *Email für eisenhaltige Materialien*. Das Email wird in einer üblichen Mühle in Ggw. eines wss. Alkohols aus einem Bindemittel, bestehend aus Sb_2O_3 , $\text{Ti}(\text{OH})_4$ u. NiCl_2 , u. einer Mischung von Rohglas mit verhältnismäßig hohem F. u. einer eutekt. Fritte von verhältnismäßig niedrigerem F. hergestellt. (A. P. 2 321 656 vom 19/6. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) HAUSWALD

○ **Poor & Co.**, übert. von: **Allan E. Chester**, Chicago, Ill., V. St. A., *Email für eisenhaltiges Material*. Das Email wird in einer üblichen Mühle in Ggw. von wss. Alkohol aus einem Bindemittel, bestehend aus Sb_2O_3 , $\text{Ti}(\text{OH})_4$ u. $\text{Na}_2\text{ZrO} \cdot \text{SiO}_4$ u. einer Mischung von Rohglas mit verhältnismäßig hohem F. mit einer eutekt. Fritte von verhältnismäßig niedrigem F. hergestellt. (A. P. 2 321 657 vom 23/6. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) HAUSWALD

○ **Poor & Co.**, übert. von: **Allan E. Chester**, Chicago, Ill., V. St. A., *Bindemittelherstellung für Email*. SbOCl , Silicagel u. Alkaliarseniate werden miteinander vermischt, hierauf die Mischung getrocknet. Die getrocknete Mischung wird dann mit einem wss. Koll. aus SnCl_2 u. Bentonit versetzt u. fein vermahlen, wie es zum Spritzen erforderlich ist. (A. P. 2 321 658 vom 27/6. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) HAUSWALD

△ **American Optical Co. and Neveroil Bearing Co.**, übert. von: **Joseph T. Kelleher**, *Schleifwerkzeug*. Die Schleifteilchen sind gleichförmig in einer gesinterten Mischung dispergiert, die aus 40—50 (%) Ni, 30—45 Cu u. 10—20 Sn besteht. — Eine andere Legierungszus. ist: 75—90% Co u. 10—25% Cu. (A. PP. 2 358 459 u. 2 358 460, ausg. 19/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1524.)

HAUSWALD

○ **Corning Glass Works**, Corning, N. Y., übert. von: **Henry H. Blau**, **Elmoro**, N. Y., und **Raymond W. Kell**, Charleroi, Pa., V. St. A., *Herstellung von Glasgegenständen* in einer geschlossenen Form, in der die Wärme von dem geformten Glasgegenstand abgeleitet u. wieder reflektiert wird, wodurch der Glaskörper nur langsam seine Wärme verliert. — Zeichnung. (A. P. 2 314 812 vom 7/3. 1940, ausg. 23/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ **Corning Glass Works**, übert. von: **Charles H. Greene**, Corning, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Glasgegenständen*. Feingepulvertes Glas wird zu einem Formprod. verarbeitet u. die geformte M. zu einem durchsichtigen Gegenstand geformt, wobei in einer Dampfatosphäre bei gewöhnlichem Druck gearbeitet wird. (A. P. 2 314 824 vom 1/3. 1940, ausg. 23/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ **B. F. Drakenfeld & Co., Inc.**, New York, übert. von: **Ray Andrews** und **Robert J. King**, Washington, Pa., V. St. A., *Chemisch widerstandsfähiges Glas*, bes. für analyt. Zwecke, bestehend aus wesentlichen Mengen SiO_2 , H_3BO_3 u. Pb-Oxyd u. daneben aus 4% Na_2O , 1,5% Li_2O , 3,0% TiO_2 u. etwa 6% Zr-Oxyd. (A. P. 2 312 788 vom 9/12. 1938, ausg. 2/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ **Armand Lamasch**, Herzogenrath, *Herstellung von Glasfäden und Glasmatten daraus*. Das geschmolzene Glas wird an eine Vorr. mit mehreren Glasspitzen herangeführt, die abwechselnd an das geschmolzene Glas heran- u. wieder weggeführt wird, wobei die Spitzen nach dem Verlassen des Glases ihre Richtung ändern. Die Form der Spitzen u. ihrer Antriebsmittel ist so gewählt, daß jede Spitze ein Glaströpfchen von dem zugeführten fl. Glas abnimmt u. es fortschleudert, während das Tröpfchen durch einen Faden mit der Glasmasse verbunden blieb. Die dabei ablaufenden parallelen Fäden werden zu einer Matte verarbeitet. — Zeichnung. (A. P. 2 314 344 vom 23/9. 1937, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ **Pittsburgh Plate Glass Co.**, übert. von: **Leroy D. Keslar**, *Mehrschichtiges Sicherheitsglas*. Es besteht aus abwechselnden Lagen Glas u. thermoplast. Harz, bes. des Vinylacetaltyps, oder einer mittleren Schicht aus einem harten Harz, das mit einem weicheren thermoplast. Stoff überzogen ist. Die plast. Schichten springen über die Glasplatten vor u. bilden einen biegsamen Rand, der durch Klammern dicht zu einer stützenden Einfassung verbunden werden kann, ohne auf die Glasplatten eine Spannung oder einen Druck auszuüben. (A. P. 2 377 084, ausg. 29/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3644.)

SCHWECHEM

△ **Sylvania Electric Products, Inc.**, übert. von: **Walter E. Kingston**, *Legierung für Metall-Glas-Einschmelzungen*. Das Glas ist entweder vom Corning G-1 Typ folgender Zus.: SiO_2 63,1(%), PbO 20,2, Al_2O_3 0,28, CaO 0,94, Na_2O 7,6, K_2O 5,5 u. Mn_2O_3 0,88 oder vom Cornigttyp G-12 folgender Zus.: SiO_2 annähernd 63,1(%), PbO 20,2—25,5, Al_2O_3 0,28, CaO annähernd 0,94, Na_2O 7,6—4,6, K_2O 5,5—8,5, Mn_2O_3 annähernd 0,88 u. Li_2O 1. Die Legierung enthält Ni 38—45%, Cr 3—15%, Rest Fe u. falls gewünscht eine kleine Menge Mn. Die Legierung muß frei von Co sein. Die hochvakuumdichte Einschmelzung ist bis über einer Temp. von 475° widerstandsfähig u. besitzt eine hohe Zugfestigkeit. (A. P. 2 371 627, ausg. 20/3. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3242.)

HAUSWALD

△ **Pittsburgh Plate Glass Co.**, übert. von: **Frederick W. Adams**, *Behandeln von Glasoberflächen*. Die Einw. von Feuchtigkeit auf Glas ruft infolge der hydrolyt. Wrkg. auf die alkal. Glaskomponente Fleckenbildg. hervor. Platten aus Kalk- oder Bleiglas werden feuchter Luft ausgesetzt, deren Feuchtigkeitsgeh. 90—8% beträgt, also unterhalb des Taupunkts liegt. Die Einwirkungsdauer soll mindestens 1—3 Tage betragen, wobei die Temp. zwischen 50 u. 80° liegen sollen. Der hydrolysierte Film wird durch eine Mineralsäure (HCl) entfernt, worauf das Werkstück während 5—15 Min. einer Temp. von 100—300° ausgesetzt wird. Die erhaltene, an SiO_2 reiche Oberfläche ist gegen Fleckenbildg. beständig. (A. P. 2 377 062, ausg. 29/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3643.)

SCHWECHEM

○ **Alien Property Custodian**, übert. von: **Max Kollmar**, Frankfurt a. M., *Silberüberzüge auf keramischen Waren* durch Erhitzen. Zur Herst. des Silberüberzuges wird ein

Flußmittel, ein Lösungsträger, Ag u. eine Verb. eines Schwermetalles, das als Oxyd einen höheren F. als das Flußmittel besitzt, verwendet. Das Schwermetall ist Mn, Ce, La, U, Ta u. Ni. (A. P. 2 351 974 vom 24/9. 1940, ausg. 20/6. 1944. D. Prior. 29/9. 1939. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.)

HAUSWALD

○ American Lava Corp., übert. von: Hans Thurnauer und George Warren Fichter, Chattanooga, Tenn., V. St. A., *Formpulver* für Titandioxydformstücke, bestehend aus 90 Teilen TiO_2 u. 10 Teilen einer Mischung von Na-Alginat u. Montmorillonit. (A. P. 2 323 759 vom 31/10. 1941, ausg. 6/7. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 6/7. 1943.)

SCHREINER

M. Vogel-Jørgensen, Kopenhagen, *Vorwärmung und Trocknung von Fohmaterial für die Zementherstellung*. Die Vorwärmung u. Trocknung des mit etwa 30—40% W. eingeführten Rohschlammes erfolgt am Eintrittsende des Röhrenofens mittels Rauchgasen bei etwa 60—70°. Hierbei wird der Rohschlamm von rotierenden Kammern, die teilweise mit Füllharzen versehen sind, beim Durchgang der Kammern durch einen Rohschlammumpf aufgenommen u. durch die durchstreichenden Rauchgase getrocknet. (Schwed. P. 111 066 vom 27/9. 1944, ausg. 27/6. 1944.)

J. SCHMIDT

○ Minnesota Mining & Manufacturing Co., St. Paul, übert. von: William E. Sohl und Henry N. Stephens, *Zementartiger Stoff*. Eine zementartige Zus., die bei Raumtemp. fest wird, besteht aus einem Magnesiumoxychlorid enthaltenden Magnesiumazement mit einer innigen Beimischung einer Gewichtsmenge (die wesentlich geringer ist als die des Magnesiumazements) wenigstens eines der Salze von zweiwertigen Metallen der folgenden Gruppe: $Mg_3(PO_4)_2$, $Zn_3(PO_4)_2$, $Ca(PO_3)_2$, $Mg_3(AsO_4)_2$, $MgHAsO_4$ u. $MgHPO_4$. (A. P. 2 351 641, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.)

RAETZ

○ Francis A. William, Toronto, Ontario, Canada, *Geformter, überzogener hydraulischer Zementbeton* mit glänzender oder glasierer Oberfläche. Der Beton wird in eine Form eingebracht, die mit Chlorkautschuk ausgekleidet ist u. in der er bis zur Erhärtung verbleibt. (A. P. 2 321 638 vom 23/8. 1940, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)

HAUSWALD

○ Standard Lime and Stone Co., Baltimore, Md., V. St. A., übert. von: William D. Garvin, *Löschen von gebranntem Dolomit*. Der gebrannte, aus CaO u. MgO bestehende Dolomit wird mit W. in einem geschlossenen Behälter behandelt, wobei das W. so schnell eingeführt u. mit dem Kalk gemischt wird, daß keine starken Lokalrkk. auftreten können. Die W.-Menge u. die Größe des Behälters sind so bemessen, daß die Reaktionswärme einen Dampfdruck von über etwa 10 at erzeugt. Die Rk. wird unter Rühren fortgesetzt, bis der Druck auf 5,5 at gefallen ist, worauf das Gefäß schnell gelüftet wird. (A. P. 2 356 760 vom 31/1. 1941, ausg. 29/8. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/8. 1944.)

HAUSWALD

Opta Radio AG. (Erfinder: Walther Burstyn, Berlin, *Herstellung dünner Platten aus einem keramischen Stoff*. Eine feuerfeste Unterlage wird mit einem Graphitüberzug versehen u. darauf der keram. Stoff als Paste in gewünschter Dicke aufgetragen, worauf Unterlage u. Schicht nach dem Trocknen letzterer bis zum Sintern derselben gebrannt werden. Die keram. Schicht kann auch zwischen zwei mit Graphitüberzug versehenen Platten aus feuerfestem Stoff gebrannt werden. Nach erfolgtem Sintern, zweckmäßig bei verminderter Hitze, wird in einer oxydierenden Atmosphäre geglüht, um den Graphit zu verbrennen u. das Ablösen zu erleichtern. Als feuerfeste Unterlage wird gesintertes Al_2O_3 oder ein noch nicht gesinteter Körper aus dem gleichen keram. Stoff wie die herzustellende Platte verwendet. Der Graphit wird in Form einer koll. Lsg. auf die Unterlage aufgetragen, zweckmäßig durch Spritzen. Z. B. werden u. a. Kondensatoren mit Dielektrikum aus Platten, die aus einem keram. Stoff hoher DE., wie Titanoxyd, nach Art der vorgehenden Arbeitsweise hergestellt sind, gefertigt. (D. R. P. 745 967 Kl. 80 b vom 15/11. 1941, ausg. 9/12. 1944.)

BEWERSDORF

Vereinigte Korkindustrie A.G., Berlin-Schöneberg (Erfinder: H. Doehler), *Isolierplatte*, bestehend aus Kunstharzschäum, die von Wellpappe umgeben ist. Auf der glatten, dem Kunstharz zugewendeten Seite ist die Pappe mit warmem Bitumen auf dieses aufgeklebt. Auf der äußeren welligen Seite ist die Pappe mit einem klebrigen Teerpech versehen, das z. B. zum Verbinden im Mauerwerk oder zum Aufbringen von Putz mit Sand bestreut werden kann. (Schwed. P. 111 536 vom 19/12. 1940, ausg. 22/8. 1944. D. Prior. 19/12. 1939.)

J. SCHMIDT

△ Minnesota Mining & Manufacturing Co., übert. von: Clifford L. Iewett, *Material für die Dachbedeckung*. Ein Mineral, z. B. Quarz, wird zerstampft u. gesiebt. Die

Körnchen werden dann mit einer wss. $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ -Lsg. behandelt, die Kaolin, Borax u. ein Reduktionsmittel, wie Kohle oder Koks, enthält. Die überzogenen Körnchen werden getrocknet u. etwa 10 Min. bei $900\text{--}1100^\circ$ gebrannt. An Stelle von Na-Bichromat kann auch ein Gemisch aus ZnO u. FeSO_4 verwendet werden. Das Prod. dient zur Verwendung in *Dachschindeln*, *Kunststeinen* u. dergleichen. (A. P. 2 362 489 vom 14/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2858.)

SCHWECHTEN

○ *Pneumatic Co., Inc.*, übert. von: Allen L. Stone, Los Angeles, Calif., V. St. A., *Straßenbelag*. Zur Mischung u. Aufbringung eines widerstandsfähigen Straßenbelags behandelt man abgemessene Mengen einer natürlichen Bodenmasse u. eines Binders mit einem beschränkten Luftstrom, um einen vollständigen Überzug der Bodenteilchen mit dem Binder zu erzielen. Das gemischte Material wird danach fortlaufend aus der Mischmaschine auf die zu belegende Straßendecke ausgestoßen. (A. P. 2 318 339 vom 25/3. 1940, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)

ROICK

VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung.

E. von Boguslawski, *Versuche zur ackerbaulichen Verwertung von Kupfer-Mergelabgängen in der Bunzlauer Heide*. Es wurden Kupfer-Mergelabgänge geprüft, die bei der Ausbeutung von schles. Kupfervork. abfallen. Es wurde vor allem die Frage untersucht, inwieweit es möglich ist, grobsandige Böden durch Verwendung dieses Mergels möglichst stark mit tonbildenden Substanzen anzureichern. Durch Beschlickung wurden beachtliche Mehrerträge erzielt, die hauptsächlich dem im Mergel enthaltenen Kalk zuzuschreiben sind. Die gute Vermischung einer möglichst tiefen Bodenschicht ist Voraussetzung für eine günstige Wirksamkeit des Mergels. Die optimalen Gaben liegen wahrscheinlich zwischen 100 u. 200 Tonnen Mergel je ha. In Angriff genommen wurde weiter die Prüfung der physiol. Wrkg. einzelner im Mergel enthaltenen chem. Wachstumsfaktoren. Am deutlichsten kommt dabei die Kaliwrkg. des Mergels zum Ausdruck. Auch eine Kupferwrkg. des Mergels ist nachweisbar, bes. auf die Aufnahme des Kalis. Außer auf Ödland wurden auch Verss. über Anwendung des Mergels auf Kulturboden, bes. im Waldbau u. in der Teichwirtschaft, eingeleitet. (Bodenkunde u. Pflanzenernähr. 35. 299—335. 1945. Breslau, Inst. für Pflanzenbau u. Pflanzenzüchtung.)

JACOB

H. E. Myers, R. W. Jugenheimer und E. G. Heyne, *Vitamin B₁ (Thiaminchlorid) und der Mais- und Hirseertrag unter Feldbedingungen*. 2 Wochen nach der Pflanzung von Mais u. Hirse auf die umgebende Erde getropfte Vitamin B₁-Lsg. (0,1 u. 1 mg je Hügel bzw. Pflanze) hatte keinen Einfl. auf den Korn- oder Strohertrag, auf den Trieb, Wuchs, die Pflanzenhöhe oder Reife. (J. Amer. Soc. Agronom. 33. 474—76. Mai 1941. Manhatjan, Kans., Kansas Agric. Exp. Stat.)

SCHENCK

O. Wehrmann und R. Balks, *Zur Beurteilung von Bodenuntersuchungsergebnissen*. Die Übertragung von Bodenuntersuchungsergebnissen auf die Verhältnisse des prakt. Pflanzenbaues stützt sich auf Größen, denen die für einen Zahlenbegriff spezif. Präzision nicht innewohnt. Die analyt. gewonnene Zahl, die an sich auf Exaktheit Anspruch erheben kann, wird durch rechner. Behandlung mit einer ungefähren Größe zu einer wirklich quantitativen Aussage unfähig. Jedes Bodenuntersuchungsverf. gestattet daher bei seiner Übertragung auf die Praxis nur Aussagen qualitativer Art. Die Unters. zeigt die graduellen Abstufungen des Düngungszustandes verschied. Schläge an u. kann daher als Prinzip für den Düngungseinsatz dienen. Die Auswertung erfolgt zweckmäßig durch Gliederung in die 3 Bedürfnisstufen: nährstoffarm, mittelmäßig versorgt u. nicht bedürftig. (Forschungsdienst 17. 608—614. Dez. 1944.)

JACOB

Antti Salminen, *Ein Erdbohrer, der trockenen und harten Lehmboden durchdringt*. Ein vor 20 Jahren konstruierter Erdbohrer zur Entnahme von Bodenproben in jeder gewünschten Tiefe wurde durch Ausführung der Spitze in Form eines Gewindes auch für trockene u. harte Boden geeignet gemacht. — Skizze. (J. Amer. Soc. Agronom. 33. 476. Mai 1941. Helsinki, Finnland.)

SCHENCK

De Directie van de Staatsmijnen in Limburg, Heerlen, Holland, *Herstellung von Ammoniumnitrat bzw. ammoniumnitrathaltigen Gemischen durch Einführen von NH_3 u. HNO_3 u. gegebenenfalls anderen Stoffen in eine zwischen der Zuführungsstelle der Reaktionskomponenten u. einem Verdampfergefäß umlaufende Ammonitratlauge unter Innehaltung einer Druckdifferenz zwischen der Einführungsstelle der Reaktionskomponenten u. dem Verdampfergefäß, gek. durch die Anwendung einer Umlauf-*

leitung, die aus einer von dem Verdampfergefäß ausgehenden, nach unten führenden Fallrohrleitung u. einer, an diese angeschlossenen, in das Verdampfergefäß zurückführenden Steigrohrleitung besteht, in deren unteren unter dem Hydrostat. Druck der Flüssigkeitssäule der Steigleitung stehenden Teil die Reaktionskomponenten eingeführt werden. Man kann die umlaufende Fl. bei einem niedrigeren als Atmosphärendruck kochen lassen. — Vorr. u. Zeichnung. (D. R. P. 747 897 Kl. 12k vom 29/9. 1936, ausg. 20/10. 1944. Holl. Prior. 18/11. 1935.)

KARST

○ Rudolf Wendlandt, Gerhard Hoffmann und Hans Földner, Piesteritz bei Halle, Herstellung von teilweise azotiertem Kalkstickstoff. Das geschmolzene u. zerkleinerte Calciumcarbid wird in einer Zone der Umwälzbewegung (Drehrohröfen) mit heißem Stickstoff behandelt, während der Stickstoff in einer von der Umwälzzone abgetrennten Zone erhitzt u. bei Temp. zwischen 2282° u. 2552° F (1232° u. 1382° C) zugeführt wird, die ausreichen, um eine teilweise Azotierung zu erzielen. (A. P. 2 352 051 vom 14/3. 1941, ausg. 20/6. 1944. D. Prior. 29/5. 1937. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.)

LEHMANN

○ Dow Chemical Co., übert. von: Ernest F. Grether, Midland, Mich., V. St. A., Herstellung eines Pflanzenwachstums- und Düngemittels mit einer stimulierenden Wrkg. u. einer erhöhten Bakterienflora aus Humusmaterial, das wenigstens 70% Feuchtigkeit enthält. Das Humusmaterial wird einer Gärung unter anaeroben Bedingungen in Ggw. einer zusätzlichen geringen Menge einer lösl. Fe-Verb. u. einer ausreichenden Menge eines Alkalis unterworfen, so daß der pH -Wert des Gemisches auf mindestens 7 kommt. (A. P. 2 317 990 vom 10/5. 1939, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ Dow Chemical Co., übert. von: Ernest F. Grether, Midland, Mich., V. St. A., Herstellung eines Pflanzenwachstums- und Düngemittels aus Humusmaterial, das mindestens 70% Feuchtigkeit besitzt. Dem Humusprod. wird Alkali in Form des Hydroxyds oder Carbonats von K, Na oder NH_4 in solcher Menge zugesetzt, daß der pH -Wert über 7 kommt. Außerdem werden 1—10 Gew.-% eines Proteinstoffes dem Humusgemisch zugesetzt. Danach wird dieses einer Gärung unter anaeroben Bedingungen bei 15—30° unterworfen. (A. P. 2 317 991 vom 18/3. 1940, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ Dow Chemical Co., übert. von: Ernest F. Grether, Midland, Mich., V. St. A., Gewinnung eines Pflanzenwachstums- und Düngemittels mit einer stimulierenden Wrkg. aus Proteinmaterial durch Gärung unter anaeroben Bedingungen bei Temp. zwischen 15 u. 40° in Ggw. einer wasserlös. Fe-Verb. u. einer ausreichenden Menge Alkali, daß der pH -Wert des Gemisches zwischen 7 u. 9 liegt. Das Prod. wird in Form einer mit W. angerührten Paste benutzt. (A. P. 2 317 992 vom 10/4. 1940, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ Albert C. Fischer, Chicago, Ill., V. St. A., Beschleunigte Erholung umgesetzter Pflanzen. Zum Schutze der Pflanzen während ihrer Umsetzungen werden zumindest die Wurzeln mit einer hygroskop. Lsg. überzogen. Die Konsistenz des hygroskop. Materials muß leicht genug sein, um eine gute Umhüllung u. einen guten Kontakt mit dem Wurzelsyst. zu gewährleisten. Zur Erhöhung der Dicke u. der Feuchtigkeitskapazität des Überzuges wird ein zweiter Überzug eines feuchtigkeitstragenden Materials aufgebracht. Während der erste Überzug eine dünne wss. Lsg. ist, besitzt der zweite Überzug eine größere Viscosität. (A. P. 2 314 928 vom 19/6. 1940, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.)

HAUSWALD

△ Pacific Guano & Fertilizer Co., übert. von: John H. Payne, Bodendesinfektion mit Brom. Zur Sterilisation des Bodens wird eine 5% ig. oder höher konz. Lsg. von elementarem Br in halogenierten KW-stoffen wie z. B. CCl_4 , $C_2H_2Cl_4$ usw. vorgeschlagen. Es kann ebensogut eine wss. Lsg. von Br benutzt werden, in der sich Hypobromit gebildet hat. Auf einen Acker Land werden 50—300 lbs. Bromlsg. verteilt. Diese Art der Bodenbehandlung ist bes. für Ananaskulturen vorteilhaft. (A. P. 2 377 446, ausg. 5/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 4187.)

KALIX

△ United States Rubber Co., übert. von: Elbert C. Ladd, Schädlingsbekämpfungsmittel. Zur Vernichtung von Schädlingen der verschiedensten Arten erwies sich Nitrosophthalimidin als bes. geeignet. Es kann z. B. zur Bodendesinfektion verwendet werden, wenn Infektion mit *Pythium ultimum* vorliegt. Auch als Saatbeize, bes. bei Erbsen u. Zwiebeln, ist es wirksam. Eine 5% ig. wss. Suspension mit einem geeigneten Dispersionsmittel wirkt stark bakterientötend. Eine 5% ig. Lsg. der Verb. in Aceton ist ferner gut geeignet zur Behandlung wollener Gewebe, die dadurch mottensicher u. unangreifbar für Teppichkäferlarven werden. (A. P. 2 379 723, ausg. 3/7. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 4187.)

KALIX

VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

N. P. Kaisstro und A. I. Prudnikow, *Formveränderungen bei dem ersten russischen Standardhochöfen*. In einer gekürzten Wiedergabe werden Einzelheiten u. Abmessungen des alten u. des neuen Hochofens erörtert u. die Formänderungen an Hand eines Längsschnittes durch beide Öfen veranschaulicht. Während der 1. Ofen etwa 930 cbm Inhalt hatte, ist dieser bei dem 2. Ofen auf 1100 cbm gesteigert. Diese Vol.-Vergrößerung wurde hauptsächlich durch eine Verminderung der Wanddicke des Schachtes u. der Rast erzielt. (Iron Coal Trades Rev. 142. 663. 13/6. 1941.) HABEL

Paul Schwarzkopf, *Elektrische Widerstandsöfen für hohe Temperaturen*. Überblick. Eingehender werden erörtert die „Stratit“-Heizelemente, die aus Mo- oder W-Stäben oder -Drähten bestehen u. in vakuumdichten keram. Rohren eingebaut sind. (Metals and Alloys 13. 45—49. Jan. 1941. Yonkers, N. Y., American Electro Metal Corp.) HABEL

O. G. Pameley-Evans, *Abgase von Wärmebehandlungsöfen*. Überblick über die Mittel zur Überwachung u. Beeinflussung der Abgase. (Metallurgia [Manchester] 22. 159—60. Sept. 1940.) HABEL

Richard Schneidewind, *Abhängigkeit des Temperverfahrens vom Aufbau des Gußeisens*. Kurzer Überblick über den Zweck des Graphitisierens u. das Verh. des C im Eisen. Je mehr Temperkohle-Keime gebildet werden können, desto schneller verläuft das Glühen. Eingegangen wird auf die Wrkg. der Schmelz- u. Gießpraxis, der Schmelzüberhitzung, der Abkühlungsgeschwindigkeit aus der Schmelze, der Ausglüh-temp., des Glühverf. beim Tempern u. der Atmosphäre im Temperofen. Bezüglich des Zusatzes von Legierungselementen wird ausgeführt, daß Cr u. V das Gußeisen ungeeignet zum Tempern machen; Ni fördert unbedeutend die Neigung zur Bldg. von Primärgraphit; Cu ist ein sehr milder Graphitbildner, setzt aber die Gesamttemperzeit herab; Mo wirkt auf das Carbid stabilisierend; wenn jedoch 0,2% Mo gleichzeitig mit 0,5% Cu vorhanden sind, ist kein Einfl. auf das Tempern merkbar, jedoch steigen Zugfestigkeit u. Streckgrenze, ohne die Dehnung zu verändern. Si ist das geeignetste Legierungselement; durch Si wächst die Anzahl der Temperkohle-Keime u. sinkt die Temperzeit; anzustreben ist ein weißes Gußeisen mit 1,5% Si, welches dann im getemperten Zustande die physikal. Eigg. eines mit Cu + Mo legierten Eisens besitzt. Mn verlangsamt zwar nur unwesentlich den 1. Teil des Glühverf., jedoch derart stark den 2. Teil, daß jeder gewünschte Betrag an gebundenem C u. somit auch an physikal. Eigg. erzielt werden kann. (Foundry 69. 103—05. Febr. 1941. Michigan, Univ.) HABEL

N. Roland, *Mechanische Prüfung von Gußeisen*. Kurze Beschreibung der Probenformen u. deren Einfl. auf die ermittelten Festigkeitswerte. (Machinist 84. 451 E. 4/1. 1941.) HABEL

J. H. Chesters, *Basischer Herdofen*. III. Mitt. (I. u. II. vgl. C. 1942. II. 451.) Behandelt werden die Bauart u. die feuerfesten Baustoffe für die Gitterwerkskammern u. Gas- u. Luftventile u. -abzugskanäle. Schrifttumsangaben. (Iron Age 148. 52—58. 21/8. 1941. Sheffield, United Steel Co., Ltd.) HABEL

A. Je. Schewelew, *Schnelles Erhitzen von Schmiedestücken*. Schnelles Erhitzen von Stählen, die geschmiedet oder gestanzt werden sollen, hat in Öfen bei 1350—1400° zu erfolgen u. soll nicht länger als erforderlich dauern. Wenn es die Verhältnisse gestatten, sollte jedes Stück einzeln erhitzt werden. Bei Massenerhitzungen muß die Beschickung u. Entleerung des Ofens mit der Verarbeitungsmöglichkeit in Einklang gebracht werden, damit ein zu langes Verweilen der Stücke im Ofen vermieden wird. Für das schnelle Erhitzen kommen nur solche Stähle in Frage, die nicht mehr als 0,5% C enthalten, sowie schwach legierte mit Durchmessern unter 120 mm. (Вестник Металлопромышленности [Nachr. Metallind.] 20. 16—21. Juni 1940.) GÖTZE

F. Collins, *Brennschneiden von Stahl*. Kurzer Überblick über die Unterschiede beim Brennschneiden u. beim Sägen. Bei Stählen mit über 0,35% C beginnt eine merkbare Härtung der Schneidfläche nach dem Brennschneiden; diese Härte steigt mit dem Geh. an C oder Legierungselementen. Die eine Gefügebeeinflussung bewirkende Erhitzungstiefe beim Brennschneiden beträgt etwa 0,04—0,08 in. (etwa 1—2 mm). (Machinery [London] 57. 79. 17/10. 1940.) HABEL

— *Flammenhärtbare Gußeisenlegierung für Matrizen*. Bei der Werksmarke „Hiltensilloy“ der ACME FOUNDRY Co., Detroit, Mich., V. St. A., handelt es sich um ein mit Cr u. Mo legiertes Gußeisen für Preß- u. Ziehmatrizen. Nach der Flammenhärtung besitzt das Gußeisen eine bis zu $\frac{3}{32}$ in. (2,38 mm) tiefe Härteschicht von 450—600 BRINELL-Einheiten. (Machinery [London] 58. 232. 29/5. 1941.) HABEL

—, „Ni-Hard“ in der Gießerei. Überblick über die Verwendung des verschleißfesten weißen Gußeisens „Ni-Hard“. (Nickel Bull. 12. 97—101. Mai 1939.) HABEL

W. J. Reagan, *Einsparung von Stahl-Legierungselementen in den Vereinigten Staaten von Amerika*. Kurzer Überblick über die im Stahlschrott enthaltenen Legierungselemente u. die Maßnahmen zur Verhinderung oder Verminderung ihres Verlustes bei der Stahlerschmelzung. In einer Tabelle wird gezeigt, daß die Gehh. an Cr, Ni, Cu, Sn, Sb u. Mo im Schrott seit 1932 bis 1942 stark angestiegen sind. Nach einem kurzen Hinweis auf die ungünstige Wrkg. von Sb-Gehh. über 0,15% auf das Walzen des Stahles wird auf den Einfl. von Sn-Gehh. eingegangen. Der mit dem Ofeneinsatz eingebrachte Sn-Geh. wird im Herdofen nicht oxydiert; da der F. des Sn zwar bei 231°, der Kp. aber erst bei 2260° liegt, findet sich der eingebrachte Sn-Geh. ohne Verlust im Stahl wieder. Der Einfl. des Sn-Geh. ist abhängig vom C-Geh.; bei einem Stahl mit 0,60% C ergeben bereits Gehh. von 0,03—0,08% Sn Störungen, während bei 0,08% C noch 0,2% Sn ohne schädliche Wrkg. sind. In einem Stahl mit 0,1% C, 0,3% Mn u. steigendem Sn-Geh. zeigte sich, daß bei 0,26% Sn die Schiedbarkeit fast aufhörte u. daß bei über 0,4% Sn Rotbrüchigkeit eintrat. Der höchste Sn-Geh. in C-armem Stahl wurde bei 0,77% Sn gefunden. Ferner wird eingegangen auf die Rückgewinnung des Mn zur Einsparung von Ferromangan u. auf die Wiederverwendung von Cr u. Ni enthaltendem Schrott. (Iron Coal Trades Rev. 145. 927—28. 9/10. 1942.) HABEL

William Ashcroft, *Einige niedriglegierte Stähle*. Behandelt werden die Eigg. u. Verwendung folgender Stähle: Mn-Stähle mit 0,1—0,15% C u. 1,4—1,8 Mn (Einsatzstahl), mit 0,25—0,3 C u. 1,4—1,8 Mn (Ölhärter) u. gegebenenfalls noch mit geringen Gehh. an Mo u. ferner ein Stahl mit 0,25—0,35 C, 1,4—1,8 Mn, 0,25—0,3 Mo u. 0,5 bis 0,7 Ni; Cr-Stähle mit 0,25—0,45 C, 0,8—1,1 Cr u. 0,25—0,45 Mo (Ölhärter), Ni-Stähle mit 3—3,5 u. 5 Ni, Cr-Ni-Stähle mit 0,18—0,35 C, 0,4—0,8 Cr u. 3—3,75 Ni sowie mit 0,28—0,32 C, 0,55—0,7 Cr u. 3—3,75 Ni (für Getriebe); Mo-Stähle mit 0,2 C, 0,3—1 Mo (warmfest, bei n. Temp. zug- u. verschleißfest) sowie zusätzlich mit 0,4 Cu (korrosionsfest gegen atmosphär. Einfl., warmfest); Cr-Ni-Mo-Stähle mit 0,25—0,45 C, 0,5—1,8 Cr, 1—4,5 Ni u. 0,25—1 Mo (Öl- oder Lufthärter) u. mit 1,5 Cr, 4,5 Ni u. 0,35 Mo (Einsatzstahl). (Metallurgia [Manchester] 22. 161—63. Sept. 1940.) HABEL

P. B. Greenawald, *Gewalzte Gegenstände aus rostfreiem Stahl*. Kurzer Überblick über die Zus. der rostfreien Stähle, das Schmieden, Bearbeiten (Zusatz von S oder Se zur Verbesserung des Freischneidens), Kaltziehen von Draht, Kaltwalzen von Bändern u. Herstellen von Rohren. (Heat Treat. Forg. 26. 452—55. Sept. 1940.) HABEL

—, *Neuer verschleißfester, unmagnetischer Stahl*. Angaben über die Werksmarke „Manganal“ der JOSEPH T. RYERSON & SON, Chicago. Der austenit. Stahl enthält 11—13,5% Mn u. 3,5% Ni. Durch Abkühlen von Schweißtemp. verliert der Stahl nicht an Zähigkeit. Der magnet. Stahl besitzt neben hoher Verschleißfestigkeit folgende mechan. Eigg.: bis 150 000 lbs./sq. in. (105 kg/qmm) Festigkeit, 55 000—60 000 lbs./sq. in. (38,5—42 kg/qmm) Elastizitätsgrenze, 72,5% Dehnung (2 in.) u. 54% Querschnittsverminderung. Vgl. C. 1941. I. 2445. (Metals and Alloys 12. 782. Dez. 1940.) HABEL

Edwin F. Cone, *„Alnico“ und verwandte Legierungen — ihre metallurgische Entwicklung*. Kurze Übersicht über die als Gußteile im Induktionsofen hergestellten, durch nachträgliche Wärmebehandlung zu vergütenden u. für permanente Magnete benutzten Legierungen *Alnico* (Zus.: Ni 20%, Al 12%, Co 5%, Rest Fe) u. *Alnic* (Zus.: Ni 25%, Al 12%, Rest Fe). (Metals and Alloys 10. 293—97. Okt. 1939.) HENTSCHEL

—, *Magnete aus „Alnico“ in Elektrizitätszählern*. Die Legierung „Alnico“ mit 54% Fe, 10% Al, 18% Ni u. 12% Co besitzt neben guten magnet. Eigg. auch hohe Korrosions- u. Rostsicherheit. (Nickel Bull. 12. 25—28. Febr. 1939.) HABEL

—, *Automateneinsatzstahl*. Die Werksmarke „Speed Case“ der W. J. HOLLIDAY & Co., Hammond, Ind., ist ein C-Mn-Stahl mit der Richtanalyse 0,2% C, 1,25 Mn, 0,25 S, max. 0,02 Si u. max. 0,03 P. Wegen des hohen Mn-Geh. besitzt der Stahl gute mechan. Eigg. u. wegen des hohen S-Geh. leichte schneidende Bearbeitbarkeit. Warm gewalzte Grobbleche besitzen 62 000—72 000 lbs./sq. in. (43,5—50,5 kg/qmm) Festigkeit, 30—35% Dehnung (2 in.) u. 141—156 BRINELL-Härte. Der Stahl kann um 180° kalt gebogen werden, ohne zu reißen, u. hat hohe Schlagfestigkeit bei tiefen Temperaturen. (Metals and Alloys 12. 780. Dez. 1940.) HABEL

—, *„DBL“-Schnelldrehstahl*. Es handelt sich um einen W-armen Schnelldrehstahl der ALLEGHENY LUDLUM STEEL CORP., Pittsburgh, mit 0,6—0,9% C, 5—6 W, 3,5—4,5 Cr, 3,5—5,5 Mo, 1,25—1,75 V, bis 0,5 Mn, bis 0,45 Si, bis 0,03 P u. bis 0,03 S. Ein typ. Beispiel enthält 0,8 C, 5,25 W, 4 Cr, 4 Mo u. 1,5 V. Der Stahl ist bei einem verhältnismäßig weiten Temp.-Bereich härtbar. Wärmebehandlung: Vorerhitzen auf

1500—1600° F (815—871° C), Härten bei 2150—2300° F (1175—1260° C), Anlassen bei 1025—1075° F (550—580° C). Für verschied. Werkzeuge werden die Behandlungstemp. u. die erzielten Härten angegeben. (Iron Age 147. 68—69. 13/3. 1941.) HABEL

—, *Hitzebeständige Legierung*. Die Zus. der handelsüblichen Legierung „Croloy 7“ der BABCOCK & WILCOX TUBE Co. ist: max. 0,15(%) C, max. 0,50 Mn, max. 0,03 P, max. 0,03 S, 0,5—1,00 Si, 6,5—7,5 Cr, 0,45—0,65 Mo, Rest Fe. Sie ist hochhitzebeständig u. eignet sich zur Herst. von Destillationsrohren für Ölraffinerien sowie Dampfüberhitzer. Die Legierung liegt im Cr-Geh. zwischen „Croloy 5“ (5% Cr, 0,5% Mo) u. „Croloy 9“ (9% Cr, 1,25% Mo). „Croloy 7“ ist beachtlich korrosions- u. oxydationssicherer als „Croloy 5“. (Machinery [New York] 46. 133. Febr. 1940.)

GRÜTZNER

S. H. Weaver, *Einfluß der Korngröße auf die Kriechfestigkeit*. Vgl. untersucht an Stählen mit 0,21(%) C, 0,95 Mo u. 0,17 Ni bzw. mit 0,20 C, 0,94 Mo, 1,66 Cr u. 0,08 Ni bzw. mit 0,20 C, 1,70 W, 1,75 Cr u. 0,28 Ni sowie mit 0,20 C, 0,48 Mo, 5,24 Cr u. 0,18 Ni den Einfl. einer bestimmten Korngrößenbehandlung auf die Wechselbeziehung zwischen Kriechfestigkeit, Korngröße u. Temp., das Maximum der Kriechfestigkeit u. die optimale Korngröße sowie die Kriechfestigkeit für den konstanten Kriechwert von 0,1% in 100 000 Stdn. bei Temp. im Bereich von 750—1025° F (400—550° C). Die Korngrößenbehandlung besteht in einem 5std. Glühen bei 1600, 1740, 1880 u. 2280° F (870, 950, 1025 u. 1250° C) mit Abkühlung an Luft bzw. Abkühlung im Ofen mit einem Temp.-Abfall von 45° F (25° C) in der Stde. u. einem darauffolgenden 3std. Glühen bei 1200° F (650° C) mit Ofenabkühlung. Die Ergebnisse sind in Kurvenbildern dargestellt. (Steel 108. 80—82. 85. 92. 24/2. 1941. Schenectady, N. Y., General Electric Co., Turbine Engineering Dep.)

GRÜTZNER

W. C. Schroeder und A. A. Berk, *Interkristalliner Bruch von Dampfkesselstahl*. Bericht über eine ausführlichere Arbeit der Verfasser. Nach Mitteilungen über die Bedingungen, bei denen mit einem interkristallinen Bruch bei Dampfkesselstahl zu rechnen ist, werden die Möglichkeiten beschrieben, die zu einer Verhütung der interkristallinen Bruchgefahr führen. Sie bestehen in der Wahl eines Stahles, der auf Grund der legierungstechn. Zus. u. der Behandlung sicher gegen interkristalline Korrosion ist, in der Verwendung von Dampfkesselwasser, das durch Zusatz von anorgan. Salzen dem Dampfkesselstahl gegenüber indifferent gemacht ist, u. in der Vermeidung der Erzeugung lokaler Angriffsstellen beim Herstellen der Kesseltrommeln, z. B. Vermeidung einer Kaltverarbeitung beim Bördeln. (Iron Coal Trades Rev. 145. 693—94. 28/8. 1942.)

GRÜTZNER

W. L. Nelson, *Stähle für Raffinerianlagen*. Überblick über die in Ölraffinerien bei erhöhten Temp. verwendeten Stähle u. Stahlgußlegierungen. Angabe der chem. Zus., der mechan. Eig. u. des Widerstandes gegen chem. Angriff. (Oil Gas J. 39. Nr. 51. 39—40. 1/5. 1941.)

HABEL

—, *Verschiedene Schweißstähle*. Nach allg. gehaltenen Ausführungen über Schweißen u. Schweißbarkeit wird die Härte in u. neben der Schweißnaht in Abhängigkeit vom C-Geh. bei C-Stählen mit 0,1—0,5% C sowie der Einfl. von Mn, Cr, Mo u. Ni bei C-Geh. von 0,1—0,4% beschrieben. Die relative Erhöhung der BRINELL-Härte je 1% beträgt für Mo 300, Cr 104, Mn 86 u. Ni 44 Einheiten. Es wird berichtet über den Einfl. der Schweißgeschwindigkeit u. der Plattendicke auf die BRINELL-Härte bei einem Stahl mit 0,22% C, 0,62% Mn u. 2% Ni, über den metallurg. Einfl. der Erhitzungsbedingungen beim Schweißen auf die Härte der Schweiße u. der benachbarten Zonen sowie über die Härtung beim Schweißen von niedrig legierten Stählen. Die Härtung beim Schweißen wird erörtert bei Cr-Stählen gemäß S. A. E. 4130, S. A. E. 4150, Ni-Stählen gemäß S. A. E. 2320, S. A. E. 2340, Mn-Stählen mit 0,25—0,30% C u. 0,50, 0,75 bzw. 1,00% Mn, sowie mit 0,2% C u. 1,38% Mn, Mn-Mo-Stählen mit 0,15—0,22% C, 0,88—1,56% Mn u. 0,22—0,34% Mo, sowie Cr-Mo-Ni-Stahl mit 0,26% C, 0,5% Cr, 0,55% Mo u. 2,64% Ni. (Metal Treatment 7. 58—63. Sommer 1941.)

GRÜTZNER

—, *Stahl aus Stahlpulver*. Die Sinterlegierung „Sinterloy“ wird von der CHARLES HARDY, INC., New York, in 3 Zus. hergestellt, u. zwar mit 0,15, 0,4 u. 0,8% C. Sie ist durch Wärmebehandlung härter. Verwendungszwecke werden angegeben. Vgl. C. 1941. I. 3280. (Metals and Alloys 11. MA 242. Mai 1940.)

HABEL

—, *Matrizen aus Zinklegierungen zum Formen plastischer Massen*. Verwendet wird eine verhältnismäßig weiche, niedrig schmelzende Al-haltige Zn-Legierung, die frei ist von Cu u. deren Fe-Geh. sehr klein ist. Die Herst. u. Verwendung der Matrizen wird besprochen. (Machinery [London] 61. 477—80. 29/10. 1942.)

HABEL

—, *Kriecheigenschaften von Kupferlegierungen*. Von den untersuchten Legierungen hatte eine Legierung mit 69% Cu u. 30% Ni den besten Kriechwiderstand. Für diese

Legierung werden die Kriecheigg. bei 300 u. 500° F (etwa 150 u. 260° C) im kaltgezogenen u. im geglühten Zustand näher beschrieben. (Metal Ind. [London] 61. 323. 20/11. 1942.) HABEL

—, *Einfluß von Tellur auf Kupfer*. Die Eig. von Kupfer mit 0,5% Tellur sind hohe elektr. Leitfähigkeit, gute Schmiedbarkeit u. leichte Bearbeitbarkeit. Die Warmverarbeitung erfolgt bei 1200—1600° F (650—870° C), ohne daß die Abkühlungsgeschwindigkeit hierbei von wesentlichem Einfl. ist. Die Kaltverarbeitungsmöglichkeit ist der von reinem Kupfer gleich. Die Legierung weist in geschiedetem Zustand 33 000 lbs./sq. in. (23 kg/qmm) Zerreißeigigkeit bei 8000 lbs./sq. in. (5,6 kg/qmm), Streckgrenze u. 30% Dehnung (2 in.) auf. Hart gezogen beträgt die Zerreißeigigkeit 50 000 lbs./sq. in. (35 kg/qmm) bei 30 000 lbs./sq. in. (21 kg/qmm) Streckgrenze u. 15% Dehnung. Gezogene Rohre haben 46 000 lbs./sq. in. (32,3 kg/qmm) Zerreißeigigkeit bei 25 000 lbs./sq. in. (17,6 kg/qmm) Streckgrenze u. 20% Dehnung. Kupfer mit 0,5% Te, 1% Ni u. 0,2% P ist härtbar, gut schiedbar u. bearbeitbar. Das Weichglühen erfolgt bei 1200—1600° F (650—870° C) mit darauffolgendem Ablöschchen in W. oder einem starken Luftstrom. Die Alterungsbehandlung besteht in einem 1—2std. Glühen bei etwa 850° F (455° C). In geschiedetem Zustand weist diese Legierung eine Zerreißeigigkeit von 60 000 lbs./sq. in. (42 kg/qmm) bei 40 000 lbs./sq. in. (28 kg/qmm) Streckgrenze auf, in hartgezogenem Zustand 75 000 lbs./sq. in. (52,7 kg/qmm) Zerreißeigigkeit bei 50 000 lbs./sq. in. (35 kg/qmm) Streckgrenze u. 15% Dehnung. Wärmebehandelte gezogene Rohre besitzen 70 000 lbs./sq. in. (49,2 kg/qmm) Zerreißeigigkeit, 47 000 lbs./sq. in. (33 kg/qmm) Streckgrenze u. 18% Dehnung. Beide Legierungen sind korrosionssicher, alterungssicher u. hitzebeständig. (Machinery [New York] 46. 132. Febr. 1940.) GRÜTZNER

J. R. Townsend, *Umrechnungsverhältnis der Härtezahlen für Patronenmessung*. Die für den gleichen Härtegrad sich nach verschied. Meßverf. ergebenden Härtewerte sind in einer Vergleichstabelle nebeneinander gestellt. (Metal Ind. [London] 61. 37—38. 17/7. 1942.) HABEL

A. G. Arend, *Elektroöfen in der Nickelindustrie*. Überblick über die Verwendung von elektr. Öfen beim Schmelzen der Erze, bei der Fabrikation des Metalls oder seiner Legierungen u. bei der Wiedergewinnung aus Abfällen. (Electrician 130. 225—27. 26/2. 1943.) METZNER

Robert J. Anderson, *Die deutsche Aluminiumindustrie*. Die bedeutende Entw. der deutschen Aluminiumindustrie seit dem Krieg 1914—1918 bis zum Jahre 1938 wird eingehend beschrieben. Während im Jahre 1913 die Aluminiumerzeugung etwa 1000 t betrug, hatte sie im Jahre 1938 bereits 170 000 t erreicht. Der für die Herst. von Tonerde, dem Rohstoff für die Al-Gewinnung, notwendige Bauxit wird hauptsächlich aus dem Ausland bezogen. Die Verarbeitung der in großem Ausmaß vorhandenen deutschen Tone (Aluminiumsilicate) zu Tonerde wird jedoch neuerdings auch ausgeführt. Hierbei werden die Tone entweder mit Säuren (HCl, HNO₃, H₂SO₄, H₂SO₃) zu Al-Salzen umgesetzt, die dann durch Erhitzen in Al₂O₃ übergeführt werden, oder aus den Tonen werden durch therm. Verf. Schwermetallverb. (Ferrosilicium) u. Tonerde erschmolzen. Auf den Bedarf an Hilfsstoffen bei der Al-Gewinnung, wie Kryolith, Kohlelektroden, u. an elektr. Energie sowie auf die Aufarbeitung von Alaluminium wird ebenfalls eingehend eingegangen. 65 Literaturstellen werden angegeben. (Min. Mag. 62. 201—12. April 1940. 274—84. Mai 1940.) HÖGEL

L. W. Kempf, *Wärmebehandlung von Aluminiumlegierungen*. I. Mitt. (II. vgl. C. 1940. II. 548.) Überblick über die Wrkg. einer Ausscheidungshärtung auf die Korrosion, Ermüdungsfestigkeit, elektr. Widerstand, D. u. Eig. bei langdauernder Einw. verschied. Temperaturen. (Metal Ind. [London] 56. 238—90. 29/3. 1940.) HABEL

L. B. Grant, *Die Bedeutung des Magnesiums*. Es wird die Entw. der Mg-Industrie seit 1915 aufgezeigt vom ersten Weltkrieg an, in dem es nur zu pyrotechn. Zwecken verwendet wurde, bis zu der heute üblichen vielseitigen Verwendung, unter der die als Bauelement in der Flugzeugindustrie wesentlich ist. Die Fortschritte bestehen in der Senkung der Erzeugungskosten, in der Entw. von korrosionsfesten, Mg-reichen Legierungen, vornehmlich mit Zn, Al u. Mn, mit guten Festigkeitseigg., in den Verarbeitungsverf. derselben u. in der Sammlung von Erfahrungen bei der Verwendung. (Trans. Amer. Inst. chem. Engr. 37. 489—500. 25/6. 1941.) METZNER

—, *Stellit*. Überblick über neuzeitliche Entw. u. Verwendung. (Machinery [London] 58. 238. 29/5. 1941.) HABEL

Joseph Field, *Die Jominy-Härteprüfung*. Die JOMINY-Härteprüfung geht von folgenden Annahmen aus: 1. Die Martensithärte am äußersten Ende des Prüfstabes

(I. H.) ist eine Funktion des C-Gehalts. 2. Die Härte im Abstand vom Ende ($\frac{1}{4}''$, $\frac{1}{2}''$, $\frac{3}{4}''$ bis $2''$) (D. H.) ist eine Funktion des C-Geh., der sonstigen legierungstechn. Zus. u. der Korngröße. 3. Das Verhältnis I. H. : D. H. ist eine konstante Funktion des idealen krit. Durchmessers (D_1). V. beschreibt nun die rechner. Ermittlung der Daten für D, durch Multiplikation bestimmter Zahlenwerte für C, Mn, Si, Ni, Cr u. Mo, die Ermittlung von I. H. = ROCKWELL-Härte C in Abhängigkeit vom C-Geh. u. die Berechnung der ROCKWELL-Härte C für die einzelnen Abstände $\frac{1}{4}''$, $\frac{1}{2}''$, $\frac{3}{4}''$ bis $2''$ aus dem Verhältnis I. H. : D_1 . An Hand von zahlenmäßigen Angaben von 22 Stählen u. einer Häufigkeitskurve hinsichtlich der Auswertung von 43 Stählen wird die weitgehende Übereinstimmung der errechneten mit den echten Werten der ROCKWELL-Härte C nachgewiesen. (Iron Coal Trades Rev. 147. 279—82. 20/8. 1943.) GRÜTZNER

Herbert R. Isenburger, *Belichtungstabelle für die Röntgenographie von Stahl*. (Metal Progr. 40. 635. Okt. 1941. Long Island City, N. Y., St. John X-Ray Service, Inc.) HABEL

Charles O. Herb, *Mittels Wälzfräsern hergestellte Preßformen bei der General Electric Co.* Nach allg. Ausführungen über das Verf. zur Herst. von Formen zum Pressen synthet. plast. MM. mittels Wälzfräsern unter besonderer Berücksichtigung der Herst. von verwickelten Preßformen werden Stähle u. ihre Wärmebehandlung für Wälzfräser u. Formen sowie das Polieren u. Plattieren der ausgefrästen Formpartien beschrieben. Der Wälzfräserstahl enthält 0,40—0,45(%) C, 1,4—1,5 Cr, 0,3 Mn, 1,4—1,5 Si, 0,2 bis 0,3 V. Die bearbeiteten Werkzeuge werden in gebrauchtem Einsatzhärtepulver auf 1650—1700° F (900—925° C) erhitzt, auf dieser Temp. 1—2 Stdn. gehalten u. in Öl abgeschreckt. Nach dem Anlassen auf 375—400° F (190—205° C) weisen die Werkzeuge 62—63 ROCKWELL-Härte C auf. Der Formenstahl ist ein Elektrostahl mit 0,1(%) C, 0,5 Mn, 0,5 Cr u. 1,25 Ni. Nach dem Härten besitzt der Stahl eine Härte von etwa 63 ROCKWELL-C. Für Formen, die eine höhere Hitzebeständigkeit aufweisen müssen, wird ein Stahl mit 1,5% C u. 3,5% Ni empfohlen. Die Formen werden vor dem Fräsen 4—6 Stdn. bei 1250° F (675° C) geglüht u. im Ofen erkalten gelassen. Nach Beginn des Fräsens müssen die ausgefrästen Partien bei nochmaligem Glühen vor dem Verzundern durch Ausfüllen mit Blankglühpulver geschützt werden. Die fertigen Formen werden in Leuchtgas bei 1650° F (900° C) während 6 Stdn. aufgekohlt, nach dem Senken der Temp. auf 1550° F (845° C) in Öl abgeschreckt u. 1 Stde. bei 300—400° F (150—205° C) angelassen. Die ausgefrästen Partien werden mit Lederscheiben poliert u. verchromt. (Machinery [New York] 46. 87—91. Febr. 1940.) GRÜTZNER

Dwight Vandevate, *Flammenhärten von Zahnrädern*. V. beschreibt die Grundlagen des Flammenhärtens u. empfiehlt zur Herst. von Schmiedestücken, die nach der Bearbeitung flammengehärtet werden sollen, Stähle gemäß S. A. E. 4640 u. S. A. E. 6145 sowie mit Vorbehalt den billigen Stahl S. A. E. X 1340. Die Schmiedestücke werden normalisiert, bei etwa 1200° F (650° C) geglüht, abgeschreckt u. auf die gewünschte Härte angelassen. Es wird eine Kernhärte von 235—302 BRINELL, in Sonderfällen 302—341 BRINELL empfohlen. Stahlguß, der flammengehärtet werden soll, enthält zweckmäßig 1,00—1,50% Mn bei 0,35% C. Das Ablöschen erfolgt in der aus den Abb. ersichtlichen GLEASON-Maschine. (Machinery [New York] 46. 123—26. Febr. 1940. Gleason Works, Rochester, N. Y.) GRÜTZNER

—, *Neue Legierung zum Harzlöten bei niedrigen Temperaturen*. Die neue Legierung „Silbralloy“ der JOHNSON, MATTHEY & Co., LTD., ist der bisherigen Legierung „Sil-fos“ ähnlich, besitzt jedoch einen geringeren Ag-Gehalt. Ihr F. liegt bei 694°; sie fließt leicht, wenn die zu verbindenden Teile kirschrot sind. Die Legierung ist leicht verformbar u. ergibt korrosionsfeste Verbindungen. (Metal Ind. [London] 57. 86. 2/8. 1940.) HABEL

F. Helbing, *Das Widerstandspunkt- und Nahtschweißen*. Überblick über die Punkt- u. Nahtschweißung von Leichtmetallen u. Stählen: Einfl.-Faktoren, Anwendungsgebiete, Beispiele von Sonderausführungen, Ausrüstung. Schwierigkeiten bietet jetzt eigentlich nur die Schweißung von austenit. Werkstoff u. bes. von Oberflächen vorbehandelter Bleche, die sich aber meist auch überwinden lassen. (Dtsch. Luftwacht, Ausg. Luftwissen 11. 189—92. Juli 1944.) POHL

Junius D. Edwards, *Anodische Behandlung von Aluminium*. Die anod. Behandlung von Al umfaßt die elektrolyt. Oxydation u. das elektrolyt. Glänzen oder Polieren. Bei der elektrolyt. Oxydation finden verschied. Elektrolyte Verwendung. Lange Zeit wurden Borsäure oder Lsgg. von Boraten, wie Ammoniumborat oder Borax als Elektrolyt verwendet. Die hierbei erhaltene Oxydschicht ist dünn u. sehr undurchlässig. Beim Schwefelsäureverf., worauf auch das „Alumilite“-Verf. beruht, wird als Elektrolyt 15—25% ig. H_2SO_4 verwendet. Hierbei werden klare, leicht gefärbte Schichten erhalten,

die verschleiß- u. korrosionsfest sind. Für andere Zwecke, bes. bei wärmebehandelten Al-Cu-Legierungen, hat das Chromsäureverf. große Verbreitung gefunden. Der Elektrolyt enthält meistens 3% Chromsäure, manchmal auch 5 oder 9,5%. Die Spannung wird in den ersten 15 Min. von 0 auf 40 Volt gesteigert, 35 Min. auf diesem Wert gehalten, dann bis zum Ende der gesamten Behandlungszeit von 60 Min. auf 50 Volt gesteigert. In 5 oder 9,5%ig. Lsgg. kann die Behandlung auch in 60 Min. bei einer Spannung von 40 Volt u. einer Temp. von 35° durchgeführt werden. Beim Oxalsäureverf., das in Japan u. Deutschland Eingang gefunden hat, wird die Elektrolyse bei 40 Volt oder höher in einem 5%ig. Elektrolyten bei 30° durchgeführt. Als Stromart dient Gleich-, Wechselstrom u. mit Wechselstrom überlagerter Gleichstrom. Zus. u. Aussehen der Oxydschicht wird beeinflußt durch die Zus. des Al u. den Elektrolyten. Metalle, die mit Al feste Lsg. bilden, wie Cu, Mg, Li u. Zn, sind ohne besonderen Einfl. auf das Aussehen der Oxydschicht. Verbb., wie Al-Mn, Al-Cr-Fe, Al-Cu-Fe-Mn werden in Schwefelsäure u. Chromsäure-Elektrolyten nicht so schnell oxydiert wie das Al u. bleiben daher unverändert in der Oxydschicht. In Schwefelsäure-Elektrolyten werden die hellsten Oxydschichten erhalten, in Chromsäure-Elektrolyten graue oder grünliche; in Oxalsäure-Elektrolyten ist die Färbung cremeartig, manchmal goldfarbig. Die Dicke der Oxydschichten schwankt von 0,0025—0,01 mm. Die hohe Absorptionsfähigkeit der Schicht gestattet die Färbung mit lackbildenden Farbstoffen. Durch Wechselwrkg. verschied. Lsgg. können farbige Pigmente in den Poren der Oxydschicht gebildet werden. — Die Poren der Oxydschicht lassen sich durch eine Behandlung in heißem oder kochendem W. verschließen. Hierbei wird Al_2O_3 , das bei der anod. Oxydation entsteht, in $Al_2O_3 \cdot H_2O$ umgewandelt. Die Schicht verliert dabei, ohne das Aussehen zu ändern, ihre Absorptionsfähigkeit. Gleiche Wrkgg. lassen sich mit Ölen u. Wachsen erzielen. Durch anod. Behandlung von Al in einer Lsg. von Borfluorid, Natriumphosphat oder -carbonat läßt sich eine glänzende Oberfläche erzielen; derartige Verff. haben daher die Bezeichnung *elektrolyt. Glänzen oder Polieren* erhalten. (Metal Ind. [London] 58. 473—76. 30/5. 1941.)

HÖGEL

C. C. Downie, *Beizen von Bandstahl*. Überblick über Verff. zum Messen der Zunder- bzw. Oxydschichtdicke, über Großbeizverrs., die dabei angewendeten Heiz- u. Überwachungsmaßnahmen u. über das elektrolyt. Reinigen. (Machinery [London] 57. 489—90. 30/1. 1941.)

HABEL

—, *Feuerverzinnen von Gußeisen*. Auswertung des Schrifttums bis zum Juni 1940. Angabe von 24 Literaturstellen. (Iron Age 147. 55—58. 24/4. 1941.)

HABEL

Walter Eckardt, *Das chemische Verhalten einiger Metalle*. Hinweis auf die Änderungen der physikal. u. chem. Eigg. durch die Anwesenheit bestimmter geringer Verunreinigungen oder Zusätze. (Metallwaren-Ind. Galvano-Techn. 42. (25.) 234. Aug. 1944.)

HENTSCHEL

—, *Seewasserkorrosion*. Bericht über Dauerkorrosionsprüfungen, die sich über 5, 10 u. 15 Jahre erstrecken. Die Proben waren dem Einfl. von Seewasser, Seeluft u. Frischwasser in Auckland (Neu-Seeland), Colombo (Ceylon), Halifax (Canada) u. Plymouth (England) ausgesetzt. Untersucht wurden Weichisen, Stahl u. Gußeisen üblicher Zus., Ni-Stahl mit 36, 55% Ni, Cr-Stahl mit 13,5% Cr, Ni-Stahl mit 3,75% Ni, Stahl mit niedrigem C-Geh., hohem S- u. P-Geh. sowie 2,185% Cu, Cu-Stahl mit 0,635% Cu, schwed. Holzkohleneisen, Mn-Stahl mit 0,7% Mn u. hohem S- u. P-Geh., C-Stahl mit 0,4% C. Am besten verhielt sich der Stahl mit 36,55% Ni, dann folgte der Cr-Stahl u. dann der mit 3,75% Ni. Die Reihenfolge der anderen Werkstoffe schwankte in Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen. (Engineering 150. 177—78. 30/8. 1940.)

GRÜTZNER

Kirk H. Logan and Melvin Romanoff, *Beständigkeit von Eisen, Nichteisenmetallen und bitumenfreien Überzügen gegen Bodenkorrosion*. Bei hohen Gehh. an Ni u. Cr sind Stähle gegen Bodenkorrosion ziemlich beständig. Ebenso werden Kupfer u. hochkupferhaltige Legierungen im allg. wenig angegriffen. Bei Cu-Zn-Legierungen sinkt die Korrosionsbeständigkeit mit steigendem Zn-Gehalt. Hierbei spielt bes. die Entzinkung eine Rolle. Sie läßt sich durch Zusatz von As vermindern, doch ist bei *Muntz-Metall* (60 Cu, 40 Zn) ein höherer Zusatz erforderlich als bei α -Messing. Blei korrodiert im Boden nur wenig. Es werden dabei auf der Oberfläche unlösl. Verbb. gebildet, wie Sulfate, Chloride, Carbonate, die einen weiteren Angriff unterbinden. Zink als Überzug auf Eisen ist als Korrosionsschutz geeignet, Blei bietet als Überzug keinen Schutz. Zinn als Überzug auf Kupfer schützt nur wenig. Asbestzement ist gegen Bodenkorrosion sehr widerstandsfähig. Als nicht metall. Überzüge haben sich gut bewährt Email, Gummi, dick aufgetragenes chinesisches Holzöl u. Glimmer u. ein dünner Überzug aus angebacktem Bakelit. (J. Res. nat. Bur. Standards 33. 145—98. Sept. 1944.)

HÖGEL

W. R. Huey, Korrosionsprüfung. Die Huey-Methode. Die HUEY-Meth. hat den Zweck, schnell den Korrosionswiderstand, bes. von 18—8 rostfreien Stählen zu bestimmen. Die Proben werden dreimal 48 Stdn. der Korrosion in siedender 67% ig. Salpetersäure am Rückflußkühler unterworfen. Dabei soll die Eindringtiefe nicht über 0,004 Zoll (0,1 mm) pro Monat, berechnet aus der Summe der Gewichtsverluste nach jeder Beanspruchung, hinausgehen. — Es wurden nun Prüfungen nach der HUEY-Meth. an geschweißten Metallen von verschied. Kohlenstoffgeh. u. Hitzebehandlungen durchgeführt u. mit anderen Methoden, wie mkr. Unters. auf interkristalline Korrosion oder Messung des elektrolyt. Auflösungspotentials in n Schwefelsäure gegen eine 0,1n Kalomelektrode verglichen, wobei sich eine bemerkenswerte Übereinstimmung ergab, so daß die HUEY-Meth. auch für die Korrosionsprüfung für Schweißnähte als sehr scharf gelten kann. (Iron Coal Trades Rev. 146. 731. 14/5. 1943.) SCHÖNE

○ **Benjamin A. Jeffery, Clarkston, Mich.,** übert. von: **Scott H. Lilly, Toledo, O., V. St. A.,** *Reduktion von Erzen und Bildung von Metallschwamm.* Das Metall wird aus den Erzen mittels einer Fl. gewonnen. Es wird zunächst ein Schlicker von staubförmigen Erzen gebildet, der Schlicker in Tropfen zerstäubt u. diese in Kügelchen getrocknet. Letztere werden mit einer Fl. in Berührung gebracht zwecks Gewinnung des Metalles. (A. P. 2 351 765 vom 12/12. 1941, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.) HAUSWALD

○ **American Cyanamid Co., New York,** übert. von: **Ludwig Jacob Christmann, Yonkers, N. Y., David Walker Jayne jr., Old Greenwich, und Stephen E. Erickson, Springdale, Conn., V. St. A.,** *Schaumschwimmverfahren zur Trennung von Phosphaterz aus kiesel-saurer Gangart.* Als Schaummittel dienen die *Diacidylreaktionsprodd.* eines *Polyalkylenpolyamins* von der allg. Formel I, worin n, m u. x niedrige ganze Zahlen sind. Der Säurerest leitet sich von der Säure des Baumwollensamöls ab. (A. P. 2 321 186 vom 4/9. 1940, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **Westinghouse Electric & Manufacturing Co., East Pittsburgh,** übert. von: **Francis S. Kleemann, Pittsburgh, Pa., V. St. A.,** *Gießereiformzusammensetzung.* Die Form besteht aus einer Mischung von 65—95 (%) SiF₄, 4—18 Wasserglas, u. 2—18 Pech, sowie 8—17 Teilen W., die zu 100 Teilen der Mischung zugefügt werden. (A. P. 2 322 638 vom 31/7. 1942, ausg. 22/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 22/6. 1943.) HAUSWALD

Dürener Metallwerke A.G., Berlin-Borsigwalde, *Stranggußkockille,* bes. zum Gießen von Leichtmetallsträngen, bei der die Kockillenseitenwände von 2 umlaufenden endlosen Bändern gebildet werden u. eine besondere Einlaufstelle für die Metallschmelze vorgesehen ist. (N. P. 68 008 vom 14/1. 1941, ausg. 26/6. 1944. D. Prior. 20/5. 1939.) J. SCHMIDT

○ **American Electro Metal Corp.,** übert. von: **Renzo U. Volterra, Yonkers, N. Y., V. St. A.,** *Formkörper aus Eisenpulver.* Normalerweise nicht brikkettierbares Eisenpulver wird mit Kohle über 5—70%, Eisenoxydstaub u. einem Bindemittel innig vermischt. Die Mischung wird unter n. Druck in einen zusammenhängenden Körper der gewünschten Form verpreßt u. der Formkörper unterhalb seiner Schmelztemp. unter kontrollierten Bedingungen zwecks Red. des Eisenoxydes erhitzt. Endlich wird der Formkörper gesintert. Die kontrollierte Erhitzung erfolgt bei Temp. zwischen 1150 u. 1390°, jedoch unterhalb der vorherrschenden niedrigsten Temp. einer im Formkörper enthaltenen Eisenkomponente, bis ein dichter u. fester Körper von vorbestimmtem durchschnittlichem C-Geh. erhalten u. eine vorbestimmte Diffusion des C erreicht ist. (A. P. 2 315 302 vom 8/11. 1940, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) HAUSWALD

○ **United States Rubber Co., New York, N. Y.,** übert. von: **Edward H. Wallace, Detroit, Mich., und Ralph K. Rer, Cleveland, O., V. St. A.** *Elektrolytische Abscheidung von Eisen.* Als Elektrolyt wird eine Eisenchloridlsg. verwendet, die eine Ferri-Ionen-Konz. zwischen 0,01 u. 0,45 g pro Liter enthält u. einen p_H-Wert zwischen 0,8 u. 1,4 besitzt. Der Strom fließt zwischen der Kathode u. der lösl. Eisenanode. Während der ganzen Operation wird in der Lsg. die Ferri-Ionen-Konz. u. ein p_H-Wert innerhalb der genannten Verhältnisse für die Ferri-Ionen-Konz. aufrechterhalten. Der p_H-Wert wird so bemessen, daß im wesentlichen ein sich selbst aufrechterhaltendes Niederschlagen von Fe während des kontinuierlichen Prozesses erfolgt. (A. P. 2 316 917

vom 18/10. 1941, ausg. 20/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/4. 1943.)
HAUSWALD

Oberhütten Vereinigte Oberschlesische Hüttenwerke Akt.-Ges., Gleiwitz, *Baustähle mit verbesserten Güteeigenschaften*. Die Stähle werden aus der Endverformungstemp. in ein Ablöschbad gebracht, wo sie so lange belassen werden, daß sie bei ihrer Herausnahme noch genügend Wärme enthalten, um ein Anlassen zu bewirken. (Belg. P. 452 804 vom 20/10. 1943, Auszug veröff. 28/6. 1944. D. Prior. 2/11. 1942.) HABEL

Schoeller-Bleckmann Stahlwerke Akt.-Ges., Deutschland, *Stahl für mit Hartmetall bestückte Gesteinsbohrer und ähnlich beanspruchte Werkzeuge* enthält neben Fe u. den n. Verunreinigungen noch 0,4—0,6(%) C, 1—2,5 Mn, 0,5—1 Si u. 3—6,5 Cr. Ferner können vorhanden sein bis 2% carbidbildende Elemente, wie Mo, W, V, Ti, Ta u./oder Niob. Der Stahl kann auch einen um so viel höheren C-Geh. besitzen, wie der zugesetzte Carbiddbildner abbündet. — Geeignet außer für Gesteinsbohrer, Schrägmeißel u. dgl. auch für andere Werkzeuge, die vor dem Bestücken mit Hartmetall bearbeitbar sein sollen, nachher jedoch hohe Festigkeit besitzen müssen. (F. P. 890256 vom 19/1. 1943, ausg. 3/2. 1944. D. Prior. 21/4. 1941.)
HABEL

○ **Howard F. Jenkins und Benjamin F. Jenkins**, Jeannette, Pa., V. St. A., *Glühbehandlung*. Für die Glühbehandlung von Stangenstahl o. dgl. wird eine Mischung aus Borax u. Borsäure verwendet. Die Temp. wird so hoch gewählt, daß ein Schmelzen des auf dem Stahl zu bildenden Überzuges eintritt. Sie soll jedoch unterhalb des Kp. von Borax liegen. (A. P. 2 321 917 vom 27/1. 1942, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)
HAUSWALD

○ **Bethlehem Steel Co.**, übert. von: **John A. Tayler**, Bethlehem, Pa., V. St. A., *Härten von Stahlwalzen*. Zur Verhinderung von weichen Stellen auf erhitzten Metallrollen o. dgl. wird die Walze oberflächlich über die krit. Temp. erhitzt, anschließend mit W.-Dampf u. dann mit einer Abschreckfl. behandelt. Der Zunder wird hierauf entfernt u. das Abschrecken durch Aufspritzen vollendet. (A. P. 2 317 233 vom 3/8. 1940, ausg. 20/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/4. 1943.)
HAUSWALD

△ **Bell Telephone Laboratories, Inc.**, übert. von: **Oscar J. Finch und John H. White**, *Dauermagnet*. Die Legierung enthält 10—30 (%) Ni, 5—10 Al, 2—10 V, 5—15 Co, bis zu 10 Cu, Rest Fe. (A. P. 2 349 857, ausg. 30/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1388.)
HAUSWALD

Soc. Industrielle et commerciale des aciers, Frankreich, *Behandlung von Eisen-Nickel-Aluminium-Dauermagnetlegierungen*, die auch weitere Zusätze, z. B. Co, Cu u./oder Ti, enthalten können. Die Legierungen werden in H₂ bei über 900° geglüht. Dieses Glühen kann vor der mit einer schnellen Abkühlung verbundenen Wärmebehandlung vorgenommen werden u. beträgt vorzugsweise mindestens etwa 10 Stdn., z. B. 2 Tage. — Verbesserung der magnet. Güterwerte; Verminderung der Gefahr zur Rißbildg. bei der schnellen Abkühlung. (F. P. 890 770 vom 5/2. 1943, ausg. 17/2. 1944. D. Prior. 16/2. 1942.)
HABEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., und **Duisburger Kupferhütte**, Duisburg, *Metallelektrolyse*. Das Verf. nach N. P. 62165 zur Elektrolyse von Zn, nach dem bei erhöhter Temp. zunächst ein fl. Zn-Amalgam hergestellt wird, aus dem man das Hg im Vakuum wieder herausdestilliert, wird auf die Gewinnung von Pb, Bi u. Cd angewendet. (N. P. 68 104 vom 22/12. 1942, ausg. 17/7. 1944. **Zusatz zu N. P. 62165; C. 1940. II. 3759.**)
J. SCHMIDT

△ **Westinghouse Electric & Manufacturing Co.**, übert. von: **Charles C. Whitaker und Walter A. Graham**, *Kupferlegierung* enthält 74—75 (%) Cu, 10—11 Mn, 3,5—4,5 Fe, 10—11,5 Zn u. 0,5—1,0 Al. Der Widerstandstemperaturkoeffizient zwischen 0 u. 550° beträgt 0,000032. Der spezif. Widerstand ist 28mal größer als der von Cu. (A. P. 2 372 152, ausg. 20/3. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3243.)
HAUSWALD

○ **Langley Alloys Ltd.**, Langley, übert. von: **Frank Charles Evans**, Farkham Common, England, *Kupferlegierung*. Die durch Hitzebehandlung härtbare Cu-Legierung enthält 0,5—5 (%) Ni, 0,1—1,25 Si, 0,05—0,5 Ce u. 93—99 Cu. (A. P. 2 357 190 vom 9/12. 1941, ausg. 29/8. 1944. E. Prior. 14/6. 1940. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/8. 1944.)
HAUSWALD

Vereinigte Aluminium-Werke A.G., *Aluminiumgegenstand von großer Dicke für häufig schwankende Biegebungsbeanspruchung*. Man verwendet eine Al-Legierung aus

Rein-Al mit über 99,9% Al u. einer so geringen Menge von mit Al Mischkristalle bildenden Zusatzmetallen, wie 0,05–0,2% Mg, daß die Weichheit u. Verformbarkeit des Al nicht wesentlich verändert wird. Die Legierungen dienen bes. für Kabelmuffen (Dan. P. 62 385 vom 23/1. 1941, ausg. 26/6. 1944. D. Prior. 9/2. 1940.) J. SCHMIDT

○ Anglo California National Bank of San Francisco, San Francisco, Calif., V. St. A., übert. von: Alfred Brandt, Swansea, Wales, *Wärmebehandlung von Magnesiumlegierungen*. Zur Erhöhung der Streckgrenzen von gegossenen Mg-Legierungen mit mehr als 7%, aber weniger als 12% Al, mit wenigstens über 0,2% u. weniger als 4% Zn u. mit 0,1–1,0% Mn, wobei der Gesamtgeh. der genannten Legierungsbestandteile nicht mehr als 12% betragen soll (der Rest ist Mg), wird die Legierung im Gußzustand auf eine Temp. zwischen 100 u. 250° erhitzt. (A. P. 2 314 852 vom 8/10. 1941, ausg. 23/3. 1943. E. Prior. vom 9/9. 1940. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.)

HAUSWALD

△ Max Stern, *Rohre, Rundstangen und Profile aus Schrott von Magnesium und Magnesiumlegierungen*. Der Schrott wird auf 150–180° erhitzt u. mit einem Druck von 1–3 Tonsq. in. (1,6–4,7 kg/qmm) zu festen Körpern verpreßt. Der Preßkörper wird dann auf 250–500° erhitzt, wobei ein Druck von 6–18 Tonsq. in. (9,5–28,5 kg/qmm) ausgeübt wird. (A. P. 2 358 667, ausg. 19/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1387.)

HAUSWALD

○ Chicago Development Co., Chicago, Ill., übert. von: Reginald S. Dean, Washington, D. C., V. St. A., *Elektrolytisches Niederschlagen von Mangan*. Die Elektrolyse wird in einer Zelle ohne Diaphragma durchgeführt. Die Anode ist unlöslich. Der Elektrolyt besteht im wesentlichen aus einer wss. Lsg. von Alkylaminen mit über 5 g Mn (in Form von MnSO₄) im Liter. Die Stromdichte beträgt wenigstens 2 Amp./qdc. (A. P. 2 317 153 vom 14/7. 1938, ausg. 20/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/4. 1943.)

HAUSWALD

○ Westinghouse Electric & Manufacturing Co., East Pittsburgh, Pa., übert. von: Nelson H. Stewart, Caldwell, und John H. Ramage, Bloomfield, N. J., V. St. A., *Lötverfahren*. Die zu verlötenden Teile werden zusammen mit dem Lotmetall in einer kohlenstoffhaltigen Atmosphäre erhitzt, bis das Lotmetall schmilzt. Die zusammengetöteten Teile werden dann in eine Kühlkammer gebracht, in die ein nicht verschmutzendes Gas eingeführt wird. (A. P. 2 315 294 vom 19/7. 1941, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.)

HAUSWALD

○ Natural Products Refining Co., Jersey City, übert. von: Joseph J. Vetter, Hackensack, N. J., V. St. A., *Schweißdraht*. Der Draht enthält 15–25% seines Gewichtes an Cr, 1–3 Si u. 1–6 C, Rest Fe, andere Bestandteile nicht mehr als 1/2%. (A. P. 2 315 466 vom 5/3. 1942, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.)

HAUSWALD

○ Peter P. Alexander, Marblehead, Mass., V. St. A., *Verfahren zum Überziehen von Kupferstücken mit einer Titanlegierung*. Das kupferne oder Cu-haltige Stück wird in dünner Schicht mit Titanhydrid bedeckt u. der Einw. einer Temp. von über 878°, aber unterhalb des F. des Cu ausgesetzt, bis die Metalle Cu u. Ti ineinander diffundieren u. über die Oberfläche des Stückes fließen. (A. P. 2 351 798 vom 14/8. 1941, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.)

LEHMANN

○ Julius Dupuis, Huyssinghen, Belgien, *Herstellung von elektrolytischen Überzügen*. Die zu überziehenden Gegenstände werden mit einem Überzugsmittel, das ein Metallpulver enthält, versehen, u. nach dem Trocknen des Auftrags wird der Gegenstand in eine wss. Lsg. eingetaucht, die etwa 10 (g) Essigsäure u. 90 Pyrogallussäure im Liter W. enthält. Anschließend kommt er in eine zweite Lsg., die 2 HgCl₂, 20 AgNO₃ u. 300 cem NH₃-Lsg. im Liter W. enthält. Zum Schluß wird der Gegenstand abgespült. (A. P. 2 351 940 vom 13/3. 1940, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.)

M. F. MÜLLER

○ Udylite Corp., übert. von: Henry Brown, Detroit, Mich., V. St. A., *Galvanisches Niederschlagen von Nickel* in feinkörniger Form aus einer wss. sauren Ni-Lsg., die NiSO₄, NiCl₂ oder ein Gemisch davon u. einen in dieser Lsg. lösl. aliph. polyhalogenierten Aldehyd enthält. Der Aldehyd soll wenigstens ein Halogenatom in α-Stellung zur Aldehydgruppe besitzen. Die Halogene können Chlor oder Brom sein. (A. P. 2 321 182 vom 28/7. 1939, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ Carnegie-Illinois Steel Corp., übert. von: Willard O. Cort u. Hugh E. Romine, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Oberflächenbehandlung verzinnter Materialien*. Verzinnte Vorratsbehälter, die einen porösen Oxydfilm aufweisen, der sich bei hohen Temp. bildet, werden zunächst vor diesem Oxydfilm befreit. Die so befreite Oberfläche wird dann mit reiner Luft bei einer Temp. behandelt, die verhältnismäßig niedriger ist als die Tauchtemperatur. Es bildet sich hierbei ein gleichmäßiger dichter Oxydfilm auf der Oberfläche, der gegen die Entw. gelber Flecken während der n. Lagerungsbedingungen immun ist oder während des Erhitzens auf Temp., wie sie z. B. beim Emaillieren auftreten. (A. P. 2 314 818 vom 29/4. 1939, ausg. 23/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.) HAUSWALD

○ Magnesium Elektron Ltd., London, übert. von: Charles James Bushrod, Prestwich, England, *Korrosionsschutz für Magnesium und magnesiumhaltige Legierungen*. Das Metall wird zunächst mit einer Lsg. von Mangansulfat bis zur Bldg. eines Films aus $Mn(OH)_2$ auf der Oberfläche u. dann mit einem oxydierenden Salz behandelt, das den $Mn(OH)_2$ -Film in Mangandioxyd überführt. (A. P. 2 352 076 vom 5/4. 1943, ausg. 20/6. 1944. E. Prior. 2/4. 1942. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.) LEHMANN

IX. Organische Industrie.

△ Standard Oil Development Co., übert. von: Fred J. Beyerstedt, *Alkylierungskatalysator*. Zur Beschleunigung der Alkylierung eines Isoparaffins mit einem Olefin verwendet man das Anlagerungsprod. von BF_3 an H_3PO_4 . (A. P. 2 363 222, ausg. 21/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3007.) RAETZ

△ Socony-Vacuum Oil Co., übert. von: Alexander N. Sachanen und Philip D. Caesar, *Aktivatoren für Katalysatoren vom Aluminiumchloridtyp*. Die für die KW-stoff-Umwandlung verwendeten $AlCl_3$ -Katalysatoren werden durch Hinzufügen von Aktivatoren, wie organ. Säure, z. B. CCl_3COOH , anorgan. Säure, z. B. H_2SO_4 , Chlorsulfonsäure u. Halogensäuren, Acetylchlorid u. Sulfonylchlorid in ihrer Wrkg. verbessert. Durch Verwendung der Aktivatoren lassen sich die Rkk. bei niedrigeren Temp. durchführen. Im allg. beträgt die Menge des Aktivators nicht weniger als 10% ; bei CCl_3COOH liegt der günstigste Wert bei etwa 30%. Andere Metallhalogenide, die als FRIEDEL-CRAFTS-Katalysatoren verwendet werden, können in gleicher Weise aktiviert werden. (A. P. 2 376 508, ausg. 22/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3920.) HAUSWALD

△ Standard Oil Development Co., übert. von: Kenneth K. Kearby, *Dehydrierungskatalysatoren*, bestehend zum größeren Teil aus ZnO , bes. für die Dehydrierung von Olefinen zu Dienen, wie Butadiene, u. von Aralkanen zu Alkenen, wie Styrol. Für die Katalysatoren sind folgende Zuss. angegeben: 80 ZnO , 20 Fe_2O_3 , 5 CuO , 5 K_2O (I) u. 80 ZnO , 20 MnO_2 , 5 CuO , 5 K_2O . — Ein Gemisch von 95% 2-Buten wird über I geleitet, wobei 800 Vol.-Teile in der Stde. über 1 Vol.-Teil des Katalysators zusammen mit 5600 Vol.-Teilen W.-Dampf bei 1200° F (650° C) geleitet werden. Dabei werden 44% des Butens umgewandelt, wovon 30% Butadien entstehen. — An Stelle von ZnO kann auch BeO in dem Katalysatorgemisch benutzt werden. Der Grad der Umsetzung ist etwa der gleiche. (A. P. 2 370 797 u. 2 370 798, ausg. 6/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3133.) M. F. MÜLLER

△ Shell Development Co., übert. von: Frederick Rust und Wm. E. Vaughan, *Katalytische Anlagerung von Bromwasserstoff an ungesättigte Verbindungen*. Eine nicht zu erwartende Anlagerung von HBr an ungesätt. organ. Verb. wird durch Behandeln einer ungesätt. organ. Verb. mit HBr in Ggw. einer Bromketonverb. erzielt, die ein Br-Atom am C-Atom in α -Stellung mit Bezug auf die Carbonylgruppe enthält. Die Rk. wird bei Lichtabschluß u. bei einer Temp. ausgeführt, die nicht größer sein soll als 25°. (E. P. 557 602, ausg. 26/11. 1943. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3298.) ROICK

△ Mathieson Alkali Works, übert. von: John C. Michalek und Edwin R. Erickson, *Katalytisches Entchlorieren*. Als Katalysator zum Entchlorieren organ. Stoffe verwendet man ein Gemisch aus einem Erdalkaliphosphat u. einem Co-, Cr- oder Mn-Phosphat. (A. P. 2 363 011, ausg. 21/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2765.) SCHWECHTEN

△ The Distillers Co. Ltd., übert. von: Herbert M. Stanley und Thomas Bewley, *Chlorierung von gasförmigen ungesättigten Verbindungen*. Man läßt durch eine Reaktionszone, die im Verhältnis zu ihrer Länge einen verhältnismäßig schmalen Querschnitt

hat u. von außen gekühlt wird, so daß die Temp. 50° nicht übersteigt, in einem Maße ein inertes Verdünnungsmittel mit einem oder ohne einen aufgelösten Halogenierungs-katalysator zirkulieren, daß ein heftiges Durchströmen stattfindet, u. läßt gasförmiges Chlor u. eine gasförmige ungesätt. aliph. Verb. an geeigneten Stellen längs der Reaktionszone hinzutreten. (E. P. 557 720, ausg. 2/12. 1943. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3298.)

ROICK

△ **Phillips Petroleum Co.**, übert. von: **Karl H. Hachmuth**, *Entfernung leichter Kohlenwasserstoffe aus Mischungen mit Fluorwasserstoff*. Leichte KW-stoffe, wie Pentane, werden aus Mischungen, die wesentliche Mengen an HF enthalten, mit einem schwereren KW-stoff (Octan u. höher) extrahiert. Eine saure Phase, die viel HF, kleine Mengen an organ. Fluoriden, W., Spuren von Schweröl u. anderen Verdünnungsmitteln u. 3,2 Gew.-% Isobutan enthält, wird mit einem schweren KW-stoff extrahiert. Die Extraktion wird bei einem Druck von 0,35 kg/qcm u. bei einer Temp. von 38° durchgeführt. Nach Absetzen der Mischung war etwa 1 kg Isobutan gelöst. Der verbleibende Rest an Isobutan ist für die nachfolgende Fraktionierung der Säuren ohne störenden Einfluß. (A. P. 2 376 051, ausg. 15/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3921.)

HAUSWALD

○ **Shell Development Co.**, San Francisco, übert. von: **William Eng** und **Simon N. Wick**, Berkeley, Calif., V. St. A., *Abtrennung und Gewinnung von Allylchlorid und Allylbromid aus einem Gemisch mit Propylen* durch selektive Lsg. mit einem fl. KW-stoff, wie Kerosin, Isooctan oder Diisobutylen. — Zeichnung. (A. P. 2 321 472 vom 29/5. 1939, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ **Pittsburgh Plate Glass Co.**, übert. von: **Maxwell A. Pollack**, *Abscheidung von Allylchlorid (I) aus Chlorolefingemischen*. Mischungen, die I u. andere Chlorolefine wie 1- u. 2-Chlorpropen enthalten, werden der Einw. von NH₃ oder eines organ. Amins (II) unterworfen. I bildet mit dem Amin das entsprechende quaternäre NH₄-Halogenid, während die Vinylhalogenide unangegriffen bleiben. II kann Dimethoxy-, Diäthoxy-, Diäthyl-, Dipropyl-, Dibutylanilin usw. sein; bes. geeignet ist Dimethylanilin. — Ein Gemisch aus 60 (Gewichtsteilen) I u. 40 1- u. 2-Chlorpropen wird mit N.N-Dimethylanilin (in einem mol. Verhältnis zu I von 2 : 1) unter Zugabe weniger Tropfen Morpholin vermischt. Man erhitzt dann 100 Stdn. bei 60—65°. Das hygroskop. braune Salz wird durch Filtrieren von den restlichen Vinylhalogeniden abgetrennt. Wird dieses Salz (Dimethylallylphenylammoniumchlorid) 30 Min. bei 145° erhitzt, so zerfällt es in I u. Dimethylanilin. Diese Verb. werden durch Fraktionieren getrennt. (A. P. 2 349 752, ausg. 23/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1416.)

ROICK

△ **Texas Co.**, übert. von: **Charles A. Coghlan** und **Karl J. Korpi**, *Trennung ungesättigter Kohlenwasserstoffmischungen*. 2-Butylen (I) wird kontinuierlich aus einer KW-stoff-Mischung mittels Triäthanolamin (II), bes. bei einer Temp. von 60—93°, getrennt. Das Löslichkeitsverhältnis von I zu Isobutylen (III) in 100 ccm von II ist 1,27 bei 37,8° zu einem Optimum von 1,88—1,97 bei 82—93°. Bei höheren Temp. sinkt das Verhältnis ab. Eine Mischung, die 43 III, 50 I, 4 Isobutan u. etwa 3 Vol.-% Butan enthält, wird zu einem mittleren Abschnitt eines Extraktionsturmes geführt, der auf 82° gehalten wird. Etwa 10—15 Vol. von II werden am Kopf des Turmes eingeführt. Etwa 2—5 Vol. des lösungsmittelfreien Extraktes je Beschickungsvol. werden kontinuierlich in den Turm u. zwar in Nähe des Extraktionsabzuges zurückgeleitet. Der Extrakt beläuft sich auf etwa 10—20% des Vol. der Beschickung u. enthält 90—95% von I. Das Raffinat vom Kopf des Turmes enthält gewöhnlich nicht mehr als 1—5% von II. Das Verf. kann auch für die Extraktionsdestillation benutzt werden. (A. P. 2372176, ausg. 27/3. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3913.)

HAUSWALD

△ **Universal Oil Products Co.**, übert. von: **Bernard S. Friedman** und **Russel F. Stedman**, *Trennung von ungesättigten Kohlenwasserstoffen*. Eine Lsg. von Ag₃PO₄ in H₃PO₄ ist zur Trennung mehr ungesätt. von weniger ungesätt. KW-stoffen bes. geeignet. Sie ist zur Behandlung gasförmiger wie auch fl. Mischungen, ferner zur Trennung von Butylenen von Butan, Olefinen (a) von entsprechenden Paraffinen (b), Diolefinen von Monoolefinen oder b, arom. KW-stoffen (c) mit ungesätt. Seitenkette von entsprechenden c mit gesätt. Seitenkette, a mit verzweigter Kette von a mit gerader Kette, niedrigen Homologen von a von höheren Homologen von a verwendbar. Das Lösungsm. bildet keine explosiven Acetylenverb. oder Fulminate. Die besten Ergebnisse werden mit den höchsten Konzentrationen an Ag-Salz erzielt, doch ist die Verwendung der Lsg. durch die Viscosität begrenzt. Ein wirksames Trennungsmittel setzt sich z. B. zusammen aus 30% Ag₃PO₄ in 85% H₃PO₄, auch 18% Ag₃PO₄ in 67,5% H₃PO₄

ist verwendbar. Die Reaktionstemperatur ist niedrig zu halten. Das Lösungsm. u. der KW-stoff im Auszug werden durch verschied. geeignete Mittel voneinander abgetrennt, wie durch erhöhte Temp. (wenn möglich), verminderten Druck, Extraktion mit einem unvermischbaren Lösungsm. usw. Da S das Lösungsm. nachteilig beeinflusst, ist es ratsam, allen S vor dem Ingangbringen des Trennungsverfahrens zu entfernen. (A. P. 2 363 309, ausg. 21/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3297.) ROICK

△ **Universal Oil Products Co.**, übers. von: **Armand J. De Rosset**, *Trennung von Olefinen und Paraffinen*. Ein gasförmige Olefine u. Paraffine enthaltendes KW-stoff-Gemisch wird mit *Oxäthyläthylendiamin* behandelt. Dieses Verf. liefert einen olefinreichen Auszug u. ein paraffinreiches Raffinat. (A. P. 2 363 298, ausg. 21/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3006.) RAETZ

△ **Standard Oil Development Co.**, übers. von: **Charles E. Morrell** und **Miller W. Swaney**, *Trennung tertiärer Olefine von Kohlenwasserstoffgemischen*. Tert. Olefine werden von gasförmigen KW-stoff-Gemischen durch Umsetzung mit Phenolen u. nachfolgende Entalkylierung der erhaltenen Prodd. getrennt, denen KW-stoffe von geeignetem Kp. zugesetzt wurden, um die Dest. der Olefine zu unterstützen. So wurde ein 18—19% Isobuten enthaltendes gasförmiges Gemisch fortlaufend mit 5 Mol 0,2 Mol-% ig. Kresolsulfonsäure enthaltenden m- u. p-Kresolen je Mol Isobuten behandelt. 0,5 Vol. Pentan-gemisch wurde zugesetzt, u. das Prod. wurde ohne Zers. der Alkylphenole bei einer Höchsttemp. vom 100° F (38° C) (bei 3 at Druck) u. darauf in einer zweiten Arbeitsstufe bei 200° F (93° C) destilliert, wobei das Isobuten in 93,7% ig. Ausbeute erhalten wurde. (A. P. 2 370 810, ausg. 6/3. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3006.) RAETZ

○ **General Aniline & Film Corp.**, New York, übers. von: **Otto Schmidt**, Heidelberg, *Herstellung von Alkoholen aus aliphatischen Carbonsäuren* mit mehr als 5 C-Atomen durch katalyt. Hydrierung bei höheren Temp. u. Drucken mit H₂ in Ggw. eines Hydrierungskatalysators. (A. P. 2 322 096 vom 26/6. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **General Aniline & Film Corp.**, New York, übers. von: **Otto Schmidt**, Heidelberg, *Gewinnung von Alkoholen aus aliphatischen Carbonsäuren*, die mehr als 1 C-Atom auf jede vorhandene Carboxylgruppe enthalten, durch katalyt. Red. mit H₂ in Ggw. eines Hydrierungskatalysators bei Temp. oberhalb 200° u. bei Drucken von mindestens 30 at. (A. P. 2 322 097 vom 26/6. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **General Aniline & Film Corp.**, New York, übers. von: **Otto Schmidt**, Heidelberg, *Herstellung von höhermolekularen Alkoholen aus Carbonsäureestern*, deren Säurerest mehr als 8 C-Atome besitzt, durch katalyt. Red. mit H₂ in Ggw. eines Hydrierungskatalysators bei Temp. von 300—400° unter Druck. (A. P. 2 322 099 vom 29/7. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **Distillers Co. Ltd.**, Edinburgh, Schottland, übers. von: **Karl Heinrich Walter Tuerck**, Banstead, England, *Herstellung von Vinylestern*, bes. von *Crotonensäurevinylester*. *Crotonensäure* wird in einem organ. Lösungsm. gelöst; zu der Lsg. wird eine Hg-Verb. u. H₂SO₄ gegeben, wobei sich Hg-Sulfat als Nd. bildet. In dieses Reaktionsgemisch wird bei Temp. unter 30° *Acetylen* in solcher Menge eingeleitet, wie laufend absorbiert wird. (A. P. 2 316 472 vom 5/4. 1940, ausg. 13/4. 1943. E. Prior, 18/4. 1939. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 13/4. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, Del., übers. von: **Frank O. Cockerille**, Albemarle County, Va., V. St. A., *Herstellung von Vinyl- und Äthylidenestern* durch Umsetzung von *Acetylen* mit einer Carbonsäure in Ggw. einer Verb. mit einem fünfwertigen N-, P-, As- oder Sb-Atom, von dem 4 Valenzen an ein C-Atom u. die fünfte an ein Anion gebunden sind. (A. P. 2 351 664 vom 18/12. 1941, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.) M. F. MÜLLER

○ **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, Del., übers. von: **Allan Berne-Allen jr.**, Waynesboro, Va., V. St. A., *Stabilisieren von Vinylestern* durch Zusatz einer quaternären Ammoniumverbindung. (A. P. 2 351 658 vom 18/12. 1941, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.) M. F. MÜLLER

○ **George Gordon Urquhart**, Cymoyd, Pa., V. St. A., *Herstellung von Milchsäureestern des Glycerins* durch Kondensation von *Glycerindihalogenhydrin* mit einem milchsäuren Alkalisalz. (A. P. 2 315 168 vom 13/12. 1940, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) M. F. MÜLLER

△ **Shell Development Co.**, übert. von: **Ingolfur Bergsteinsson**, *Katalytische Hydroxylierung von Verbindungen mit olefinischen Doppelbindungen*. Verbb. mit olefin. Doppelbindungen werden mittelst H_2O_2 in Ggw. von W. u. Wolfram- oder komplexen Wolframsäuren hydroxyliert, bes. Alkenole zu Glycerinen. So wurde aus einem Gemisch aus 3 Mol *Methylallylalkohol*, 6 g Wolframoxyd u. 3,05 Mol 30%ig. H_2O_2 , mit W. auf 3 Liter verd., innerhalb von 2 Stdn. mit 83% Ausbeute β -*Methylglycerin* erhalten. Auf ähnliche Weise ergaben *Allylalkohol* 78,9% *Glycerin* in 7 Tagen u. *Methylvinylcarbinol* 75% α -*Methylglycerin* in 3 Tagen. (A. P. 2 373 942, ausg. 17/4. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3006.) RAETZ

○ **Ludwig Orthner** und **Werner Langbein**, Frankfurt a. M., *Herstellung von Sulfonsäuren* von der allg. Formel $R-X-CH_2-O-CH_2-CH_2-SO_3H$, worin R ein aliphat. Rest mit wenigstens 4 C-Atomen ist; X ist Sauerstoff. (A. P. 2 316 538 vom 3/8. 1940, ausg. 13/4. 1943. D. Prior. 13/7. 1939. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 13/4. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **Eastman Kodak Co.**, Rochester, N. Y., übert. von: **Lee G. Davy**, Kingsport, Tenn., V. St. A., *Aminoverbindungen*. Man versprüht einen niederen Alkylalkohol zusammen mit Ammoniak (I) in Ggw. eines Katalysators in einer Reaktionszone bei einer Temp. zwischen 150 u. 250° u. unter einem Druck von 400—1500 lbs./sq. in. wobei wenigstens ein Teil des Druckes dadurch erhalten wird, daß man einen Teil des I außerhalb der Reaktionszone, aber in dauernder Verb. mit den Reaktionsmaterialien zugibt. (A. P. 2 312 754 vom 5/3. 1940, ausg. 2/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.) ROICK

△ **Imperial Chemical Industries, Ltd.**, übert. von: **Henry R. C. Pratt** und **George O. Norris**, *Sekundäre und tertiäre Amine*. Die nach dem neuen Verf. hergestellten Verbb. sind niedrigmol. aliphat. Amine von den allg. Formeln R_1R_2NH u. $R_1R_2R_3N$, in denen R_1 u. R_2 Äthyl-, Propyl-, Isopropyl-, Butyl- oder Isobutylradikale bedeuten. Sie sind erhältlich durch Umsetzung eines ein Nitril u. einen Alkohol, einen Aldehyd oder ein Keton enthaltenden Gemisches mit Wasserstoff bei erhöhter Temp. in Ggw. eines Hydrierungskatalysators, wobei vorzugsweise ein Überschuß von Wasserstoff zur Anwendung gelangt. Geeignete Katalysatoren sind bes. Cu, Fe, Co u. Ni, entweder allein oder in Verb. miteinander, als Zusatz zu Oxyden des Th, Si, Al, Cr oder Ce; als Träger können Bimsstein, Silicagel, Bauxit u. dgl. verwendet werden. Die Rk. wird bei 180—250° F (82—121° C) unter n., höheren oder niedrigeren Drucken durchgeführt. Sind das Nitril u. der andere Bestandteil fl., so werden beide im gewünschten Verhältnis (2:1 oder 1:2, je nachdem hauptsächlich sek. oder tert. Amine hergestellt werden sollen) miteinander vermischt u. den bei der Reaktionstemp. gehaltenen Katalysatoren tropfenweise zugesetzt; die Dämpfe des Gemisches werden gleichzeitig mit Wasserstoff in Berührung gebracht. Die abziehenden Reaktionsgase werden kondensiert u. fraktioniert, um das verlangte Amin abzutrennen, das auch durch Waschen mit verd. H_2SO_4 gewonnen werden kann. Auf diese Weise kann man aus 40 Teilen Acetonitril u. 60 Teilen Acetaldehyd bei der Umsetzung mit einem Überschuß von Wasserstoff über einem Nickelkatalysator bei 200—230° F (93—110° C) ein Gemisch aus 2% NH_3 , 12% Monoäthylamin, 24% Diäthylamin u. 62% Triäthylamin erhalten. Bei Verwendung von 18,7 Teilen Butyronitril u. 31,3 Teilen Butyraldehyd erhält man (nach dem Fraktionieren) hauptsächlich Dibutyl- u. Tributylamine. Es werden noch weitere Beispiele aufgeführt. (A. P. 2 349 461, ausg. 23/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3007.) RAETZ

△ **Carbide and Carbon Chemicals Corp.**, übert. von: **Irvin L. Murray** und **Radcliffe G. Edmonds**, *Wiedergewinnung von Äthylenaminen*. Äthylenamine werden aus wss. Lsgg. ausgezogen, die sie zusammen mit wasserlösl. anorgan. Salzen enthalten, indem man die wss. Lsg. im Gegenstrom in ein mit W. nicht mischbares Lösungsm., z. B. in Isobutylalkohol, einführt. Der das Lösungsm. u. das Amin oder die Amine enthaltende Auszug wird alsdann im Gegenstrom in W. eingeführt. Dieses W. enthält vorzugsweise keine anorgan. Salze; doch kann es bis zu höchstens 5% der in der ursprünglichen wss. Lsg. vorhandenen Menge an anorgan. Salzen enthalten. Der vom Amin befreite Isobutylalkohol wird in das Verf. zurückgeführt. Die neue wss. Lsg. wird nunmehr konz. u. aus ihr das Amin wiedergewonnen. Das Ausziehen geschieht bei 20—30° F (−7 bis −1° C), doch können auch Temp. bis zu 65° F (18° C) angewandt werden. (A. P. 2 362 579, ausg. 14/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3008.) RAETZ

△ **Sharples Chemicals Inc.**, übert. von: **John F. Olin** und **James F. McKenna**, *Aminierung von Aldehyden in der Dampfphase*. Wesentlich verbesserte Ausbeuten u. Umwandlungsprodd. erhält man, wenn man einen Aldehyd mit NH_3 oder einem aliphat. Amin als Aminierungsmittel in Berührung bringt u. ihn gleichzeitig mit Wasserstoff

vermischt u. über einen erhitzten Hydrierungskatalysator leitet, welch letzterer gekörntes Ni oder Cu sein kann. Das Vermischen der Reaktionsteilnehmer miteinander wird in der Dampfphase bei einer Temp. von unter 100° F (38° C) erreicht, u. es wird darauf unter Berührung mit dem Hydrierungskatalysator auf über 150° F (66° C), vorzugsweise auf 175—180° F (79—82° C), erhitzt. Man erhält auf diese Weise Aminumwandelungsprod. in einer Ausbeute von 87,7—90,9%. (A. P. 2 367 366, ausg. 16/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3007.) RAETZ

△ Eastman Kodak Co., übert. von: David C. Hull und Claire A. Marshall., *Organische Säureanhydride*. Zur kontinuierlichen Herst. von Anhydriden aliph. Säuren mit 2—5 C-Atomen aus den entsprechenden Aldehyden führt man eine kleine Menge des Aldehyds in eine begrenzte Reaktionszone ein, die als Katalysator eine Lsg. enthält, die aus einem Metall der Gruppe VIII des period. Syst. in einer aliph. Säure besteht, die dem herztzstellenden Anhydrid entspricht. Ein gasförmiges oxydierendes Mittel leitet man fortlaufend in das Gemisch des Aldehyds u. der Katalysatorlsg. ein, wobei eine Mischung entsteht, die Anhydrid, Säure u. W. enthält. Diese Mischung wird kontinuierlich aus der Reaktionszone abgezogen. Den H₂O-Geh. der Lsg. läßt man nicht über 10% ansteigen; die rektifizierte Lsg. führt man kontinuierlich in die Reaktionszone zurück, u. die Reaktionsprod. entfernt man aus der ausfließenden Lösung. (A. P. 2 367 501, ausg. 16/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3308.) ROICK

○ Dow Chemical Co., übert. von: Edgar C. Britton und William R. Shawver, Midland, Mich., V. St. A., *Herstellung von Chloressigsäureamid durch Behandlung eines Mono-chloressigsäurealkylesters mit wasserfreiem Ammoniak*. (A. P. 2 321 278 vom 6/11. 1941, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ Wingfoot Corp., Wilmington, Del., übert. von: Joy G. Lichty, Stow, O., V. St. A., *Cyanäthyl- α -chloracrylsäure u. Salze davon*. (A. P. 2 322 035 vom 30/6. 1942, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ American Cyanamid Co., übert. von: Jack T. Thurston und John M. Grim, *Ester aus α -Oxyisobuttersäure und aromatischen Mono- oder Diäthern des Glycerins*. Die Veresterung erfolgt durch Erhitzen von arom. Mono- oder Diäthern des Glycerins mit α -Oxyisobuttersäure auf etwa 160—170° in Ggw. eines Katalysators, z. B. p-Toluolsulfonsäure. Die α -Oxygruppe kann durch einen aliph., cycloaliph., arom. oder heterocycl. Rest ersetzt sein. Die Herst. folgender Ester ist beschrieben: Phenylglyceryl-di- α -oxyisobutyryl, Kp.₁₋₂ 187—205°, VZ. ungefähr 300; Diphenylglyceryl- α -oxyisobutyryl, Kp.₁₋₂ 186—190°, Tolyglyceryl- α -oxyisobutyryl, Kp.₁₋₂ 190—195°, VZ. etwa 191; Tolyglyceryl-di- α -oxyisobutyryl, Kp.₂ 190—195°; Ditolyglyceryl- α -oxyisobutyryl, Kp.₃ 190—195°, VZ. annähernd 154; Acetylderiv. des α - γ -Ditolyglyceryl- α -oxyisobutyryls, VZ. 284. Die meisten Ester sind viscose Fl. mit verhältnismäßig hohem Siedepunkt. Sie dienen als *Plastifizierungsmittel für Cellulosederiv.*, als *Modifizierungsmittel für Amino-Formaldehydharze u. Phenol-Formaldehydharze u. als Weichmachungsmittel für Textilien*; ferner werden sie zur *Verbesserung von Lacken u. Druckfarben u. in Überzugsmitteln* verwendet. (A. P. 2 362 326, ausg. 7/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2907.)

SCHWECHTEN

○ American Cyanamid Co., New York, übert. von: Russell T. Dean, Stamford, und Edwin O. Hook, Darien, Conn., V. St. A., *Herstellung von Bernsteinsäure aus einem wasserlösl. Alkali- oder Erdalkalicyanid durch Umsetzung in wss. Lsg. in Ggw. von Alkali mit einem wasserlösl. Alkali- oder Erdalkaliacrylat*. (A. P. 2 351 667 vom 29/8. 1942, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.)

M. F. MÜLLER

○ Allied Chemical & Dye Corp., New York, übert. von: Lawrence H. Flett, Hamburg, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Estern der Sulfobernsteinsäure über das Dinatriumsalz der Monoacetylmonosulfobernsteinsäure*. (A. P. 2 316 234 vom 30/11. 1940, ausg. 13/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 13/4. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ Hoffmann-La Roche Inc., übert. von: Paul Ruggli und Albert Businger, *β -Alanin*. Ausgezeichnete Ausbeuten von β -Alanin (β Aminopropionsäure) werden durch Hydrieren von cyanessigsäuren Alkalisalzen, bes. von cyanessigsäurem Kalium, in ammoniakal. Lsg. in Ggw. von RANEY-Ni erhalten. Die Umsetzung verläuft bei Anwendung hoher Drucke, z. B. bei 30—100 at, in einem Rührdruckgefäß sehr schnell. Das Endprod. wird durch Zusatz von A. leicht ausgefällt u. ist nach einfachem Umkrystallisieren vollkommen rein. (A. P. 2 367 436, ausg. 16/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3012.)

RAETZ

△ **Lederle Laboratories Inc.**, übert. von: **Gustaf H. Carlson**, *β-Alanin* (I). Man stellt I durch katalyt. Red. mit H₂ in Ggw. eines Hydrierungskatalysators aus Cyanessigsäure (II) in einer Eisessigsig. (a) her u. zwar durch allmähliche Zugabe von II in a zu den Hydrierungsmitteln. (E. P. 557 849, ausg. 8/12. 1943. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3309.) ROICK

○ **Paul Schlack**, Berlin-Treptow, *Lactame*. Zur Herst. von Lactamen aus cycl. Ketoximen durch die BECKMANNsche Umlagerung löst man das Oxim in 80—94% ig. H₂SO₄ u. leitet die Oximslg. kontinuierlich in dünner Schicht durch eine Reaktionszone, deren Temp. oberhalb der Umlagerungstemp. liegt. (A. P. 2 313 026 vom 10/4. 1940, ausg. 2/3. 1943. D. Prior. 13/2. 1939. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.) ROICK

○ **Otto Drossbach**, **Heinrich Hopff** und **Karl Huttner**, Ludwigshafen a. Rh., *Lactame*. Man leitet eine verdampfte gesätt. Dicarbonsäure, die wenigstens 4 C-Atome im Mol. enthält, zusammen mit Ammoniak u. Wasserstoff bei erhöhter Temp. über einen Katalysator, der aus einem hydrierenden Bestandteil (I) der Nickel-, Kobalt- oder Kupfergruppe u. einem dehydrierenden Bestandteil (II) der Phosphat- oder Boratgruppe besteht, wobei I im mol. Überschuß II gegenüber anzuwenden ist. (A. P. 2 351 939 vom 13/2. 1941, ausg. 20/6. 1944. D. Prior. 4/3. 1940. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.) ROICK

○ **E. R. Squibb & Sons**, New York, N. Y., übert. von: **Walter G. Christiansen**, Glen Ridge, N. J., u. **John M. Ort**, Rockville Centre, N. Y., V. St. A., *Cyclopropan*. Dämpfe von Trimethylendihalogenid werden durch einen Reaktionsraum geleitet, der ein metall. Reduktionsmittel enthält. (A. P. 2 325 591 vom 9/10. 1941, ausg. 3/8. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 3/8. 1943.) NOUVEL

○ **U. S. Industrial Alcohol Co.**, New York, N. Y., übert. von: **Harry L. Fisher**, Stamford, Conn., V. St. A., *Aromatische Amine*. Man unterwirft ein Reaktionsprod. aus Formaldehyd u. einem Amin aus der Gruppe der prim. u. N-Alkylphenylamine mit dem Rest > NR·CH₂·NR₁, worin R u. R₁ Benzolkerne darstellen, der Hydrierung mit

Wasserstoff in Ggw. eines Hydrierungskatalysators bei einem p_H von ca. 5—9. (A. P. 2 322 572 vom 3/8. 1940, ausg. 22/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 22/6. 1943.) ROICK

○ **Eastman Kodak Co.**, Rochester, N. Y., übert. von: **Harold von Bramer**, **Lee G. Davy** und **Milton L. Clemens jr.**, Kingsport, Tenn., V. St. A., *Phenylendiaminabkömmlinge*. Man behandelt ein Gemisch von p-Phenylendiamin oder p-Nitranilin u. einem Aldehyd oder Keton mit H₂ in Ggw. einer innigen Mischung von Cu-, Cr- u. Ba-Oxyd. (A. P. 2 323 948 vom 6/11. 1940, ausg. 13/7. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 13/7. 1943.) NOUVEL

○ **Standard Oil Development Co.**, Delaware, übert. von: **John E. Pollock**, Bromley, England, *Wiedergewinnung von Phenol aus Mischungen von Phenol und Wasser*. Die Mischung wird in Ggw. eines Öles, das bei der Destillationstemp. der Mischung verdampfbar ist, destilliert. Die Dämpfe werden kondensiert. Das Öl wird kontinuierlich vom W. getrennt u. das Phenol der Ölphase gewonnen. (A. P. 2 323 881 vom 8/1. 1941, ausg. 29/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/6. 1943.) HAUSWALD

○ **United Gas Improvement Co.**, übert. von: **Waldo C. Ault**, Springfield, Pa., V. St. A., *Herstellung von arylsubstituierten Phenolen* aus aromat. Leichtöl, welches gesätt. u. ungesätt. KW-stoff-Material enthält, durch Behandlung mit Phenol in Ggw. von einer kleinen Menge eines Kondensationskatalysators. Das Reaktionsgemisch wird danach fraktioniert dest., wobei eine Fraktion von monoarylsubstituierten Phenolen u. eine Fraktion von polyarylsubstituierten Phenolen erhalten wird. Ferner wird eine Fraktion erhalten von ungesätt. aromat. KW-stoffen, die mit den polyarylsubstituierten Phenolen in Ggw. von zusätzlichem Phenol u. einer geringen Menge von AlCl₃ als Katalysator umgesetzt werden. Nach Neutralisation des Katalysators wird das Reaktionsprod. von dem arylsubstituierten Phenol durch fraktionierte Dest. getrennt. (A. P. 2 314 322 vom 3/11. 1939, ausg. 23/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **American Cyanamid Co.**, New York, übert. von: **Paul P. McClellan**, Old Greenwich, und **Jack C. Bacon**, Stamford, Conn., V. St. A., *Herstellung von Schwefelsäureestern der cis-Endomethylen-3.6-Δ⁴-tetrahydrophthalsäure* durch Erhitzen der Ester von cis-Endomethylen-3.6-Δ⁴-tetrahydrophthalsäure mit einem wasserlösl. Sulfit oder Bisulfit. (A. P. 2 314 846 vom 24/12. 1940, ausg. 23/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.) M. F. MÜLLER

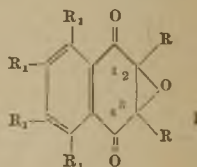
△ **American Cyanamid Co., Sulfoierte Ester, Amide und Imide der cis-3.6-Endomethylen- Δ^4 -tetrahydrophthalsäure.** Man erhitzt einen Ester u. ein N-substituiertes Amid oder Imid der cis-3.6-Endomethylen- Δ^4 -tetrahydrophthalsäure mit einem wasserlösli. Sulfid oder Bisulfid, vorzugsweise mit einem Alkali- oder Ammoniumsulfid oder -bisulfid. (E. P. 557 774, ausg. 6/12. 1943. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3304.)
ROICK

○ **E. I. du Pont de Nemours & Co.,** übert. von: **Clyde O. Henke,** Wilmington, und **Gustao Etzel,** Newark, Del., V. St. A., *Herstellung von Camphen aus Pinen* in Ggw. eines zwei- oder dreiwertigen Phenols der Benzol-, Naphthalin- oder Diphenylreihe. Man geht aus von frisch dest. Pinen. (A. P. 2 318 391 vom 23/5. 1941, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)
M. F. MÜLLER

△ **E. I. du Pont de Nemours & Co.,** übert. von: **Gustao Etzel,** *Reinigung von Camphen* (I). Techn. I wird in einem geschlossenen Kessel mit einem oberflächenakt. Silicat, wie Fullererde, Bentonit, Stargil, Tonsil, Diatomeenerde, Asbest usw., solange auf 100—350° erhitzt, bis die Verunreinigungen in höhersd. Prodd. umgewandelt sind. Das I wird dann in üblicher Weise abgeschieden. (A. P. 2 358 855, ausg. 26/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1423.)
ROICK

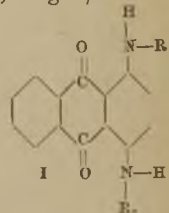
△ **The Resinor Products & Chemical Co.,** übert. von: **Herman A. Bruson,** *Di-(δ -hydronordicyclopentadienyl)-äther.* Man erhält die Verb. der wahrscheinlichen Zus. I, farblose Fl., Kp.₃ 185—188°, $n_D^{25} = 1,5372$, $D_4^{25} = 1,077$, durch Kondensation von Dicyclopentadien u. Oxydihydronordicyclopentadien. Die Rk. findet schon bei Raumtemp., vorzugsweise aber bei 60—125°, in Ggw. eines sauren Kondensationsmittels, wie H_2SO_4 oder anderer geeigneter saurer Mittel, statt. Ist die Umsetzung beendet, so wird der saure Katalysator entfernt oder neutralisiert. Der doppelt ungesätt. Äther findet als *Plastifizierungsmittel für Kautschuk, Polyvinylchlorid, Nitrocellulose, Celluloseäther* usw. Verwendung. Beide Doppelbindungen können katalyt. hydriert werden. Die gesätt. Verb. ist eine wachsartige, kryst. M., Nadeln aus 1-Nitropropan, F. 60°. (A. P. 2 358 314, ausg. 19/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1422.)
ROICK

○ **Research Corp.,** New York, übert. von: **Louis F. Fieser,** Belmont, Mass., V. St. A., *Herstellung von Naphthochinonoxzyden* von der allg. Formel I, worin ein R eine β -Alkenylgruppe u. das andere R ein H-Atom oder ein einwertiger aliphat. KW-stoff-Rest ist; jedes R_1 ist ein H-Atom oder ein Alkylrest. (A. P. 2 312 535 vom 23/7. 1940, ausg. 2/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.)
M. F. MÜLLER



△ **South Metropolitan Gas Co.,** übert. von: **Wm. Kirby,** *Reinigung von Anthracen.* Man erhitzt eine Anthracenpaste auf eine Temp., bei der die festen Anteile schmelzen, läßt dann die M. ohne Rühren langsam erkalten u. unterwirft die fest gewordene M. einer Pressung, um das entstandene Öl auszudrücken. (E. P. 557 766, ausg. 3/12. 1943. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3312.)
ROICK

○ **Eastman Kodak Co.,** übert. von: **Joseph B. Dickey,** Rochester, N. Y., V. St. A., *Anthrachinonverbindungen* der allg. Zus. I. Hierin bedeutet R— $CH_2-CH_2-OCH_2-CH_2-OH$, $-CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-OH$ oder $-CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-O-R_1$ u. R_1 u. R_2 eine unsubstituierte Alkylgruppe. (A. P. 2 357 176 vom 19/10. 1940, ausg. 29/8. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/8. 1944.)
ROICK



△ **E. I. du Pont de Nemours & Co.,** übert. von: **Henry R. Lee** und **Wm. Dettwyler,** *Anthrachinonthiosalicylsäure.* Halogen- (Chlor- oder Brom) anthrachinon u. Di-(thiosalicylsäure) (2.2'-Dithiodibenzoessäure) (I) in kleinem Überschuß werden in wss. Medium in Ggw. von KOH im Autoklav auf 140—160° erhitzt. Wenn die Kondensation beendet ist, wird abgekühlt, in W. gegossen u. mit genügend K_2CO_3 versetzt, um das Reaktionsgemisch während der folgenden Arbeitsgänge alkal. zu halten. Man bringt zum Kochen, filtriert, kühlt das Filtrat u. fällt die freie Säure durch langsame Zugabe von HCl aus. Der Nd. wird filtriert u. getrocknet. Erhalten werden können: *Anthrachinon-1-thiosalicylsäure* u. ihre 5- u. 8-Aminoderiv., 1-, 4- u. 5-Aminoanthrachinon-2-thiosalicylsäuren, *Anthrachinon-1.5-, -1.6- u. -2.6-Dithiosalicylsäuren, Anthrachinon-*

1.4.5-trithiosalicylsäure u. Anthrachinon-1.3.5.7-tetrathiosalicylsäure. (A. P. 2 359 373
ausg. 3/10. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1420.)
ROICK

△ Allied Chemical & Dye Corp., übert. von: Henry L. Stasse, *Trennung von Piperidin (I) und Pyridin (II)*. I u. II werden nach A. P. 2 363 157 durch azeotrop. Dest. voneinander getrennt. 100 (Raumteile) einer Mischung (III) aus I u. II u. wenigstens 50 W. werden in die Destillationsblase eingebracht, u. zwar soll III 85—92 (Gew.-%) I u. 8—15% II enthalten. Liegen mehr als 15% an II vor, so ist der Geh. vor der azeotrop. Dest. z. B. durch fraktionierte Dest. zu vermindern. Die Dämpfe der azeotrop. Dest. werden nun in einer Vorlage kondensiert u. abgezogen, 80—95% davon werden als Rückfluß zurückgeführt. Das Verhältnis des I zum II im Destillat hängt von deren Verhältnis in dem Ausgangsgemisch ab. Am Ende der Dest. sammelt sich wss. I als Destillat an, während II als Rückstand in der Blase verbleibt. Wss. I wird nun durch azeotrop. Dest. unter Verwendung eines KW-stoffes wie Bzl. oder Toluol entwässert. Diese zweite azeotrop. Dest. hinterläßt I von 96% oder noch besserer Reinheit als Rückstand in der Blase. — Nach A. P. 2 363 158 wird die Trennung durch azeotrop. Dest. in Ggw. von H₂O u. einem aliph. oder alicycl. KW-stoff vom Kp. 90—105° durchgeführt. Man verwendet vorteilhaft eine große Menge an H₂O u. eine kleine Menge an KW-stoff oder umgekehrt. Das Kondensat trennt sich in eine KW-stoff-Schicht u. eine wss. Schicht, von denen eine als Rückfluß zurückgeführt wird. Welche Schicht zurückgeführt wird, das hängt von der Beschickung der Blase ab. Wenn sie H₂O in größerer Menge enthält als KW-stoffe, kehrt die KW-stoff-Schicht des Destillats zurück u. im anderen Falle umgekehrt. Die Dest. wird fortgesetzt, bis alle KW-stoffe u. alles H₂O aus der Blase entfernt sind u. nur noch I in der Blase vorhanden ist. Es wird daraus abdest. u. gesammelt. Das Destillat der azeotrop. Dest., das H₂O, KW-stoff, II u. I enthält, wird mit CH₃OH oder C₂H₅OH dest., um den KW-stoff abzudestillieren. Der Rest wird fraktioniert, um I zu konzentrieren. — Nach A. P. 2 363 159 (Erfinder: Karl Engel) wird die Trennung durch azeotrop. Dest. unter Verwendung eines KW-stoffes vom Kp. 90—105° durchgeführt. Der KW-stoff wird später durch azeotrop. Dest. mit A. abgetrennt u. kehrt in den Prozeß zurück. (A. PP. 2 363 157, 2 363 158 u. 2 363 159, ausg. 21/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3310.)
ROICK

△ Imperial Chemical Industries Ltd., übert. von: Frederick R. Basford, Harold Coates, Jan Heilbron und Arthur H. Cook, *Chinolinderivate. α-, β- oder γ-Aminophenylpyridine*, in denen der Phenylrest einen oder mehrere der folgenden Substituenten: Br, J, Alkyl mit wenigstens 2 C-Atomen, Alkoxy mit wenigstens 2 C-Atomen, OH oder Aryloxy trägt, aber in denen wenigstens eine der ortho-Stellungen zur Aminogruppe unbesetzt sein muß, behandelt man in Ggw. eines oxydierenden Mittels, wie As₂O₃, Nitrobenzol oder m-Nitrobenzolsulfonsäure, u. in Ggw. von H₂SO₄ mit Glycerin. So kann man herstellen: 8-Äthoxy-5-, Kp._{0,15} 200—240°; 8-Phenoxy-5-, Kp._{0,25} 250—280°; 8-Brom-6-, Kp._{0,76} 220—235°; u. 5-tert.-Butyl-8-(pyridyl-2')-chinolin, Kp._{0,002} 120°; 8-Oxy-, F. 133,5 bis 134°; u. 8-Jod-5-(pyridyl-2')-chinolin, F. 155°. (E. P. 557 754, ausg. 3/12. 1943.
Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3305.)
ROICK

X. Färberei. Organische Farbstoffe.

—, *Anwendung von Dispersol VL beim Färben*. Vorschriften u. Methoden für den Gebrauch des Dispersol VL (I) in der Küpenfärberei. I verzögert das Aufziehen der Küpenfarbstoffe. Feste Regeln über die dem Färbebade zuzusetzende Menge können nicht gegeben werden, sie hängt von den Eig. des Farbstoffes ab u. kann in weiten Grenzen schwanken. Für Durindonfarbstoffe ist I nicht geeignet. Das Mischen der Farbstoffe mit I in konz. Fl. ist zu vermeiden. In den Fällen, in denen die Erschöpfung des I enthaltenden Färbebades für ungenügend gehalten wird, setzt man dem Bade Stoffe, wie Calsolene Oil oder Türkischrotöl zu, um die Wrkg. des I bis zu einem gewissen Grade zu ergänzen. Es kann zum Egalisieren bereits gefärbter Waren u. als mildes Abziehmittel in einem Bade aus NaOH u. Hydrosulfit benutzt werden. Wegen seines sehr hohen Dispergiervermögens kann es beim Färben von Celluloseacetatkunstseide mit unlösl. Farbstoffen verwendet werden. Wegen seiner Beständigkeit gegen Säuren kann es den β-Oxynaphthoesäure als Entwickler enthaltenden Bädern zugesetzt werden, da es die Neigung des Entwicklers, zu aggregieren, vermindert. (Text. Manufacturer 70. 459. Okt. 1944.)
FRANZ

Justin-Mueller, *Kuppeln von Naphtholricininsulfonsäure mit einigen Diazoverbindungen*. Das zur Herst. von Eisfarben dienende β-Naphthol kann man unter

gewissen Bedingungen in Ricinaten oder Sulforicinaten ohne Vermittlung eines Alkali lösen u. mit Diazoverbb. zur Herst. fein dispergierter Farbstoffe verwenden. Man löst β -Naphthol in der 5fachen Menge seines Gewichts in einem zu gleichen Teilen aus Na- u. NH_4 -Sulforicinat bestehenden Gemisch, zweckmäßig unter Erwärmen auf dem Wasserbade u. verd. mit W. auf einen Geh. von 2% β -Naphthol. Falls sich hierbei eine milchige Trübung bilden sollte, gibt man wenig NH_3 zu; die Lsg. soll einen pH-Wert von 7,1 haben. Die hiermit erhaltenen Azofarbstoffe weichen im Farbton von den aus β -Naphtholnatrium erhaltenen ab. Kuppelt man bei 40—45° mit dem Naphthol-Sulforicinusölprod., so erhält man im allg. Farbstoffe von größerer Lebhaftigkeit u. viel größerer Dispersität. Naphthol AS ist in Na- u. NH_4 -Sulforicinat viel weniger lösl. als β -Naphthol, man braucht daher die 20—25fache Menge vom Gewicht des Naphthol AS, ferner muß zum Lösen auf 70—80° erhitzt werden. Die Kupplung muß sofort nach dem Abkühlen erfolgen, sie gelingt gut bei 40—45°. Die Dispersionen sind nicht lange haltbar, sie flocken nach kurzer Zeit aus. Die Dispersionen färben Celluloseacetatknustseide; sie eignen sich zum Färben von Knustseide in der Masse. (Ind. textile 61. 102—03. Teintex 9. 134—35. Mai 1944.) FRANZ

—, *Musterkarten*. I. G. GETGY A.-G.: *Tinosolbrillantrosa 5b* liefert lebhaft u. klare Färbungen, es kann nach fast allen üblichen Methoden gefärbt u. gedruckt werden. Echtheiten auf Baumwolle (A) Licht- 5, Chlor- 5. — *Tinosolbrillantrosa 5 B*. Färbungen auf Viscosezellwolle, Mischgeweben aus Viscoseknustseide u. A u. auf Naturseidengarn. Der Farbstoff ist gut lösl., aber schwer zu entwickeln. Er eignet sich nicht zum Färben in langen Flotten. Er ist besonders brauchbar zum Färben von Stückware nach dem in Karte 1043 angegebenen Verfahren. Echtheiten: Licht- 5—6, Wasch- 4, Chlor- 5, Sodakoch- 3—4. — *Tinosolgelb GR* besitzt einen reinen grünstichigen Farbton, eignet sich sehr gut zum Bedrucken von A, Viscoseknustseide u. Viscosezellwolle; nicht geeignet, falls hohe Anforderungen an Lichtechtheit gestellt werden. Weißreserve kann nur bei Anwendung von Reserve T erzielt werden. Echtheiten: Licht- 3—4, Sodakoch- 5, Chlor- 4—5. — *Tinosolbraun BR*, Drucke auf A u. Viscosezellwolle. Der Farbstoff kann nach allen üblichen Methoden im direkten oder Reservedruck verwendet werden. Weißreserven erhält man mit Reserve T. Echtheiten: Licht- 7—8, Sodakoch 5, Chlor 4—5. — *Tinosolbraun BR*, Färbungen auf Viscoseknustseide, -zellwolle, Mischgewebe aus Viscoseknustseide u. A oder Naturseide (B) u. B u. A, Naturseidengarn u. unerschwerter Naturseidestückware. Wegen seiner ausgezeichneten Echtheiten kann er in Verb. mit Tinosolgoldgelb RK, Grau BL, Brillantorange-RK-paste, Blau BC u. Olivegrün BL verwendet werden. Wegen seiner guten Löslichkeit eignet er sich zum Klotzen von Stückware. In salzhaltigem Bade kann er auf dem Jigger, aus der Küpe oder auf der Haspel gefärbt werden. — *Cuprophenylmarineblau BL*, Direktfarbstoff, der beim Nachbehandeln mit CuSO_4 sehr licht- u. wasserechte Färbungen liefert. Er eignet sich zum Färben von A, Viscoseknustseide u. Viscosezellwolle. Beim Färben von Mischgeweben aus A u. Viscosezellwolle wird die letztere tiefer angefärbt. Celluloseacetatknustseide bleibt weiß, während B angefärbt wird. Echtheiten: Licht- 6, Wasch- 4, Schweiß- 4. — *Eclipsebrillantgrün B supra* ist etwas gelbstichiger, aber viel klarer als Eclipsegrün GP, seine Löslichkeit erlaubt seine Verwendung in der App.-Färberei. Nachbehandeln mit Me-Salzen verbessert die Lichtechtheit, der Farbton wird etwas blauer, verliert aber nicht seine Klarheit. Echtheiten: Licht- 6, Wasch- 4, Schweiß- 4. — *Eriochrommarineblau BRL* = *Eriochrommarineblau BRL*, neuer Chromfarbstoff, der für sich oder als Kombinationsfarbstoff nach dem Einbad- oder Nachchromierungsverf. gefärbt werden kann. Er eignet sich zum Färben von mittleren u. tiefen marineblauen Tönen auf loser Wolle (C), Garn u. Stückware für Uniformen u. Kleider. Wenn man den Farbstoff nach dem Einbadverf. in Verb. mit Cuprophenylmarineblau BL färbt u. in frischem Bade mit CuSO_4 u. Ameisensäure oder Essigsäure nachbehandelt, erhält man auf Mischgewebe aus C u. Cellulosefasern echte Färbungen. Echtheit: Licht- 7, Walk- 5, Wasch- 5, Schweiß- 5. (J. Soc. Dyers Colourists 60. 217. Aug. 1944.) FRANZ

○ The Hinde & Dauch Paper Co., übert. von: Pierre Drewsen und John R. Little, Sandusky, O., V. St. A., *Druckern*. Man überzieht die Oberfläche von cellulosehaltigem Material mit einer wss. Dispersion von Zein (I), die eine Harzseife u. ein färbendes Mittel enthält, trocknet u. überschichtet dann mit einem Überzug aus I u. einer Säure in einer Mischung aus A u. W., um mit der vorhergehenden Schicht zu verbinden u. sie wasserdicht zu machen. (A. P. 2 322 928 vom 27/5. 1941, ausg. 29/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/6. 1943.) ROICK

○ **The Hinde & Dauch Paper Co.**, übers. von: **Pierre Drewsen** und **John R. Little**, Sandusky, O., V. St. A., *Druckfarbe*. Die Farbstoff-Fl. besteht aus wss. Zein, einem harzsauren Salz, einem Anilinfarbstoff u. sulfoniertem Ricinusöl. (A. P. 2 322 927 vom 2/9. 1938, ausg. 29/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/6. 1943.)
ROICK

○ **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, übers. von: **Linus Marvin Ellis**, Wilmington, Del., V. St. A., *Druckmasse*. Man verwendet eine Emulsion aus einem Polymerisat aus *Styrol*, *Vinylacetat* oder *Estern der Methacrylsäure* mit einem trocknenden Öl (I), wobei I in einer Menge vorhanden ist, die nicht größer ist als die der anderen Komponente, einem in W. unlösl. Lösungsm., einem unlösl. Pigment u. Wasser. (A. P. 2 322 837 vom 14/8. 1940, ausg. 29/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/6. 1943.)
ROICK

Fischer & Krecke G. m. b. H. (Erfinder: **Karl Krüger**), Bielefeld, *Herstellen von Kautschukdruckformen*, dad. gek., daß 1. zum Abformen der Mater eine mit Löchern, Ausnehmungen u. dgl. versehene unvulkanisierte Kautschukplatte verwendet wird, die 2. nur im Bereich der druckenden bzw. nichtdruckenden Stellen der Druckform Löcher u. dgl. besitzt, u. 3. die Teile mit angehäuften Vertiefungen in der Mater mit einer zweiten, gleichfalls gelochten Kautschukplatte belegt werden. (D. R. P. 742 201 Kl. 15 b vom 8/6. 1941, ausg. 31/5. 1944.)
KITTLER

○ **General Aniline & Film Corp.**, New York, N. Y., V. St. A., übers. von: **Richard Huß**, Frankfurt a. M., *Färbungen*. Zur Herst. echter Färbungen auf tier. Fasern, natürlichen u. künstlichen Cellulosefasern, sowie Mischgeweben aus tier. u. Cellulosefasern bringt man auf das Fasergut sek. Disazofarbstoffe der allg. Zus. I auf, worin A den Rest eines 1-Amino-5-oxynaphthalins, B den Rest eines Amins der Benzol- oder Naphthalinreihe, der frei von OH-Gruppen u. in p-Stellung zur Aminogruppe gekuppelt ist, C den Rest einer auf der Naphtholseite gekuppelten Aminooxynaphthalinsulfonsäure, X H oder Alkyl u. Y Acyl oder Aryl bedeutet, wobei die Farbstoffkomponenten derart ausgewählt werden sollen, daß der Endfarbstoff wenigstens 2 löslichmachende Gruppen enthält. Man entwickelt sodann die so erhaltenen Färbungen mit wasserlösl. Diazoverbb. der Benzolreihe, die Nitrogruppen im Kern enthalten u. frei von SO₃H- u. COOH-Gruppen sind. (A. P. 2 321 816 vom 7/2. 1941, ausg. 15/6. 1943. D. Prior. 22/2. 1940. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)
ROICK

○ **Ciba Products Corp.**, Dover, Del., V. St. A., übers. von: **Gustave Widmer**, Basel, und **Andreas Ruperti**, Arlesheim, Schweiz, *Verbesserung der Haftfestigkeit von Färbungen*. Färbungen oder Drucke werden mit einer wss. Lsg. behandelt, die ein hydrophobes Zwischenkondensationsprod. (a) des Formaldehyds mit wenigstens einer der folgenden Verbb.: Melamin, Harnstoff, Thioharnstoff, Guanidin, Dicyandiamid, Biuret u. Phenol enthält, wobei die Konz. des a in der Lsg. unter 5%, bezogen auf das Gewicht der behandelnden Fl., betragen soll. (A. P. 2 322 333 vom 27/6. 1939, ausg. 22/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 22/6. 1943.)
ROICK

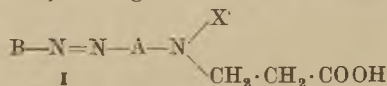
○ **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, Del., übers. von: **William M. Wentz**, Carneys Point, N. J., V. St. A., *Färben mit Küpenfarbstoffen*. Man tränkt die Fasern mit einer alkal. Lsg. des red. Farbstoffs u. entwickelt den Farbstoff auf den Fasern, indem man sie, während der Farbstoff in der Hauptsache in red. Form vorliegt, der Behandlung einer Alkalimetallhydro sulfitlsg. unterwirft, bis die Entw. im wesentlichen beendet ist, wobei darauf zu achten ist, daß die Entwicklungslsg. eine Alkalinität von ca. p_H 8 bis ca. p_H 12 aufweist. Nach der Entw. erfolgt dann die Oxydation des red. Farbstoffs auf den Fasern. (A. P. 2 318 133 vom 31/12. 1940, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)
ROICK

△ **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, übers. von: **David W. Woodward**, *Azofarbstoff-zwischenprodukte*. Die neuen Zwischenprodd. sind arom. N-(3-Halogen-2-oxypopyl)-aminosulfonsäuren. Sie werden durch Umsetzen eines prim. oder sek. arom. Aminosulfonates mit einem Epihalogenhydrin hergestellt. Das arom. prim. oder sek. Aminosulfonat ist vorzugsweise ein neutrales Salz einer prim. oder sek. Aminonaphthalinsulfonsäure, z. B. das Natriumsalz der M-, Laurent- oder H-Säure, u. das Epihalogenhydrin ist entweder Epichlorhydrin oder Epibromhydrin. Die Rk. wird bei 40—80° F (4—27° C) in wss. Lsg. durchgeführt; sie liefert gute Ausbeuten (um 85% herum) u. keine Nebenprodukte. Verschied. Substituenten in dem Erzeugnis verändern Farbton, Löslichkeit u. a. Eig. der aus diesen Zwischenprodd. erhältlichen Farbstoffe, welch erstere sich mit aliph. Aminen umsetzen u. so sek. oder tert. Amine

oder quaternäre Salze bilden. Niedermol. Amine liefern Prodd., die für die Herst. von wasserlösl. Wollfarbstoffen wertvoll sind oder die durch $\text{WO}_3 \cdot 2\text{H}_3\text{PO}_4$ in unlösl. Pigmentfarbstoffe umgewandelt werden können. Hochmol. Amine liefern Prodd., die für photograph. Färbverf. wertvoll sind. (A. P. 2 364 033, ausg. 28/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 4232.)

RAETZ

○ **General Aniline & Film Corp.**, Del., V. St. A., übert. von: **Bernd v. Bock** und **Hanns Ufer**, Ludwigshafen a. Rh., und **Helmut Kleiner**, Köln-Mülheim, *Azofarbstoffe*. In



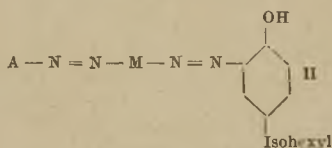
den Azofarbstoffen der allg. Zus. I, die frei von Sulfonsäuregruppen sind, bedeutet B einen einkernigen Rest der Benzolreihe, A ebenfalls einen einkernigen Rest der Benzolreihe, der die Azogruppe in 4- u. die Aminogruppe in 1-Stellung gebunden enthält, u. X einen niedrigen Alkylrest. (A. P. 2 314 440 vom 19/1. 1938, ausg. 23/3. 1943. D. Prior. 18/2. 1937. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.)

ROICK

△ **Eastman Kodak Co.**, übert. von: **Joseph B. Dickey**, *Chinazolinazofarbstoffe*. Diese Azofarbstoffe entsprechen der allg. Formel $\text{R} \cdot \text{N}=\text{N} \cdot \text{Q}$, in der R den Rest eines aromat. Kernes, gewöhnlich eines Arylkernes der Benzolreihe, u. Q den Rest eines Tetrahydrochinazolinokernes bedeutet, welch letzterer in 1-Stellung durch ein Alkyl-, Oxalkyl-, Alkoalkyl-, Halogenalkyl-, Cyanalkyl-, Sulfoalkyl-, Sulfatoalkyl-, Phosphatoalkyl-, Phosphitoalkyl-, Cycloalkyl- oder Furfurylradikal substituiert ist. Diese Farbstoffe werden hergestellt durch Diazotieren eines aromat. Amines u. Kuppeln der Diazoniumverb. mit einem in 1-Stellung substituierten Tetrahydrochinazolin. Die Farbstoffe können sulfoniert oder unsulfoniert sein. Die im Kern unsulfonierten Farbstoffe sind bes. geeignet zum Färben von Cellulosederivv., vorzugsweise von Celluloseacetat. Die im Kern sulfonierten Farbstoffe eignen sich zum Färben von Wolle, Seide, Nylonfasern, Baumwolle, Viscose u. Caseinwolle. Sollen die Farbstoffe zum Färben von Cellulosederivv. verwendet werden, so enthalten sie zweckmäßig keine freien Carbonsäuregruppen im Kern. Die Farbstoffe können in verschied. Farbönen hergestellt werden. (A. P. 2 364 351, ausg. 5/12. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 4232.)

RAETZ

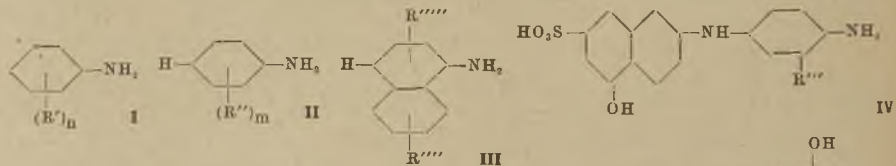
○ **General Aniline & Film Corp.**, Del., V. St. A., übert. von: **Alfred Thurm**, Dessau in Anhalt, und **Alfred Kirsch**, Ludwigshafen, *Wasserunlösliche Diazofarbstoffe* (I). In



den I der allg. Zus. (II) bedeutet A einen Rest der Benzolreihe u. M einen Rest der Bzl., Naphthalin-, Diphenyl-, Diphenylmethan-, Triphenylmeth n-, Diphenylcyclohexan-, Diphenyläther- oder Diphenylaminreihe. Die Farbstoffe, die weder wasserlöslichmachende noch Nitrogruppen enthalten, sind sehr leicht lösl. in organ. Mitteln u. besitzen eine gute bis sehr gute Lichtechtheit. (A. P. 2 315 232 vom 25/3. 1937, ausg. 30/3. 1943. D. Prior. 31/3. 1936. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.)

ROICK

○ **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, übert. von: **Chiles E. Sparks** und **Joseph H. Trepannier**, Wilmington, Del., V. St. A., *Trisazofarbstoff*. In dem Trisazofarbstoff der

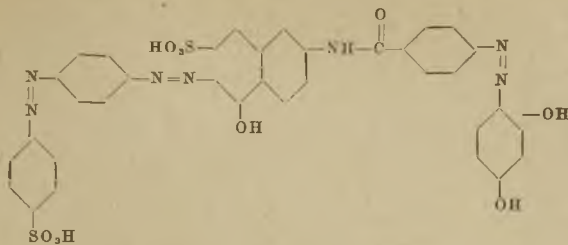


allg. Zus. $\text{X} \rightarrow \text{Y} \rightarrow \text{Z} \rightarrow \text{C}$ ist: X der Rest einer Verb. von der Zus. I [$\text{R}' = \text{H}$, Alkyl (a), Alkoxy (b), SO_3H (c), COOH (d), Br, Cl oder F; n = eine Zahl nicht größer als 3]; Y der Rest einer Verb. von der Zus. II oder III [$\text{H} =$ Kupplungsstellung; $\text{R}'' = \text{H}$, a oder b; m = eine Zahl nicht größer als 2; $\text{R}''' = \text{H}$ oder c; $\text{R}'''' = \text{H}$, a oder b]; Z der Rest einer Verb. von der Zus. IV. [$\text{R}''' = \text{d}$ oder c]; C der Rest einer Verb. von der Zus. V [$\text{R} = \text{H}$, NH_2 , Br, Cl, F, $-\text{CN}$, c oder d]. Der Farbstoff enthält wenigstens 2 Säuregruppen, von denen wenigstens eine eine SO_3H -Gruppe sein muß. (A. P. 2 322 750 vom 22/8. 1941, ausg. 29/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/6. 1943.)

ROICK

○ E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Swanie S. Rossander, Wilmington, Del., V. St. A., Lösliche Trisazofarbstoffe für Cellulosefasern. Genannt ist ein Farbstoff nebenstehender Zus. (A. P. 2322746 vom 11/10. 1940, ausg. 29/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/6. 1943.)

ROIOK



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

W. L. Cahall, Bericht über die neuere Entwicklung von Chemikalien aus Nadelhölzern. Hydriertes Kolophonium ist luft- u. lichtbeständig u. findet bes. in der Gummiindustrie Verwendung, ferner für Kitten sowie in der Seifen- u. Papierindustrie. Durch Erhitzen mit geeigneten Katalysatoren erhält man Gemische von Dehydro- u. Dihydro- bzw. Tetrahydroabietinsäuren; Hydroabietylalkohol findet für Lacke mannigfache Anwendung. Auch das — mit H_2SO_4 erhaltliche — dimere Kolophonium (polypale resin) ist in Form seiner Ester für die Lackindustrie erfolgversprechend. Terpenäther sind unter dem Handelsnamen „Terposol“ als Netzmittel u. in der Lackindustrie verwendet worden. Als Schädlingsbekämpfungsmittel sind die Rhodanwasserstoffester der Terpene bemerkenswert, während p-Cymol, Polyterpene u. acycl. Terpene (Isopren) hauptsächlich als Ausgangsstoffe für chem. Synthesen Bedeutung besitzen. (J. Oil Colour Chemists' Assoc. 27. 220—32. Nov. 1944.)

HENTSCHEL

Thomas D. Perry, Kunstharze und Sperrholz. I. Mitt. Vf. gibt einen kurzen geschichtlichen Überblick u. beschreibt die nachteiligen Eigg. der älteren Leime (Knochen- u. Pflanzenleime, Caseinleim u. Blutalbumin) hinsichtlich W.-Festigkeit u. Beständigkeit gegen Pilzbefall im Vgl. zu den Kunstharzleimen. Das Verh. der härtbaren Harze in der Hitze, die darauf basierende Herst. von Schichtholz u. a. in Etagenpressen u. die Anwendung der Hochfrequenzheizung werden erörtert. Weiterhin wird auf die wesentlichsten Eigg. der modernen Kunstharzleime (Phenol-Harnstoff-Resorcin-, Melamin-Harz- u. Polyvinylbutyrat) eingegangen. Schließlich werden die verschied. Techniken zur Herst. von ebenen u. gekrümmten Sperrholzplatten sowie von Schichtholzformkörpern bzw. -profilen ausführlich erklärt, u. a. auch die Herst. von Verbandmaterialien unter Verwendung von Papier, Gewebe u. Fiber sowie die bei Fertigung von Schichtholz durch das Harz eintretende Imprägnierung des Holzes geschildert. (Brit. Plast. mould. Prod. Trader 16. 349—56. Aug. 1944.)

MOTZKUS

H. N. Haut, Kunstharze im Flugzeugbau. (Vgl. C. 1943. I. 898.) Histor. Entwicklung. Mit Kunstharz verleimte Hölzer im Flugzeugbau. Beschreibung des Sperrholzflugzeuges „Bellanca's Crusair“. (3 Abb.). (Aviation [New York] 41. 84—85. März 1942.)

SCHEIFBLE

—, Kunstharzschäum. Unter dem Namen Flotofoam wird von der UNITED STATES RUBBER Co. ein Kunstharzschäum auf Grundlage von Phenolharzen in den Handel gebracht, der hauptsächlich als Wärmeisolierstoff Verwendung finden soll. (Brit. Plast. mould. Prod. Trader 16. 557. Dez. 1944.)

W. WOLFF

J. H. Du Bois, Kunststoffe in der Nachkriegszeit. Vf. gibt nach allg. Ausführungen über die Bedeutung der Kunststoffe eine Beschreibung über die Entw., zum Teil auch über die Verwendung von Kunstharzleimen, Kunststoffen auf Cellulosebasis, „Nylon“, Vinylharzen, Polystyrolen, Acrylharzen u. gummiähnlichen Kunststoffen. (Brit. Plast. mould. Prod. Trader 16. 364—69. Aug. 1944.)

MOTZKUS

A. MacGowan, Kunststoffe in der Medizin. Herst. von medicin. Instrumenten, Schienen, künstlichen Gliedern u. Körperteilen. (Brit. Plast. 17. 30—31. 35. 45. Jan. 1945.)

MOTZKUS

—, Polyvinylchlorid für Prothesen. (Brit. Plast. 17. 21—23. 29. Jan. 1945.)

MOTZKUS

△ Raymond L. Hallows und Floyd B. Barrett, übert. von: Eagle-Picher Lead Co. Grünes Bleisilicat. Zu einem Gemisch von $PbCO_3$ (oder PbO) mit SiO_2 wird eine geringe Menge eines Oxydationsmittels, wie z. B. ein Nitrat oder Chlorat von NH_4 , K oder Na, zugesetzt u. dann bei $750-1180^\circ$ im Flammofen geschmolzen. Die Farbe des entstehenden $PbSiO_3$ läßt sich hierbei von Wasserhell über Grün bis zu Dunkelbraun

variieren. Zur Erzeugung von Hellgrün wurden z. B. 475 kg PbCO₃ mit 84 kg Glas-sand u. 7,46 kg NaNO₃ 70 Min. lang auf 888° erhitzt. Die Menge des nötigen Oxy-dationsmittels hängt von der Art der verwendeten Pb-Verb. ab. (A. P. 2 366 255, ausg. 2/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1740.)
KALIX

○ National Lead Co., New York, N. Y., übert. von: Sandford S. Cole, Metuchen, N. J., V. St. A., Herstellung eines Rutil-Titaniumdioxydpigmentes. Eine innige, einheitliche Mischung aus Anatas-Titansauerstoffverb. u. geringen Mengen einer anorgan. Verb., z. B. etwa 0,5—5% berechnet auf TiO₂, welche durch Rk. mit TiO₂ zur Bldg. einer kryst., in die krystallograph. NaCl-Gruppe fallenden Verb. befähigt ist, sich nicht zers., nicht verflüssigbar u. nichtflüchtig bei der folgenden Hitzebehandlung ist, wird bei Temp. erhitzt, innerhalb welcher durch Röntgenstrahlenprüfung die Umwandlung der Anatas- in die Rutilmodifikation festgestellt ist. (A. P. 2 316 840 vom 7/8. 1939, ausg. 20/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/4. 1943.)
SCHREIBER

○ National Lead Co., New York, N. Y., übert. von: Sandford S. Cole, Metuchen, N. J., V. St. A., Herstellung eines Rutil-Titaniumdioxydpigmentes. Eine innige, einheitliche Mischung aus Anatas-Titansauerstoffverb. u. geringen Mengen einer anorgan. Verb., z. B. etwa 0,5—5% berechnet auf TiO₂, welche durch Rk. mit TiO₂ zur Bldg. einer kryst., in die krystallograph. Phenacitgruppe fallenden Verb. befähigt ist, sich nicht zers., nicht verflüssigbar u. nichtflüchtig bei der folgenden Hitzebehandlung ist, wird bei Temp. erhitzt, innerhalb welcher durch Röntgenstrahlenprüfung die Ver-wandlung der Anatas- in die Rutilmodifikation festgestellt ist. (A. P. 2 316 841 vom 7/8. 1939, ausg. 20/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/4. 1943.)
SCHREIBER

△ The Kenilworth Mfg. Co. Ltd. und Gershon Shaffer, Druckfarben. Eine Druck-farbe wird hergestellt aus depolymerisiertem Gummilack, der in einem geeigneten Lösungsm. aufgelöst oder in einem geeigneten fl. Verteilungsmittel dispergiert worden ist, u. einem Farbstoff oder einem Pigment. (E. P. 558 087, ausg. 20/12. 1943. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3946.)
RAETZ

△ Interchemical Corp., übert. von: Everett F. Carman und Whitney H. Mears, Drucker-schwärzen für Typographie, bestehend aus einer Lsg. eines Prolamins in einem Partial-ester von Glycerin u. Essigsäure. Diese Schwärzen sind beständig beim Drucken in Anwesenheit von Feuchtigkeit bis zu 60%. (A. P. 2 361 009, ausg. 24/10. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1768.)
M. F. MÜLLER

○ Edward Jahoda und Walter M. Fuchs, Detroit, Mich., V. St. A., Herstellung einer Druckplatte, die geeignet ist, ein mit einem Graphitstift gezeichnetes Bild ohne Ände-rung der Größe wiederzugeben. Das Originalbild wird mit einem Graphitstift her-gestellt, der neben Graphit eine bestimmte Menge eines oxydierenden Salzes enthält, z. B. K₂, Na- oder NH₄-Dichromat oder K₃Fe(CN)₆. Das mit dem Stift gezeichnete Bild von Graphit u. oxydierendem Salz wird auf eine fettfeuchte, tintenabweisende Gelatine-oberfläche aufgebracht, die in ihrem Innern ein oxydierbares Salz enthält, z. B. FeSO₄, NiSO₄, ZnSO₄, Mn-, Co-, Cu-Sulfat oder (FeNH₄)₂(SO₄)₃. Es findet eine Härtung der Gelatine an den Berührungstellen des oxydierenden u. oxydierbaren Salzes statt, welche aufnahmefähig wird für die fetthaltige Druckfarbe. (A. P. 2 322 136 vom 17/9. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)
M. F. MÜLLER

○ Interchemical Corp., New York, N. Y., V. St. A., übert. von: William F. Grupe, Lindhurst, N. J., V. St. A., Druckverfahren. Die Druckfarbe enthält ein schicht-bildendes Material, das gut in ihr lösl. ist u. wird zugleich mit diesem auf die zu be-druckende Oberfläche übertragen. (A. P. 2 321 140 vom 28/12. 1939, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.)
KALIX

○ I. M. Huber, Inc., New York, N. Y., übert. von: Frank G. Breyer, Wilton, Conn., V. St. A., Thermoplastische Druckfarbe. Das Farbpigment ist in einem Gemisch verteilt, das 25—40% hartes thermoplast. Cumaronharz, 15—30% Gilsonit u. 30—45% hydriertes Sojabohnenöl enthält. Der fl. Anteil der Druckfarbe beträgt mindestens 85%. (A. P. 2 351 585 vom 11/7. 1940, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.)
KALIX

○ Standard Oil Co., übert. von: Carl Max Hull, Chicago, Ill., V. St. A., Überzugsmittel, bestehend aus etwa 90% chlorierten Isobutylenpolymeren mit etwa 50% Cl u. 10% chloriertem Paraffin, das etwa 30% Cl enthält. (A. P. 2 252 485 vom 30/10. 1937, ausg. 12/8. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 12/8. 1941.)
SCHWECHTEN

○ **Standard Oil Co.**, Chicago, übert. von: **Maurice H. Arveson**, Flossmoor, Chicago, Ill., V. St. A., *Überzugsmittel*, bestehend aus einem organ. Lösungsm. u. einer Mischung aus einem harten, spröden hochchlorierten, nicht substituierten *Isobutylpolymeren* (I), das 45—65% Cl enthält u. in dem Lösungsm. unlös. ist, u. einem *chlorierten Diphenyl* (II) als Plastifizierungsmittel. Das II, das wenigstens 25% Cl enthält, ist mit dem I verträglich. Die Mischung aus I u. II wird in dem Lösungsm. gelöst. Das Mittel liefert biegsame, glänzende, feuer- u. wasserbeständige Überzüge. (A. P. 2 252 486 vom 30/10. 1937, ausg. 12/8. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 12/8. 1941.)
SCHWECHTEN

△ **United Gas Improvement Co.**, übert. von: **Frank J. Soday**, *Weichmacher*, bes. für Lacke u. verformbare Mischungen aus *Celluloseestern* u. -äthern, aus einem Ester von α - oder β -Tolyläthylalkohol mit einer einwertigen aliph. Säure, zweckmäßig mit 2—5 C. (A. P. 2 378 447, ausg. 19/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3973.)
PANKOW

Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Hamburg, *Extraktion von Harzen, Fetten und Terpeninöl aus harzhaltigen Hölzern*. Man führt die Extraktion in mehreren Stufen in der Nähe des Kp. des Extraktionsmittels (bes. wasserunlös. organ. Lösungsmittel, wie Bzl.) in einer Batterie von Kesseln durch, wobei etwa die Hälfte zur Extraktion nach dem Gegenstromprinzip dient, während in der anderen Hälfte der Batterie das Lösungsm. regeneriert wird. Man erzielt eine erschöpfende Extraktion ohne schädigende Decarboxylierung der Extraktstoffe. (N. P. 68 156 vom 4/2. 1941, ausg. 31/7. 1944.)
J. SCHMIDT

○ **Lewis J. Baker**, Jacksonville, Fla., V. St. A., *Vorrichtung zum Destillieren von Terpentin*. (A. P. 2 255 145 vom 12/7. 1939, ausg. 9/9. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 9/9. 1941.)
SCHWECHTEN

— (Erfinder: **Hans Heinrich Frank**, Berlin, **Harry Endler**, Ammendorf, **Saalkr., Emil Hey** und **Karl Zieke**, Berlin), *Herstellung von Kondensationsprodukten aus Alkydharzen, Formaldehyd und Dicyandiamid*, dad. gek., daß die noch freie OH-Gruppen enthaltenden Alkydharze (I) in überschüssigem wss. HCHO gelöst werden, die Lsg. in saurem Medium, vorzugsweise bei einem p_H von 4—6 u. bei ca. 80—100° mit Dicyandiamid (II) kondensiert wird u. danach das W. u. der überschüssige HCHO abdest. werden, wobei auf 1 Mol II ca. 3—6 Mol HCHO u. auf 55—25 Teile I 45—75 Teile II-HCHO-Harz verwendet werden; bei Verwendung von solchen I, die sich nicht in wss. HCHO lösen, wird die Kondensation in Ggw. eines gemeinsamen Lösungsm. für das I u. den HCHO vorgenommen, z. B. bei Benutzung von ölmodifizierten I in Ggw. von Butanol. Man erhält so lösl. Harze für Lackzwecke, die bei 100—150° unlös. werden; die Lacke sind lagerfähig, die Filme elast., haftfest, beständig gegen W. u. Witterung. — 74 (g) Phthalsäureanhydrid, 101 Sebacinsäure u. 92 Glycerin werden 20 Min. auf 190° erhitzt. 100 des entstandenen I werden in 450 ccm 37% ig. HCHO 1 Stde. bei 85—95° gehalten, worauf überschüssiger HCHO u. W. durch $\frac{1}{2}$ std. Vakuumdest. (100 bis 150 mm) entfernt werden. Zähfl. schwach gelbes Harz, lösl. in Äthylchlorhydrin, Benzylalkohol, Milchsäureäthylester. (D. R. P. 750 605 Kl. 39c vom 12/3. 1939, ausg. 23/1. 1945.)
PANKOW

○ **General Electric Co.**, übert. von: **Gaetano F. D'Alelio**, Pittsfield, Mass., V. St. A., *Kunstharz*. Man kondensiert bei einem p_H über 7 einen aliph. Aldehyd mit einem Phenol (I) mit wenigstens 2 reagierbaren Stellen am arom. Ring, bis eine fl., hauptsächlich aus Alkylderiv. des I bestehende M. entstanden ist, worauf die Fl. mit 2—20 Gew.-% des I an Dicyandiamid, Melamin oder deren Mischungen weiterkondensiert u. die Kondensation bei p_H unter 7 beendet wird. (A. P. 2 315 400 vom 13/8. 1940, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.)
PANKOW

○ **American Cyanamid Co.**, New York, N. Y., übert. von: **Edward L. Kropp**, Old Greenwich, Conn., V. St. A., *Phenolgußharz*. Man erwärmt 1 (Teil) Phenol mit ca. 2—2 $\frac{1}{2}$ einer 37% ig. wss. HCHO-Lsg. in Ggw. von ca. 0,03 kaust. Alkali 2—4 Stdn. auf ca. 60—80°, entfernt das W. bei 60—80° im Vakuum, neutralisiert mit 2—5% Überschuß von Chloressig- oder α -Chlorpropionsäure, gibt ca. 0,1—0,2 Glycerin zu u. setzt das Entwässern unter Erwärmen im Vakuum fort, bis eine bei ca. 11—13° ins W. tropfende Probe eine Kugel solcher Härte bildet, daß sie leichtem Fingerdruck nachgibt, worauf die M. in Formen gegossen u. ca. 24—36 Stdn. auf ca. 80° erhitzt wird. (A. P. 2 315 432 vom 26/4. 1940, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.)
PANKOW

H. von Euler und **E. Adler**, Stockholm, *Herstellung härterer Phenolformaldehyd-kondensationsprodukte*. Man kondensiert Aldehyde mit einem Phenolgemisch, das

Kresole, Guajacol, Xylenole, neben einer geringeren Menge Dioxybenzole, bes. Hydrochinon u. Brenzcatechin, enthält, im saueren oder bes. alkal. Medium. Durch die tetrafunktionellen Phenole wird eine Dunkelfärbung der Harze bewirkt, der man aber durch Arbeiten in Ggw. von H₂ oder von anderen Reduktionsmitteln entgegenarbeiten kann. (Schwed. P. 111 788 vom 21/5. 1940, ausg. 12/9. 1944.) J. SCHMIDT

○ **Alien Property Custodian**, übert. von: **Bernhard Habraschka**, *Herstellung von härtbaren o-Kresol-Aldehydkondensationsprodukten*. Es wird ein Verf. zur Herst. eines in der Hitze härtbaren o-Kresol-Formaldehydkondensationsprod. beschrieben, nach welchem man o-Kresol u. Formaldehyd im ungefähren Verhältnis von 1 Mol o-Kresol zu 1 $\frac{1}{2}$ –2 $\frac{1}{2}$ Mol Formaldehyd zu einem Vorkondensationsprod. kondensiert u. alsdann in Ggw. von Trikresylphosphat u. einer Fettsäure von 9–18 C-Atomen im Mol. weiter kondensiert. (A. P. 2 351 958, ausg. 20/6. 1944; Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.) RAETZ

○ **General Electric Co.**, übert. von: **Gaetano F. D'Alerio**, Pittsfield, Mass., V. St. A., *Herstellung einer Lignin-Phenolformaldehydharzdispersion oder einer Kiefernholzpech-Phenolformaldehydharzdispersion*. Man löst Lignin (nicht mehr als 35 Gew.-% des harzartigen Reaktionsprod.) oder extrahiertes Kiefernholzpech (in wesentlichem Anteil) in einem Phenol u. erhitzt mit einem sauren Katalysator mit 0,5–0,95 Mol HCHO (I) pro Mol Phenol am Rückflußkühler, bis der größte Teil I in Rk. getreten ist, macht alkal. u. erhitzt mit zusätzlichem I (Überschuß zu vorhandenem Phenol) weiter am Rückflußkühler, bis I bis auf ca. 1,5–4% umgesetzt ist, gibt ein Dispergiemittel in das heiße alkaliharzartige Reaktionsprod., neutralisiert bis zum p_H ca. 7–8, gibt weiteres Dispergiemittel zu u. genügend NH₃, um mit freiem I zu reagieren, so daß eine Dispersion des Harzes entsteht. (A. P. 2 357 090 u. 2 357 091 vom 17/4. 1941, ausg. 29/8. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/8. 1944.) PANKOW

△ **Western Electric Co.**, übert. von: **Raymond P. Lutz**, *Bleihaltige Phenolharze zur Herstellung von Schutzschirmen gegen Röntgenstrahlen*. 2 (Teile) fein verteilter Ruß (I) werden mit 89,5 Pb-Pulver innig gemischt, worauf man die Mischung zu 66 Harz u. 2,5 Farbstoff zusetzt. Die M. wird dann pulverisiert u. gemischt u. kann nun durch Verformen jede gewünschte Gestalt erhalten. Die Zugabe von I unterstützt ein schnelles u. gleichmäßiges Verteilen des metall. Füllstoffs auch in anderen durch Hitze härtbaren Stoffen, z. B. in Harnstoff-HCHO-Harzen. (A. P. 2 367 296, ausg. 16/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2907.) SCHWECHTEN

○ **Libbey-Owens-Ford Glass Co.**, übert. von: **Arthur M. Howald**, Toledo, O., V. St. A., *Herstellung von organischen Lösungen von Harnstoff-Formaldehydreaktionsprodukten*. Als Lösungsm. dient ein organ. Lösungsm., dem ein Alkohol u. eine Säure zugesetzt wurde. (A. P. 2 321 208 vom 24/4. 1941, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **Libbey-Owens-Ford Glass Co.**, übert. von: **John A. Murray** und **Andrew W. Kassay**, Toledo, O., V. St. A., *Herstellung von organischen Lösungen von Harnstoff-Formaldehydreaktionsprodukten*. Man erhitzt 1 (Teil) Dimethylolharnstoff mit mindestens 3n-Butanol in Ggw. eines sauren Mittels u. verdampft dabei den Alkohol so weit, daß weniger als 1 Teil des Alkohols in der Lsg. vorhanden ist. Das vorhandene W. wird ebenfalls weggedampft. (A. P. 2 321 234 vom 14/5. 1942, ausg. 8/6. 1943. Can. Prior. 12/5. 1939. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.) M. F. MÜLLER

△ **Libbey-Owens-Ford Glass Co.**, übert. von: **John Kenson Simons** und **Welcome I. Weaver**, *Biuret-Formaldehydkondensationsprodukte*. 120 (g) 37%ig. HCHO mit soviel 50%ig. N(CH₂·CH₂·OH)₂, daß ein p_H 7,6 entsteht, werden mit 51 Biuret $\frac{1}{2}$ Stde. am Rückflußkühler gekocht. Es entsteht Bis-(oxymethylbiuret) (I), F. 139–140°, das durch Vakuumverdunstung u. Waschen des Krystallrückstandes mit Aceton u. Umkrystallisieren aus A. erhalten wird. Beim Erhitzen gibt I ein hartes unlösl. Harz. Rührt man 11,5 I in 115 ccm Methanol, das 12 Tropfen 5nHCl enthält, 20 Min. u. neutralisiert mit Ag₂CO₃, so entstehen 12% 1,5-Bis-(methoxymethyl)-biuret (II) als Nadelbüschel, F. 95–96°. Erhitzt man 3 II, 20 Butanol u. 0,03 Maleinsäure (III) bis zur Verdampfung des Butanols, so entsteht ein leicht gelbes viscoses Harz, das als Film 25–30 Min. auf 100° erhitzt einen klaren harten, in Xylol unlösl. Film ergibt. Rührt man 40 I in 400 ccm Methanol u. 2 ccm 5nHCl 10 Min., neutralisiert mit Ag₂CO₃, filtriert, gibt 400 ccm Butanol u. 0,5 III zu, konz. im Vakuum, so erhält man 100 Rückstand (IV) mit 51% Feststoffen. Gießt man IV zu einem Film u. erhitzt 15–20 Min. auf 115°, so entsteht ein harter klarer Film. Imprägniert man 50 α-Cellulose mit einer alkohol. Lsg. von 60 I mit so viel Phthalsäure, daß ein p_H unter 6 entsteht, u. trocknet

bei 80°, mischt mit 1% Zn-Stearat u. mahlt, so erhält man ein Formpulver. (A. P. 2 378 110, ausg. 12/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3973.) PANKOW

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: G. Wick), *Herstellung von Kunstharzen unter Nachchlorierung von Polyvinylchlorid*. Man führt die Herst. der Kunstharze durch Emulsionspolymerisation von Vinylchlorid u. auch die an sich bekannte Nachchlorierung in der gleichen Emulsion durch, wobei zur Nachchlorierung ein Quell- oder organ. Suspensionsmittel, bes. Tetrachloräthan oder Chlf., verwendet wird. Hierdurch wird eine besondere Abscheidung der Harze vor der Nachchlorierung erspart. (Schwed. P. 111 410 vom 17/4. 1943, ausg. 8/8. 1944 u. N. P. 68 099 vom 17/4. 1943, ausg. 17/7. 1944. Beide D. Prior. 10/12. 1940.) J. SCHMIDT

△ **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, übert. von: Witty L. Alderson jr., *Harzartige Massen*. Polyvinylacetalharze werden mit cycloaliphat. KW-stoffen der Formel (C₃H₄)_n gemischt, die bei der Zers. eines beim Raffinieren von Erdöl anfallenden Schlammes erhalten sind. Acetylharze mit 10—12% freien OH-Gruppen werden bevorzugt. Die Prodd. zeichnen sich dadurch aus, daß sie für die Pigmentierung große Mengen billiger Füllmittel aufzunehmen vermögen. Bei Mitverwendung von Plastifizierungsmitteln in einer Menge von 50—100% besitzen sie auch gute elektr. Eigenschaften. Die Prodd. finden eine mannigfaltige Verwendung zur Herst. von Überzügen u. dergleichen. (A. P. 2 374 067, ausg. 17/4. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3696.)

SCHWECHTEN

—, *Herstellung von Kondensationsprodukten aus Acrylsäure, Harnstoff bzw. Thioharnstoff und Formaldehyd* gemäß D. R. P. 738 693, dad. gek., daß man die prim. Harnstoff-HCHO-Kondensation in schwach bas. Medium vornimmt, die zunächst erhaltenen gelatinösen Prodd. mit $\frac{1}{10}$ —1 Mol Acrylsäure bzw. deren Homologen bzw. eines Gemisches solcher Säuren versetzt, dem Reaktionsgemisch anschließend eine zum Leichtflüssigmachen während der Gußzeit ausreichende Menge einwertiger Alkohole, deren Kpp. nicht wesentlich niedriger liegen als die der angewandten Acrylsäure, hinzufügt, hierauf die dünnfl., homogenen Mischungen auf eine glatte Unterlage ausgießt oder spritzt u. schließlich die so erhaltenen Harzplatten durch Erwärmen, durch direktes Sonnenlicht oder durch UV-Bestrahlung härtet. Zur Herst. von Anstrichlacken gibt man außer den genannten Mengen einwertiger Alkohole weitere Mengen der gleichen oder niedriger sd. Alkohole u. eventuell weitere Harze u. Lösungsmittel zu. — 180 cem 40 Vol.-%ig. HCHO-Lsg. neutralisiert man mit CaCO₃-Pulver, gibt nochmals die gleiche CaCO₃-Menge zu, dann unter Umrühren 60 g Harnstoff u. hält 2 Stdn. unter Rückfluß in schwachem Sieden. Nach 12 std. Stehen wird von überschüssigem CaCO₃ u. geringen Mengen unlösl. hochmol. Kondensationsprodd. abfiltriert, bei Kp._{15–20} 40—50° bis Sirupdicke eingedampft u. rasch auf 60° erwärmt. Man gibt 24 g Acrylsäure zu, rührt u. setzt nach Klarwerden der M. 24,7 g Butylalkohol zu. Die völlig klare dünnfl. M. gießt oder spritzt man nach Abkühlen auf 40—50° in Formen, die auf die gleiche Temp. vorgewärmt sind. Die erstarrten u. von der Unterlage abgelösten Schichten werden bei 60° gehärtet. (D. R. P. 750 082 Kl. 39c vom 5/8. 1941, ausg. 12/12. 1944. Zusatz zu D. R. P. 738 693.) PANKOW

△ **North American Holding Corp. und Parsad Holding Corp.**, übert. von: Ernest D. Sackett, *Elastische Füllmasse*. Ein Gemisch von 84 (Teilen) Äthylacetat, 25 Petroleum vom Kp. 140—190° F (60—88°C) u. frei von aromat. KW-stoffen, 10 Dibutylphthalat u. 18 Filmabfällen wird durch kräftiges Rühren homogenisiert u. dann mit 40,75 gereinigtem Tallöl u. 12 ungeschmolzenem fossilem Kongoharz in feinpulverisiertem Zustande versetzt. (A. P. 2 350 252, ausg. 30/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1484.) KALIX

○ **Albert J. Nerken und Herbert S. Polin**, New York. N. Y., V. St. A., *Plastische Masse aus Kaffee*. Zwecks Herst. einer Preßmasse entfernt man das Öl aus grünen Kaffeebohnen (I), fraktioniert das Öl, führt die ölsäure- u. leinölsäurehaltigen Fraktionen den extrahierten I wieder zu, unterwirft die I Hitze, Druck, der Einw. einer anorgan. Säure u. einem fortlaufenden Dampfstrom, um alles gebildete Furfurol (II) zu entfernen, gewinnt das II zurück u. setzt mindestens einen Teil davon dem so behandelten Rückstand der I wieder zu. (A. P. 2 340 426 vom 14/9. 1940, ausg. 1/2. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 1/2. 1944.) SARRE

Gewerkschaft Keramchemie Berggarten, Siershahn, Westerw. (Erfinder: Fritz Heinrich, Selters, Westerw., und Karl Strehle, Augsburg), *Herstellen von Überzügen aus nicht oder nur in geringem Maße elastischen, gegebenenfalls Füllstoffe enthaltenden organischen Kondensationsprodukten auf den Wandungen starrer Körper unter Verwendung einer Zwischenschicht*. Als Zwischenschicht wird eine solche aus Schwamm- oder Moosgummi aufgetragen, wobei die Zwischenschicht ganzflächig oder nur an

den Stellen aufgebracht wird, an denen sich die Dehnungsunterschiede zwischen Auftragsfläche u. Überzug auswirken. (D. R. P. 742 629 Kl. 75c vom 19/1. 1941, ausg. 4/12. 1944.)
VIER

XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

F. N. Howes, *Russische Kautschukpflanzen*. Versuchsweise sind in Großbritannien, in der USA. u. anderen alliierten Ländern einige der in Rußland zwecks *Kautschukgewinnung* angebauten Pflanzen eingeführt u. angepflanzt worden. Es handelt sich hierbei um *Kok-Ssaghys* (*Taraxacum kok-ssaghys* Rodin), *Krim-Ssaghys* (*Taraxacum megalorrhizon* H. Maz.) u. *Tau-Ssaghys* (*Scorzonera tau-ssaghys* Lipsch. et Bosse). Letztere Pflanze dürfte für eine Kultivierung in Großbritannien ungeeignet sein. (India Rubber J. 105. 534—36. 27/11. 1943.)
ULMANN

R. L. Anthony und S. L. Dart, *Temperaturerhöhung in Kautschuk bei rascher Dehnung*. Die Temp.-Steigerung verschied. Kautschukproben bei rascher Dehnung wurde mit einem Galvanometer von $\frac{1}{10}$ Sek.-Periode u. 10^{-7} Amp./mm Empfindlichkeit gemessen. Vulkanisierter Latex z. B. ergab 14,7° Erhöhung bei Streckung um 600%. Die Werte sind von der Art des Materials u. den Versuchsbedingungen abhängig, womit die starken Differenzen der Angaben früherer Autoren erklärlich werden. (Physic. Rev. [2] 63. 62. 1/15. 1. 1943. Univ. of Notre Dame.)
FLASCHKA

R. Hamilton Watt, *Kautschuk im Maschinenbau*. I. Mitt. *Entwicklung, Fachausdrücke, Zusatzstoffe und Mischung*. Allg. Ausführungen. (Ind. Power Product. 20. 408—09. 411—12. Nov. 1944.)
HENTSCHEL

S. S. Wojutzy und J. M. Dsjadeli, *Der technologische Charakter von synthetischen Latices. Kolloidale Eigenschaften*. Zusammenfassendes Referat. (India Rubber J. 107. 611—12. 25/11. 1944.)
W. WOLFF

L. E. Peterson und Eugene Guth, *Die Zustandsgleichung von synthetischem Kautschuk*. Unters. an synthet. Kautschuk zeigen, daß die von JAMES u. GUTH gegebene allg. stat. Theorie der Gummielastizität auch auf synthet. Kautschuk anwendbar ist. Die Drucktemperaturabhängigkeit ist im allg. die gleiche u. auch der von der Theorie geforderte thermoelast. Umkehrpunkt ist vorhanden. Bei Anwendung der Thermodynamik wurde die experimentelle Zustandsgleichung in zwei additive Komponenten zerlegt; in den Anteil der inneren Energie u. den der Entropie. Die Entropiekomponente stimmt mit der theoret. Kurve überein. (Physic. Rev. [2] 63. 62. 1/15. 1. 1943.)
FLASCHKA

G. H. Wyatt, *Die Analyse vulkanisierten Kautschuks unter besonderer Berücksichtigung synthetischer Materialien*. Vf. weist als Ergänzung einer früheren Veröffentlichung (vgl. C. 1944. II. 373) auf einige weitere Rkk. hin. (Analyst 69. 305. Okt. 1944. L. M. S. Railway Co., Res. Dep., Chem. Labor., Stonebridge Park, Wembley, Middlesex.)
WINKER

△ Reilly Tar & Chemical Corp., übert. von: Francis E. Cislak, *Kautschukmischung* (Rubber extender) mit verbesserten Eigg., die nur auf 100 (Teile) S-vulkanisierbare Elastomere wie *Kautschuk*, *Buna S* oder *N 50 Acenaphthylene* enthält. (A. P. 2 378 881, ausg. 19/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39 [1945]. 3964.)
PANKOW

△ Monsanto Chemical Co., übert. von: George D. Martin, *Kautschukumwandlungsprodukt* durch Behandlung von Kautschuk mit Arylphosphinhalogeniden. 300 (Teile) Pale Crepe, 500 CS₂, 75 Xylyldichlorphosphin u. 4 wasserfreies AlCl₃ werden 25 Stdn. bei 47° gemischt. Nach Verdampfung des Lösungsm. u. Waschen erhält man 325 eines walzbaren kautschukartigen, aber zäher u. heller gefärbten (auch in Hartkautschukmassen) Produktes. (A. P. 2 376 264 vom 15/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3459.)
PANKOW

○ Wingfoot Corp., Akron, O., übert. von: Albert M. Clifford, Stow, O., V. St. A., *Kautschukhydrochlorid*, enthaltend einen geringeren Anteil N,N'-dialphat. substituiertes Piperazin. (A. P. 2 356 973 vom 7/7. 1939, ausg. 29/8. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/8. 1944.)
PANKOW

△ Hercules Powder Co., übert. von: Wm. H. Stevenson, *Chlorkautschuk*, der hochviscose Lsgg. gibt u. als Film verbesserte Biegsamkeit besitzt, wird durch Auswaschen des Lösungsm., Kontrolle der Kautschukkonz. sowie Dauer u. Menge des Cl-Zusatzes erhalten. (A. P. 2 375 958, ausg. 15/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3459.)
PANKOW

△ Hercules Powder Co., übert. von: Frederick J. Bouchard, *Chlorkautschuk* aus Natur- oder synthet. Kautschuk erhält durch Behandlung mit Hypochloriten mit 0,01—0,4%

verfügbarem Cl (bezogen auf das Gewicht des gesamten Ansatzes) eine bessere Farbe. (A. P. 2 376 027, ausg. 15/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3459.) PANKOW

○ The B. F. Goodrich Co., übert. von: E. T. Lessig und H. P. Headley, *Verfahren zum Verkleben von Fasern mit Kautschuk*. Nach dem neuen Verf. zur Verbesserung der Haftfähigkeit von organ. Natur- oder Kunstfasern an Kautschuk werden die Fasern mit einer wss., in der Hitze erhärtenden Dispersion aus einem mehrwertigen Phenol, einem Aldehyd u. Kautschukmilch (Latex) bei einer Temp. von wenigstens 70° benetzt, getrocknet u. mit einer vulkanisierbaren Kautschukmasse vereinigt; das zusammengesetzte Erzeugnis wird alsdann vulkanisiert. (A. P. 2 314 998, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) RAETZ

○ The B. F. Goodrich Co., übert. von: I. Gardik und E. T. Lessig, *Verfahren zur Verbesserung der Haftfähigkeit von Kautschuk an Baumwolle*. Nach dem vorliegenden Verf. zum Behandeln von Baumwolle mit einem in der Hitze erhärtenden Bindemittel aus einem mehrwertigen Phenol, einem Aldehyd u. Kautschukmilch (Latex) wird die Baumwolle vor dem Behandeln mit dem Bindemittel der Einw. einer schwach-alkal. Lsg. unterworfen. (A. P. 2 314 976, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) RAETZ

○ The B. F. Goodrich Co., übert. von: E. T. Lessig und I. Gardik, *Verfahren zur Verbesserung der Haftfähigkeit von Kautschuk an Baumwolle*. Nach dem vorliegenden Verf. zum Behandeln von Baumwollkord mit einem in der Hitze erhärtenden Bindemittel aus einem mehrwertigen Phenol, einem Aldehyd u. Kautschukmilch (Latex) wird der Baumwollkord vor dem Behandeln mit dem Bindemittel im gesponnenen Zustande der Einw. eines Durchdringungsmittels unterworfen u. unter Spannung getrocknet. (A. P. 2 314 996, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) RAETZ

○ The B. F. Goodrich Co., übert. von: E. T. Lessig und H. P. Headley, *Verfahren zur Verbesserung der Haftfähigkeit von Kautschuk an Baumwolle*. Nach dem neuen Verf. wird Baumwolle mit einer wss. Dispersion aus einem mehrwertigen Phenol, einem Aldehyd u. Kautschukmilch (Latex), die eine geringe Menge eines Durchdringungsmittels enthält, bei einer Temp. von mindestens 70° überzogen, getrocknet u. mit einer vulkanisierbaren Kautschukmasse vereinigt; das zusammengesetzte Erzeugnis wird alsdann vulkanisiert. (A. P. 2 314 997, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) RAETZ

△ Monsanto Chemical Co., übert. von: Wm. E. Welch, *Hülle für Golfbälle*. Die Hüllen werden aus einer Mischung aus Kautschuk u. einem Polyvinylacetalharz hergestellt. Der Mischung können die für die Vulkanisierung erforderlichen Stoffe, Pigmente usw. einverleibt werden. Beispiel: 45 (Teile) Polyvinylbutyraldehydacetal, 50 heller Kreppkautschuk, 5 Diäthylphthalat u. 10 TiO₂. (A. P. 2 362 961, ausg. 14/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2904.) SCHWECHTEN

○ I. A. Young Co., Grand Rapids, Mich., übert. von: Leonard A. Young, Detroit, Mich., V. St. A., *Spielballherstellung*. Man füllt einen zerdrückbaren Behälter mit einer Fl., verfestigt letztere durch Einfrieren, so daß der Behälter ein Kügelchen bildet, umwindet dies unter starker Spannung bis zu genügender Dicke mit Kautschukstreifen, verflüssigt die gefrorene Fl., so daß der Behälter zerbricht u. zusammenfällt u. die Fl. durch die sich zusammenziehenden Kautschukstreifen abfließt. (A. P. 2 314 964 vom 31/7. 1941, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) PANKOW

○ American Cyanamid Co., New York, N. Y., übert. von: Edward L. Kropa, Old Greenwich, Conn., V. St. A. *Polymerisationsverfahren*. Man polymerisiert $\text{CH}_2 : \begin{matrix} \text{R} \\ \diagdown \\ \text{C} \\ \diagup \\ \text{R}_1 \end{matrix}$, worin R Methyl oder H u. R₁ CN oder -CO·R₂ bedeutet, während R₂ H, Alkyl, Alkaryl, Cycloalkyl oder $-\text{N} \begin{matrix} \text{R}_3 \\ \diagdown \\ \text{C} \\ \diagup \\ \text{R}_4 \end{matrix}$ (R₃ u. R₄ = H oder ein organ. Rest) bedeutet, in wss. Lsg., die wenigstens 65% ZnCl₂, -Br₂ oder -J₂ enthält. (A. P. 2 356 767 vom 26/4. 1940, ausg. 29/8. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/8. 1944.) PANKOW

△ E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Donald C. Coffman und Clarence E. Denon jr., *Copolymere von Vinyläthylcarbinolen und Acrylestern*. Ein (2-Vinyläthyl)-carbinol (I) u. ein Acrylsäureester (II) werden durch Erhitzen ihrer Emulsion auf 40 bis 60° der Copolymerisation unterworfen, wobei Reaktionsprodd. mit 12—18 C-Atomen

entweder in koagulierter oder in Latexform entstehen. Im letzteren Falle führt man die Koagulation mit $Al_2(SO_4)_3$ herbei. Als Katalysator wird hierbei vorzugsweise $(NH_4)_2S_2O_8$ verwendet. An Stelle von I kann jeder aliphate. Alkohol angewandt werden, der am Carbinol-C eine Vinyläthylgruppe besitzt, vorzugsweise nimmt man *Dimethyl-(2-vinyläthyl)-carbinol*. An Stelle von II kann jeder Ester einer α -Methylenmonocarbonsäure treten, angewandt wird hauptsächlich *Methylmethacrylat*. (A. P. 2 358 444, ausg. 19/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1782.) KALIX

△ **Wingfoot Corp.**, übert. von: **Albert M. Clifford** und **William D. Wolfe**, *Mischpolymerisate aus Dienen und Vinylverbindungen*. Man polymerisiert in wss. Emulsion ein Dien wie *Butadien-(1.3)* (I), ein Halodien wie *Chlor-2-butadien-(1.3)* (II) oder *Dichlor-2.3-butadien-(1.3)* u. eine Vinylverb. wie *Dichlor-1.1-äthylen* (III), *Methyl-, Äthyl- oder Allylmethacrylat*. Eine wss. Emulsion von 20 ml Na-Oleat u. 0,133 (g) $NaBO_3$ (oder einer 3% ig. Lsg. von Na-Laurylsulfat mit Phosphat-Citrat zu einem p 7,2—7,6 gepuffert), 8 I, 4 II u. 4 III wird unter Rühren 90 Stdn. bei 50° polymerisiert. Bei Fällung von A. fällt das Elastomere in 75% ig. Ausbeute an. Ohne III entsteht eine weiche klebrige Masse. Ein ähnliches Elastomeres entsteht aus 20 I, 12 II u. 2 III. (A. P. 2 378 189, ausg. 12/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3964.) PANKOW

△ **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, übert. von: **John R. Vincent**, *Butadien-Styrolmischpolymere* verbesserter Verarbeitbarkeit, bes. Walzbarkeit, durch Zusatz von 0,05—0,5% eines Zn-Salzes eines aromatische. Mercaptans der Bzl.- oder Naphthalinreihe wie Zn-Thio- α - oder - β -naphtholat oder Zn-Xylylmercaptid. (A. P. 2 378 519, ausg. 19/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3965.) PANKOW

△ **B. F. Goodrich Co.**, übert. von: **Waldo L. Semon** und **Charles F. Fryling**, *Butadienpolymerisate* mit verbesserten Dehnungseigg., Lichtstabilität, Farbe u. a. durch Zusatz einer Lsg. eines reaktionsfähigen Stabilisators unmittelbar nach der Koagulation des Polymeren. So wäscht man das Koagulat mit Lsgg. von NaOH, Na_2S , NaCN oder anderen alkal. Stoffen. (A. P. 2 378 732, ausg. 19/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3965.) PANKOW

△ **Sharples Chemicals, Inc.**, übert. von: **John F. Olin**, *Plastische Butadienpolymere*. aus Butadien (I) u. seinen Homologen mit oder ohne Zusatz von Styrol (II) oder Acrylnitril durch Emulsionspolymerisation in Ggw. tert.-Alkylmercaptane mit 8—16 C. So erhält man aus 75 (Teilen) I, 25 II, 0,3 $K_2S_2O_8$, 5 Seife, 0,3 tert.-Dodecylmercaptan (aus Triisobutylen u. H_2S) u. 180 W. bei 125° F (52° C) in 14,5 Stdn. ein Polymerisat der MOONEY-Plastizität 53. (A. P. 2 378 030, ausg. 12/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3965.) PANKOW

△ **Kilgore Development Corp.**, übert. von: **Lowell B. Kilgore**, *Weichmacher für Buna*, bestehend aus Estern (Butyl-, 2.3.4.6-Tetrachlorphenyl- oder Cyclohexylester) der *p*-Iso-propylbenzoesäure. (A. P. 2 376 782, ausg. 22/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3460.) PANKOW

XIV. Zucker. Kohlenhydrate. Stärke.

△ **Charles D. Barber** und **Paul R. Barber**, *Raffinieren von Zucker*. Zucker von niedrigem Aschegeh. wird gewonnen, wenn man den Rohsaft mit Kalk versetzt u. dann einer Behandlung mit Kohlensäure u. schwefliger Säure unterwirft. Der Saft wird dann mit $CaCl_2$ versetzt, filtriert, erhitzt u. zur Entfernung des Schwefels einer zweiten Behandlung mit schwefliger Säure unterworfen. Wiederum wird $CaCl_2$ zugesetzt, u. der Saft wird konz. u. so ein Zucker von niedrigem Aschegeh. gewonnen, während der braune sirupartige Zuckerrückstand zum Zeitpunkt des ersten $CaCl_2$ -Zusatzes in das Verf. zurückgeführt wird. (A. P. 2 350 143, ausg. 30/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1558.) RAETZ

△ **Porocel Corp.**, übert. von: **William A. La Lande**, *Erhöhung des pH -Wertes einer Zuckerlösung* durch Filtrieren durch Fullererde, welche auf 700—1600° F (370—870° C) erhitzt wurde, u. anschließend durch Kühlen, Waschen mit einer verd. Säure bei 150—180° F (66—82° C), Waschen mit W. u. Trocknen. (Can. P. 425 471, ausg. 6/2. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1772.) M. F. MÜLLER

Kast & Ehinger G. m. b. H., **Chemische Fabriken**, Wien, *Gewinnung von reaktionsfähigem Lignin aus Holzverzuckerungslignin*. Man erwärmt das Lignin unter Druck in Ggw. von organ. Lösungsmitteln, wie A., Aceton, Äthylchlorhydrin, Hexalin, Cyclohexanon, Phenole, wobei das Lignin depolymerisiert werden soll, aber keine wesentlichen Mengen phenolartiger Verb. gebildet werden dürfen. Z. B. erhitzt man im Autoklaven 8 Stdn. auf 200° in Ggw. von A., wobei etwa 66% des eingesetzten SCHOLLER-Lignins in Lsg. gehen. (N. P. 68 081 vom 5/12. 1942, ausg. 17/7. 1944. D. Prior. 26/1. 1942.) J. SCHMIDT

XV. Gärungsindustrie.

D. W. Steuart, *Acetylmethylcarbinol im Apfelwein*. Der Geh. an Acetylmethylcarbinol ist abhängig von der Säurebildung. Zur Best. vgl. EGGLETON, ELSDEN u. GOUON (Analyst 69. [1944.] 130. (Analyst 69. 307. Okt. 1944. W. Gaymer & Son, Ltd., Attleborough.)
WINIKER

○ **Standard Brands Inc.**, übert. von: **Herbert C. Gore** und **Charles N. Frey**, *Enzymatisches Verfahren*. Als Enzymaktivator wird eine Zus. von im wesentlichen gleichen Teilen Sojabohnen- oder Weizenmehl u. einem Puffersalz beschrieben. Das neue Verf. zur Erhöhung der enzymat. Wirksamkeit besteht darin, daß man Sojabohnen- oder Weizenmehl u. ein Puffersalz miteinander vermischt, ein Gemisch aus Stärke, einem diastat., enzymhaltigen Stoff u. W. bereitet, diesem das Mehl-Puffersalzgemisch einverleibt, alsdann zur Umwandlung der Stärke unter Umrühren erhitzt, zur Zerstörung des Enzyms die Temp. erhöht u. darauf abkühlt. (A. P. 2 351 954, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.)
RAETZ

△ **United States Alcohol Co.**, übert. von: **Howard M. Hodge**, *Glycerinerzeugung durch Gärung*. Kontinuierliche Hefegärung von Zuckerlsgg. kann dadurch erreicht werden, daß NH₃ oder NH₄-Salze in etwas größerer Menge zugefügt werden, als für den n. Reaktionsverlauf nötig ist. Dadurch wird die Entstehung von Glycerin erheblich begünstigt. Man gibt zu diesem Zwecke z. B. 0,1—1,0% NH₃ zu, berechnet auf das Gewicht der Maische. Während der ganzen Dauer der Gärung muß der pH-Wert durch Zugabe nichtgiftiger Neutralisationsmittel auf 6—7 gehalten werden. (Can. P. 408 881, ausg. 24/11. 1942. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1732.)
KALIX

Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Hamburg, *Herstellung von Hefe aus den bei der Alkali-cellulose anfallenden in Alkali gelösten Celluloseanteilen (Hemicellulosen)*. Diese werden nach Ausfällung oder Auswaschen mit Säure, z. B. mit 0,5% ig. H₂SO₄ bei 130° während 2—3 Stdn., hydrolysiert. Anschließend wird neutralisiert u. dann in üblicher Weise, z. B. durch Vergärung mittels *torula utilis*, auf Hefe verarbeitet. Auf diese Weise werden die etwa 30—35 g je Liter Hemicellulose enthaltenden Ablaugen verwertet. (N. P. 67 985 vom 10/4. 1942, ausg. 26/6. 1944. D. Priorr. 14/9. 1940 u. 26/4. 1941.)
J. SCHMIDT

Ernst Komm und **Theodor Schlüter sen.**, Dresden, *Herstellung von Malzpräparaten*. Bei der Herst. von Bier oder ähnlichen Getränken unter Zusatz von Molke, die von koagulierbarem Eiweiß frei ist, zeigte sich, daß bei großem Molkezusatz die Verzuckerung des Malzes stark gehemmt wird. Erfindungsgemäß werden daher vor der Malzverzuckerung nur bis etwa 15% Molkeextraktstoff, bezogen auf Malzextraktstoffe zugegeben, während der Rest erst nach der Verzuckerung in einem beliebigen Stadium der Weiterverarbeitung zugefügt wird. (Dän. P. 62 506 vom 17/6. 1943, ausg. 31/7. 1944 u. N. P. 68 215 vom 19/7. 1943, ausg. 21/8. 1944. Beide D. Prior. 21/5. 1943.)
J. SCHMIDT

XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel.

H. Cheftel, *Über Frucht- und Gemüsesäfte*. Übersicht über die Konservierungsmethoden unter besonderer Berücksichtigung der schwefligen Säure. Als Meth. der Wahl wird die ultra-rapide Pasteurisation in Flaschen u. die Abfüllung in desinfizierte Behälter empfohlen. Die Säfte sind einige Stdn. nach der Ernte konserviert, u. es entfallen andere Maßnahmen. Die Konservierung in der Hitze ist für das C-Vitamin nachteilig. (Bull. Acad. Méd. 127. 511—14. 5/12. 10. 1943.)
LANGHECKER

J. Barker und **W. G. Burton**, *Kartoffelbreipulver*. I. Mitt. *Allgemeine Kennzeichen und die Bürsten-Sieb-Methode der Herstellung*. Gekochter Kartoffelbrei kann zu einem Pulver getrocknet werden, aus dem durch Zusatz von heißem W. ohne weiteres wieder Kartoffelbrei hergestellt werden kann. Wichtig ist, daß die einzelnen Zellen u. Zellgruppen nicht beschädigt werden. Es wird ein Herstellungsverf. beschrieben, bei dem dies dadurch erreicht wird, daß der auf 50% W. vorgetrocknete Brei mit Bürsten durch Siebe gedrückt u. dann zu Ende getrocknet wird. (J. Soc. chem. Ind. 63. 169 bis 172. Juni 1944.)
JACOB

—, *Zein-Gewinnung aus Mais*. Es wird die Arbeitsweise einer in USA. errichteten Anlage zur Gewinnung von Zein beschrieben, welches in Kriegszeiten eine Bedeutung als Schellackersatz hat. Aus Maisschrot wird durch Auswaschen die Stärke entfernt. Es verbleibt der Maiskleber, dem das Zein, Öle u. Pigmente anhaften. Der getrocknete Kleber wird mit 85% ig. Isopropylalkohol bei 55—60° extrahiert. Durch Abkühlung werden aus der Lsg. einige unerwünschte Substanzen bereits ausgeschieden u. abfiltriert. Das Filtrat wird mit 80—120% seines Vol. Hexan als selektivem Lösungs-

mittel behandelt, wobei sich in der unteren Schicht eine annähernd reine Lsg. von 15—20% Zein in 60% ig. Isopropylalkohol abscheidet. Das Lösungsm. wird verdampft u. die viscose Restlsg. in W. versprüht, wodurch das Zein absinkt. Das filtrierte Material wird getrocknet u. gemahlen. Von den im Mais vorhandenen 5,5% Zein wird auf diese Weise etwa ein Drittel wiedergewonnen. (Chem. Trade. J. chem. Engr. 115. 155—56. 11/8. 1944.)

HAEVECKER

A. S. Thomas, *Beobachtungen an den Wurzelsystemen von Robustakaffee und anderen tropischen Pflanzen in Uganda*. Wenn die Pflanzen ungestört wuchsen, ergab sich eine große Anhäufung von feinen Wurzeln nahe der Oberfläche des Bodens. Die Methoden der Bodenbearbeitung hatten deutlichen Einfl. auf Menge u. Verteilung der Wurzeln. Tee, Kakao, Kautschuk u. Excelsakaffee hatten die meisten Wurzeln in den obersten 16 cm des Bodens. Arabicakaffee u. Cinchona hatten einen größeren Teil ihrer Wurzeln unterhalb dieser Tiefe. Bei der Banane fand sich die stärkste Wurzelkonz. zwischen 8 u. 32 cm, ebenso beim Zuckerrohr. Mais u. Baumwolle hatten ebenfalls ein tiefergehendes Wurzelsyst. als die Baumgewächse. Die flache Lage der Wurzeln der erwähnten Baumgewächse muß bei Anbau u. Bodenbearbeitung berücksichtigt werden. (Emp. J. exp. Agric. 12. 191—205. Okt. 1944. Uganda, Dep. of Agriculture.)

JACOB

Pierre Balavoine, *Hat sich der Fettsäuregehalt der Milch während der „Kriegsjahre“ verändert?* Zusammenstellung des Fettgeh. der Milch von Tausenden von Kühen aus dem Kanton Genf während der Jahre 1939—1943 ergab, daß die Fettgehh. im Ganzen genommen nur sehr wenig im Prozentgeh. variieren. (Arch. Sci. physiques natur. [5] 26 (149). Nov./Dez. 1944. Suppl. C. R. Séances Soc. Physique Hist. natur. Genève 61. 243—45. Aug./Dez. 1944. Labor. cantonal d'analyse des denrées alimentaires.)

GOTTFRIED

A. Houdinière, *Technische Angaben über die französische Buttererzeugung*. Ausführlicher Bericht über die Arbeit von GUITTONNEAU u. CHEVALIER „Technische Studie über die französische Buttererzeugung“. Die französ. Butter ist durchaus nicht auf der wünschenswerten Höhe, sowohl in geschmacklicher, als auch in bakteriolog. Hinsicht u. daher auch nicht genügend für Einlagerung geeignet. Die Ursachen hierfür u. Vorschläge zu deren Beseitigung werden angegeben. (Lait 24. 35—47. Jan./März 1944.)

O. BAUER

R. Milton, J. L. Hoskins und W. H. F. Jackman, *Bestimmung mineralischer Bestandteile von Nahrungsmitteln durch nasse Oxydation und absorptiometrische Verfahren*. Vff. bewirken die Zerstörung der organ. Substanz durch Verwendung von $\text{HNO}_3\text{-NH}_4\text{NO}_3$. Hierbei entsteht ein Rückstand, der durch Abbrauchen leicht von einem etwaigen Überschuß des Oxydationsmittels befreit werden kann u. außerdem die Elemente in zur Best. geeigneter Form enthält. Eine einzige Probenahme genügt daher zur Best. von Ca, Mg, Na, K, P u. S. — 1 g des bis zur Gewichtskonstanz getrockneten Materials wird in einem 250 ccm-KJELDAHL-Kolben mit 10 ccm konz. HNO_3 übergossen. Man erwärmt vorsichtig, bis die Probe gelöst ist, gibt dann 10 ccm einer 50% ig. NH_4NO_3 -Lsg. (in 25% ig. HNO_3) zu u. erhitzt langsam weiter, um das W. zu vertreiben. Von Zeit zu Zeit wird Oxydationsmittel nachgegeben, bis eine klare, nicht mehr gebräunte Schmelze erzielt ist. Zur Vertreibung des überschüssigen NH_4NO_3 wird stärker erhitzt, schließlich mit 2 ccm konz. HCl aufgenommen u. eingedampft. Um alles Metaphosphat in Orthophosphat überzuführen, wird in ca. 10 ccm n. HCl gelöst n. auf ein kleines Vol. eingengt. Zuletzt wird in einem Strom warmer Luft getrocknet. Der Rückstand wird in einigen ccm warmen W. gelöst, sodann gibt man etliche Tropfen n. HCl zu u. füllt mit W. auf 10 ccm auf. — Die Best. der einzelnen Elemente wird nach bekannten Methoden unter Verwendung des SPEKKERSCHEN Absorptiometers durchgeführt. (Analyst 69. 299—302. Okt. 1944. Clatford Oakcutts. Nr. Andover, Hauts.)

WINIKER

—, *Volksmehl und -brot*. Statist. Aufstellung über Analysenergebnisse von 423 Mustern von Volksmehl (national flour) u. -brot. Angeführt sind die Ergebnisse der Unterss. auf Rohfaser, Vitamin B₁, Riboflavin, Nicotinsäure, Fe, Protein, Asche, Maltose, Feinheitsgrad u. Backfähigkeit. (Nature [London] 154. 582. 4/11. 1944.)

HAEVECKER

D. D. Moir, *Der Fruchtgehalt von Marmeladen*. Zur Bestimmung des Fruchtgeh. einer Marmelade schlägt Vf. vor, den Geh. der Marmelade an Citronensäure zu ermitteln. Dies geschieht nach der Meth. von HARTMANN u. HILLIG, wie sie in „Methoden der Analyse der A.O.A.C. 5. Ausg. S. 343“ angegeben ist. Mit Hilfe einer Formel läßt sich der Prozentgeh. der enthaltenen Frucht unter Berücksichtigung der Fruchtart berechnen. Vf. teilt die von ihm untersuchten Früchte nach ihrem Geh. an Citronen-

säure in 3 Gruppen. (Analyst 69. 343—44. Nov. 1944. Public. Analyst. Labor. 16, Southwork Street, London, S. E. 1.)

FRETZDORFF

F. Charnley und F. R. E. Davies, *Die Beurteilung der Frische von Büchsenheringen mit Hilfe der Säurewertbestimmung des Öls*. Die Unterss. wurden mit Hilfe der Säurewertbestimmungsmeth. von BROCKLESBY (J. biol. Board Canada Ser. C. 1933. [7] 40) mit Bromthymolblau als Indicator durchgeführt. Der durchschnittliche Säurewert ist 2,5. Verdorbene Öle haben einen Säurewert $> 2,75$. (Analyst 69. 302—05. Okt. 1944. Canned Fish Inspection Labor., Vancouver, B. C., Canada.) WINIKER

F. Charnley, *Bestimmung der Frische von Büchsenlachs mit Hilfe des Kohlendioxidwerts des getrockneten Muskelgewebes*. Unter dem CO_2 -Wert ist die Menge CO_2 pro g getrockneten Muskelgewebes zu verstehen. Dieser Wert wird zur Frische des Büchsenlaches in direkte Beziehung gesetzt; verdorbene Waren haben einen CO_2 -Wert $> 0,170$. Die Bestimmungen wurden nach der Diffusionsmeth. ausgeführt (vgl. CONWAY u. BYRNE, Biochemic. J. 27. [1933.] 419). (Analyst 70. 14—16. Jan. 1945. Canned Fish Inspection Labor., Vancouver, B. C.) WINIKER

Marcel Jean Lucien Serre, Algier, *Kühlanlage für Lebensmittel*. Ein Kühlmittelgemisch aus gleichen Teilen NaCl u. Eis, welches eine Temp. von -20° besitzt, wird durch eine Stahlrohrschlange, die im Innern des Kühlraumes eingebaut ist, hindurchgeführt. Der Umlauf der Kühlsole wird durch eine Pumpe bewirkt. — Das Kühlmittel soll mit den zu kühlenden Lebensmitteln nicht direkt in Berührung kommen. (F. P. 887 136 vom 18/7. 1941, ausg. 4/11. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **George A. Sykes und Agnes Louise Andrea**, Sodus, N. Y., V. St. A., *Trockenverfahren für Lebensmittel* unter Durchleiten von Luft zunächst bei $140-160^\circ \text{F}$ (60 bis 71°C) u. etwa 25—50% Feuchtigkeit etwa $\frac{1}{4}$ —1 Stde. lang. Danach wird der Durchstrom bei $160-190^\circ \text{F}$ ($71-88^\circ \text{C}$) u. etwa 25—50% Feuchtigkeitsgeh. etwa $\frac{1}{2}$ bis mehrere Stdn. gehalten. In der dritten Phase wird die Temp. bis 170°F (77°C) u. 30% Feuchtigkeit gehalten. Das Endprod. wird zum Gebrauch mit W. versetzt. Es erhält dabei die ursprüngliche Form, Geruch u. Geschmack zurück. — Zeichnung. (A. P. 2 318 027 vom 6/3. 1940, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **Griffith Laboratories Inc.**, übert. von: **Lloyd A. Hall**, Chicago, Ill., V. St. A., *Trockenhefenzahrungsmittel*, welches gegen Zerstörung durch darin enthaltene Halogensalze beständig ist. Solche Zusatzsalze sind z. B. Jodate u. Bromate, NH_4Cl , ein Gemisch von Stärke u. NaCl. Das Gemisch der Stoffe wird mit einem öligen Material versetzt, so daß die Teilchen des Hefegemisches mit einem ölhaltigen Überzug versehen werden, der die Teilchen feuchtigkeitsabstoßend macht. Die Halogensalze werden dabei nicht überzogen. (A. P. 2 321 673 vom 11/10. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) M. F. MÜLLER

△ **Francis H. Rogers und Erich G. Hutzenlaub**, *Vorbehandlung von Getreide vor dem Mahlen*. Das Getreide wird vor der Vermahlung wiederholt mit einem wss. Extrakt aus Getreideabfällen oder Getreide selbst behandelt, so daß es einen W.-Geh. von 18—38% annimmt, was der maximalen Absorptionsfähigkeit des Kornes entspricht. Nach jeder Behandlung muß eine Trocknung erfolgen, damit sich die festen Bestandteile des Extrakts im Korn niederschlagen können. (A. P. 2 358 250, ausg. 12/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1479.) KALIX

△ **Victor Rakowski und Janis R. Reid**, *Mehlherstellung auf nassem Wege*. Das Korn wird angefeuchtet, bis es durch u. durch erweicht ist u. dann mit mindestens der doppelten Menge W. zu einem Brei verarbeitet. Hierin lassen sich die Schalen leicht vom Endosperm trennen. Die Schalen werden dann gewaschen, das Waschw. mit dem Endospermbrei vereinigt u. dieser schließlich getrocknet, bis er mehrlartige Beschaffenheit annimmt. (A. P. 2 358 827, ausg. 26/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1480.) KALIX

△ **General Mills, Inc.**, übert. von: **John S. Andrews und Reginald C. Sherwood**, *Mehl mit hohem Gehalt an natürlichem Vitamin*. Ausschlußkorn einer Mühle mit einem hohen Thiamingeh. wird gesichtet u. gemahlen. Der Anteil mit einem hohen Vitamingeh. wird dann mit einem reinen Mehl oder einem Patentmehl in einer Menge bis zu 10—20% vermisch. Das hieraus erhaltene Brot hat eine weiße, klare Farbe. (A. P. 2 377 741, ausg. 5/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3603.) SCHWECHTEN

○ **Walter L. Schroeder**, Hortonville, und **Thomas A. Rogers**, Stevens Point, Wis., V. St. A., *Konservieren von grünem, pflanzlichem Gut* unter Vorbehandlung mit einer

alkal. Lsg., die Mg als Kation enthält, u. durch anschließende Behandlung des Pflanzengutes mit einer alkal. Lsg., die Ca als Kation enthält. (A. P. 2 318 426 vom 5/10. 1940, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ **Oreste Scalise**, New York, N. Y., V. St. A., *Konservieren von Sojabohnen*. Die Bohnen werden in W. eingeweicht, welches NaCl u. ein den Geschmack verbesserndes u. färbendes Mittel enthält. Danach werden die Bohnen in heißem Öl geröstet, bis der Feuchtigkeitsgeh. auf 2—3% gesunken ist. (A. P. 2 316 458 vom 12/7. 1940, ausg. 13/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 13/4. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ **General Foods Corp.**, übert. von: **Aksel G. Olsen** und **Ellis R. Fehlberg**, *Milch- und Pektinpräparat*. Pektine mit dem Mol.-Gew. 210—400 werden mit Milch zu einem dünnen Brei verrührt, u. gegebenenfalls wird noch Zucker zugegeben. Das Prod. dient zur Herst. von Dessertmischungen, Puddings, Speisefüllungen, pharmazeut. Gels u. dgl. (A. P. 2 369 846, ausg. 20/2. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3092.)

M. F. MÜLLER

African Sisal & Produce Co., Ltd., Bulstrode, England, *Pektinergewinnung aus Sisal und ähnlichen Pflanzen*. Die entrippten Pflanzenteile werden in Form einer Pulpe einer mehrdtündigen Auslaugung mit W. oder mit NaClO- oder mit CaCl₂-Lsg. unterworfen, wobei man zuletzt die Temp. für etwa 15 Min. auf 80—100° steigert u. dauernd stark rührt. Dann wird die Pulpe mit der Lsg. eines Alkali- oder NH₄-Salzes behandelt, das eine koll. Lsg. eines Salzes der Pektinsäuren zu bilden vermag. Diese wird von der Pulpe abfiltriert u. gegebenenfalls mit einem Komplexbildner für Ca⁺⁺ behandelt, dann wird das koll. gelöste Pektinsalz mit einem Elektrolyten, wie z. B. NaCl, ausgefällt, abfiltriert, getrocknet u. pulverisiert. (Portug. P. 22 973 vom 6/7. 1944, Auszug veröff. 30/9. 1944.)

KALIX

△ **Secretary of Agriculture**, übert. von: **John J. Willaman**, *Konfitären, Gelees und Puddings* werden hergestellt durch Zusatz eines trockenen Pulvers aus Pektin, Pektase u. einem lösl. Metallsalz, z. B. Ca-Salz, zu der Grundmasse, die bei 50° eingedickt wird. (A. P. 2 373 729, ausg. 17/4. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3091.)

M. F. MÜLLER

Walther Koeniger, Berlin, *Herstellung von Preßlingen aus Kartoffel- oder Rübenflocken* o. dgl., die auf dampfbeheizten Walzentrocknern getrocknet wurden, durch Pressen nach der Trocknung, dad. gek., daß das Pressen ohne zusätzliches Bindemittel in der Weise in zwei oder mehreren Stufen nacheinander erfolgt, daß einem Druckanstieg ein Pressen unter gleichbleibendem Druck folgt. Die noch warmen, vom Walzentrockner kommenden Flocken werden der Pressung unterworfen. Man gewinnt haltbare, lagerbeständige, nicht federnde Preßlinge. (D. R. P. 748 708 Kl. 53 g vom 29/4. 1934, ausg. 8/11. 1944.)

KARST

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

E. F. Pollard, H. L. E. Vix und **E. A. Gastrock**, *Extraktion von Baumwollsaat- und Erdnußöl mit Lösungsmitteln*. Für die weitere Entw. der Technik der Lösungsmittel-extraktion von pflanzlichen Ölen wird über die Siedepunkte, Dichten u. Dampfdrucke von Gemischen aus Baumwollsaatöl bzw. Erdnußöl u. handelsüblichem Hexan berichtet. Die Siedepunkte sind für verschied. Konz. der genannten Öle in Hexan in einem Druckbereich von 160—760 mm absol. bestimmt. (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 37. 1022—26. Okt. 1945.)

SCHWRECHTEN

P. B. D. de la Mare und **F. B. Shorland**, *Eingehende Untersuchung des Schweine-rückenfetts, unter besonderer Berücksichtigung der ungesättigten C₂₀₋₂₂-Säuren*. Die Ergebnisse der nach der Esterfraktionierungsmeth. durchgeführten Unters. erinnern an die Analyse des Rückenfetts von Schweinen mit fettarmer Diät (vgl. HILDITCH, LEA u. PEDELTY, C. 1939. II. 147). In dem Fett wurden hoch ungesätt. C₂₀₋₂₂-Säuren gefunden, deren genaue Konst. noch nicht geklärt werden konnte. Ihre geringe Flüchtigkeit, sowie die Eigg. der ätherunlös. Polybromide deuten weitgehend auf Säuren der C₂₂-Reihe. Sodann scheint eine diäthenoide C₂₀-Säure vorzuliegen. Säuren dieser Art konnten bisher in tier. Depotfetten nicht nachgewiesen werden. Schließlich deutet die Diskrepanz zwischen dem Geh. an Arachidonsäure (berechnet aus dem Gewicht der isolierten Polybromide) u. dem Geh. an C₂₀-Säuren (berechnet aus den Daten der Esterfraktionierung) darauf hin, daß die C₂₀-Säuren nicht vollständig ungesätt. sind. (Analyst 69. 337—39. Nov. 1944. Agricultural Chemical Labor., Animal Res. Div., Dep. of Agriculture, Wellington, New Zealand.)

WINIKER

Olav Notevarp, *Heringsöl, dessen Herstellung, Anwendung und Möglichkeiten*. Allg. Angaben über Verff. u. Produktionsmengen in Norwegen, sowie über die Verwendung in Fetthärtungsfabriken u. Raffinerien. Aussichtsreich ist die Herst. von hellen, neutralen Ölen, Polymerisationsprodd., trocknenden Ölen u. Vitamin D-reichen Produkten. (Tidsskr. Kjemi, Bergves. Metallurgi 5. 1—5. Jan. 1945.) E. MAYER

—, *Licuriwachs*. Das auf einer brasilian. Palmenart auf der Blattoberfläche vorkommende Licuriwachs (auch als Urucuri- oder Uricuriwachs bezeichnet) vom F. 85° besitzt weitgehende Ähnlichkeit mit dem Carnaubawachs, ist aber wegen seines reichlicheren Vorkommens billiger als dieses. Beide Wachsarten lassen sich durch ihr Verh. in Natronlauge unterscheiden. (Chem. Trade J. chem. Engr. 115. 524 u. 526. 17/11. 1944.) HENTSCHEL

R. W. Beadle und **H. R. Kraybill**, *Die spektrophotometrische Analyse von Fetten*. Für die Meth. der spektrophotometr. Analyse der Fette von MITCHELL, KRAYBILL u. ZSCHEILE (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 15. [1943.] 1) wurden die Absorptionsmaxima von *Arachidonsäuremethyltester* zu 2375 u. 2690 Å bestimmt. Die spezif. Absorptionskoeff. bei für analyt. Zwecke wichtigen Wellenlängen in isomerisierten Fettsäureseifen sind für *Arachidonsäure* bei 2340 Å 59,3, bei 2680 Å 53,4, bei 3010 Å 25,8 u. bei 3160 Å 22,6; für *Linolensäure* für die beiden ersten Wellenlängen 60,9 u. 53,2 u. für *Linolsäure* für die erste Wellenlänge 86,0. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1232. Juli 1944. Chicago, Ill., Univ. of Chicago.) BEERLE

Lyle A. Swain, *Bestimmung des Unverseifbaren im Leberöl der pazifischen Hundsfische nach der S.P.A.-Methode*. Zur vollständigen Erfassung des Unverseifbaren im Leberöl der pazif. Hundsfische (*Squalus suckleyi*) reichen die bei der S.P.A.-Meth. (vgl. Report of Sub-Committee to Analytical Methods Committee S.P.A., Analyst 58. [1933.] 203) vorgeschriebenen 3 Extraktionen nicht aus; erst eine vierte Extraktion führt zum Ziel. (Analyst 69. 376—77. Dez. 1944. Pacific Fisheries Experimental Station, Vancouver, B. C.) WINIKER

○ **Industrial Patents Corp.**, übert. von: **Howard C. Black**, Chicago, Ill., V. St. A., *Verhinderung des Schäumens von ölhaltigem Material* durch Zusatz von H_2PO_4 zu dem getrockneten Material in Ggw. eines Ni-Hydrierungskatalysators. Das ölhaltige Material, z. B. Fettstoff, kann auch mit verd. H_3PO_4 gewaschen werden, u. das abgetrennte u. getrocknete Material wird danach hydriert. (A. P. 2 322 186 vom 20/5. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ **Industrial Patents Corp.**, übert. von: **Howard C. Black**, Chicago, Ill., V. St. A., *Verhinderung des Schäumens von Fettstoffen* bei der Wärmebehandlung durch Zusatz einer geringen Menge eines nicht tox., wasserlösl., öllösl. Salzes einer organ. Polyoxysäure. Der Zusatz soll nicht 1% übersteigen. (A. P. 2 322 187 vom 20/5. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ **Joseph C. Kernot** und **Victor Silberstein**, *Verfahren und Vorrichtung zur Extraktion von Öl und Fett aus Abfallstoffen*, bes. Fleischabfällen, durch Einw. von gesätt. oder überhitztem Dampf. Durch eine Schleuder wird das Öl u. Fett von den Nichtfettstoffen getrennt. Die ganze M. wird in einem wss. Medium, das die Oberflächenspannung verringernde Substanzen, z. B. 0,2—0,3% Na_2CO_3 oder NaOH, enthält, verarbeitet. (A. P. 2 368 028, ausg. 23/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3858.)

M. F. MÜLLER

△ **Industrial Patents Corp.**, übert. von: **Leo C. Brown**, *Konservierungsmittel für Fette*. *Guajakharz* oder *Acyloxy-* oder *Alkoxyderivv.* davon sind wirksame Antioxydationsmittel für Fette, wenn sie in organ. Verbb. gelöst sind, die eine lipophile u. mindestens eine OH-Gruppe enthalten. Man löst z. B. 8,5 (Teile) *Guajakharz* in 93 *Monostearin* bei 100°, filtriert u. setzt diese 7%ig. Lsg. gereinigtem Schweinefett in Mengen von 0,36—2,88% zu. Freier O konnte erst nach 14—91 Stdn. nachgewiesen werden, während dies ohne Zusatz bereits nach 8 Stdn. der Fall ist. An Stelle von *Monostearin* können auch andere lipophile Verbb. mit einer oder mehreren OH-Gruppen verwendet werden, z. B. höhere aliphat. Alkohole, ihre Ester, sowie OH-substituierte Fettsäureamide. Die Verwendbarkeit der so konservierten Fette beim Braten, Backen usw. ist durch die Zusätze in keiner Weise beeinträchtigt. (A. P. 2 377 610, ausg. 5/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3952.)

KALIX

△ **Hercules Powder Co.**, übert. von: **Arthur H. Sanford**, *Harzige Wachszusammensetzung*. Wachs gleich welcher Quelle wird mit 1—25% eines Esters von *Pentaerythrit*, *Di*-, *Tri*- oder *Tetrapentaerythrit* mit Holz- u. Gummiharz versetzt, wodurch die Härte,

der Glanz u. Widerstandsfähigkeit erhöht wird. Durch Zugate von 1--24% Benzyl- oder Äthylcellulose kann Verfestigung bewirkt werden. Das so veränderte Wachs kann auch in Emulsionsform durch Hinzufügen von Naphtha, Stearinsäure, Triäthanolamin u. W. verwendet werden. (A. P. 2 371 473, ausg. 13/3. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3452.)

HAUSWALD

○ **Allied Chemical Dye Corp.**, New York, übert. von: **Lawrence H. Flett**, Hamburg, N. Y., V. St. A., *Herstellung von substituierten einringigen Arylsulfonaten*, welche als Substituenten am Ring einen aliphat. oder alicycl. KW-stoff-Rest aus einer Petroleumfraktion besitzen. die wenigstens zu 80% zwischen 195 u. 295° bei 15 mm siedet. (A. P. 2 317 986 vom 8/7. 1940, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ **Alien Property Custodian**, übert. von: **Jean P. A. Vallernaud**, *Oberflächenwirksame Mittel*. Murumurubutter oder aus teilweise verseiften Murumurubutter gewonnene Fettsäuren werden mit einem polysubstituierten Amin (I) kondensiert, u. das Kondensationsprod. wird mit einer sulfonierenden oder phosphierenden Verb. (II) behandelt. I kann *Methyläthylamin, Methylpropylamin, Methylbutylamin, Methyl- oder Äthyl-oxäthylamin, Methyl- oder Äthyl-oxypopylamin* oder eine ähnliche Verb. sein. II kann H_2SO_4 , SO_2HCl , $POCl_3$ oder ein Gemisch aus diesen Verb. sein. Nach einem Ausführungsbeispiel werden 200 kg Murumurubutter mit 70 kg Methylmonooxäthylamin vermischt u. zwei Std. lang auf 170° F (77° C) erhitzt, bis das Kondensationswasser entfernt worden ist. Das erhaltene feste Erzeugnis (100 kg) wird mit 80 kg Oleum bei 20° F (-7° C) unter Umrühren behandelt, bis völlige Löslichkeit in kaltem W. in Ggw. von 10 g NH_4VO_3 erzielt worden ist. Das so erhaltene Sulfonat wird mit Na_2CO_3 neutralisiert u. liefert ein Na-Salz von feinem, trockenem Pulver. An Stelle von NH_4VO_3 kann auch Na_2WO_4 , Chloraldehyd o. dgl. verwendet werden. Die neuen Erzeugnisse besitzen netzende Eigg. in bezug auf pflanzliche u. tier. Textilfasern, Häute, Leder u. Felle; sie lösen u. dispergieren Kalk u. Metallseifen; sie können als Reinigungs- u. Emulgiermittel in Bleich- u. Färbeverff. verwendet werden. (A. P. 2 350 000, ausg. 30/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1556.)

RAETZ

○ **Robert F. Ruthruff**, Chicago, Ill., V. St. A., *Reinigungsmittel*. Man bringt Kieselsäure (I), deren einzelne Teilchen Alkalioxyd-, -hydroxyd-, -carbonat- oder -sulfat-überzüge enthalten, bei erhöhter Temp. solange in einen Strom von Verbrennungsgasen, bis sich die aufgebrachtten Alkalisalze mit der Außenfläche der Kieselsäureteilchen das Alkalisilicaten umgesetzt haben (wobei in den behandelten Kieselsäureteilchen das Verhältnis von z. B. I zu Na_2O annähernd 3,5 zu 1 bis 10 zu 1 betragen soll) u. entfernt dann das Reaktionsprod. aus dem Gasstrom. (A. P. 2 318 555 vom 15/1. 1940, ausg. 4/5. 1943, Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)

ROICK

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

G. Dierkes, *Theoretische Grundlagen für die Anwendung von Röntgenstrahlen beim Studium des Faseraufbaues*. Kurze Einführung in die Röntgenographie, bes. der Cellulose. (Zellwolle u. Kunstseide 2. 221--26. Nov./Dez. 1944.)

ECKERT

F. Schütz, *Beiträge zur Holzchemie*. Auf Grund von Untersuchungen wurde festgestellt, daß entgegen der heutigen Auffassung das Lignin kein ursprünglicher Bestandteil, sondern ein Reaktionsprod. des Holzes ist. Bei der Einw. von Diazoverbb. auf Holz konnten keine n. Kupplungsprodd. erhalten werden, was bei phenolartigem Lignin zu erwarten gewesen wäre. Das Holz wurde unter N_2 -Entw. aufgelöst u. im wesentlichen zu Aldon- u. Uronsäuren oxydiert. Auch das unter dem Einfl. von Säuren aus den verschiedensten Hölzern sich bildende Lignin ergab keine n. Azoverbindungen. Unter der Einw. von heißem W. (100°), besser bei höherer Temp. unter Druck (130 bis 140°), entstanden aus dem Holz unlösl. Stoffe, die sich als Lignin erwiesen haben. Säuren u. Alkalien begünstigen dabei die Ligninbildung. Die Ligninausbeute wächst mit der Zers. des Holzes. Demnach kann weder von einer festen chem. Zus. des Lignins, noch von einem analytisch genau bestimmbareren Ligningeh. pflanzl. Rohstoffe gesprochen werden. Die aus den Verss. gewonnenen Erkenntnisse führen zu neuen Möglichkeiten wirtschaftlicher Auswertung des Holzes. (Zellwolle u. Kunstseide 2. 232--33. Nov./Dez. 1944.)

ECKERT

E. Schwarz, *Chemischer Abbau und Eigenschaften verschiedener Faserzellulosen*. In einem Ref. werden die Versuchsergebnisse beim chem. Abbau der Cellulose (Bleiche) besprochen, wobei auch die dabei auftretenden mechan. Schädigungen (Festigkeits-

abnahme) entsprechende Berücksichtigung finden. Weiterhin werden die Vorgänge bei der Alkalireife (alkal. Abbau) der Cellulose behandelt. (Zellwolle u. Kunstseide 2. 234. Nov./Dez. 1944.)

ECKERT

F. E. Bartell und Hale Cowling, *Depolymerisierung der Cellulose bei der Viscoseherstellung. Der Einfluß des Mangans auf die Depolymerisierungsgeschwindigkeit.* Führt man in Alkalicellulose verschied. Metalle ein, indem man geeignete Metallsalze in der zur Cellulosebehandlung benutzten Natronlauge auflöst, so ändert sich der Abfall der Zähigkeit der Viscose mit der Alterungsdauer der Alkalicellulose. Mn u. Fe erhöhen die Geschwindigkeit des Viscositätsabfalls, während Cu sie vermindert; dabei ist der Einfl. des Mn auf die Verminderung der Zähigkeit unerwartet groß. Bei der Bldg. von Alkalicellulose reichert sich das ursprünglich in der Natronlauge vorhandene Mn in der Alkalicellulose an. Das so in die Alkalicellulose eingeführte Mn erhöht die Depolymerisierungsgeschwindigkeit der Cellulose während des Reifens, wobei nicht nur die Geschwindigkeit der O₂-Absorption während des Alterns zunimmt, sondern sich auch das Verhältnis zwischen Menge an absorbiertem O₂ u. Zähigkeit der fertigen Viscoselösung ändert. Bei Ggw. von Mn verursacht eine bestimmte Menge O₂ einen größeren Depolymerisierungsrückgang der Alkalicellulose während des Alterns, u. je größer die Mn-Konz., um so geringer ist die Menge an O₂, um eine bestimmte Viscosezähigkeit zu erreichen. Doch ist selbst bei hohen Mn-Konz. ein gewisser O₂-Geh. zur Depolymerisierung der Cellulose erforderlich (Vergleichsvers. mit N₂). Mn beeinflusst aber nur wenig die Depolymerisierungsgeschwindigkeit der Cellulose bei der Xanthogenierung. Auf die Beziehung zwischen Polymerisierungsgrad der Cellulose in der endgültigen Viscoselsg. u. der Viscosezähigkeit übt das Mn keinen Einfl. aus. (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 34. 607—12. Mai 1942. Ann Arbor, Michigan, Univ.)

HENTSCHEL

C. A. Minors, *Künstliche Schwämme.* Überblick über Herst. u. Eigg. von Viscose-schwämmen. (Brit. Plast. mould. Prod. Trader 16. 549—50. Dez. 1944.) W. WOLFF

W. Zimmermann, *Die DP-Messung als Untersuchungsmethode zur Erkennung der chemischen Schädigung.* In einem kurzen Ref. auf die von STAUDINGER u. seiner Schule entwickelte Meth. zur Best. des Durchschnitts-Polymerisationsgrades (DP) von Cellulose sowie der s-Faktor besprochen, der sich als eine Funktion der Zahl gespaltenen Celluloseverbb. aus der Differenz zweier reziproker DP-Werte berechnet. Der bei der DP-Messung mögliche individuelle Fehler beträgt etwa 1% des Meßwertes. In einer Tabelle wird die erreichbare Genauigkeit der Messungen mit der geforderten verglichen. (Zellwolle u. Kunstseide 2. 233—34. Nov./Dez. 1944.)

ECKERT

Curt Quehl, *Bemerkungen zur Bestimmung der Knitterfestigkeit.* Zu der Veröffentlichung von ZART (C. 1945. I. 359) wird mitgeteilt, daß das in dieser Arbeit behandelte Verf. zur Best. der Knitterfestigkeit von W. FISCHER außer dem Mangel an Ungenauigkeit auch noch den Nachteil aufweist, daß zur Durchführung der Messungen zu große Stoffmengen benötigt werden. Weiter wird darauf hingewiesen, daß die von ZART angewandte u. als V.G.F.-Verf. bezeichnete Bestimmungsmeth. bereits von QUEHL (Melliand Textilber. 18. [1937.] 241; C. 1937. I. 3738) veröffentlicht worden ist. (Zellwolle u. Kunstseide 2. 245. Nov./Dez. 1944.)

ECKERT

Alexis Grawitz und Georges Grawitz geb. Enid Reis, Frankreich, *Verfahren zum Rösten und Degummieren von Textilfasern, um diese für das Verspinnen geeignet zu machen.* Zwecks Röstung u. Degummierung pflanzlicher Fasern macht man Zusätze von Alkali- oder Erdalkalisulfocarbonaten, gegebenenfalls in Mischung mit anderen Salzen oder mit Netz- u. Reinigungsmitteln. So taucht man z. B. Pflanzenstengel 24 Stdn. in ein 60—65° heißes Bad, welches auf 100 Liter W. 2 kg Natriumsulfocarbonat, 1 kg NaOH u. 0,5 kg Natriumsulfocinacat enthält. (F. P. 888 232 vom 11/2. 1942, ausg. 7/12. 1943.)

PROBST

△ **Courtaulds Ltd.**, übert. von: **James H. McGregor**, *Ausrüsten von Textilien.* Zur Verbesserung der Waschfestigkeit von Textilien, die mit direkt ziehenden Baumwollfarbstoffen gefärbt sind, u. zur Erteilung eines weichen Griffs behandelt man das Textilgut nach dem Färben mit einem wasserlös. Kondensationsprod. aus CH₂O u. einem Guanidinderiv., z. B. Arylguanidin, Guanidinsalzen aliph. Dicarbonsäuren oder Salzen von Alkylestern dieser Säuren. Nach dem Aufbringen des Kondensationsprod. auf das Gewebe wird das erstere in den unlösl. Zustand übergeführt. (A. P. 2 362 915, ausg. 14/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2888.) SCHWECHTEN

○ **American Cyanamid Co.**, New York, N. Y., übert. von: **Jack T. Thurston**, Riverside, Conn., V. St. A., *Appretur.* Die Textilappretur besteht aus einer Dispersion

eines alkylierten Methylolmelamins mit Alkylgruppen mit nicht mehr als 4 C-Atomen u. einer Verb., die einen Alkylrest mit wenigstens 7 C-Atomen aufweist u. ein N-Atom enthält, das mit einem Carbonylrest u. mit einem reaktionsfähigen H-Atom oder Alkylresten verbunden ist. (A. P. 2 357 273 vom 12/3. 1942, ausg. 29/8. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/8. 1944.) ROICK

△ Röhms & Haas Co., übert. von: Onslow B. Hager, *Mattieren von Celluloseacetatgeweben*. Ein Celluloseacetatgewebe wird mit einer Dispersion von 0,25—6,0% eines Acrylonitril-Äthylacrylatpolymeren (I) imprägniert. I entsteht aus einem Gemisch aus 50—90% Acrylonitril u. 50—10% Äthylacrylat. In einem wss. Mittel suspendiertes I wird auf das Gewebe gebracht, das nach dem Trocknen 0,25—4,0 Gew.-% (auf das Gewebe bezogen) I zurückhält. (A. P. 2 350 032, ausg. 30/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1550.) RAETZ

○ Ellis-Foster Co., übert. von: John B. Rust, Verona, N. J., V. St. A., *Wasserdichte Textilien*. Die Textilwaren werden mit einer wss. Lsg. behandelt, die 0,1—2% Metallseife u. 1—10% eines Reaktionsprod. eines tert.amins mit der Verb., die durch Rk. eines Nitriles mit einer Kette von mehr als 9 C-Atomen, eines Säurechlorides mit mehr als 9 C-Atomen u. Formaldehyd gebildet wird, enthält. Die imprägnierten Textilien werden bei Temp. unter 110° getrocknet, dann für 1—15 Min. auf eine Temp. zwischen 110 u. 160° erhitzt. (A. P. 2 315 135 vom 5/5. 1942, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) HAUSWALD

△ Dominion Oilcloth & Linoleum Co., Ltd., übert. von: Charles F. Martin, *Feuerfeste und wasserdichte Gewebe*. Man überzieht Zellleinwand, Drell oder Englischleder mit einem Gemisch aus chloriertem Wachs, Tritolylphosphat, Dibutylphthalat, MgSiO₃, Sb₂O₃ u. Mineralölen u. erhitzt auf 78—83°, um ein besseres Eindringen der M. in den Stoff zu erzielen. Die Gewebe behalten trotz dieser Behandlung auch unter —20° ihre Weichheit u. Biegsamkeit. (Can. P. 425 400, ausg. 6/2. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1766.) ROICK

△ Dominion Rubber Co., Ltd., übert. von: John L. Kurlychek, *Feuerfestes und wasserabstoßendes Gewebe*. Ein im wesentlichen aus Asbestfasern bestehendes Gewebe, das eine geringe Menge brennbarer Fasern enthält, wird mit einer Na₂SnO₃-Lsg. getränkt u. dann mit einem NH₄-Sulfat, Zn-Seifen der Cocosnußöl-Säuren u. Ammoniak enthaltenden Bade behandelt. Hierdurch entsteht auf der Faser ein Überzug aus SnO₂ u. wasserabstoßender Zn-Seife. Abschließend erhitzt man auf 105—133°, um die Seife zu schmelzen. Das feuer- u. wasserfest gewordene Gewebe kann wiederholt der Trockenreinigung unterworfen werden. (Can. P. 426 534, ausg. 3/4. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2888.) SCHWECHTEN

○ Corn Products Refining Co., New York, übert. von: Oswald C. H. Sturken, Closter, N. J., V. St. A., *Herstellung von wasserwiderstandsfähigem Faserstoffmaterial* aus einer Faserstoffplatte durch Eintauchen u. Imprägnieren mit einer Lsg. von Bitumen u. Wachsen in einer kalten Lsg. von Zein unter Verwendung eines Lösungsm. für das Zein u. für das Bitumen-Wachs-Gemisch. Es werden mehrere der imprägnierten Platten unter Druck zusammengefügt. (A. P. 2 316 467 vom 23/6. 1938, ausg. 13/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 13/4. 1943.) M. F. MÜLLER

△ Leonard Smith, *Imprägnieren von Faserstoffen*. Holz, Papier, Tuch usw. werden mit einer wss. Dispersion eines wasserlös. niedrigmol. Reaktionsprod. (I) aus Harnstoff u. HCHO in Ggw. eines beim Erhitzen sauer werdenden Stoffes (II) als Katalysator imprägniert. Hierauf wird erhitzt, wobei das I in situ in ein wasserunlös. Harz übergeht. Das I wird vorzugsweise aus 1,05—1,40 Mol Harnstoff u. 2 Mol HCHO unter Einhaltung eines p_H-Wertes von 5—7 hergestellt. Als Beispiele für den II werden NaOOCCH₂Cl sowie verschied. NH₄-Salze genannt. Gute Ergebnisse werden erhalten, wenn die Bldg. des I in Ggw. von NH₃ vorgenommen wird, um den p_H-Wert zu regeln. Beim Erhitzen auf 140° entweicht NH₃, das Gemisch wird sauer u. reagiert dann unter Bldg. des wasserunlös. Harzes. (A. P. 2 376 200, ausg. 15/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3694.) SCHWECHTEN

○ Albany Felt Co., Albany, übert. von: Carlton C. Gordon, Elmsere, N. Y., V. St. A., *Gewebe*. Um die Lebensdauer von Geweben für den Fabrikgebrauch, die bei n. Verwendung in Ggw. von Feuchtigkeit verhältnismäßig hohen Temp. ausgesetzt sind, zu verlängern u. die Durchlässigkeit für W. u. W.-Dampf zu erhöhen, trinkt man das Gewebe mit einer Fl., die getrocknet eine wasserunlös. u. wasserabstoßende Schicht auf den Fasern zu bilden vermag, schleudert nach dem Tränken den zwischen den Fasern befindlichen Überschuß der Fl. ab u. trocknet das Gewebe. (A. P. 2 312 710 vom 18/3. 1940, ausg. 2/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.) ROICK

△ **Adolph V. Klancnik und Frank J. Klancnik**, *Waschsäure*. Eine für den Gebrauch als Waschsäure geeignete Zus. besteht aus 7,5 Teilen NH_4Cl u. 0,5—2,0 Teilen MgCO_3 , welchem Gemisch 2—10 Teile Stärke oder gleichartige Stoffe zur Verhinderung des Zusammenbackens zugesetzt werden können. Der Zusatz von 2—10 Teilen Oxalsäure, NaHF_2 , NH_4HF_2 , Na_2SiF_6 , $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ usw. befähigt obiges Prod., Textilstoffen einen leichten Grad von bleibender Säure zu verleihen. Die neue Säure liefert Bäder von einem annähernden pH -Wert von 6,9—6,5, einem für das Färben u. Fertigmachen von Textilstoffen bes. wünschenswerten pH -Bereich. (A. P. 2 375 664, ausg. 8/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3166.) RAETZ

○ **Henry Phillips und William Robert Middlebrook**, Leeds, England, *Behandlung von Wolle (B)*. Um das Einlaufen von B zu vermindern, wird B der Einw. einer Lsg. von Papain (I), die Na-Bisulfit (II) enthält, unterworfen, wobei der pH -Wert auf ca. 6,7 gehalten wird, die Konz. von H_2O_2 (z. B. 2,8 g je Liter) beträgt u. die in der Lsg. enthaltene Menge an II mindestens der 38fachen Menge an I entspricht. (A. P. 2 322 313 vom 20/4. 1939, ausg. 22/6. 1943. E. Prior. 21/4. 1938. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 22/6. 1943.) ROICK

△ **The Mathieson Alkali Works**, übert. von: **James D. MacMahon und Lorenzo D. Taylor**, *Glänzende Haargebebe*. Das Haar von rauhen Wolldecken wird durch Behandeln mit einer verd. wss. H_2O_2 -Lsg. vom pH -Wert 7,5—13,0 glänzend gemacht. Der bevorzugte pH -Bereich ist 10,0—12,5, da bei niedrigerem pH -Wert unwirtschaftlich höhere Konz. von H_2O_2 (z. B. 2,8 g je Liter) erforderlich sind, während bei höherem pH -Wert das Haar zum Aufdrehen neigt u. sich schwer scheren läßt. Der wirksame Bereich der H_2O_2 -Konz. ist 0,14—2,80 g je Liter, der bevorzugte Bereich 0,55—2,20 g je Liter. Niedrigere H_2O_2 -Konz. erfordern pH -Werte innerhalb des oberen Teiles des erwähnten Bereiches, während höhere H_2O_2 -Konz. dazu neigen, Farbe u. Gefüge einzelner Decken zu beeinträchtigen. Die H_2O_2 -Konz. werden in Gramm Peroxydgruppe ($-\text{O}_2-$) je Liter Lsg. ausgedrückt. Die besten Ergebnisse beim Glänzendmachen erhält man, wenn man das Verf. 15—90 Min. lang bei 60—95° F (16—35° C) durchführt. Die Mitverwendung von 0,1—1,0 g je Liter von verschied. Reinigungsmitteln (sulfonierten Alkoholen, höhermolekularen Alkylarylsulfonaten, Sulfosuccinatestern, quaternären Ammoniumverbb. usw.) im Behandlungsbade verbessert oft den Glanz u. den Zustand des Haares. (A. P. 2 369 399, ausg. 13/2. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3165.) RAETZ

H. C. E. Tillisch, Kopenhagen, *Erhöhung der Spinnbarkeit und der Verfilzbarkeit von Keratinfasern, besonders von Menschenhaar, Rinderhaar, Ziegenhaar*. Diese werden so zusammengereibt, daß sie kreuz u. quer liegen u. hierbei wellig u. kraus werden. Hierbei werden vorteilhaft Chemikalien zugefügt, wie sie zur Herst. von Dauerwellen üblich sind. Man kann auch Gerbstoffe, wie Tannin, Formaldehyd, Al-Verbb., Cr-Verbb., Chinon, Sulfitablauge, künstliche Gerbstoffe oder Eiweißällungsmittel einsetzen. Bes. im Anfang werden vibrierende Drucke von etwa 10—50 at. gegen Ende starke Drucke von etwa 100 at angewendet. (Schwed. P. 111 613 vom 18/8. 1942, ausg. 29/8. 1944. Dän. Prior. 1/9. 1941.) J. SCHMIDT

○ **Monsanto Chemical Co.**, St. Louis, Mo., übert. von: **Richard M. Hitchens**, Webster Groves, Mo., V. St. A., *Holzkonserverungsmittel*. Das Mittel besteht aus einem in W. lösl. Salz eines Polychlorphenols, das im arom. Kern mehr als zwei Cl-Atome als Substituenten enthält u. einer Mischung von 2 Gewichtsteilen NaHCO_3 u. 1 Gewichtsteil Na_2CO_3 ; das Mittel zeigt in W. einen pH -Wert von 6,8—9,2. (A. P. 2 322 633 vom 10/8. 1940, ausg. 22/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 22/6. 1943.) LEHMANN

○ **Standard Oil Development Co.**, Delaware, übert. von: **Edwin R. Littmann**, Westfield, N. J., V. St. A., *Holzkonserverungsmittel*, bestehend aus einem KW-stoff-Öl, einem lösl. Schutzmittel u. einer geringen Menge eines Zn-Naphtenat enthaltenden Durchdringungshilfsmittels. (A. P. 2 315 064 vom 13/6. 1941, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **Calvin A. Owens**, St. Petersburg, Fla., V. St. A., *Widerstandsfähigmachen von Holz gegen Feuchtigkeit*. Die Oberfläche des Holzes wird mit einem Mittel behandelt, das im wesentlichen aus gelöstem Cr_2O_3 besteht. Zweckmäßig kann man eine Lsg. verwenden, die bei der Extraktion von Sägespänen mit einer heißen wss. Cr_2O_3 -Lsg. anfällt. (A. P. 2 321 849 vom 6/10. 1941, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) HAUSWALD

○ **Nichols Engineering & Research Corp.**, New York, übert. von: **Horace Freemann**, Three Rivers, Quebec, Canada, *Abtrennung der schweren Teilchen aus Papierstoff* durch

Hindurchleiten des Faserstoffbreies durch ein senkrecht schmales Rohr mit einer Schneckenführung im Innern, durch die die M. in eine zentrifugale Bewegung kommt. Bei dem Durchgang durch das Rohr findet eine Trennung der schweren Teilchen von den Leichtstoffen statt, die getrennt abgeführt werden. — Zeichnung. (A. P. 2 312 706 vom 19/11. 1938, ausg. 2/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

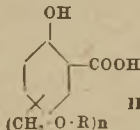
○ S. D. Warren Co., Boston, Mass., übert. von: John Alfred Bicknell, Westbrook, Me., V. St. A., Herstellung von Papiermineralfüllstoffen in ausgeflockter feiner Verteilung aus einem wss. Medium durch Zusatz einer geringen Menge *Karayagummi*. (A. P. 2 322 185 vom 22/1. 1940, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ Johnson & Johnson, New Brunswick, N. J., übert. von: Albert A. Stonehill, Brooklyn, N. Y., V. St. A., Saugfähige Papiertücher, bes. für sanitäre Zwecke, bestehend aus einer haltbaren porösen Cellulosepapierbahn, die mit einem wasserabstoßenden Stoff geleimt worden ist. Auf die Papierbahn wird ein Schichtpolster aus Fasermateria aufgebracht. — Zeichnung. (A. P. 2 312 501 vom 26/2. 1940, ausg. 2/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ I. R. Geigy Akt.-Ges., Basel, übert. von: Jakob Bindler, Basel, Schweiz, Derivate der *o*-Oxybenzolcarbonsäuren (I). Die I der allg. Zus. II, worin R einen aliphath. oder alicycl. Rest mit mehr als 10 C-Atomen darstellt, sind nach der Neutralisation mit NaOH u. nach dem Eindampfen gut in W. lösl. glänzende Pulver oder wachsartige MM., die unbehandelte u. regenerierte Cellulose weich u. fließend machen. (A. P. 2 312 864 vom 3/2. 1940, ausg. 2/3. 1943. Schwz. Prior. 8/2. 1939. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.)



ROICK

E. I. du Pont de Nemours & Co. Inc., Wilmington, Del., V. St. A. (Erfinder: J. S. Reichert, S. A. McNeight und A. A. Elston), Bleichen von Zellstoff. Man führt die Bleiche mittels organ. Persäuren oder deren Salzen bei p_H-Werten von 4—11, vorteilhaft bei 8—10, durch. Als Persäuren eignen sich bes. Peressigsäure, Monoperphthal-säure, Monoperbernsteinsäure, Monopermaleinsäure, Monoperbenzoesäure. Die Persäurekonz. soll etwa 0,01—5% Na₂O₂ entsprechen. Man führt die Bleiche vorteilhaft bei etwa 60—95° durch. Man kann auch zunächst mit Chlor vorbleichen u. die Bleiche mit Persäuren beenden. Man erhält Cellulosemassen von hohem Weißgehalt. Ein Nachwaschen nach der Persäurebleiche ist nicht erforderlich. (Schwed. P. 108 549 vom 21/3. 1941, ausg. 21/9. 1943. A. Prior. 1/5. 1940.)

J. SCHMIDT

— (Erfinder: Wilhelm Gärtner, Darmstadt), Bleichen von Zellstoff mit Perverbb. enthaltenden Fl., dad. gek., daß 1. der Bleichvorgang bei Raumtemp. mit Hilfe von Bleichbädern durchgeführt wird, welche geringe Mengen von der Wrkg. des akt. Sauerstoffs beschleunigenden leicht lösl. Katalysatoren, z. B. Komplexverbb., wie K-Kobaltcyanid, K-Kupfercyanür, Na-Ferrioxalat oder Katalasen oder Peroxydasen, enthalten; — 2. organ. Katalysatoren verwendet werden, welche, wie Katalasen oder Peroxydasen, bei Temp.-Erhöhung ihre Wirksamkeit verlieren; — 3. das Behandlungsgut zunächst mit einer Katalysatoren enthaltenden, aber von Perverbb. freien Lsg. getränkt u. dann erst mit dem Perverbb. enthaltenden Bad in Berührung gebracht wird, wobei die Katalysatoren so zu wählen sind, daß Abscheidungen auf dem Fasergut, bes. bei Anwendung alkal. Bleichbäder, vermieden werden. (D. R. P. 747 889 Kl. 55c vom 14/12. 1940, ausg. 20/10. 1944.)

M. F. MÜLLER

○ Hercules Powder Co., Wilmington, Del., übert. von: Carl B. Gilbert, South River, N. J., V. St. A., Herstellung einer Celluloseätherverbindung mit einem Äthoxygh. zwischen 41 u. 51%. Zur Verarbeitung werden dem Prod. etwa 5—50 Teile eines Gemisches zugesetzt, das befähigt ist, den Erweichungspunkt z. B. von Äthylcellulose herabzusetzen. Außerdem enthält das Stoffgemisch etwa 30% Acetyltriäthylcitrat. (A. P. 2 322 013 vom 18/7. 1940, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

○ Rudolf Hofmann und Wilhelm Simson, Dormagen, Herstellung von Acetylcellulose unter Verwendung eines Acetylierungsgemisches von Eisessig, Essigsäureanhydrid, Methylchlorid u. H₂SO₄ als Katalysator. Während der Acetylierung wird auf das Material ein Gemisch von dem Katalysator u. von einem Teil der zur Acetylierung notwendigen Menge Essigsäureanhydrid u. Methylchlorid gespritzt. Die aufgespritzte Menge wird so geregelt, daß sie zu Beginn der Acetylierung gering ist u. allmählich ansteigt. Die Temp. wird nicht über 50° gesteigert. (A. P. 2 315 203 vom 7/3. 1939, ausg. 30/3. 1943. D. Prior. 10/3. 1938. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ **Celanese Corp. of America**, übert. von: **Henry Dreyfus, Robert W. Moncrieff** und **Harold Bates**, *Herstellung von Acetylcellulose*. Cellulosederivv. mit freien OH-Gruppen werden in einem acetylierenden Medium, das Cellulosederivate nicht löst, auf 80—100° erhitzt. Die Volumenverhältnisse zwischen der fl. u. festen Phase betragen mindestens 50 : 1, am besten 100 : 1 oder 150 : 1. Das Acetylierungsbad enthält ein gemischtes Anhydrid einer organ. Polycarbonsäure (I) u. einer niederen aliphat. Monocarbonsäure (II). An Stelle von I können Adipin-, Wein- u. Phthalsäure, sowie ihre Anhydride verwendet werden, an Stelle von II: Essig-, Chloressig-, Propion-, Butter-, Methoxyessig- u. Äthoxyessigsäure. Die Konz. des Polycarbonsäureradikals in der Acetylierungslsg. soll 0,5—5%, die des Monocarbonsäureradikals 0,5—0,75% betragen. Bei Temp. von 140—200° ist die Acetylierung je nach der Natur des verwendeten Materials in 1—6 Stdn. beendet, Temp. von 50—100° erfordern 10—15 Stdn. Reaktionszeit, sie kann in diesem Falle jedoch durch Katalysatoren, wie z. B. SnCl₄ (0,5 bis 2 Gew.-%), etwas verkürzt werden. Die Rk. wird ferner erleichtert, wenn die fl. Phase so gewählt wird, daß sie gerade bei der gewünschten Arbeitstemp. siedet; geeignete Fl. sind: Xylol, Xylol + Anthracen, Xylol + Naphthalin, Xylol + o-Dichlorbenzol. — Nach diesem Verf. können nicht nur Cellulosearten, sondern auch teilweise verseifte Polyvinylester acetyliert werden. (A. P. 2 358 387, ausg. 19/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1759.) KALIX

Süddeutsche Zellwolle A.G., Kehlheim a. d. Donau, und **Deutscher Zellwoll-Ring E. V.**, Berlin (Erfinder: **J. Löbering**), *Herstellung von Celluloselösungen, besonders Spinnlösungen*. Das zu verarbeitende Holz wird zerkleinert u. dann unter Stampfen oder Schlagen in einer nicht als Lösungsm. für Cellulose wirksamen Lsg., z. B. in einem W.-A.-Gemisch, dispergiert, bis die Cellulose freigelegt ist. Diese wird abfiltriert u. in bekannter Weise in Alkali gelöst. Man kann bei der Dispergierung auch Chemikalien, die zur Abtrennung der Nichtcelluloseanteile dienen, anwenden. (Schwed. P. 111 142 vom 18/10. 1940, ausg. 11/7. 1944. D. Prior. 25/11. 1939.) J. SCHMIDT

○ **Alfred Reichle** und **Ludwig Mehler**, Dormagen, *Kupferammoniakcellulosespinnprozeß*, bes. zur Herst. von Kunstfasern. Die Celluloselsg. wird nach dem Streckspinnverf. in W. als Fällmittel gesponnen u. das W. in einem geeigneten Filter von koll. Cu u. Cellulose befreit, so daß das gesamte NH₃ im W. bleibt u. letzteres in dieser Form erneut zum Fällen Verwendung findet. (A. P. 2 315 224 vom 15/12. 1938, ausg. 30/3. 1943. D. Prior. 18/12. 1937. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) PANKOW

Vereinigte Glanzstoff-Fabriken Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Kunstseidenfasern aus Hydratcellulose mit verringertem Quellvermögen und guter Anfärbbarkeit mit sauren Farbstoffen*. Man verspinnt eine Viscose, der man Eiweißstoffe, bes. Casein, und andere stickstoffhaltige Stoffe zugesetzt hat, worauf man die erhaltenen Fasern mittels Formaldehyd in Ggw. eines an sich bekannten Katalysators quellfest macht. Man mischt z. B. eine 17% Casein u. 2% NH₃ enthaltende Lsg. zu einer Viscose, die 8% Zellstoff u. 7% NaOH enthält. Das Mischungsverhältnis beträgt 30 Casein auf 100 Cellulose. Diese M. wird nach Entlüftung u. Filtration in ein n. Spinnbad versponnen. Die erhaltene Faser wird nach dem Waschen mit einem Bad behandelt, welches 2,5% Formaldehyd u. 1% Oxalsäure enthält, abgepreßt u. getrocknet. (F. P. 887 905 vom 14/11. 1942, ausg. 26/11. 1943. D. Prior. 14/11. 1941.) PROBST

○ **Celanese Corp. of America**, Delaware, übert. von: **Frank Rue Scull**, Scarsdale, N. Y., V. St. A., *Herstellung von haarigem Garn*. Man unterwirft Garn, das im wesentlichen aus endlosen Celluloseacetatfäden besteht, einer Abschürfung, um die Fäden in bestimmten Zwischenräumen in der Länge zu zerreißen u. ihnen Flaumhaarigkeit zu erteilen. Man verfährt dabei so, daß man das Garn nach der Abschürfung zwirnt u. eine nicht schmierende Fl. aufbringt, die geeignet ist, den Fäden einen Reibungskoeff. von wenigstens 0,4 zu erteilen. (A. P. 2 252 038 vom 5/10. 1938, ausg. 12/8. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 12/8. 1941.) PROBST

○ **Celanese Corp. of America**, Delaware, V. St. A., übert. von: **Harry Wild**, London, England, *Herstellung von Zellwollgarn*, welches, als gefachtes Garn, zumindest eine Komponente besitzt, die ein Garn ist, das zu einem wesentlichen Anteil aus endlosen künstlichen Fäden aus Celluloseacetat oder anderen organ. Cellulosederivv., zu einem geringeren Anteil aus Wolf Fasern u. zu einem anderen geringeren Anteil aus Cellulosefasern besteht, u. dessen andere Komponente ein stabilisiertes Garn ist. (A. P. 2 252 055 vom 27/6. 1939, ausg. 12/8. 1941. E. Prior. 16/7. 1938. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 12/8. 1941.) PROBST

Thüringische Zellwolle A.G., Schwarza, Saale, und **Zellwolle- und Kunstseiden-Ring G. m. b. H.**, Berlin (Erfinder: **Reinhold Leinhos**, Berlin, **Heinrich Knapp**, Bad

Blankenburg, und Ehrhardt Franz, Rudolstadt), *Herstellung künstlich geformter Gebilde, wie Fäden, Filme und Bändchen, aus Milchcasein*, dad. gek., daß man eine 15—20% Labcasein u. nicht mehr als 5,5% Ätzalkali, bezogen auf Labcasein, enthaltende Lsg., die vorzugsweise Zusätze von CS₂ u./oder Thioharnstoff bzw. anderen CO₂-Derivv. enthält, in an sich bekannter Weise verspinnt, nachbehandelt u. härtet. — 100 kg Labcasein werden in 400 Liter W. angequollen u. unter Rühren mit 5 kg in 100 Liter W. gelöstem NaOH versetzt. Die Lsg. wird nach Filtration, Entlüftung u. Reifung in ein 37° warmes Bad gesponnen, das 40g/l H₂SO₄, 300 g/l Na₂SO₄ u. 40 g/l HCHO enthält. Der über eine Galette mit 32 m Abzugsgeschwindigkeit geführte Faden wird durch ein mit NaCl gesätt. Bad von 40°, dann durch ein 50° warmes Bad mit 240 g/l NaCl u. 40 g/l Al₂(SO₄)₃, danach über ein 3-Walzenabzugswerk mit 45 m Abzugsgeschwindigkeit, durch ein 200 g/l NaCl u. 80 g/l Al₂(SO₄)₃ enthaltendes Bad von 60° geführt u. mit 80 m Geschwindigkeit aufgehaspelt. Der Faden wird dann in einem Bad mit 240 g/l NaCl, 40 g/l Al₂(SO₄)₃ u. 40 g/l HCHO 12 Stdn. bei 30° u. 6 Stdn. bei 70° fixiert. Man wäscht u. trocknet. Festigkeit 6,4 Rkm (trocken) u. 2 Rkm (naß). (D. R. P. 750 601 Kl. 29 b vom 19/5. 1940, ausg. 23/1. 1945.) PANKOW

△ A. C. Chibnall and Wm. T. Astbury übert. von: Albert C. Chibnall und Kenneth Bailey, *Fasern, Filme usw. aus pflanzlichen Globulinen*. Bis zur Unlöslichkeit in W. verändertes pflanzliches Globulin wird in einer wss. Lsg. einer organ. N-Verb., wie Harnstoff, Thioharnstoff, deren Substitutionsprodd., Formamid, Acetamid, NaSCN oder niedermol. Alkylestern von Aminosäuren, dispergiert. Die Globulindispersion wird dann durch eine Öffnung von der gewünschten Form in eine wss. Salzlsg. gepreßt, die als Koagulierbad wirkt. (A. P. 2 358 383, ausg. 19/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1548.) RAETZ

△ Imperial Chemical Industries, Ltd., übert. von: David Traill, *Erdnußeiweißfasern*. Eine wss. verd. alkal. Lsg. von Erdnußeiweiß wird in ein Koagulierbad gepreßt. Die koagulierte Faser wird jeweils nach 3—8 Auspressungen aus dem Koagulierbad herausgezogen u. so gestreckt. Nach dem Verlassen des Koagulierbades u. noch während des mechanischen Streckens wird die Faser mit einer gesätt. wss. NaCl-Lsg. behandelt, wodurch die Neigung zum Schrumpfen vermindert wird. Darauf wird die mechan. Streckung aufgehoben, u. die Faser wird nun mit einem Härtemittel behandelt, das sie gegen heißes W. u. saure Färbäder widerstandsfähig macht. (A. P. 2 358 427, ausg. 19/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1549.) RAETZ

Paul Hiltner, Hamburg, *Herstellung von Kunstfasern aus tierischen Eiweißstoffen*. Man geht von Fischmuskelfleisch aus, befreit dieses ganz oder teilweise von lösl. Stoffen u. gegebenenfalls von Fettstoffen, löst es in Alkalilsgg. oder in organ. bas. Lösungsmitteln. Erst diese Lsgg. werden mit Fällbädern wie wss. Aldehydlsg. oder saueren Bädern gefällt u. dann versponnen. (N. P. 68 196 vom 26/6. 1941, ausg. 14/8. 1944.) J. SCHMIDT

Mathieson Alkali Works, New York, V. St. A., *Kunstharzfasern* werden gebleicht u. mit einer wss. Chloritionenlg. behandelt, wodurch sie besser färbbar werden. (Belg. P. 440 748 vom 4/3. 1941, Auszug veröff. 30/12. 1941. A. Prior. 23/6. 1939.) PANKOW

○ Paraffine Co., Inc., San Francisco, übert. von: Samuel A. Cohen und Thomas L. Melgaard, Berkeley, Calif., V. St. A., *Herstellung von Linoleum*. Die Unterlage, auf der der Linoleumbelag erzeugt wird, wird nach Fertigstellung des Linoleums unter Verwendung einer Linoleumträgerschicht entfernt u. wiederverwendet. — Zeichnung. (A. P. 2 321 996 vom 26/5. 1942, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) M. F. MÜLLER

○ Sloane-Blabon, Trenton, N. J., übert. von: William C. Weigle, Philadelphia, und James W. Kemmler, Elkins Park, Pa., V. St. A., *Herstellung von Linoleumprodukten für Bodenbelagszwecke aus einer elast. Schicht von imprägniertem Filz durch Aufwalzen einer Linoleummasse auf eine Seite des Filzes*. — Zeichnung. (A. P. 2 318 272 vom 22/8. 1941, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.) M. F. MÜLLER

XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

J. C. Aherne und J. Reilly, *Studien über Torf*. XIII. Mitt. *Monawachs und seine Bestandteile als Emulgierungsmittel*. (XII. vgl. C. 1945. I. 861.) Rohes Monawachs u. in KW-stoffen völlig zur Auflösung gebrachtes Wachs stabilisieren bestimmte W.-Öl-Emulsionen. So ließ sich aus Toluol eine Emulsion mit 81% dispergiertem W. her-

stellen, wenn je 20 ccm Toluol 0,4 g Wachs zugegeben wurden. Emulsionen von W. in fl. Paraffin blieben bis etwa 60° beständig. Durch Elektrolytzusätze wie Natriumoleat trat eine Verstärkung der Wrkg. ein. Die Bestandteile des Waxes haben verschieden. starke Wirkung. Am wirkungsvollsten verhielt sich die in sd. A. (95%) unlösl. Fraktion. (Sci. Proc. Roy. Dublin Soc. [N. S.] 23. 300—06. Sept. 1944. Cork.)

SCHUSTER

A. A. Skotschinski und G. D. Lidin, *Zur Frage der Methanföhrung der Schächte des Don-Bassins in tiefen Horizonten*. Tabellar. u. graph. Wiedergabe der in Schacht-tiefen von 170—310, 225—310, 310—385, 470—555 u. 555—640 m festgestellten CH₄-Mengen, aus denen auf die vermutliche CH₄-Föhrung in 640—750 m Tiefe geschlossen wird, die im Mittel 23 cbm/t abgebaute Kohle betragen dürfte. In günstigen Fällen ist mit 6 cbm/t, in ungünstigen mit 49 cbm/t an Methan zu rechnen. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. techn.] 1941. 31—42.)

ULMANN

E. T. Wilkins, *Die Untertagevergasung von Kohle. Einige Betrachtungen an Hand des Schrifttums*. Nach kurzer Besprechung des Schrifttums werden drei Verff., die zum Teil in Rußland bereits prakt. erprobt sind, beschrieben. 1. Das Strömungsverf. für stark einfallende Flöze, 2. das Durchsickerungs- oder Filtrationsverf. für horizontal verlaufende Flöze, das keinerlei Untertagearbeit erfordert u. 3. das Bohrloch-erzeugungsverf. für einfallende oder horizontale Flöze. Die Verff. sind kaum vorteilhaft für Kohlenflöze, die zur Zeit nach den üblichen bergmänn. Verff. wirtschaftlich abgebaut werden können. Dagegen mag die Untertagevergasung für Flöze anwendbar sein, die bei normalem Abbau Schwierigkeiten bereiten u. die durch geringe Flözstärke, großen Einfallwinkel, hohen Aschengeh. u. leichte Selbstentzündlichkeit der Kohle ausgezeichnet sind. (Gas Wld. 121. 545—50. 25/11. 1944.)

WITT

Richard Forstmann und Paul Schulz, *Grubengasgewinnung untertage*. Gründe für das Fehlschlagen früherer Verss. zur Grubengasgewinnung. Die Schlagwetterforschung zeigte, daß die an die Kohle gebundenen Gase durch Druckentlastung in entsprechendem Umfang frei werden. Bereits der Abbau eines Nachbarflözes bringt eine derartige Druckentlastung. Deshalb schlagen Vff. vor, bei Abbau eines Flözes gasreiche Nachbarflöze anzuzapfen, das entweichende Gas abzuleiten u. nutzbar zu machen. Möglichkeiten der Durchführung dieses Verf. u. erste prakt. Anwendung. Es erscheint möglich, auf diese Weise größere Methanmengen dem Abbau untertage fernzuhalten u. sie zu gewinnen u. hochwertiger Verwendung zuzuföhren. (Glückauf 80. 175—79. 29/4. 1944. Essen.)

SCHUSTER

K. I. Süskow, *Die Eigenschaften des Hochofenkokes und der Prozeß seiner Zerstörung*. Von Vf. werden neue Bestimmungsdaten der physikal.-chem. Eigg. des Kokes im Verfolg von Unterss. der Umwandlungsprozesse des Kokes im Hochofen vorgeschlagen. Es wird von den Verhältnissen im voll arbeitenden Ofen ausgegangen, wo die Menge der durchgeblasenen Luft auch von der Durchlässigkeit der aufgeschütteten Kohlen für Gase abhängt, worin Vf. ein wesentliches Merkmal zur Charakterisierung des Kokes erblickt. Als weitere charakterist. Merkmale der Eigg. des Kokes sind die Oberfläche der einzelnen Stücke, von der die Geschwindigkeit des Brennens derselben abhängt, u. die Festigkeit derselben zu bewerten. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. techn. 1941. 75—90.)

ULMANN

○ **American Cyanamid Co.**, New York, N. Y., übert. von: **Clayton S. Wolf**, New Haven, Conn., V. St. A., *Briketts*. Bituminöse Koks-kohle wird mit einem Bindemittel in einer Menge von 5—10% versetzt. Dieses besteht aus einer Mischung von Schwefel-säure u. Kohlenteer u. Kohlenteerpech. Nach der Brikettierung wird das Brikett der Verkokung unterworfen, wobei die Temp.-Steigerung beim Durchgang durch die plast. Zone wenigstens 2° je Min. beträgt. Das Bindemittel enthält 8—15% H₂SO₄. (A. P. 2 314 641 vom 2/7. 1940, ausg. 23/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 23/3. 1943.)

HAUSWALD

○ **Robert James Piersol**, Champaign, Ill., V. St. A., *Rauchloses Brikett*. Das Brikett besteht aus 60—85% hochflüchtiger, bituminöser Kohle u. 15—40% Fusit u. hat einen Rauchgeh. zwischen 2300 bis Null nach dem vereinbarten Rauchindex. (A. P. 2 321 238 vom 30/8. 1941, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.)

HAUSWALD

Carl Schunck, Köln, *Herstellung eines hochporösen und leicht entzündlichen Braun-kohlenschwelkokes*, wobei die Ausgangskohle zerkleinert, getrocknet, gegebenenfalls

zu Formlingen gepreßt, geschwelt, unter Vermeidung von Luftzutritt gekühlt u. schließlich gealtert wird, dad. gek., daß bitumenarme Braunkohle (Teergehalt unter etwa 6%) mit mindestens etwa 40% Grubenfeuchtigkeit in einer mittelbar beheizten Retorte zunächst zwecks Trocknung in üblicher Weise schnell erhitzt, dann etwa vom Beginn der Teerentbindung an mittels Heizgasen weiter erhitzt wird, deren Temp. die im Inneren der Retorte herrschende Temp. nicht um mehr als etwa 5% übersteigt, u. daß der Schwelkoks ohne zusätzliche Zufuhr von W. künstlich gealtert wird. (D. R. P. 750 901 Kl. 10 a vom 2/10. 1940, ausg. 3/2. 1945.) M. F. MÜLLER

Anhaltische Kohlenwerke, Berlin (Erfinder: Rudolf Bube, Hohenmölsen, Kr. Weißenfels), *Für Verhüttungszwecke geeigneter Koks aus Braunkohle*. Braunkohle beliebigen W.-Geh. wird zunächst geformt oder umgeformt, dann zu Halbkoks verschwelt u. danach mit W. als Bindemittel brikkettiert. Hierauf werden die Brikketts verschwelt oder verkocht. Die scheinbare D. des Koks erreicht Werte von 1,2 u. darüber. (D. R. P. 749 875 Kl. 10 a vom 2/6. 1939, ausg. 8/12. 1944.) HAUSWALD

Firma Carl Still (Erfinder: Josef Schmidt), Recklinghausen, *Wiederbelebung von ammoniakhaltiger Waschlüssigkeit für die Entfernung von Schwefelwasserstoff und Kohlendioxid aus Gasen*. Die Waschl. wird in der Entsäuerungskolonnen mit Gas u. Dampf, die am Fuß, u. mit Dampf, der in halber Höhe eingeleitet wird, im Gegenstrom so behandelt, daß die Temp. bei der mittleren Dampfzufuhr etwa 55—75° u. bei der unteren 98—100° beträgt. An der Spitze wird soviel ammoniakfreies oder -armes W. aufgegeben, daß das abziehende Gas-Dampf-Gemisch prakt. frei von Ammoniak ist. (D. R. P. 748 835 Kl. 26 d vom 23/2. 1941, ausg. 10/11. 1944.) GRASSHOFF

○ **Dow Chemical Co.**, übert. von: Francis N. Alquist, Midland, Mich., *Entfernung von Paraffin aus Bohrlöchern*. Man wäscht das Bohrloch mit einem Lösungsm. für Paraffin, dem bis zu 50% Cyclohexan beigemischt ist. (A. P. 2 331 155 vom 15/8. 1939, ausg. 5/10. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 5/10. 1943.) J. SCHEIDT

△ **Pure Oil Co.**, übert. von: Donald C. Bond, *Bohrschlamm*. Als Bohrschlamm wird eine wss. Suspension fester Teilchen mit positiven Ladungen benutzt. Die positive Ladung wird den Teilchen durch Hinzufügen von Farbstoffen, wie Rhodamin B₁, Acriflavin, Chrysoidin Y u. R. Methylenblau oder Methylenblau verliehen. (A. P. 2 360 544, ausg. 17/10. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1530.) HAUSWALD

○ **Démont G. Miller**, Los Angeles County, übert. von: George Miller, San Francisco, Calif., V. St. A., *Bohrflüssigkeit*. Dem Bohrfl. wird eine staubförmige Mischung von CaO u. Asphalt als Beschwerungsmaterial zugesetzt. (A. P. 2 356 776 vom 16/6. 1942, ausg. 29/8. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 29/8. 1944.) HAUSWALD

△ **L. Horace Bailey, I. Owen jr. und L. Owen**, *Schlamm-beladene Bohrflüssigkeit*. Die Bohrfl. soll nur eine geringe Menge W. während ihrer Verwendung verlieren u. auf den Bohrwandungen einen dünnen, dichten u. undurchdringlichen Überzug bilden. Die Fl. enthält einen Schlamm u. Dextrangummi, das als Suspensionsmittel für den Schlamm dient. Von dem Dextran werden etwa 2% zugesetzt. Dieses wird durch Fermentieren von Rohrzucker mit Leuconostoc mesenteroides erhalten. Zum Stabilisieren des Dextrans ist es notwendig, daß keine unfermentierten Prodd. mehr vorhanden sind, bzw. die Fermentation der noch nichtfermentierten Stoffe im Fermentationsprod. zu verhindern. Das kann durch einen Zusatz von 0,25—2,5% Phenol erreicht werden. (A. P. 2 360 327, ausg. 17/10. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1751.) HAUSWALD

△ **Pure Oil Co.**, übert. von: Donald C. Bond und Charles W. Botsford, *Entschäumer für Bohrflüssigkeiten*. Zu der Bohrflüssigkeit, die einen Farbstoff u. positiv geladene Teilchen enthält, wie z. B. 3,33% *Methylenblau*, 1,67 *Bentonit* u. 95% W., wird eine kleine Menge (0,05—1,0%) eines Esters einer Fettsäure von höherem Mol.-Gew. zugesetzt. Derartige Verbb. sind *Diglykollaurat*, *Diglykoleat*, *Glycerinmonoricinoleat* u. *Isocamylstearat*. (A. P. 2 349 585, ausg. 23/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1530.) HAUSWALD

○ **Petrolite Co., Ltd.**, Wilmington, Del., übert. von: Melvin de Groot, University City, Bernhard Keiser und Charles M. Blair jr., Webster Groves, Mo., V. St. A., *Zerstoren von Erdölemulsionen vom Typus Wasser-in-Öl*. Man verwendet als Demulgierungsmittel Kondensationsprod. aus 1 Mol. geblasenen Ölen u. 1—3 Mol. nichtaromat. Oxaminen mit mindestens einem H-Atom am N. Die Kondensation wird ohne W. ober-

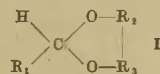
halb 100° durchgeführt. Das Reaktionsprod. soll den Fettsäurerest über C mit dem N-Atom gebunden enthalten u. ein Verhältnis Säureradikal: N = 1—2: 1 aufweisen. Nach A. P. 2 176 704 werden analoge Prodd. verwendet, die jedoch außerdem mit mehrbas. Carbonsäuren verestert sind. Nach A. P. 2 176 703 werden analoge Ester wie nach A. P. 2 176 704 verwendet, bei deren Herst. jedoch von tert. Oxaminen ausgegangen wird. (A. PP. 2 176 702—2 176 704, alle vom 9/5. 1938, ausg. 17/10. 1939. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 17/10. 1939.) J. SCHEMIDT

○ Truman B. Wayne, Houston, Tex., V. St. A., Zerstörung von Petroleumemulsionen unter Verwendung eines modifizierten akt. Alkydharz-kondensationsproduktes. Dieses enthält wenigstens eine Sulfonsäuregruppe, die an einem arom. Polycarbonsäurerest sitzt; außerdem ist wenigstens ein höhermol. aliph. Rest vorhanden, der sich z. B. von einer Oxyfettsäure, Oxyfettsäureaminoverbb. oder nicht stickstoffhaltigen mehrwertigen Alkoholen herleitet. (A. P. 2 321 056 vom 29/7. 1938, ausg. 2/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/3. 1943.) M. F. MÜLLER

△ Petrolite Corp. Ltd., übert. von: Gwynne Allen, Entmischungsmittel. Ein mehrwertiger Alkohol wird mit einer einbas. ungesätt. Säure, die 8—32 C-Atome besitzt, verestert. Das Prod. wird hierauf mit S zu einem gummiähnlichen Zustand polymerisiert. Dieses Prod. wird mit einer mehrbas. Säure kondensiert. Es bildet sich hierbei ein Prod., das zum Entmischen von Rohöl oder Emulsionen, die bei der Doktorbehandlung von Gasolin auftreten, verwendet wird. Von diesem Mittel wird 1 Teil für 2000 bis 20000 Teile der Emulsion benötigt. (A. P. 2 372 641, ausg. 3/4. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3420.) HAUSWALD

○ Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: Reuben F. Pfennig und Claude R. Davis, Baytown, Tex., V. St. A., Gewinnung von farbbeständigen Wachsen aus Rohwachsen in fl. Form durch Behandlung mit geschmolzenem kaust. Alkali bei einer Temp. über dem F. des verwendeten kaust. Alkalis. Nach der Abtrennung des Alkalis wird das behandelte Wachs fraktioniert dest. u. danach mit Entfärbungskohle behandelt. — Zeichnung. (A. P. 2 315 077 vom 24/8. 1940, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) M. F. MÜLLER

○ Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: Erving Arundale, Colonia, N. J., V. St. A., Entfernung der Wachsanteile aus Mineralöl durch Behandlung mit einem Dioxolanlösungsm. von der allg. Formel I, worin R₁ = H oder eine Alkylgruppe ist, R₂ u. R₃ sind Alkylgruppen. Die Temp. des Gemisches wird so geregelt, daß die Wachsanteile gefällt werden u. danach entfernt werden können. Das wachsfreie Öl wird von dem Lösungsm. befreit. (A. P. 2 321 967 vom 21/12. 1940, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)



M. F. MÜLLER

○ Universal Oil Products Co., übert. von: Kenneth M. Watson, Chicago, Ill., V. St. A., Reinigen von Mineralölen mit einem hohen Schwefelgehalt durch Behandlung mit einem Dehydrierungskatalysator unter Dehydrierungsbedingungen, wobei sich Olefine u. arom. KW-stoffe neben H₂ bilden. Die entstandenen schwefelhaltigen u. dehydrierten KW-stoffe werden danach mit H₂ hydriert unter Verwendung des bei der Dehydrierung frei gewordenen H₂. Die Hydrierung geschieht bei 750—1000° F (400—540° C) u. einem Druck von 750—5000 lbs/sq. in. Der Schwefel wird dabei in H₂S u. die Olefine in gesätt. KW-stoffe übergeführt. (A. P. 2 315 144 vom 11/5. 1939, ausg. 30/3. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 30/3. 1943.) M. F. MÜLLER

○ Shell Development Co., San Francisco, Calif., übert. von: Franciscus Johannes Fredericus van der Plas, Amsterdam, Raffinieren von Mineralölen u. anderen nicht-aromat. KW-stoffen im Gemisch mit arom., oxygruppen- u. schwefelhaltigen KW-stoffen unter Verwendung von SbCl₃, zweckmäßig in einem Lösungsm. gelöst. Ein Teil von dem Mineralölprod. geht in die Extraktionslsg., wobei sich außerdem aus dem fl. Raffinat eine zweite Schicht bildet. Die beiden Flüssigkeitsschichten werden getrennt. (A. P. 2 322 083 vom 9/12. 1939, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.) M. F. MÜLLER

△ Standard Oil Development Co., übert. von: Gerald C. Connolly, Crackkatalysator. Zur Herst. des Katalysators wird zu einer Natriumsilicatlsg. eine anorgan. Säure im Überschuß zugefügt. Nach Bldg. eines klaren Silicasoles wird das Hydrosol zu einem festen Gel koaguliert, das dann durch Auswaschen von Salzen befreit wird. Nach Hinzufügen von Al₂O₃ mit capillarer Struktur wird die erhaltene Mischung getrocknet. (A. P. 2 363 231, ausg. 21/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3422.)

HAUSWALD

△ **Texas Co.**, übert. von: **Preston L. Veltman**, *Katalysator für die Umsetzung von Kohlenwasserstoffen*. Der Katalysator ist eine Vereinigung von SiO_2 , Al_2O_3 , AlF_3 u. einer Mg-Verbindung. SiO_2 ist der größte Anteil. AlF_3 liegt in hydratisierter Form vor u. wird durch den Katalysator dispergiert. Mg wird in Form von MgO oder MgF_2 verwendet. Der Katalysator ist frei von Na u. K. (A. P. 2 364 114. ausg. 5/12. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3919.)
HAUSWALD

△ **Standard Oil Co. of Indiana**, übert. von: **Donald A. Monro**, *Verwendung fließender Katalysatoren*. Der feste Katalysator, z. B. SiO_2 -Metalloxyd, von 200—400 Maschen wird in den aufwärtsströmenden zu crackenden Öldämpfen in Suspension gehalten. Die Geschwindigkeit beträgt 0,35—0,7 m/Sekunden. Durch Kontrolle der akt. Menge des staubförmigen Katalysators u. der Gasegeschwindigkeit im Reaktionsraum wird eine bestimmte Katalysatorschicht zwischen einer dichten u. einer scheinbaren Gasphase aufrechterhalten. Derjenige Anteil des Katalysators, der nicht in der dichten Form bleibt, sondern von der Dampfphase nach dem Kopf des Reaktionsraumes geführt wird, wird dann abgetrennt u. ohne Regenerieren in den Prozeß zurückgeführt. Das katalyt. Verf. ist für das Cracken, Hydrieren, Dehydrieren, Aromatisieren, Polymerisieren, Entschwefeln u. dgl. anwendbar. (A. P. 2 379 027, ausg. 20/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3912.)
HAUSWALD

△ **Texas Co.**, übert. von: **Joseph Mason Barron**, *Kombinierte thermische und katalytische Crackung von Kohlenwasserstoffen*. Die Dämpfe eines niedrigsd. Öles werden der therm. Crackung unterworfen. In der therm. Behandlung werden die Dämpfe mit herabfließendem Rückstandsöl gewaschen. Derartige Dämpfe haben eine nur kleine Neigung, auf dem Katalysator C abzuscheiden. Eine Erdölrückstandsmenge wird am oberen Teil der therm. Crackkammer mit 408° eingeführt. Ein zurückgeführtes Gasöl aus der nachfolgenden katalyt. Crackstufe wird verdampft u. dem Bodenteil der therm. Crackeinrichtung mit etwa 528° zugeführt. In dieser Einrichtung wird eine Temp. von etwa 630° u. ein Druck von 28 kg/qcm aufrechterhalten. Die therm. gcrackten, mit dem Rückstandsöl gewaschenen Dämpfe werden bei etwa 508° entfernt u. unmittelbar einem synthet. SiO_2 - Al_2O_3 -Katalysator zugeleitet. Diese Katalyse wird bei etwa 400° u. einem Druck von 5,25 kg/qcm durchgeführt. (A. P. 2 379 471, ausg. 3/7. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3917.)
HAUSWALD

△ **Universal Oil Products Co.**, übert. von: **Joseph D. Danforth**, *Katalytisches Cracken von Kohlenwasserstoffen*. Ein auf 92° erhitzter Strom von Butan unter einem Druck von 17,5 kg/qcm wird durch ein Bett von granuliertem AlCl_3 geleitet. Das behandelte Material wird mit einem Kerosin von 31° A. P. I. bei 106° bei einem Druck von 35 kg/qcm im Verhältnis von 1:1 gemischt. Eine einmalige Ausbeute ergibt 34 Vol.-% Bzn. mit einem Endpunkt von 214°, einer Octanzahl von 78 u. einer Bromzahl von 2. Etwa 23 Mol.-% des Butans waren dabei zu Isobutan isomerisiert. Mit höherer Cracktemp. des Kerosins steigt der Verbrauch an AlCl_3 . (A. P. 2 378 200, ausg. 12/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3916.)
HAUSWALD

○ **Standard Oil Development Co.**, Delaware, übert. von: **Charles E. Hemminger**, Westfield, N. J., V. St. A., *Katalytische Behandlung von Kohlenwasserstoffen*, wobei der gepulverte Katalysator in dem KW-stoff suspendiert wird. Nach der katalyt. Behandlung werden die Katalysatoren von den KW-stoff-Dämpfen getrennt. Die höhersd. Anteile werden aus dem Reaktionsgemisch abgetrennt u. danach mit einer größeren Katalysatormenge gemischt u. in der ersten Behandlungszone umgewandelt. — Zeichnung. (A. P. 2 322 019 vom 10/2. 1940, ausg. 15/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 15/6. 1943.)
M. F. MÜLLER

△ **Alien Property Custodian**, übert. von: **Marcel Nitescu**, *Katalytische Umwandlung von Kohlenwasserstoffen* in Bzn. u. arom. KW-stoffe. Die Umwandlung erfolgt in 3 Stufen mit selektiven Katalysatoren. Eine Erdölfraction, die zwischen 150 u. 300° sd. u. 65,3(%) Paraffin-, 23,6 Naphthen- u. arom. KW-stoffe u. 11,1 Olefine enthält, wird in der ersten Stufe bei 350—480° u. einem Druck von 50 at u. mehr gcrackt u. dehydriert. Als Mischkatalysator dienen dabei Ni- u. Fe-Oxyde auf einem Hydrosilicat-träger. Die Olefingase dieser Stufe werden mit 96% H_2SO_4 bei 25—150° u. einem Druck, der ausreicht, um die Prodd. im fl. Zustande zu halten, behandelt. In der zweiten Stufe wird eine Cyclopolymerisierung bei 450—560° u. bei einem Druck unter 20 at in Ggw. von Mo-Oxyd, das mit Metallhalogeniden aktiviert ist, durchgeführt. Das Aromatisieren erfolgt dann in der dritten Stufe bei 250—450° u. bei einem Druck bis zu 15 at in Ggw. eines aus Co-Oxyd bestehenden Katalysators, der mit Ni-Pulver gemischt u. auf Bimsstein aufgebracht ist. Das durch Fraktionieren gewonnene Prod. hat eine D. von 0,826 bei 15° u. sd. zwischen 42 u. 185°, davon 60% über 100°. Der Geh.

an arom. KW-stoffen beträgt 84,4% u. an Olefinen 1,1%. Die Octanzahl ist 96. (A. P. 2 375 940, ausg. 15/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3914.) HAUSWALD

○ **Standard Oil Development Co.**, Delaware, übert. von: **August Y. Mottlau**, Clark Township, und **Pharis Miller**, Elizabeth, N. J., V. St. A., *Motortreibmittel*, bestehend aus einem Gemisch von Gasolin-KW-stoffen, dem mindestens 1% einer heterocycl. Verb., die einen Furanring besitzt, zugesetzt worden ist. Geeignete Verb. sind Furan, Alkylfurane, Furfurylalkohole, Furfurylamine u. die gesätt. Derivv. davon. (A. P. 2 321 311 vom 21/10. 1939, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **Universal Oil Products Co.**, übert. von: **Jean Delattre Seguy**, Chicago, Ill., V. St. A., *Gewinnung von Motortreibmitteln* mit einem hohen Octangeh. aus Rohöl durch Fraktionierung. Dabei werden ein getopptes Rohprod., Gasöl u. eine leichtere Fraktion erhalten, welche eine beträchtliche Menge von niedrigsd. kloppfreien Gasolin-KW-stoffen enthält. Die Leichtfraktion wird katalyt. behandelt u. das Gasöl katalyt. gecrackt. Die dabei entstehenden gasförmigen Anteile u. das Gasolin werden von den höhersd. u. schwereren Anteilen getrennt. Letztere werden mit dem getoppten Öl gemischt u. dann einer Cracking unterworfen, wobei wieder Benzine entstehen. Die bei der therm. Cracking u. bei der katalyt. Cracking anfallenden Gasoline werden fraktioniert. Die schwereren Destillate der therm. Cracking werden der katalyt. Cracking beigegeben. Aus dem Prod. der therm. Cracking wird eine Naphthazwischenfraktion gewonnen, die einer therm. Erhitzung unterworfen wird, wobei bes. Gasolin u. schwerere KW-stoffe gebildet werden. — Zeichnung. (A. P. 2 352 025 vom 15/8. 1940, ausg. 20/6. 1944. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.) M. F. MÜLLER

△ **Standard Oil Development Co.**, übert. von: **Bruno E. Roetheli**, *Fliegerbenzin*. Rohöl wird auf 460—518° vorerhitzt u. dann einer Fraktioniersäule zugeleitet, in der es in gasförmige u. Naphthabestandteile, in eine Kerosinfraktion, eine gemischte Gas-Öl-Fraktion, eine Schwergasölfraktion u. einen schweren Rückstand, der 10—20% des Rohöls ausmacht, getrennt wird. Entsprechend ihrer Natur werden diese Fraktionen nacheinander der destruktiven Hydrierung, der katalyt. Cracking u. der Alkylierung unterworfen. An jede dieser Maßnahmen schließt sich eine Fraktionierung an. Die erhaltenen Fraktionen werden, ausgenommen daß sie als Endprodukt dienen sollen, mit ähnlichen Fraktionen aus vorhergehenden Stufen zu einer weiteren Behandlung miteinander vermischt. (A. P. 2 360 622, ausg. 17/10. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1753.) HAUSWALD

○ **Paul Woog**, Paris, Frankreich, *Herstellung eines kloppfesten Motortreibmittels* durch Behandlung eines leichten KW-stoff-Öls, dem etwa 5—6% eines geschwefelten Schieferöls zugesetzt sind, in Dampfform mit einem Umänderungskatalysator bei 300—500°. Aus dem Reaktionsprod. wird ein entschwefelter u. veränderter Treibstoff mit hoher Kloppfestigkeit gewonnen. (A. P. 2 352 059 vom 19/4. 1940, ausg. 20/6. 1944. F. Prior. 6/5. 1939. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.) M. F. MÜLLER

△ **Tide Water Assoc. Oil Co.**, übert. von: **Everett E. Gilbert**, *Stabilisatoren für Motortreibstoffe*. Zur Verhinderung der Gumbldg. in Bzn. werden Aminodiphenylamine verwendet, in denen ein Phenylkern eine Aminogruppe u. der andere Kern eine Alkylgruppe besitzt. Diese Verb. haben die allg. Formel: 2.4-(NH₂)₂C₆H₃NHC₆H₄R, wobei R ein Alkylsubstituent, vorzugsweise eine verzweigte Kette, ist. Eine solche Verb. ist 4'-tert.-Amyl-2.4-diaminodiphenylamin. Ihre antioxydierende Wrkg. wird erhalten, wenn annähernd 0,48—0,65 mg 100 ccm Gasolin zugesetzt werden. (A. P. 2 348 290, ausg. 9/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1533.) HAUSWALD

△ **George B. Banks**, *Nichtklopfender Brennstoff für Verbrennungskraftmaschinen*. Zur Verbesserung der nichtklopfenden Eigg. eines Motortreibstoffes werden diesem 0,00075—0,1% 1.3-Dimethylharnstoff oder gewisse Derivv. desselben zugesetzt. (A. P. 2 373 372, ausg. 10/4. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3423.) HAUSWALD

Axel Axelson Johnson und **A. Johnson & Co.**, Stockholm (Erfinder: **E. S. Svenander**), *Motortreibmittel für Dieselmotore*, gek. durch einen Geh. an Polynitroverb. von arom. KW-stoffen mit mindestens 3 kondensierten Benzolringen, z. B. von Reten, Chrysen, Pyren, Picen, oder auch von Abietinsäure. Zur Herst. dieser Zusatzstoffe dest. man Holzteer zunächst im Vakuum bis auf einen Rückstand von etwa 30%, der dann im wesentlichen aus Reten besteht. Dieser Rückstand wird dann nitriert u. dem Motortreibmittel zugesetzt. Die Zusatzstoffe erhöhen die Zündwilligkeit. (Schwed. P. 110 965 vom 24/3. 1942, ausg. 20/6. 1944.) J. SCHMIDT

△ **Standard Oil Development Co.**, übert. von: **Pharis Miller und Gould H. Cloud**, *Hexasulfamid, Zündbeschleuniger für Dieselmotoren*. Hexasulfamid, das gegen W. u. Luft stabil, in KW-stoffen lösl. u. weniger korrosiv als S ist, wird wie folgt hergestellt: NH₃ wird durch eine gekühlte Lsg. von S₂Cl₂ solange in CHCl₃ eingeleitet, bis die Mischung ein lachsfarbiges Aussehen erhält. Die das NH₄Cl enthaltende Lsg. des CHCl₃ wird dann filtriert u. mit 95% C₂H₅OH versetzt, um das Hexasulfamid u. freien S niederzuschlagen. Der Nd. wird abfiltriert, mit C₆H₆ versetzt u. durch Zugabe von wss. A. zur Kristallisation gebracht. Das umkryst. Prod. entspricht S₆NH₂ oder S₁₆N₃H₂, wobei x der Zahl 5 oder einer höheren Zahl entspricht. Die Zugabe von 1,5% des Prod. zu einem Colombian-Gasöl steigert die Cetanzahl auf +10 oder +11. (A. P. 2 373 044, ausg. 3/4. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3900.) HAUSWALD

Fides Gesellschaft für die Verwaltung und Verwertung von gewerblichen Schutzrechten m. b. H., Berlin, *Emulgieren von Ölen*. Man emulgiert Öle unter Einw. von elektr. Entladungen unter Zusatz von Carbonsäuren, wie Ameisensäure, Essigsäure, Oxysäuren, Ketosäuren, mehrbas. Säuren, aromat. Säuren, Säurehydriden, oder von CO oder CO₂. Man kann so Öle, die sonst schwer emulgieren, wie Spindelöl, Paraffin, gut emulgieren u. erhält Emulsionen, die für die Herst. hochwertiger Bohreröle dienen können. (N. P. 67 806 vom 18/12. 1942, ausg. 8/5. 1944.) J. SCHMIDT

△ **Pure Oil Co.**, übert. von: **J. Backoff, Norman D. Williams, John F. O'Loughlin, Harry L. Moir und John S. Yule**, *Gum-Lösungsmittel für Verbrennungskraftmaschinen*. Die zur Herst. verwendeten Verb. sind: aliph. Alkohole vom Kp. über 160° (I) u. Ester von aliph. Säuren, niedrigsd. aliph. Alkohole u. Ketone (II). I ist z. B. Octylalkohol, während II Dimethylketon, Methylamylketon, A. oder Äthylacetat sein kann. I : II sollen vorzugsweise im Verhältnis von 3 : 17 angewandt werden. Die Mischung kann direkt zum Reinigen der Maschine dienen oder mit etwa 80 Vol.-% eines raffinierten Mineralöls, wie Keresin, Gasöl o. dgl. vermischt werden. Das Mittel wird in den Vergaser, in die Zündkerzenöffnung u. den Zylinderraum eingespritzt. Das Lösungsm. kann auch mit dem Treibstoff u. dem Schmieröl in Mengen von 0,1—0,5 Vol.-% des Treibstoffes oder Öles in den Motor eingeführt werden. Wenn das Mittel in Diesel- oder Halbdieseltreibstoffen verwendet wird, wird das Trägermittel fortgelassen; dasselbe gilt für Schmieröl. (A. P. 2 350 145, ausg. 30/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1755.) HAUSWALD

— (Erfinder: **Alfred Dobrowsky**, Köln), *Herstellung von Ölemulsionen*, dad. gek., daß man ein Gemisch aus einem Öl u. einem Carbonat in eine saure wss. Lsg. eines Schutzkolloids einträgt. Die hierbei freiwerdende CO₂ dispergiert das Öl außerordentlich fein, wobei gleichzeitig dessen Trägerstoff zers. wird. — 10 (Teile) Ca-Carbonat werden mit 1 Nelkenöl innig verrieben. Die pulverige M. wird in 100 einer wss. sauren Carrageenlsg. eingetragen, worauf das Ca-Carbonat unter CO₂-Entw. zers. wird. Man erhält eine feindisperse Emulsion. (D. R. P. 749 263 Kl. 23c vom 6/12. 1941, ausg. 20/11. 1944.) SCHWEDTEN

K. O. Alsmark, Landskrona, Schweden, *Herstellung von Öl-in-Wasser-Emulsionen*. Das Verf. zur Herst. derartiger Emulsionen aus fetten Ölen durch besondere Führung der Verseifung nach Schwed. P. 108 980 wird dahin abgeändert, daß an Stelle der fetten Öle Gemische von Mineralölen u. verseifbaren Ölen (fette Öle, Olein, Tallöl) mit einer VZ. von mindestens 70 verwendet werden. Z. B. wird ein Gemisch aus 2,5 kg Spindelöl u. 1,5 kg Olein bei etwa 100° portionsweise mit 0,3 kg 47%ig. Kalilauge versetzt u. dann unter kräftigem Umrühren mit 5,46 kg warmem W. u. 0,1 kg Natriumdiphosphat vermischt. Nach dem Abkühlen auf etwa 50° werden nochmals 0,14 kg 47%ig. Kalilauge untergerührt. Man erhält eine klare u. äußerst stabile Emulsion. Die Emulsionen vertragen eine bedeutend stärkere Verdünnung als solche, die nur mineral. oder nur vegetabil. Öle enthalten. (Schwed. P. 110 291 vom 6/4. 1943, ausg. 11/4. 1944. Zusatz zu Schwed. P. 108 980; C. 1945. I. 125.) J. SCHMIDT

○ **Standard Oil Co.**, Chicago, Ill., übert. von: **Frederick H. McLaren**, Calumet City, Ill., V. St. A., *Heißdampfzylinderöl*, bestehend vorwiegend aus einem schweren Schmieröl, aus geringen Mengen eines fetten Öles u. wenigstens 15% eines Isobutylenpolymeren mit dem Mol.-Gew. 1000—1500. (A. P. 2 316 347 vom 27/6. 1940, ausg. 13/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 13/4. 1943.) M. F. MÜLLER

○ **Standard Oil Development Co.**, Delaware, übert. von: **Louis A. Mikeska**, Westfield und Eugene Lieber, Linden, N. J., V. St. A., *Schmier- und Isolieröl*, bestehend aus raffiniertem Mineralöl, dem etwa 1% u. weniger eines Oxydationsverhinderers zur Vermeidung einer Zers. des Öles bei höheren Temp. zugesetzt worden sind. Als Oxydationsverhinderer sind bes. organ. Phosphite geeignet, die außerdem S, Se oder Te

enthalten, u. zwar am P oder an dem organ. Rest gebunden. Der organ. Rest der Phosphitverb. soll 3—20 C-Atome enthalten. Er besteht z. B. aus einem Alkylrest, der gegebenenfalls auch halogeniert ist. Das Schmieröl ist bes. für Brennkraftmaschinen geeignet. (A. P. 2 321 307 vom 17/8. 1937, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ **Thomas I. Brown**, *Schmiermittel*, bestehend aus einem schweren Getriebeöl, 1—10% p-Cymol u. 5% eines Prod., das durch Kondensation von Naphthalin u. chloriertem Paraffin in Ggw. von Al₂O₃ erhalten ist u. als Stockpunkterniedriger dient. (Can. P. 426 616, ausg. 10/4. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2868.)

SCHWECHTEN

○ **Lubri-Zol Development Corp.**, übert. von: **Carl F. Prutton**, Cleveland Heights, und **Albert K. Smith**, Shaker Heights, O., V. St. A., *Schmiermittel*, bestehend zum größeren Teil aus einem geeigneten Öl u. zum geringeren Teil aus einer O u. Halogen enthaltenden organ. Ringverb. mit einer Carbonylgruppe. (A. P. 2 318 013 vom 12/11. 1940, ausg. 4/5. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 4/5. 1943.)

M. F. MÜLLER

△ **Gulf Oil Corp.**, übert. von: **Arlan B. Hale**, *Schmiermittel für chemische Industrien*. 35—65 (Teile) Petrolasphalt, 65—35 Petroschmieröl von 100—500 Sek. *Saybolt Viskosität* bei 100° F (38° C) u. 5—15 S werden miteinander bei Temp. von 166 bis 273° F. (74—134° C) vermischt. (A. P. 2 349 861, ausg. 30/5. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1754.)

HAUSWALD

△ **Cities Service Oil Co.**, übert. von: **John D. Morgan**, *Schmierfett*, bestehend aus 6% *Li-Seife*, 1% *Al-Seife* u. 93% *Dibutylphthalat*. (A. P. 2 362 767, ausg. 14/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2868.)

SCHWECHTEN

○ **Phillips Petroleum Co.**, Delaware, übert. von: **Robert W. Henry**, Bartlesville, Okla., und **Sylvester C. Britton**, Joliet, Ill., V. St. A., *Stabilisieren von Metalldispersionen in Schmiermitteln* aus Ölen u. Fetten, denen ein koll. Weichmetall in einer Menge von 0,002—0,186% u. Phenyläthanol zu 0,03—5,0% zugesetzt wurde. Das Schmiermittel bildet einen zerreiBfesten Ölfilm. (A. P. 2 321 203 vom 3/3. 1941, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.)

M. F. MÜLLER

XXIII. Tinte. Hektographenmassen u. a. Spezialpräparate.

Aktiebolaget Kores, Stockholm (Erfinder: **W. Koreska**), *Kohlepapier mit Griffkante*. Die Griffkante ist mit einem gegenüber der Farbe des Kohlepapieres kontrastierenden Pigment, bes. einer weißen wachshaltigen Pigmentschicht überzogen. Hierdurch wird das Handhaben der Kohlepapiere erleichtert. (Schwed. P. 111 889 vom 2/9. 1943, ausg. 19/9. 1944. D. Prior. 3/9. 1942.)

J. SCHMIDT

△ **Timothy F. Murphy**, übert. von: **Allied Chemical & Dye Corp.**, *Farbpastenzusammensetzung*. Konz. Farbpastenzuss. von erhöhtem Farbvolumenverhältnis u. verbesserter Weichheit u. Fl. werden durch Auflösen von 0,5—2,5% von gewissen komplexen Ester-salzen in dem öligen Mittel, in dem das Pigment dispergiert ist, hergestellt. Die Ester-salze sind Salze (vorzugsweise Alkalimetall- oder NH₄Salze) von Verbb., die der allg. Formel RZR'O—OCR''X(Y) entsprechen, in der R' den KW-stoff-Rest einer aliphat. Carbonsäure, X ein salzbildendes Radikal einer mehrbas. sauerstoffhaltigen Mineral-säure (z. B. —SO₃H, —OSO₃H, —OPO₃H₂, —PO₃H₂, —PO₂H₂), Y Wasserstoff, Halogen, —SH oder —COOH u. RZR' ein aliphat. Radikal mit mindestens 10 C-Atomen, in dem R u. R' aliphat. Radikale u. Z ein KW-stoff-Radikal oder —COO— sind, bedeuten. Beispiele sind Natriumdecylsulfacetat u. Natriummonododecylsulfosuccinat. Die so erhältlichen konz. Farbpastenzuss. sind für die Herst. von *Vervielfältigungspapieren*, *Schreibmaschinenfarbbändern*, *Schablonenflächen*, *Farbstiften*, *Hektographentinten* usw. geeignet. (A. P. 2 377 172, ausg. 29/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3946.)

RAETZ

△ **Gladys H. Wysong**, übert. von: **Marcellus E. Wysong**, *Abziehbild*. Die Grundlage bildet ein gut saugfähiges Papier. Dasselbe ist mit einem wasserlös. Klebstoff bestrichen. Darauf ist das Bild mit einer polyvinylhaltigen Farbstofflg. gedruckt. Darüber befindet sich noch eine Schicht Celluloseacetat. (A. P. 2 359 185, ausg. 26/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1708.)

KALIX

△ **Foster D. Snell, Inc.**, übert. von: **Leonard C. Cartwright**, *Poliermittel*. Das Mittel mit einem p_H-Wert von 8—10,5 besteht aus Wachs oder Wachs u. Harz, die mit Seife, W. u. Borax vermischt sind. Beispiele: 1. 6 (Teile) Carnaubawachs u. 3 Kongokopalharz werden nach Erwärmen mit 9,8 einer heißen, wss. Lsg. von 6,3 W., 1,2 Borax u. 2,3 Na-Seife vermischt u. die Mischung bei 180—210° F (82—99° C) stark verrührt

u. dann abgekühlt. 2. 9 Carnaubawachs, 7,5 Seife in 7,5 W., das 0,84 Borax enthält, heiß vermischen u. abkühlen. Borax kann durch das entsprechende Gewicht höherer Borate ersetzt werden. Schellack kann zusätzlich in Form einer Dispersion in einer wss. alkohol. Lsg. zugegeben werden. Kopalharz kann ebenfalls in dispergiertem Zustande in wss. alkohol. Lsg. verwendet werden. 3. 15 Carnaubawachs u. 3 Ölsäure werden erwärmt u. mit einer Lsg. von 2 Triäthanolamin in 5 W. bei 180—210° F (82—99° C) versetzt u. bis zur Erzielung einer gleichmäßigen Dispersion vermischt u. hierauf gekühlt. (A. P. 2 374 414, ausg. 24/4. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3456.)

HAUSWALD

△ **Jacob M. Fain**, übert. von: **Foster D. Snell, Inc.**, *Fußbodenpoliermasse*. Ein fettes trocknendes Öl, z. B. 62—66 Teile Leinöl, Oiticicaöl oder Perillaöl, wird mit 1,4 bis 2 Teilen (nach Bedarf) CaO vermischt u. auf 225—300° erhitzt, um eine vollständige Auflösung des Kalkes im Öl zu erzielen. An Stelle von CaO können auch andere Metalloxyde, z. B. PbO, ZnO, BaO, MgO oder SrO, verwendet werden, deren Menge als seifenartig wirkende Mittel der CaO-Menge äquivalent sein soll (z. B. anstatt PbO annähernd die vierfache Menge CaO). Der obigen heißen Lsg. werden 30—35 Teile Schellack u. nach darauffolgendem Abkühlen die gewünschte Menge an flüchtigem Lösungsm., z. B. hochwertiger Naphtha, sowie 1,2—2 Teile (nach Bedarf) eines gegen W. widerstandsfähigen Lackes zugesetzt. Ferner wird noch eine geringe Menge Malöltrockner (z. B. ein Gemisch aus Pb- u. Co-Trocknern) hinzugefügt. Diese Überzugsmasse vermindert Feuersgefahr, Ausbleichen u. Erweichen unter dem Einfl. von W. in bedeutendem Maße. (A. P. 2 368 126, ausg. 30/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3948.)

RAETZ

△ **Robert Brown**, *Lederpoliermittel*. Als Schuhpoliermittel wird eine Paste von zermahlenden, gerösteten Kaffeebohnen in Kakaobutter oder Ölen verwendet. Die gerösteten Kaffeebohnen werden nach Vermahlung mit $\frac{1}{3}$ ihres Gewichtes an Kakaobutter vermischt. 14,5 (Teile) der Paste werden mit 3,2 Paraffin u. 7 Rohmontanwachs in 70 W. u. 4 bis 5 KOH bei 83—85° eingerührt. Es können noch andere Wachse u. Farben zugesetzt werden. Das Prod. ist ungiftig. Die Kaffeebohnen-Kakaobutterpaste kann auch in nichtwss. Polituren verwendet werden. (A. P. 2 376 956, ausg. 29/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3456.)

HAUSWALD

XXIV. Photographie.

M. Schouwenaars, *Supersensibilisierung*. Der Vf. schlägt zunächst eine strenge Abgrenzung der Begriffe *Hypersensibilisierung* u. *Supersensibilisierung* in der Weise vor, daß unter dem ersteren nur die Steigerung der Allgemeinempfindlichkeit einer photograph. Emulsion verstanden werden soll, während Supersensibilisierung die Erhöhung der Farbenempfindlichkeit der Emulsion gemäß dem Grundgedanken des D. R. P. 6 0 17 durch Zusatz eines Gemisches von Stoffen bezeichnen soll, die nicht sämtlich opt. Sensibilisatoren zu sein brauchen. Hierbei wird das durch eine der angewandten Verbb. allein erzeugte Sensibilisierungsmaximum verstärkt, oder es tritt ein zweites auf. Es wurde ferner gefunden, daß die *Merocyanine*, die 2 dreiwert. N-Atome enthalten, im Gemisch mit Sensibilisatoren ebenso wie die *Carbo-cyanine* mit 2 dreiwertigen N-Atomen an den Enden einer Polymethinkette als Supersensibilisatoren wirken. Die Merocyanine für sich allein reagieren nicht als Supersensibilisatoren u. sind auch nur schwache opt. Sensibilisatoren. Die Wrkg. als Supersensibilisator wurde an 49 verschied. Merocyaninen im Gemisch mit folgenden Grundsensibilisatoren festgestellt: *N,N'*-Diäthyl-2,2'-chinopseudocyaninjodid, *N,N'*-Diäthyl-2,2'-thiopseudocyanin u. *N,N'*-Diäthylmesomethyl-4,5-dibenzothiocarbocyanin. Hierzu wurden 2 Chlorbromsilberemulsionen („Papieremulsionen“), eine Bromjodsilber- u. eine Chlorbromjodsilberemulsion benutzt, wobei die Ergebnisse bis auf ein einziges Merocyanin die gleichen waren. Die verwendeten Merocyanine sind alle bekannt u. die Verf. zu ihrer Synthese werden auf Grund der betr. Patentliteratur kurz angedeutet. (Bull. Cl. Sci., Acad. roy. Belgique [5] 29. 126—43. 1943.)

KALIX

Hamilton Kirk, *Das Schleiern von Röntgenfilmen*. Die häufigsten Ursachen flauer u. verschleierter Röntgenaufnahmen werden besprochen, wobei besonderer Nachdruck auf Qualität u. Temp. des Entwicklers gelegt wird. (Veterin. Rec. 54. 205. 23/5. 1942. London.)

JUNKMANN

W. Rahts, *Der Agfa-Refalonfilm*. Der bes. für Landkartendruck dienende Agfa-Refalonfilm wird beschrieben. Er besteht aus einer Astralonunterlage, auf die eine dünne Halogensilbergelatineschicht aufgetragen ist. Zur Herst. von Positiven wird mit ätzalkal. Brenzcatechin entwickelt, mit warmem W. die ungegerbte Gelatine an

den unbelichteten Teilen entfernt, mit Astralonfarbe eingefärbt u. das Gelatine-Ag-Bild z. B. mit Bleichlauge weggeätzt. Bei Herst. von Negativen wird nach dem Umkehrverf. entwickelt, wobei als Erstentwickler ein nicht gerbender Metolhydrochinonentwickler verwendet wird. Dann wird wie beim Positivverf. weiterbehandelt. (Dtsch. Druckgewerbe 3. 5—6. 10/1. 1945.)
KURT MEYER

△ Arthur L. Huttkey, *Herstellung von Halbtonnegativen*. Eine Originalvorlage wird mit einer verd. Lsg. von $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ behandelt. Die Halbtöne werden dann mit einer Lsg. überstrichen, die Urannitrat u. einen Farbstoff enthält. Die Vorlage wird dann zuerst durch einen Halbtonraster u. dann ohne Raster photographiert. (A. P. 2 362 826 vom 14/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2706.)
KALIX

△ E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Clayton F. A. White, *Mehrschichtfilm*. Der Film besteht aus einem Schichtträger, mindestens einer lichtempfindlichen Schicht, mindestens einer nicht lichtempfindlichen Schicht u. einer Abziehschicht. Die lichtempfindliche Schicht enthält eine Halogensilberemulsion, die lichtunempfindliche Schicht ist in kaltem W. unlösl. u. enthält sowohl einen Farbkuppler, der einen Azofarbstoff bilden kann, als auch ein Indophenol, Indoanilin oder Azomethin. Die 3. Schicht besteht aus einem wasserlösl. oder wasserquellbaren Schichtbildner, der ein anderer als der der beiden anderen Schichten ist; sie befindet sich zwischen der lichtempfindlichen u. der lichtunempfindlichen Schicht. (A. P. 2 363 764, ausg. 28/11. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2940.)
KALIX

△ Eastman Kodak Co., übert. von: Edward B. Knott, *Diffusionsverhinderung bei Mehrschichtemulsionen*. Zwei photograph. Emulsionen, von denen mindestens eine einen Farbstoff enthält, werden bei einer Temp. gemischt, die um 2—3° unter der krit., durch den γ -Wert bestimmten Temp. liegt. Die Emulsionen können die gleichen oder verschied. Silberhalogenide u. außerdem wasserunlösl. Harze enthalten. (A. P. 2 367 508, ausg. 16/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 2939.)
KALIX

△ Eastman Kodak Co., übert. von: George E. Fallesen, *Auskopieremulsion*. Es wird eine Halogensilbergelatineemulsion hergestellt, die einen großen Überschuß an lösl. Halogeniden enthält, u. dann *Thiosalicylsäure* zugefügt. Die optimale Konz. dafür beträgt 2% des Gewichts des in der Emulsion vorhandenen Halogensilbers. Dadurch wird die Empfindlichkeit der Schicht erheblich gesteigert. (A. P. 2 369 449, ausg. 13/2. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3746.)
KALIX

△ Alien Property Custodian, übert. von: Maximilian P. Schmidt und Gottlieb von Poser, *Empfindlichkeitssteigerung von Diazotypieschichten*. Die geringe Empfindlichkeit von Diazotypieschichten, die mit Diazophenolen, Diazophenolestern u. Diazophenolalkyläthern hergestellt sind, kann verbessert werden, wenn man den Schichten Verbb. zusetzt, die im Bereiche von 3300—4400 Å stark das Licht absorbieren. Die chem. Natur dieser Sensibilisatoren ist hierbei nicht entscheidend, jedoch sind mehrkernige arom. KW-stoffe, aliph. Ketone, *Chinoxaline*, *Cumarine* u. *Pseudoazimide* bes. dazu geeignet. (A. P. 2 378 583, ausg. 19/6. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3747.)
KALIX

△ Röhm & Haas Co., übert. von: Charles S. Hollander, *Härtung der Gelatine in photographischen Schichten*. Zwischen Entwickler u. Fixierbad werden die Schichten mit einer Lsg. von bas. *Chromsulfat* mit einer Basizität von 30—55% behandelt. Hierdurch tritt nicht nur eine Härtung, sondern auch eine erhebliche Neutralisation des aufgesaugten Entwickleralkalis ein. (A. P. 2 359 217, ausg. 26/9. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1602.)
KALIX

△ Schering Corp., übert. von: Erwin Schwenk und Edward E. Henderson, *Stabilisierung von Hydrochinonlösungen*. Ein Zusatz von *l-Ascorbinsäure* zu wss. Hydrochinonlsgg. verhindert ihre Oxydation durch den Luftsauerstoff, was sich bereits durch das Nichtauftreten der Braunfärbung anzeigt. Gemische dieser Zus. kommen als „*Suntan*“ in den Handel. (A. P. 2 376 884, ausg. 29/5. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3883.)
KALIX

△ Eastman Kodak Co., übert. von: Edward B. Knott, *Diffusionsverhinderung von Farbstoffen in photographischen Schichten*. Zur Verhinderung des Wanderns der Farbstoffe in Nachbarschichten bei Mehrschichtmaterial setzt man der farbstoffhaltigen Schicht hydrolysierte Naturharze oder die Ester oder Äther von hydrolysierten oder nichthydrolysierten Naturharzen zu, ferner hydrolysierte Weichharze u. ähnliche Verbindungen. Dadurch werden die Farbstoffe bes. während der Lagerung des Materials u. bis zu seiner Entw. „immobilisiert“. (A. P. 2 369 469, ausg. 13/2. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3745.)
KALIX

△ **General Aniline & Film Corp.**, übert. von: **Alfred Fröhlich** und **Wilhelm Schneider** *Farbbildner für farbige Entwicklung*. Der Emulsion wird eine Verb. von der allg. Formel I zugesetzt. Hierin bedeuten R u. Y Phenolreste, die in o-Stellung zur OH-Gruppe an X gebunden sind, u. X eine Sulfonamidgruppe. Y kann außerdem eine Alkylkette mit 5 C-Atomen oder ein hydriertes Ringsyst. darstellen. A bedeutet entweder H oder eine Alkylkette mit mehr



als 5 C-Atomen, das letztere stets dann, wenn Y einen Phenolrest darstellt. Als Beispiele werden genannt: *N*-(4'-Dodecylcarbonyl-4-biphenyl)-1-oxo-2-naphthamid, *N*-(4-Cyclohexylcyclohexyl)-4'-(2-oxo-3,4-dimethylbenzamido)-4-biphenylcarboxamid, *N*-(4,4'-Bis-(1-oxo-4-sulfo-2-naphthylsulfamido)-3-biphenyl)-stearamid. (A. P. 2 366 324, ausg. 2/1. 1945. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 1602.) KALIX

○ **Latta Syndicate Ltd.**, übert. von: **Alan Gilbert Tull**, London, *Herstellung mehrfarbiger Filme*. Es wird ein Mehrschichtenfilm benutzt, dessen unterste Schicht blauempfindlich u. gelb gefärbt ist, während sich darüber grün u. rot empfindliche, ungefärbte Halogensilberschichten befinden. Nach der Belichtung werden alle 3 Schichten in n. Weise entwickelt, jedoch nicht fixiert, sondern das unverbrauchte Halogensilber in Ferrocyanid umgesetzt. Das letztere wird dann in der grün u. rot empfindlichen Schicht in der üblichen Weise mit Ferri- bzw. Uransalz blau u. rot getönt. Zuletzt wird der gelbe Farbstoff in der blauempfindlichen Schicht zerstört. (A. P. 2 320 108 vom 17/12. 1940, ausg. 25/5. 1943. E. Prior. 22/2. 1940.) Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 25/5. 1943. KALIX

○ **Latta Syndicate Ltd.**, übert. von: **Alan Gilbert Tull**, London, *Herstellung von Mehrfarbenfilmen*. In einer einzigen Halogensilberschicht werden in verschied. Tiefenzonen Bilder verschied. Farbe erzeugt, indem man zunächst neben bereits vorhandenen Silberbildern komplementäre Bilder aus Ferrocyanid erzeugt. Diese werden dann mit Ferri- bzw. Uransalz so getönt, daß in der obersten Zone ein blaues u. in der darunterliegenden Zone ein rotes Bild entsteht. (A. P. 2 320 109 vom 10/2. 1941, ausg. 25/5. 1943. E. Prior. 22/2. 1940. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 25/5. 1943.) KALIX

△ **Eastman Kodak Co.**, übert. von: **Hans T. Clarke** und **Gail Stampfli**, *Aufarbeitung abgespielter Filme*. Farbige Filmabfälle werden in einem chlorfreien Wasserbade mit einem $pH < 7$ suspendiert u. dann Ozon eingeleitet. (A. P. 2 364 343, ausg. 5/12. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3490.) KALIX

△ **Antonia Campaná Bandranas**, *Papier für photographische Dokumente*. Zur Verhütung nachträglicher Änderungen an photograph. Dokumenten wird das Papier 5 Min. lang in einer Leg. von Phensafranin 1: 10000 gebadet. (A. P. 2 364 337 vom 5/12. 1944. Ref. nach Chem. Abstr. 39. [1945.] 3490.) KALIX

○ **Republic Aviation Corp.**, Farmingdale, übert. von: **Benjamin Rudnick**, Huntington, N. Y., V. St. A., *Material zur Herstellung von gezeichneten Negativen für photomechanische Zwecke*. Das blattförmige Material besteht aus einer Trägerschicht, einer darauf befindlichen Leuchtschicht u. einer darüber ausgebreiteten Deckschicht. Die letztere ist so beschaffen, daß sie bei Bearbeitung mit einem Schreib- oder Zeichenstift entfernt wird u. die Leuchtschicht freigibt. (A. P. 2 321 046 vom 21/5. 1941, ausg. 8/6. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 8/6. 1943.) KALIX

○ **Alien Property Custodian**, übert. von: **Fritz Steube**, Leipzig, *Photographische Ton-, aufzeichnung*. Man verwendet einen Negativfilm mit 2 lichtempfindlichen Schichten, deren gemeinsame Schwärzungskurve bis zur D. 0,8 geradlinig verläuft u. dann weiterhin nicht geradlinig ansteigt. Die negative Tonaufzeichnung wird dann auf einen n. Positivfilm kopiert, so daß eine über ihre ganze Ausdehnung geradlinige Transparenzkurve entsteht. (A. P. 2 352 032 vom 17/2. 1942, ausg. 20/6. 1944. D. Prior. 12/8. 1940. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/6. 1944.) KALIX

○ **General Electric Co.**, New York, übert. von: **Clifford A. Nickle**, Schenectady, N. Y., V. St. A., *Blitzlichtpulver*, bestehend aus einem feingemahlten Gemisch von NaNO_3 u. Mg-Pulver, worin auf 1 Teil Nitrat $\frac{1}{2}$ — $1\frac{1}{2}$ Gew.-Teile Mg enthalten sind. (A. P. 2 316 358 vom 2/8. 1940, ausg. 13/4. 1943. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 13/4. 1943.) M. F. MÜLLER