

CHEMISCHES ZENTRALBLAT

**VOLLSTÄNDIGES REPERTORIUM
FÜR ALLE ZWEIGE DER REINEN UND ANGEWANDTEN CHEMIE**

GEGRÜNDET 1830

HERAUSGEBER: PROF. DR. MAXIMILIAN PFLÜCKE

1946

117. JAHRGANG

I. HALBJAHR · BAND 2

SEITE 571—1166

AKADEMIE-VERLAG GMBH · BERLIN 1949

Chemisches Zentralblatt

Der Anschluß an das Jahr 1944 wird hergestellt
durch die als Sonderbände erscheinenden

Ergänzungsbände und Register

Bisher sind erschienen:

Vierteljahresband 1945 · 1. Quartal (Nachdruck)	Preis: DM 55,—
Vierteljahresband 1945 · 2. Quartal	Preis: DM 55,— (einschl. Autoren- und Patentregister für das 1. Halbj. 1945)
Vierteljahresband 1945 · 3. Quartal	Preis: DM 55,—
Vierteljahresband 1945 · 4. Quartal	Preis: DM 55,— (mit Autoren- und Patentregister für das 2. Halbjahr 1945)
1946/Band 1	Preis: DM 46,—
1946/Band 2	Preis: DM 48,—
Formelregister 1943	Preis: DM 12,—
Formelregister 1944	Preis: DM 12,—
Sachregister 1943	Preis: DM 35,—
Sachregister 1944	Preis: DM 35,—
Autoren- und Patentregister 1944/II	Preis: DM 8,—

In Vorbereitung:

1946/Band 3 und folgende

Generalregister IX (Jahrg. 1935—1939) Teil IV:	Sachregister
Generalregister X (Jahrg. 1940—1944) Teil I:	Autorenregister
	Teil II: Patentregister
Generalregister X (Jahrg. 1940—1944) Teil III:	Formelregister
Generalregister X (Jahrg. 1940—1944) Teil V:	Sachregister
Trivialnamenregister	
Periodica Chimica	

Neudruck

Um den Verlust von Bänden des Chemischen Zentralblatts in den Bibliotheken, den Instituten, der Industrie u. ä. zu beheben, beabsichtigt der Verlag auch den Jahrgang 1944 nachzudrucken. Die Auflage wird nach den eingehenden Vorbestellungen bemessen. Wir bitten Interessenten, für:

- Vierteljahresband 1944 · 1. Quartal
- Vierteljahresband 1944 · 2. Quartal
- Vierteljahresband 1944 · 3. Quartal
- Vierteljahresband 1944 · 4. Quartal

möglichst bald ihre Vorbestellungen aufzugeben. (Preis auch dieser Vierteljahrsbände DM 55,— je Band)

Bestellungen an den Buchhandel oder an den Verlag erbeten

AKADEMIE-VERLAG · BERLIN NW 7

CHEMISCHES ZENTRALBLATT

VOLLSTÄNDIGES REPERTORIUM

FÜR ALLE ZWEIGE DER REINEN UND ANGEWANDTEN CHEMIE

GEGRÜNDET 1830

HERAUSGEBER: PROF. DR. MAXIMILIAN PFLÜCKE

1946

117. JAHRGANG

I. HALBJAHR · BAND 2

SEITE 571—1166

AKADEMIE-VERLAG GMBH · BERLIN 1949



P. 52/46/2

P. 88/61

Herausgeber und verantwortlich für den Inhalt: Prof. Dr. Maximilian Pflücke, Potsdam, Kastanienallee 35, Fernsprecher: Potsdam 5979 u. 6191, für den Verlag: H. Kaesser, Berlin. Verlag: Akademie-Verlag G. m. b. H., Berlin NW 7, Schiffbauerdamm 19, Fernsprecher: Sammelnummer: 42 55 71. Postscheckkonto: Berlin 350 21. Bestell- und Verlagsnummer dieses Bandes: 1007/117/I/Bd. 2. Bezugspreis: DM 48,—. Verantwortlich für den Anzeigenteil: Curt F. W. Schreiber, Berlin. Druck: Deutsche Wertpapier-Druckerei, Leipzig. M 301. Veröffentlicht unter der Lizenz-Nr. 196 der Sowjetischen Militärverwaltung in Deutschland.

Chemisches Zentralblatt

1946. I. Halbjahr

Nr. 9/10

Band 2

Geschichte der Chemie.

M. Isler, *Dr. Dr. h. c. Gadiant Engi*. Nachruf auf den am 19. 5. 1945 verstorbenen ehemaligen ersten Vizepräsidenten des Verwaltungsrats der CIBA. (Helv. chim. Acta 28. 897—900. 1/8. 1945.) 218.1

R. Tobler, *Die wissenschaftlichen Arbeiten Dr. Engis*. (Vgl. vorst. Ref.). Würdigung der Arbeiten Dr. ENGIS auf dem Gebiet der Küpenfarbstoffe. (Helv. chim. Acta 28. 901—11. 1/8. 1945.) 218.1

—, *Harald Pedersen*. 16. Jan. 1888—17. Jan. 1945. Nachruf auf den früheren Professor für Metallurgie an der Norweg. TH, den Erfinder des elektrotherm.-chem. Verf. zur kombinierten Gewinnung von Roheisen u. Al_2O_3 aus Bauxit. (Tidsskr. Kjemi, Bergves. Metallurgi 5. Nr. 2. 11—12. Febr. 1945.) 185.1

Lars W. Öholm, *Das Chemische Laboratorium an der Universität Helsingfors und seine Tätigkeit während der letzten fünfzig Jahre*. Bericht über die Entw. des Labor. unter besonderer Berücksichtigung der Unterrichtstätigkeit. (Suomen Kemistiseuran Tiedonantoja 52. 96—154. 1944. [Orig.: schwed.]) 185.2

A. A. Khairallah, *Outline of Arabic Contributions to Medicine and the Allied Sciences*. Beirut: American Press 1946. (228 S.) \$ 2.50.

A. Allgemeine und physikalische Chemie.

F. Ian G. Rawlins, *Die Physik der Gemälde*. Es werden die Mittel u. Methoden beschrieben, um die physikal. Eigg. von Bildern festzustellen. Die Unters. der besonderen Eigg. des verwendeten Materials wie Farben, Lacke, Öle wird getrennt von der des Bildkörpers als Ganzem. Das Studium der engen Beziehungen zwischen diesen beiden Untersuchungsarten ergibt wertvolle Hilfen zur Best. des Alters der Bilder. Es ist auch wichtig, den Aufstellungsort der Bilder hinsichtlich der besten physikal. Bedingungen (Staub u. Feuchtigkeit) zu wählen. Die physikal. Untersuchungsmethoden sind den chem. überlegen, weil sie keine Berührung des Bildes erfordern. Die physikal. Eigg. der verschied. Schichten eines Bildes (Träger, Grund-, Malschicht, Lackschicht) mit allen Variationen sind der Gegenstand des „Bildmechanik“ genannten wissenschaftlichen Gebietes. Die physikal. Hilfsmittel, wie Photographie mit polarisiertem Licht, mit UV- u. Ultrarotstrahlen, Röntgenstrahlanalyse, Mikroskopie, wie sie heute in den Laborr. der Galerien verwendet werden, u. die erforderlichen Apparaturen werden eingehend beschrieben. An einigen Beispielen wird der Fortschritt in der Kenntnis alter Bilder gezeigt. Die Verwendung von Klimaanlage am Aufstellungsort u. von schattenfreier künstlicher Beleuchtung mit Fluoreszenzlicht werden erörtert. (Rep. Progr. Physics 9. 334—48. 1942/43.) 417.10

Paul Niggli, *Isomerien und Substitutionen*, I. Mitt. *Molekulare Konfigurationen*. Die zunächst an den im Endlichen unabesätt. kristallinen Punkt- oder Teilchenkonfigurationen entwickelten Symmetriebetrachtungen gelten auch für die Teilchenkonfigurationen von endlicher Größe, die mol. Konfigurationen, und sollen Auskunft geben über geometr. gleichwertige Konfigurationen oder Zustände, Zahl u. Charakter symmetriegemäß verschied. Anordnungen oder Schwingungstypen, die Gleich- oder Ungleichwertigkeit, das heißt die Gliederungsmöglichkeiten oder Zähligkeiten von Teilchen oder Bindungszuständen, symmetriezerstörende oder symmetrieerhaltende Deformationsmöglichkeiten, Freiheitsgrade der Bewegungen, eindeutige oder vieldeutige Schemata usw. Die Kristallographie wird damit zu einem Sonderfall der Stereochemie. Die Darst. des Außenbaus der Atome ist in den Formen der Symmetrielehre ebenso möglich wie die nur auf diesem Wege erschöpfende Behandlung der Anordnung der Atome in einem Atomverband, das heißt der Frage der Substitutionen u. der Isomerien. Im ersteren Falle zeigt die Verteilungs- u. Symmetriebetrachtung sofort das Vorliegen von Polymorphie, wobei noch kompletierender Aufbau bzw. reduzierender Abbau zu negativ bzw. positiv aufgeladenen Zuständen führt, die isoster zu anderen neutralen oder aufgeladenen Atomen oder Radikalen sind u. so Verwandtschaftsbeziehungen offenbaren. Im zweiten Falle

werden mit Hilfe der Graphentheorie (wobei die geometr. Begriffe Koordinationszahl, Koordinationsschema [K.Sch.] u. Koordinationspolyeder eine valenzchem. Deutung erfahren müssen), der Kombinatorik u. der Symmetrietheorie mathemat. mit den erweiterten POLYaschen Symmetrieformeln oder geometr. durch fortlaufende Substitution bei gegebener Zahl der (substitutionsfähigen) Koordinationsstellen, gegebenem K.Sch. u. Koordinationspolyeder die zu erwartenden Isomerenzahlen bestimmt, oder es wird aus der bekannten Zahl der Isomeren bei weiterer Substitution der stereochem. Konstitutionsbeweis geführt, da die Isomererscheinungen bei verschied. Besetzung der Koordinationsstellen Aussagen über die Punktsymmetriegruppe u. das K.Sch. gestatten. Sind z. B. die Koordinationsstellen des hexaedr. K.Sch. mit dem Oktaeder als Koordinationspolyeder $= x$ u. wenn durch eine zweite Punktgruppe substituiert $= y$, so kann es bei diesem K.Sch. kein reelles Substitutionsprod. $5x, 1y$ geben, wohl aber z. B. $4x, 2y$. In $[\text{PtCl}_5(\text{OH})]$ müssen sich daher 4 von 5 Cl anders verhalten als eines. Die Formel muß lauten $[\text{PtCl}_4\text{Cl}(\text{OH})]^-$ oder geometr. $4x\ 1x'\ 1y$. Daher sind auch zwei chem. Formeln mit 4 Cl u. 2 OH vorzusetzen, je nachdem ob eines der 4 gleichwertigen oder ein singuläres Cl durch OH substituiert worden ist. Weitere ausführliche Beispiele mit 4-, 6- u. 8-Punkttern bei entweder asymm. oder höchstsymm. Koordinationspolyeder im Original. (Helv. chim. Acta 29. 991—1022. 1/8. 1946. Zürich, Eidg. TH, Mineralog.-petrograph. Inst.) 202.18

Robert D. Vold, *Der Polymorphismus und die Umwandlungen von wasserfreiem und wasserhaltigem Natriumstearat*. Mkr., dilatometr. u. mittels therm. Analyse wurden die verschied. Umwandlungen von *Natriumstearat* (I) untersucht. α -I wurde erhalten durch Krystallisation der Seife bei Raumtemp. aus einer Reihe von Lösungsmitteln einschließlich Äthanol, Pyridin, n-Amylalkohol u. 1,4-Dioxan. Die Proben enthielten durchweg weniger W. als $\frac{1}{2}$ H₂O entsprechen würde. α -I wandelt sich beim Erwärmen auf 52° in β -I um. Beim nochmaligen Erhitzen der gleichen Probe trat diese Umwandlung nicht mehr ein. Eine Probe mit nur 0,75% W. zeigte die α - β -Umwandlung ebenfalls nicht. Die Umwandlung ist monotropisch. Die Umwandlungswärme bei 52° ändert sich mit dem Wassergeh. der Probe; durch Extrapolation erhält man einen Wert von Null für einen Wassergeh. von ca. 0,6%. Eine weitere, u. zwar reversible Umwandlung $\beta \rightarrow \lambda$ erfolgt bei ca. 71° C; sie zeigt keine systemat. Änderungen mit dem Wassergehalt. I erleidet ferner eine Umwandlung bei ca. 90°, die oberhalb dieser Temp. beständige Phase bezeichnet Vf. mit „supercurd“. Beim Abkühlen bildet sich aus dieser Phase bei ca. 90° die γ -Phase, nicht dagegen die λ -Phase, während sowohl die γ - wie die λ -Phase bei ca. 90° in die „supercurd“-Phase übergehen. Oberhalb 90° treten noch die folgenden Phasenumwandlungen auf: bei ca. 115° die Umwandlung von der „supercurd“-Phase in die sogenannte „subwaxy“-Phase, die sich ihrerseits bei ca. 134° in die wachsartige Phase („waxy“) umwandelt. Bei ca. 208° erfolgt Umwandlung der „superwaxy“-Phase in die „subneal“-Phase u. bei ca. 238° die der „subneal“-Phase in die „neal“-Phase. (J. phys. Chem. 49. 315—28. Juli 1945. Los Angeles, Calif., Univ. of Southern California, Deptm. of Chem.) 110.18

G. Bruni, *Das Kohäsionsmolekulargewicht des Aluminiums an den Wendepunkten der Kurve thermische Ausdehnung — Temperatur*. (Vgl. C. 1943. I. 603.) Der Verlauf der Kurve des therm. Ausdehnungskoeff. in Abhängigkeit von der Temp. läßt bei Al 2 Kniepunkte erkennen, die bei +103 u. +475° liegen. Bei diesen Punkten wird ein einheitliches Mol.-Gew. angenommen. Es wird bei 103° zu ²⁷Al, bei 475° zu (²⁷Al)₈₁ berechnet. Die entsprechenden Molekulargeschwindigkeiten errechnen sich zu 517,87 bzw. 219,705 m/sec. Als Ursache der Plastizität bei Metallen nimmt Vf. an, daß die plast. Stoffe einen Molekularkörper haben, dessen Vol. von Druckänderungen stark abhängig ist. (Alluminio 11. 134—37. Sept./Okt. 1942. Parma, Ist. Tecn. M. Melloni.) 185.19

Michael Wales, Margaret Bender und J. W. Williams, *Sedimentationsgleichgewichte in polydispersen nicht idealen Lösungen*. Die Auswertung der Ergebnisse mit der Gleichgewichtszentrifuge (I) stoßen bei Lsgg. langkettiger Moll. auf Schwierigkeiten, da bei niederen Konz. Abweichungen vom HENRYschen Gesetz auftreten. Es wird eine Meth. entwickelt, diese Abweichungen vom idealen Verh. mit Hilfe der Ergebnisse von Messungen des osmot. Druckes zu berechnen, so daß die Mol.-Gew.-Verteilungskurve durch einen Vers. in der I ermittelt werden kann; ähnlich die Meth. von H. RINDE (Diss. Upsala 1928). (J. chem. Physics 14. 353—54. Mai 1946. Madison, Wis., Wisconsin Univ., Dep. of Chem.) 166.19

Donald Ray Martin und William Bruce Hicks, *Koordinationsverbindungen des Bortrichlorids*. III. Mitt. *Systeme mit Methylchlorid u. Äthylchlorid*. (II. vgl. C. 1947. 320; vgl. auch C. 1948. I. 1087.) Mittels therm. Analyse werden die Systeme von Bortrichlorid (I) mit Methylchlorid (II) u. mit Äthylchlorid (III) untersucht. I gibt mit II keine Verb.,

sondern ein Eutektikum bei 51,8 Mol-% I u. $-125,1^{\circ} \pm 0,4^{\circ}$. I u. III weist ein Maximum auf bei 66,7 Mol-% I u. $-115,8 \pm 0,4^{\circ}$ (Verb. $C_2H_5Cl: 2 BCl_3$) sowie 2 Eutektika bei 14,3 Mol-% I u. $-143,9 \pm 0,4^{\circ}$ u. bei 72,8 Mol-% I u. $-116,3 \pm 0,4^{\circ}$. (J. phys. Chem. 50. 422—27. Sept. 1946. Urbana, Univ. of Illinois, Noyes Chemical Labor.)

350.22

A. P. Belopolski, *Das reziproke wässrige System $Na_2SO_4-NH_4HCO_3-H_2O$* . Als Grundlage für die Verarbeitung von Na_2SO_4 u. Soda u. $(NH_4)_2SO_4$ untersucht Vf. die Isothermen des Syst. $Na_2SO_4-NH_4HCO_3-H_2O$ bei 15, 7, 0, -5, -5,9, -10 u. -17° . Die erhaltenen Diagramme werden nach verschied. Methoden ausgewertet. Am besten eignen sich für die prakt. Anwendung der Ausgangsstoffe die Punkte P_3 , an denen die Lsg. im Gleichgewicht mit den festen Phasen $NaHCO_3$, Na_2SO_4 , $(NH_4)_2SO_4 \cdot 4 H_2O$ u. NH_4HCO_3 steht. Infolge der starken Herabsetzung der Löslichkeit von Na_2SO_4 in Ggw. von NH_4 treten beim Arbeiten mit Gemischen, die diesen optimalen Isothermenpunkten entsprechen, bei der Absorptions- u. Carbonisationsstufe stets Suspensionen von Na_2SO_4 auf. Bei höheren Temp. ist eine bessere Ausnutzung der Ausgangsstoffe bei P_3 möglich. Der Ausnutzungskoeff. liegt niedriger als bei dem entsprechenden Syst. mit NaCl statt Na_2SO_4 , jedoch sind die auf NH_3 bezogenen Ausbeuten in beiden Fällen gleich. Durch graph. Auswertung läßt sich zeigen, daß Na_2SO_4 u. $(NH_4)_2SO_4$ durch Ausfrieren, bes. in Verb. mit Eindampfen, getrennt werden können, so daß eine theoret. 100% ig., prakt. 95—97% ig. Gewinnung des Na_2SO_4 möglich ist. (Труды Научного Института по Удобрениям и Инсектофунгицидам им. Самойлова [Arb. wiss. Ssamoilow-Inst. Düngemittel Insektofungicide] 1940. 7—56.)

185.22

A. P. Belopolski und W. W. Urussow, *Physikalisch-chemische Untersuchung der Carbonisierung wässrig-ammoniakalischer Lösungen von Natriumsulfat*. Vf. untersuchen das Syst. $Na_2SO_4-NH_3-CO_2-H_2O$ bei $32,5^{\circ}$ mit konstanter Ausgangskonz. an Na_2SO_4 (54 g/100 g H_2O). Die Löslichkeit von Na_2SO_4 in ammoniakal. Lsg. nimmt bei Ggw. von CO_2 stark zu. Die Höchstkonz. an Na_2SO_4 u. CO_2 ist durch den Beginn der Ausscheidung von $NaHCO_3$ bestimmt. Bei mittlerer NH_3 -Konz. schließt sich an die Löslichkeitskurve von Na_2SO_4 die der gleichzeitigen Sättigung an Na_2SO_4 u. $NaHCO_3$ u. dann an $NaHCO_3$ allein an. Bei dem Punkt der Sättigung von $(NH_4)_2CO_3$ -Lsg. mit Na_2SO_4 u. $NaHCO_3$ betragen die Konz. 40,6 g Na_2SO_4 , 11,2 g NH_3 , 14,5 g CO_2 je 100 g H_2O . Durch Vgl. mit dem Syst. $Na_2SO_4-NH_4HCO_3-H_2O$ ergibt sich als optimale Zus., bei der die Bldg. von Na_2SO_4 -Suspensionen vermieden wird: 41,6 g Na_2SO_4 , 10,1 g NH_3 , 13,4 g CO_2 je 100 g H_2O , entsprechend einer Endlsg. mit 18,9% $(NH_4)_2SO_4$, 8,7% Na_2SO_4 u. 10,1% NH_4HCO_3 ; bei der üblichen Zugabe von 13% Überschuß an NH_3 zum Ausgleich der Verdampfung ändern sich diese Werte in 18,5, 8,5 u. 10,2%. Diese Befunde werden experimentell bestätigt. Je höher die NH_3 -Konz. ist, desto weiter hinauf wird die Temp. des Krystallisationsbeginnes von $NaHCO_3$ bei gegebener Ausgangskonz. an Na_2SO_4 verschoben, bei gegebener NH_3 -Konz. liegt sie um so höher, je niedriger die Ausgangskonz. an Na_2SO_4 ist. (Труды Научного Института по Удобрениям и Инсектофунгицидам им. Самойлова [Arb. wiss. Ssamoilow-Inst. Düngemittel Insektofungicide] 1940. 65—85.)

185.22

L. A. Dahl, *Deutung der Phasendiagramme ternärer Systeme*. Zweck der vorliegenden Abhandlung ist die Angabe von Methoden zur Deutung von Phasendiagrammen unter besonderer Berücksichtigung industrieller Prozesse. Diese Arbeit befaßt sich nicht nur mit den idealen Bedingungen, bei denen die Abkühlung so langsam stattfindet, daß bei jeder Temp. ein Gleichgewichtszustand erreicht wird, bevor eine weitere Temperaturabnahme stattfindet (kontinuierliche Einstellung des Gleichgewichtszustandes während des Abkühlungsprozesses), sondern auch mit solchen Änderungen, welche eintreten, wenn die Temperaturänderungen so schnell vor sich gehen, daß sich die idealen Bedingungen nicht einstellen. Es werden Methoden entwickelt zur Best. der beim Gleichgewicht bei irgend-einer Temp. vorliegenden Phasen u. ihrer Mengenverhältnisse, ohne den Krystallisationsvorgang vom fl. Zustand aus zu verfolgen. Die Arbeit befaßt sich nur mit kondensierten Systemen, bei denen die festen Phasen prakt. unmischar sind. (J. phys. Chem. 50. 96—119. März 1946. Chicago, Ill., Portland Cement Ass. Res. Labor.)

350.23

A. I. Awgusstinik und O. K. Kurdewanidse, *Kinetik der polymorphen Umwandlung der Kieselsäure im Temperaturgebiet 1200—1500° C*. Der Ablauf der Umwandlung des Quarzes als bimol. Rk. bestätigt die Theorie von SMITS (Z. anorg. allg. Chem. 80. [1913.] 176) über das Vorhandensein zweier Molekulartypen des Christobalits. Die Quarzumwandlung ist vom kinet. Gesichtspunkt auf Grund des Durchlaufens der Zwischenstufe des Metachristobalits als Folgerk. anzusprechen. Für angenäherte Berechnungen der Geschwindigkeitskonstante K wird die Formel vorgebracht: $K = \frac{a}{D^{0,664}} - \frac{b \cdot 10^4}{T}$, in der D der Durchmesser der Quarzkörner in mm, T die absol. Temp., $a = 10,7$ für die

Quarzumwandlung, 11,3 für die Umsetzung mit 2% CaO u. 11,6 für die Chalcedonumwandlung ist u. *b* entsprechend = 3,16; 3,06; 3,02 ist. Die Umwandlung der Grundmasse (ca. 75%) des Quarzes in der Dinasschicht erfordert nur rund 27% der Zeit, die für die Typenerhitzung des Dinas gebraucht wird. (Журнал Прикладной Химии [J. appl. Chem.] 19. 1189—95. 1946.) 240.28

R. Audubert, *Mechanismus der Oxydation des Kohlenstoffs*. Bei Temp. unterhalb 1300° ist die Verbrennung von keiner Emission begleitet, u. die kinet. Unters. ergibt, daß die Aktivierung einzig u. allein das Ergebnis von Zusammenstößen ist. Bei Temp. oberhalb 1500° ist die Rk. von einer Emission ultravioletter Strahlung begleitet. Aus kinet. Unters. ergibt sich die Existenz einer Kettenreaktion. Die photogenet. Ergebnisse lassen, ausgehend von der Gesamtzahl der ausgesandten Photonen, die Länge der Kette berechnen; die so gefundene Zahl ist angenähert dieselbe wie die, die man aus kinet. Tatsachen ableiten kann. Aus den Vers. ergibt sich ferner das Auftreten von akt. CO₂-Moll., deren mittlere Lebensdauer bestimmt werden konnte. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 13. 201—02. März/April 1946.) 110.28

A. Gosselin, *Bemerkung zu der Arbeit von R. Audubert und Racz über die Emission von Strahlung bei der Verbrennung von Kohlenstoff*. AUDUBERT u. RACZ hatten bei der Verbrennung von Kohlenstoff Chemilumineszenz beobachtet mit zwei ausgesprochenen Maxima bei 2000 u. 2800 u. einer schwachen Emission bei 2350 Å. Die Autoren hatten als Quanten 150, 105 u. 128 cal pro Mol gefunden u. die Bildungswärmen 26 u. 94 cal für CO u. CO₂. Aus rein thermochem. Betrachtungen heraus hatte der Vf. gefunden: C—O = (C) + (O) + 26 = 152 cal, u. C—O₂ = 104 cal. Dies scheint anzuzeigen, daß die emittierten Photonen die in Freiheit gesetzte Energie bei der Vereinigung von freien Atomen C, O u. O₂-Moll. darstellen, die in Freiheit gesetzt worden sind entweder durch Aktivierung auf Grund der obigen Rkk. oder durch Absorption von Photonen oder durch therm. Dissoziation. Die wahrscheinliche Seltenheit solcher freier Atome erklärt die Schwäche der beobachteten Strahlung. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 13. 271. März/April 1946.) 110.28

Scott Anderson, *Der Mechanismus der natürlichen Oxydation von Aluminium, Eisen und Kupfer*. Die Theorie des Autors über den Mechanismus der elektrolyt. Oxydation von Al wird auf die natürliche Oxydation von Al, Fe u. Cu ausgedehnt. Es werden drei Zustände beim Wachsen einer Oxydationsschicht unterschieden u. dafür Gleichungen entwickelt. Im 1. Fall ist die mittlere freie Weglänge der wandernden Teilchen groß gegenüber der Dicke der Oxydschicht, im 2. Fall kleiner, im 3. Fall spielen Raumladungen keine beherrschende Rolle mehr bei der Oxydation. Die Prüfung der Gleichungen am Beobachtungsmaterial ergibt gute Übereinstimmung. (Physic. Rev. [2] 69. 52. 1/15. 1. 1946. Anderson Physical Labor.) 296.28

G. Valensi, *Über die Theorie von Brönsted*. Vf. bespricht die Unterschiede zwischen der Theorie von BRÖNSTED u. der klass. Theorie der Basen u. Säuren. Er stellt zunächst fest, daß die Theorie von BRÖNSTED keine explikative Theorie ist, welche ein neues Element in die aktuellen strukturellen Auffassungen bringt, als vielmehr eine Verallgemeinerung der mathemat. Form, die sich durch die Leichtigkeit der Rechnungen rechtfertigt; die Theorie von BRÖNSTED u. die klass. Theorie schließen sich keinesfalls gegenseitig aus, beide haben ihren Bereich, in welchem sie nützlich sind. Die klass. Theorie entspricht dem makroskop. Begriff der „chem. Gattung“, die sich in die Funktionen der „chem. Säure“ u. der „chem. Base“ verzweigen kann. Die Theorie von BRÖNSTED entspricht dem mikroskop. Begriff der „besonderen Gattung“, die sich in die Funktionen der „besonderen Säure“ u. der „besonderen Base“ verzweigen kann. (Bull. Soc. chim. France Mém. [5] 13. 200. März/April 1946.) 110.29

G. Emschwiller, *Die Definition der Säuren und Basen*. (Vgl. vorst. Ref.) Unter Bezugnahme auf die Ausführungen von VALENSI (vgl. l. c.) zeigt Vf., daß die klass. Anschauungen auf den antagonist. Rollen beruhen, die die Säuren u. Basen bei der Bldg. von Salzen bilden, wobei der saure Charakter der Bldg. des Anions, der bas. Charakter der Bldg. des Kations entspricht. Die Rkk. vollziehen sich offensichtlich durch Austausch von Sauerstoff oder von Wasserstoff, aber am häufigsten können sie nicht auf einen solchen Austausch in einem einheitlichen Sinne zurückgeführt werden. Die klass. Theorie hat die Gesamtheit der Tatsachen synthetisiert unter Zugrundelegung der prakt. unteilbaren Rolle, die das W. spielt. Die Tatsachen in anderen Lösungsmitteln sind nicht so reichhaltig, aber das Ergebnis besteht, daß die beiden Ionen des Lösungsm. je nach den Umständen befähigt sind, äquivalente Rollen zu spielen oder symm. Phänomene, die sich bei jeden von beiden wiederfinden. Die Auffassung von BRÖNSTED unterdrückt diesen Dualismus. Sie schließt in sich zwei verschied. Ideen, die eine, die den Begriff Säure

u. Base verallgemeinert, indem sie ihn von den Verbindungen auf die Teilchen ausdehnt, die andere, die ihn einengt, indem sie das Phänomen Säure-Base auf einen Wasserstoffaustausch zurückführt. Diese Verallgemeinerung scheint formaler Natur zu sein infolge der Unterschiede der Eigg. zwischen den nicht elektr. oder elektr. geladenen Teilchen, aber sie behauptet die Äquivalenz der empfindlichen Rollen, die die beiden Ionen jedes Lösungsm., oder allgemeiner, jeder Verb. spielen. Es ist nicht möglich, alles auf einen Wasserstoffaustausch zurückzuführen, ohne eine willkürliche Auswahl unter den Phänomenen zu treffen. Der Unterschied zwischen der Theorie von BRÖNSTED u. den üblichen Anschauungen rührt hauptsächlich von dieser künstlichen Einschränkung her, stets das Phänomen Säure-Base auf einen Wasserstoffaustausch zurückzuführen. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 13. 200—01. März/April 1946.) 110.29

Francis E. Fox, Karl F. Herzfeld und George D. Rock, Die Wirkung von Ultraschallwellen auf die Leitfähigkeit von Salzlösungen. Eine adiabate Kompression erhöht die Leitfähigkeit einer wss. Salzlsg. infolge des direkten Druckeinfl. u. der Temperaturerhöhung. Eine Ultraschallwelle verändert daher period. die Leitfähigkeit der Lösung. Wenn ein Stromfaden senkrecht zur Ausbreitungsrichtung der Welle verläuft, erzeugt der Wellenzug unter geeigneten Bedingungen ein Wechsellpotential, welches aufgenommen werden kann. Je at Druck u. Volt findet man in CuSO_4 etwa 220 μV . (Werden die Wellenlängen kleiner als die Querabmessungen des Stromes, nimmt der Effekt ab.) Dies erlaubt die Konstruktion eines bequemen, absol. Intensitäten anzeigenden Empfängers für die Unters. von Ultraschallfeldern in W. (Meer!), vorausgesetzt, daß die Frequenz nicht oberhalb 1,5 MHz liegt. (Für eine exakte Absoluteichung wird neben dem Einfl. der Frequenz wohl auch der von Konz. u. Temp. zu beachten sein.) (Physic. Rev. [2] 70. 329—39. 1/15. 9. 1946. Washington, D. C., Catholic Univ. of America, Dep. of Physics.) 283.60

Ellen Swomley Stewart, Dispersion der Geschwindigkeit und anomale Absorption von Schall in Wasserstoff. Die Geschwindigkeit u. Absorption von Schall in Wasserstoff werden bei Frequenzen ν von 3,855 MHz u. 6,254 MHz u. Drucken p von 1,00, 0,83, 0,67 u. 0,50 at gemessen; alle Beobachtungen werden bei 25° angestellt. Es wird Dispersion der Geschwindigkeit von 1321,9 m/sec bis 1382,0 m/sec u. anomale Absorption festgestellt; sie werden auf molar. Absorption zurückgeführt, welche vom Verlust der Rotationsfreiheitsgrade herrührt. Berechnungen liefern aus Geschwindigkeitsdaten für den Umbiegungspunkt der Dispersionskurve 10,95 MHz u. für den Gipfelpunkt der Absorptionskurve 10,0 MHz, aus Absorptionsdaten 16,1 u. 14,8 MHz. Die Relaxationszeiten für Drucke von 1 at ergeben sich entsprechend zu 1,9 bzw. $1,7 \cdot 10^{-8}$ sec. Das ν/p -Gesetz für die Schallgeschwindigkeit (gleiche Abhängigkeit von ν u. $1/p$) ist im Dispersionsbereich nicht streng gültig. (Physic. Rev. [2] 69. 632—40. 1/15. 6. 1946. Baltimore, Md., Johns Hopkins Univ., Rowland Physic. Labor.) 283.60

Karl Sollner, Die Anwendung von Schall- und Ultraschallwellen in der Kolloidchemie. Übersicht mit 86 Zitaten. (Chem. Reviews 34. 371—92. Juni 1944. Minneapolis 14, Minn., Univ. of Minnesota.) 101.60

Samuel Glasstone, Theoretical Chemistry. New York: D. van Nostrand. 1944. (VIII + 515 S. m. 59 Fig.) § 5.—

Julius Grant, Hack's Chemical Dictionary. 3rd ed. Philadelphia and Toronto: Blakiston Co. 1946. (925 S. m. Abb.) § 8,50.

A₁. Aufbau der Materie.

Eugène P. Wigner, Resonanzreaktionen und anomale Streuung. Vf. gibt eine Ableitung der Querschnittsformel für Kernrkk. u. Streuung. Er benutzt dazu nur zwei Annahmen: 1. Die Wellenfunktion des aus den kollidierenden Teilchen zusammengesetzten Kernes kann in dem in Frage kommenden Energieintervall in guter Näherung als unabhängig von der Energie u. damit als unabhängig von der Entstehungsgeschichte des zusammengesetzten Zustandes betrachtet werden. 2. Dieser Zustand soll eine lange Lebensdauer besitzen. Dabei haben die stoßenden Teilchen keinen Spin u. keinen Drehimpuls um den gemeinsamen Schwerpunkt. Die Energieabhängigkeit obiger Wellenfunktion wird für Resonanzstreuung u. -Rk. in erster Näherung bzgl. der Resonanzenergie berechnet. Eine zweite Näherung schätzt Vf. für Resonanzstreuung ab. Die Korrektur erweist sich als vernachlässigbar klein bis zu einem Energiebereich von 1 MeV, wenn die nächste Resonanzstelle sich in großem Abstand befindet. Die aus der ersten Näherung gewonnenen Querschnittsformeln haben größere Geltung als üblich u. enthalten ein Zusatzglied, das schon von BETHE angegeben wurde. Die Zerfallswahrscheinlichkeit ist als Funktion der Energie proportional der Geschwindigkeit der auslaufenden Teilchen. Schließlich wird der Querschnitt für den Fall berechnet, daß die kollidierenden Teilchen keinen Spin, aber ein

Drehmoment der Größe h besitzen. Die Zerfallswahrscheinlichkeit ist dann proportional der 3. Potenz der Geschwindigkeit der resultierenden Teilchen, für sehr kleine Energien jedoch dem Quadrat der Energie. (Physic. Rev. [2] 70. 15—33. 1/15. 7. 1946. Princeton, N. J., Princeton Univ.) 388.80

Eugène P. Wigner, *Resonanzreaktionen*. (Vgl. vorst. Ref.) Vf. dehnt seine früheren Betrachtungen über den Wirkungsquerschnitt in der Umgebung einer Resonanzstelle auf das Gebiet zwischen zwei Resonanzstellen aus. Er stellt für elast. u. unelast. Streuung eine Querschnittsformel auf, die in beiden Fällen ein Quotient von zwei Ausdrücken ist, die ihrerseits eine Summe von Reziproken von linearen Ausdrücken der Energie sind. Eine Näherungsformel für den Wirkungsquerschnitt der Energie wird angegeben, die Möglichkeit, daß die Reaktionsteilnehmer einen Spin haben, wird diskutiert. Eine Abschätzung ergibt, daß der Wirkungsquerschnitt zwischen zwei Resonanzstellen nur dann verschwindet, wenn rein elast. Streuung allein möglich ist. Im allg. sind jedoch mehrere Rkk. zugleich möglich, u. der Wirkungsquerschnitt verschwindet nie völlig. (Physic. Rev. [2] 70. 606—18. 1/15. 11. 1946. Princeton, N. J., Princeton Univ.) 388.80

Lloyd Smith und Gerhart Groetzinger, *Über die Aussendung positiver Teilchen bei β -Strahlern*. Bei zahlreichen früheren Unterss. auch anderer Autoren wurde festgestellt, daß die natürlichen u. künstlichen β -Strahler neben den negativen Elektronen auch leichte positive Teilchen aussenden, deren Ursprung in oder nahe bei dem β -Strahler zu suchen ist. Die Häufigkeit (ca. 0,01 je Elektron) schließt die Möglichkeit der Erzeugung bei der Paarbildg. aus. Vff. prüfen die von anderen Autoren gemachte Annahme, daß die Teilchen eine gegenüber den Elektronen wesentlich kleinere M. besäßen, mit Hilfe von Messungen des Impulsverlustes der von ^{32}P ausgesandten Strahlen in einer Nebelkammer nach. Die Messungen zeigen, daß die positiven Teilchen Sekundäre einer sehr durchdringenden, aus der Strahlenquelle stammenden Strahlung sein müssen; die Anzahl der positiven Teilchen hinter verschied. Absorbern gibt die Absorption der prim. Strahlung wieder. Wie für die Elektronen wird auch für die neuen positiven Teilchen der Energieverlust mit wachsender Energie größer gefunden. Aus der Tatsache, daß die beobachteten positiven Teilchen bei gleicher Teilchenenergie einen höheren Energieverlust als die Elektronen aufweisen, wird geschlossen, daß diese keine Positronen, sondern Teilchen größerer M. sind. Dies ist in Übereinstimmung damit, daß eine begleitende Vernichtungsstrahlung nicht gefunden wird. (Physic. Rev. [2] 70. 96—97. 1/15. 7. 1946. Columbus, O., Ohio State Univ.) 204.80

J. H. Coon und H. H. Barschall, *Winkelverteilung der durch Deuterium gestreuten 2,5 MeV-Neutronen*. Die Frage, ob die d-n- u. p-n-Streuung isotrop oder anisotrop ist, wird experimentell dadurch beantwortet, daß das Energiespekt. der gestoßenen Deutonen bzw. Protonen aufgenommen u. hieraus (vgl. BARSCHALL u. KANNER, C. 1941. II. 6) auf die Winkelverteilung der gestreuten Neutronen geschlossen wird. Diese Frage, die l. c. nicht endgültig beantwortet werden konnte, da das Auflösungsvermögen der Ionisationskammer zu klein war, wurde nach Beseitigung dieses experimentellen Übeldes mit folgendem Ergebnis beantwortet: a) d-n-Streuung: anisotrop mit ausgesprochener Bevorzugung der Rückstreuung; 15% der gestreuten Neutronen liegen in diesem Gebiet. Ergebnis deckt sich mit ungenaueren Nebelkammermessungen von KRÜGER u. a., die mit 2,6 MeV-Neutronen arbeiteten. b) p-n-Streuung: geringe Abweichung von der Isotropie. Bei großen Winkeln geringe Bevorzugung der Rückwärtsstreuung. (Physic. Rev. [2] 70. 592—96. 1/15. 11. 1946. Los Alamos, N. Mex., Los Alamos Labor.) 387.82

Richard G. Nuckolls, Carl L. Bailey, William E. Bennett, Thor Bergstrahl, Hugh T. Richards und John H. Williams, *Der Gesamtwirkungsquerschnitt der Streuung des Deuteriums und Sauerstoffs für schnelle Neutronen*. Um die Abhängigkeit der Wirkungsquerschnitte $\sigma_s(\text{D})$ u. $\sigma_s(\text{O})$ von der Neutronenenergie zu bestimmen, haben Vff. Streuungsmessungen beim Durchgang von Neutronen mit diskreten Energiebeträgen zwischen 0,35 u. 6,0 MeV durch H_2O u. D_2O durchgeführt. Theoret. gilt hierfür die Gleichung $I/I_0 = e^{-n\sigma_s x}$, (n = Zahl der Moll. pro cm^3 , σ_s = Gesamtwirkungsquerschnitt pro Mol. in cm^2 u. x = Dicke der zerstreulenden Substanz). Aus den berechneten Werten $\sigma_s(\text{H}_2\text{O})$ u. $\sigma_s(\text{D}_2\text{O})$ ermittelt man $\sigma_s(\text{H}) - \sigma_s(\text{D}) = \frac{\sigma_s(\text{H}_2\text{O}) - \sigma_s(\text{D}_2\text{O})}{2}$ Mit Hilfe der bekannten

Werte von $\sigma_s(\text{H})$ (BAILEY u. Mitarbeiter, C 1946. I. 427.) ergeben sich dann die Werte für $\sigma_s(\text{D})$ u. $\sigma_s(\text{O})$, $\sigma(\text{D})$ ist eine monoton fallende Funktion der Neutronenenergie, während der Verlauf der Kurve für $\sigma_s(\text{O})$ auf Resonanzerscheinungen bei der Wechselwrgk. der Neutronen mit den O-Kernen schließen läßt. (Physic. Rev. [2] 70. 805—07. 1/15. 12. 1946. Minneapolis, Minn., Univ. of Minnesota.) 333.82

R. D. O'Neal, *Verlangsamung von Neutronen niedriger Energie in Wasser*. II. Mitt. *Bestimmung der Neutronenenergie*. (I. vgl. C. 1943. I. 247.) Vf. hat eine neue Meth. zur Best. von Neutronenenergien, die bes. brauchbar bei Energien unter 500 keV ist, entwickelt u. angewandt. Sie hat den Vorzug großer Einfachheit u. sollte auch anwendbar sein bei Neutronenenergien unter 100 keV, die mit anderen Methoden nicht bestimmt werden können. Die Arbeit enthält eine Beschreibung der App. u. des Meßvorganges. Das Verf. besteht in der Verlangsamung der Neutronen von Quellen, die in W. stehen, u. der Messung der Verteilung von D-Gruppen-Neutronen. Die Energien der von Y(100d) + Be u. Sb(60d) + Be emittierten γ -Strahl-Neutronen sind zu 220 ± 20 keV bzw. 100 ± 20 keV gefunden worden. Diese Werte stimmen mit früheren Meßergebnissen anderer Methoden überein. (Physic. Rev. [2] 70. 1—4. 1/15. 7. 1946. Urbana, Ill., Univ. of Illinois.)

333.82

S. Bernstein, *Über die Existenz einer Resonanzabsorption von Neutronen in Graphit*. Um festzustellen, ob eine bemerkenswerte Resonanzabsorption in Graphit besteht oder nicht, umgab Vf. eine Ra—Be-Strahlungsquelle mit einer Graphitsphäre. Um diese wurde eine dünnere kugelförmige Graphitschale gelegt. Die Graphitschale wiederum war von einer Paraffinschale umgeben. Absorptionsmessungen wurden durchgeführt: 1. für alle 3 Schalen, 2. für die beiden äußeren, 3. für die äußerste Schale allein. Die Differenz zwischen den Zahlen der absorbierten Neutronen ist ein Maß der untersuchten Resonanzabsorption. Die Resultate besagen, daß, wenn eine Resonanzabsorption vorliegt, höchstens 5% aller Neutronen von der inneren Graphitschicht absorbiert würden. (Physic. Rev. [2] 70. 107. 1/15. 7. 1946. Oak Ridge, Tenn., Clinton Laborr.)

333.82

J. H. Manley, L. J. Haworth und E. A. Luebke, *Die Geschwindigkeitsabhängigkeit der Absorption langsamer Neutronen in Bor*. Neutronen von 2,5 MeV werden in einem umgebenen Paraffinwürfel von 14 cm Kantenlänge abgebremst. Die langsamen Neutronen (Geschwindigkeitsbereich 1—10 km/sec) zeigen eine angenäherte MAXWELL-Verteilung mit einer „Temp.“ von 400° absol. Oberhalb 3,5 km/sec sind die gemessenen Werte größer als die theoretischen. Die Absorption der Neutronen in Bor ist in dem Intervall von 1—10 km/sec der Geschwindigkeit umgekehrt proportional. (Physic. Rev. [2] 69. 405—11. 1/15. 5. 1946. Urbana, Ill., Univ. of Illinois, Dep. of Physics.)

283.82

John Marshall, *Gesamtwirkungsquerschnitte verschiedener Stoffe für Indiumresonanzneutronen*. Mit Hilfe eines gerichteten Neutronenstrahles (Streuwinkel nicht größer als 6°, was durch eine Indiumfolie als Detektor registriert wurde) u. eines vorgesetzten Indiumfilters hat Vf. die Gesamtwirkungsquerschnitte verschied. Stoffe für Indiumresonanzneutronen gemessen. Die beobachteten Querschnitte waren (in Einheiten von 10^{-24} cm²): C — 4,84, Be — 6,10, D₂O — 10,30, H₂O — 44,4, Al — 1,46, BeO — 10,1, Pb — 11,39; BF₃ — 107, F (in C₇F₁₀) — 3.7. (Physic. Rev. [2] 70. 107. 1/15. 7. 1946. Argonne Lab.)

333.82

B. J. Moyer, B. Peters und F. H. Schmidt, *Absorption langsamer Neutronen in Cd-Isotopen*. Zur Zeit sind Unterss. im Gange, um die Absorption langsamer Neutronen in verschied. Cd-Isotopen zu untersuchen. Cd-Proben wurden mit massenspektroskop. Methoden mit bestimmten Isotopen angereichert. Cd-Isotopen-Sulfate wurden hinsichtlich der Absorption mit gewöhnlichem CdSO₄ verglichen. Nur dieses u. das ¹¹³CdSO₄ zeigten Absorption. Es wird geschlossen, daß die starke Absorption des gewöhnlichen Cd auf dem Resonanzfang des ¹¹³Cd beruht. (Physic. Rev. [2] 70. 446. 1/15. 9. 1946. Berkeley, Calif., Univ. of California, Radiation Labor.)

387.82

K. R. MacKenzie und F. H. Schmidt, *Frequenzmodulation für das 37-in.-Berkeley-Cyclotron*. Die techn. Einzelheiten der Frequenzmodulation für das 37-in.-Berkeley-Cyclotron bis 2000 Hz werden kurz referiert. (Physic. Rev. [2] 70. 445. 1/15. 9. 1946. Berkeley, Calif., Univ. of California, Radiation Labor.)

204.85

Byron T. Wright und J. Reginald Richardson, *Charakteristische Daten des frequenzmodulierten Cyclotrons*. Die Abhängigkeit der Strahlstärke im Cyclotron von der Frequenzmodulation, dem Innendruck u. der Duantenspannung wird kurz diskutiert. (Physic. Rev. [2] 70. 445. 1/15. 9. 1946. Berkeley, Calif., Univ. of California, Radiation Labor.)

204.85

E. J. Lofgren und B. Peters, *Beschreibung eines frequenzmodulierten Cyclotrons und Diskussion der Strahlablenkung*. Zur Prüfung der Theorie des frequenzmodulierten Cyclotrons, nach welcher die relativist. Schwierigkeiten bei großen Cyclotrons behoben werden können, werden Verss. an einem Modell mit einem 37-in.-Magnetron ausgeführt. Die engere Lage der Bahnen u. die Ablenkung des Strahles (bis zu 10% des Gesamtstrahles) für den Beschuß werden diskutiert. (Physic. Rev. [2] 70. 444. 1/15. 9. 1946. Berkeley, Calif., Univ. of California, Radiation Labor.)

204.85

Leslie Foldy und D. Bohm, *Wirksamkeit des frequenzmodulierten Cyclotrons*. Ref. einer theoret. Arbeit zur Berechnung der Wirksamkeit der Frequenzmodulation im Cyclotron ohne nähere Angaben. (Physic. Rev. [2] 70. 445. 1/15. 9. 1946. Berkeley, Cal f. Univ. of California, Radiation Labor.) 204.85

Edwin M. McMillan, *Das Synchrotron. — Der Entwurf einer Apparatur zur Erzeugung hoher Energie durch Partikelbeschleunigung*. Eine der wirksamsten Methoden zur Beschleunigung geladener Teilchen ist im Cyclotron angewandt worden. Der Grundgedanke ist, daß man die zu beschleunigenden geladenen Teilchen sehr oft nacheinander durch eine Spannung gleichsinnig beschleunigt. Dies tritt ein, wenn die Winkelgeschwindigkeit des Teilchens gleich der Kreisfrequenz der elektr. Wechselfeldspannung ist. Bei vielen Teilchen ist es nur schwierig, diese Übereinstimmung zu halten, bes. wenn relativist. Massenänderungen merkliche Winkelgeschwindigkeitsänderungen hervorrufen. Um diese Schwierigkeit zu überwinden, benutzt Vf. eine Phasenstabilität gewisser Kreise im Cyclotron. Im Mittelpunkt der Betrachtungen steht die sogenannte „Gleichgewichtsenergie“. Sie liegt vor, wenn die Winkelgeschwindigkeit übereinstimmt mit der Frequenz des elektr. Feldes. Dieser Gleichgewichtswert hängt ab von der Größe des magnet. Feldes u. der Frequenz der Wechselfeldspannung. Die vorliegende Arbeit enthält genaue theoret. Berechnungen der neuen Apparatur. Mit dem Synchrotron kann man sehr hohe Energien erreichen, wobei die Materialkosten relativ gering sind. Die Konstruktion eines 300-MeV-Synchrotrons ist im Strahlungslabor. der Univ. in Berkeley geplant. (Physic. Rev. [2] 68. 143—144. 1/15. 9. 1945. Berkeley, Calif., Univ. of California.) 333.81

Arnold F. Clark, *Magnetische Felder an den Duanten im Synchrotron*. Die Meth. zur Ausmessung kleiner Änderungen im magnet. Wechselfeld mit dem Oscillographen (vgl. vorst. Ref.) wurde zur Best. des Einfl. des Wirbelfeldes benutzt, das durch die Metallduanten (DEEs) verursacht wird. Kurze Diskussion der Einzelheiten. (Physic. Rev. [2] 70. 444. 1/15. 9. 1946. Berkeley, Calif., Univ. of California, Radiation Labor.) 204.81

David M. Dennison und T. H. Berlin, *Die Stabilität der Teilchenbahnen im Synchrotron*. Es wird die Stabilität der Elektronenbahnen in einem Synchrotron mit einer frequenzmodulierten Schwingung (zur Erzielung eines homogenen Bahnradius) durch sukzessive Approximation der (sehr komplizierten) Bewegungsgleichungen in nullter u. erster Ordnung untersucht. Dabei werden eine Einbringgeschwindigkeit der Elektronen > 25000 eV u. eine Endgeschwindigkeit bis zu 200 MeV vorausgesetzt. Die Amplituden der Schwingungen der Teilchen um die Grundbahn werden berechnet u. unter gewissen Bedingungen mit zunehmender Teilchenenergie abnehmend gefunden. Eine eingehende Diskussion der Störungs- u. Streueinflüsse zeigt den Anwendungsbereich der verwendeten Näherungen. (Physic. Rev. [2] 70. 58—67. 1/15. 7. 1946. Ann Arbor, Mich., Univ. of Michigan, Randall Labor. of Physics.) 204.81

L. S. Skaggs, G. M. Almy, D. W. Kerst und L. H. Lanzl, *Herausführen des Elektronenstrahles aus dem Betatron*. Für das Ablenken des Elektronenstrahles im Betatron wird ein Eisenkanal vorgeschlagen. Dieser wird einige Zentimeter von der Gleichgewichtsbahn etwas außerhalb des Punktes, an welchem das Magnetfeld mit $1/r$ abnimmt, so eingebracht, daß seine Richtung tangential zur Bahnrichtung liegt. Testungen zeigen, daß der aus dem Kanal austretende Strahl kaum von Röntgenstrahlung begleitet ist u. die Elektronengeschwindigkeit der theoret. entspricht. (Physic. Rev. [2] 70. 95. 1/15. 7. 1946. Chicago, Ill., Michael Reese Hosp.) 204.81

J. L. Mc Kibben, D. H. Frisch und J. M. Hush, *Regeleinrichtung für die Konstanthaltung des Ionenstrahles einer 2,5-MeV-Van de Graaff-Apparatur*. Für die Konstanthaltung des Ionenstrahles einer VAN DE GRAEFF-Hochspannungsanlage wird eine Regelung durch die Entladung (Korona) selbst vorgeschlagen, die ca. 15 mal genauer als die bisherige ist, die den Ladungsstrom auf dem Band kontrollierte. Kurze Angabe der techn. Daten ohne Einzelheiten. (Physic. Rev. [2] 70. 117. 1/15. 7. 1946. Los Alamos Labor.) 204.85

L. W. Nordheim, *Pilekinetik*. Für eine nicht im Gleichgewicht befindliche Pile können die Bewegungsgleichungen aufgestellt werden, die als Variable die Pileenergie, die Zahl der emittierten gebremsten Neutronen u. die Piletemp. enth. Die Koeffizienten hängen von der mittleren Lebensdauer der Pileneutronen, von den Fraktionen u. Perioden der gebremsten Neutronen, die Temperaturkoeffizienten von der gegenseitigen Wechselwrkg. u. ähnlichen Faktoren ab. Das vorübergehende Verh. der Pile bei Reaktionsänderungen wurde für Kontroll- u. Sicherheitszwecke untersucht. Eine Anzahl Fälle kann explizit gelöst werden. Eine allg. Lösungsmeth. der Pile leichungen ist für kleine Abweichungen vom Gleichgewichtszustand gültig. Für diesen Fall kann die Pile-Impedanz analog der in der elektromagnet. Theorie definiert werden. (Physic. Rev. [2] 70. 115. 1/15. 7. 1946. Clinton Labor.) 286.85

R. Scalettar und L. W. Nordheim, *Theorie der Pilekontrollstäbe*. Ein Kontrollstab absorbiert Neutronen u. vermindert die Pileneutronen durch die Abnahme der Neutronendichte in dessen Nachbarschaft. Um die Kontrollwrkg. der krit. Pilebedingungen zu bestimmen, kann der Absorber als die Ursache von Singularitäten der Neutronendichte angesehen werden. Die Größe einer solchen Singularität wird durch die Grenzbedingungen an der Oberfläche eines schwarzen oder nichtschwarzen Absorbers bestimmt u. ihre Ordnung durch die Geometrie des Problems. Die allg. Lfsung der Pilegleichungen kann durch eine Summe einer regulären Lösung u. der die Singularitäten enthaltenden Lösung ausgedrückt u. diese Gesamtlösung kann den Grenzbedingungen angepaßt werden. Auf diese Weise wurde die Wrkg. der Größe u. Lage der Kontrollstäbe auf die Rk. in der Pile, auf die Neutronenverteilung u. die gegenseitigen Wrkgg. der Kontrollstäbe sowohl durch eine therm., als auch eine Zweigruppentheorie untersucht. (Physic. Rev. [2] 70. 115. 1/15. 7. 1946. Clinton Labor.) 286.85

Harry Soodak, *Pilestörungstheorie*. Die Best. der krit. Größe u. der Neutronenverteilung in einer Pile stellt ein charakterist. Eigenwertproblem dar. Exakte Lsgg. sind nur für einfache Geometrien u. gleichmäßige Pilestruktur möglich. Andere Fälle können mit der Störungstheorie ähnlich der RALEIGH-SCHRÖDINGERSchen Meth. behandelt werden. Der einfachste Fall betrifft den lokalisierten Absorptionseffekt. Dieser Effekt auf die krit. Größe in einfachen Piles erweist sich als proportional dem Quadrat der Neutronendichte an den betrachteten Lagen, die als statist. Faktoren für beliebige Verteilung angesehen werden können. Bei der nächsten Näherung kann die Störung der Neutronenverteilung abgeschätzt werden. Andere Probleme, die damit behandelt werden können, sind zusammengesetzte Piles mit teilweise verschied. Eigg., unregelmäßige Pileformen u. nichtkrit. Pileperioden. Ein systemat. Schema für nichthomogene Piles enthält die Einführung von Näherungsgleichungen u. Lsgg. für die Neutronenverteilung in der Pile. (Physic. Rev. [2] 70. 115. 1/15. 7. 1946. Clinton Labor.) 286.85

S. M. Dancoff, *α -Teilchen kurzer Reichweite bei der natürlichen Radioaktivität*. Betrachtungen über die bei der natürlichen Radioaktivität auftretenden Feinstrukturen der α -Strahlen werden angestellt. Es werden nur solche Teilchen betrachtet, deren Energie kleiner ist als die der Übergänge zwischen den Grundzuständen der Eltern- u. Tochterkerne. Am wichtigsten erscheint der Energieverlust eines α -Teilchens durch Anregung des zurückbleibenden Kerns. Dieses ist der Fall bei der elektrost. Wechselwrkg. zwischen α -Teilchen u. Kernmaterie. Die Wahrscheinlichkeit der Anregung von Kerndipolübergängen wurde zu 1 geschätzt, wenn die Übergangsenergie etwa 100 keV beträgt. Quadrupolübergänge werden dabei auch stark angeregt sein. (Physic. Rev. [2] 70. 116. 1/15. 7. 1946. Univ. of Illinois.) 286.90

Allen F. Reid und Albert S. Keston, *Langlebiges Radiojod*. Durch 40std. Bestrahlung mit 14,5-MeV-Deutonen aus dem MIT-Cyclotron von Te wurde Radiojod erhalten u. chem. gereinigt. Die Absorptionscharakteristika wurden mit Cu-, Al-, Ag-Folien bestimmt, entsprechend einer Äquivalentenergie von 27,0 keV (entsprechend der K α -Strahlung von Te; K-Einfang durch Jod.). Eine Emission von Teilchen mit einer maximalen Energie von 0,1 MeV wurde beobachtet, jedoch keine γ -Strahl Emission. Für J₂ wurde als Halbwertszeit 56 Tage gefunden, u. 235 Tage nach der Bestrahlung wurde noch eine Aktivität von 930 μ Curie, entsprechend 10 n Curie bei Bestrahlungsende beobachtet. Außerdem wurde eine Aktivität mit einer Halbwertszeit größer als 200 Tage festgestellt, die zum Te gehört. Ein mögliches Bildungsschema wird angegeben. (Physic. Rev. [2] 70. 987-88. 1/15. 12. 1946. New York, Univ.) 286.90

M. L. Wiedenbeck, *Radioaktive Isotope im Columbium (Niob)-Gebiet*. Von der „Rochester Gruppe“ (SEABORG, Rev. mod. Physics 16. [1944.] 13) wurde über eine Anzahl aus Zr durch (p,n)-Rkk. gewonnener akt. Nb-Isotope mit den Halbwertszeiten 4 Min., 12 Min., 38 Min., 21 Stdn., 96 Stdn., neben den bereits bekannten Isotopen ⁹³Nb (40 Tage), ⁹²Nb (11 Tage), ⁹⁴Nb (6,6 Min) u. ⁹⁵Nb (75 Min.) berichtet. — Vf. hat nun durch kurzzeitige Bestrahlung von Nb-Metallfolien mit 10 MeV-Deuteronen in ⁹⁴Nb eine 6,6 Min.- β -Aktivität u. eine 18 Min.- u. 6,5 Stdn.- β^+ -Aktivität festgestellt. Die beiden letzteren Perioden können isomeren Zuständen von ⁹³Mo, die durch ⁹³Nb (d,2n) entstehen, zugeordnet werden. Mit Deutonen beschossenes Mo zeigte auch eine 18 Min.- u. 6,5 Stdn.- β^+ -Aktivität u. eine 15 Min.- u. 68 Stdn.- β^- -Aktivität. Verlängerte 10 MeV-Deutonenbestrahlung eines Pakets von Nb-Folien lieferte eine starke Aktivität der dem Strahl zugewandten Schichten, aber nahezu keine derjenigen Folien, die nicht vom Deutonenstrahl durchsetzt wurden. Die Zerfallskurve zeigt ⁹²Nb (11 Tage) u. ⁹²Nb (21,6 Stdn.). Nebelkammerbeobachtungen zeigten, daß ⁹²Nb β^- emittiert, deren Energie sich aus Absorptionsmessungen in Al zu 1,2 MeV ergab. Auch γ -Strahlen von 0,6 MeV werden von ⁹²Nb

emittiert. Die 11 Tage- u. 21,6 Stdn.-Aktivität haben ähnliche Anregungsfunktionen mit einer Schwellenenergie von ungefähr 5—6 MeV. Daraus wird geschlossen, daß ^{92}Nb (11 Tage) durch die Rk. $^{92}\text{Nb}(d,^3\text{H})^{92}\text{Nb}$ entsteht. Nb mit langsamen Neutronen beschossen ergab nur die 6,6 Min.-Aktivität. Die 21,6 Stdn.-Aktivität wird deshalb einem isomeren Zustand des ^{92}Nb , durch $^{92}\text{Nb}(d,^3\text{H})^{92}\text{Nb}$ erzeugt, zugesprochen. (Physic. Rev. [2] **70**. 435. 1/15. 9. 1946. Ann Arbor, Mich., Univ. of Michigan, Randall Labor. of Physics.) 387.90

W. Y. Chang, *Kurzreichweitige Po- α -Strahlen*. Mit einem großen α -Teilchen-Spektrographen wurden die weichen Gruppen der Po- α -Strahlen ausgemessen. Die 3 Meßreihen unterscheiden sich in den Ergebnissen um höchstens 0,2 MeV; der Untergrund auf den Meßplatten war äußerst minimal. Die Energien der 12 gefundenen Gruppen werden durch Vgl. mit der Hauptgruppe bestimmt u. tabuliert; aus diesen Daten kann man auf die Energieniveaus des ^{206}Pb -Kernes schließen (vorl. Mitt.) (Physic. Rev. [2] **67**. 267. 1/15. 4. 1945. Princeton, N. J., Princeton Univ., Palmer Physical Labor.) 204.90

N. Feather, *Die Anregungswahrscheinlichkeit des ^{206}Pb -Kernes beim α -Zerfall des Poloniums*. CHANG (vgl. vorst. Ref.) schloß auf Grund eines Vgl. seiner Meßergebnisse mit den Unterss. anderer Autoren, daß die beim Po gefundenen α -Teilchen-Gruppen hinsichtlich ihrer Energie u. Intensität mit den entsprechenden γ -Gruppen verträglich sind. Diese Feststellung wird für die Teilchenenergien anerkannt, für die Intensitäten einer Kritik unterzogen. Aus bereits vorliegenden Messungen ergibt sich eine Diskrepanz (um wesentlich mehr als eine Größenordnung) der verglichenen Intensitäten. u. es wird angenommen, daß der Einfl. des β -Strahlers ^{206}Tl , der zum gleichen Restkern führt, für diese Diskrepanz verantwortlich zu machen ist, da eine γ -Kaskadenstrahlung unwahrscheinlich ist. (Physic. Rev. [2] **70**. 88—89. 1/15. 7. 1946. Edinburgh, Scotland, Dep. of Natural Philosophy.) 204.90

Richard J. Hayden und **Mark G. Inghram**, *Die Massenzuordnung für das 46-Stunden-Samarium und das 9,2 Stunden-Europium im Massenspektrographen*. In einem Massenspektrographen wurde eine mit langsamen Neutronen zur Erzeugung der 46 Stdn.-Sm-Aktivität beschossene salpetrigsaure Lsg. von Sm_2O_3 zur Massenbest. gebracht. Als Aufwäger diente eine photograph. Platte, die nach „Belichtung“ auf eine zweite Platte gelegt wurde, um die Aktivitäten zu bestimmen. Während die erste Platte das n. Sm-Spektr. ($\text{Sm}^+ \text{ u. } \text{SmO}^+$) zeigte, fanden sich auf der zweiten Platte nur Spuren für die MM. 153 u. 169, die dem ^{153}Sm u. $^{153}\text{Sm}^{150}$ zugeschrieben werden, so daß die gesuchte 46 Stdn.-Aktivität dem ^{153}Sm zugeordnet werden muß. — Auf die gleiche Weise konnte die 9,2 Stdn.-Aktivität des Eu dem ^{152}Eu zugeordnet werden. (Physic. Rev. [2] **70**. 89. 1/15. 7. 1946. Chicago, Ill., Univ. of Chicago, Metallurgical Labor.) 204.90

S. Rosenblum und **W. Y. Chang**, *Ein einfaches Zählsystem für α -Strahlen-Spektren*. Der Zähler besteht aus einer Messingplatte. Parallel zu ihr sind im Abstand von 1,5 mm W-Drähte gespannt u. auf +3000 Volt gegen die Platte aufgeladen. Der Zähler arbeitet in Luft von Atmosphärendruck u. spricht auf α -Strahlen, nicht dagegen auf starke β - u. γ -Strahlen an. Gegenseitige Beeinflussung der benachbarten W-Drähte wird durch Trennungswände aus Al verhindert. Zur Ausmessung von α -Strahlenspektren wird das Syst. in ein ablenkendes Magnetfeld gesetzt. (Physic. Rev. [2] **67**. 58. 1/15.1. 1945. Princeton, Univ.) 194.91

W. Y. Chang, *Eine Untersuchung von α -Strahlen-Spektren mit dem Cyclotronmagnet* (Vgl. vorst. Ref.) Es wurde ein α -Strahlen-Spektrograph konstruiert, der aus dem Princeton-Cyclotronmagnet u. einer Ablenkammer aus Plexiglas besteht, in der die α -Teilchen auf einen Halbkreis von maximal 75 cm Durchmesser gebogen werden. Die Ausmessung des Magnetfeldes geschieht durch eine Waage mit $1/10000$ Genauigkeit. Magnetfeldänderungen- und Stärkekontrollen erfolgen durch eine nicht lineare Ablenkspule, von deren Spiegel ein Lichtstrahl auf eine Differentialphotozelle fällt, die den Erregerstrom reguliert. Der Nachw. der α -Strahlen erfolgt durch ein Zählsystem (nach ROSENBLUM u. ARANG), durch Photographie oder durch Trümmerspurennachw. in Photoplaten. Die Halbwertsbreite ist kleiner als 0,5 mm entsprechend 0,01 MeV. (Physic. Rev. [2] **67**. 58—59. 1/15.1. 1945. Princeton, Univ.) 194.91

E. D. Klema und **H. H. Barschall**, *Sättigungscharakteristiken für α -Teilchen in gereinigten Gasen*. Aufgenommen wurden die Sättigungskurven für α -Strahlen in N_2 , Ar u. einem Gemisch von Ar u. H_2 . Die Versuchsdrucke in der Ionisationskammer betragen 1, 2 u. 3 at. Gefunden wurde, daß auch ungereinigtes Ar u. N_2 eine Sättigung bei sehr viel niedrigeren Feldstärken zeigten als z. B. Luft. Reinigung der Gase bewirkte eine merkliche Erniedrigung der für die Sättigung erforderlichen Feldstärken. (Physic. Rev. [2] **63**. 18—23. 1/15.1. 1943. Lawrence, Kansas, Univ., Dep. of Physics.) 110.91

G. Wataghin, *Die statistische Mechanik der bei Höhenstrahlungsexperimenten auftretenden Prozesse*. Einige Prozesse, wie sie bei den Höhenstrahlen auftreten, sind irreversibel wegen der sukzessiven Erzeugung von mehreren Teilchen u. der Instabilität der Mesonen. Treibt man hier thermodynam. Statistik ($kT > 10^6 = 2 mc^2$), so findet man ein von den gewöhnlichen thermodynam. Gesetzen gänzlich verschied. Verhalten. Thermodynam. Gleichgewicht zwischen Lichtquanten, Elektronen u. Nukleonen vorausgesetzt, ergibt bei plausiblen Annahmen über die statist. Gewichte nach der PLANCKSchen Formel einen Widerspruch zur Irreversibilität der Stoßprozesse energiereicher Photonen. Werden aber die statist. Gewichte so eingeführt, daß die Gesamtzahl der Quantenzustände endlich bleibt, dann verstößt dieser Gedanke zwar gegen die Grundannahmen über die gleichgroße Wahrscheinlichkeit gleichgroßer Gebiete im Phasenraum, stimmt aber mit der Annahme des Bestehens einer neuen zusätzlichen Unbestimmtheit in Gebieten relativ großer Momente überein. Wie die entsprechenden Vertauschungsrelationen möglicherweise lauten können, will der Vf. in einer späteren Arbeit untersuchen. Die Eigenwerte sind prinzipiell unkontrollierbar wegen des Auftretens von Neutrinos bzw. der Rkk. auf das Feld der Gravitationsquanten. Neue Energietransformationen sind nach Diskussionen über Höhenstrahlphänomene zu erwarten. (Physic. Rev. [2]. 64. 248. 1/15. 10. 1943. Sao Paulo, Brasilien, Univ.) 126.100

D. W. Skobelzyn, *Über die Arbeiten der Pamir-Expedition des Physikalischen Institutes der Akademie der Wissenschaften im Jahre 1944 zur Untersuchung der kosmischen Strahlung*. Zweck der Pamir-Expedition der Atomkernlabors war die Förderung des Studiums der Kernprozesse im Gefolge der Höhenstrahlung. Nach einleitenden Ausführungen über Natur u. Probleme der Höhenstrahlung wird über einige der Arbeiten der Expedition in 3680 m Höhe berichtet, es werden die Meßmethoden skizziert u. Ergebnisse mitgeteilt. Besonders waren Methoden ausgearbeitet worden, um je nach Bedarf einerseits die — aus Kernprozessen stammenden — langsamen u. stark ionisierenden Teilchen u. andererseits die Teilchen überhoher Energie ($\sim 10^{16}$ eV) der weichen Komponente bzw. die durch sie ausgelösten Kaskadenschauer für sich beobachten zu können. Dazu wurden wahlweise hintereinander oder parallel schaltbare, durch Bremsplatten trennbare Gruppen von gewöhnlichen Zählrohren u. von „proportional anzeigenden Korpuskularteleskopen“ (proportional der Ionisierung anzeigende u. auf verschied. Empfindlichkeit einstellbare Zählrohre) verwendet. Die langsamen Teilchen, deren Intensität u. Geschwindigkeitsverteilung aufgenommen wurde, erwiesen sich zur Hälfte als Protonen, zur Hälfte als Mesonen. Die Kurve der Häufigkeit der Teilchen überhoher Energie der weichen Komponente in Abhängigkeit von der Energie der Teilchen wurde durch Beobachtung der Schauerdichte als Ast einer gleichseitigen Hyperbel ermittelt. Die Häufigkeit ist um Größenordnungen geringer, als frühere Messungen mit nur einer gewöhnlichen Ionisationskammer ergaben. Weiter wurde bei Beobachtung der Schauer gefunden, daß die Hälfte aller Koinzidenzen auch nach dem Durchgang durch eine 12 cm dicke Bleiplatte noch vorhanden ist, also eine von den Kaskadenschauern verschied. Erscheinung darstellt u. in der Atmosphäre selbst vorhanden sein muß, da die Messungen nicht unter einer Bedeckung stattfanden, in der sie hätte entstehen können. Schließlich wurde gezeigt, daß bei der Multiplikation von Schauern in Bleiplatten die theoret. zu erwartende Kurve erst gemessen wird, nachdem die dicken, das Ergebnis fälschenden Wände des Instruments durch dünne Folien ersetzt sind. (Успехи Физических Наук [Fortschr. physik. Wiss.] 28. 50—69. 1946. Physikal. Inst. der Akademie der Wiss. der UdSSR.) 270.100

O. Sala und G. Wataghin, *Schauer von durchdringenden Teilchen*. Mit einer Vierfachkoinzidenzanordnung, bei welcher 4 Zähler allseitig von 10 cm Pb umgeben sind u. deren parallele Achsen die 4 horizontalen Kanten eines Würfels ausmachen, wird die Häufigkeit der durchdringenden Schauer in Abhängigkeit von der Höhe (in 750 m u. 1750 m) gemessen. Bei den Messungen in 1750 m wird durch Vorschalten eines H₂O-Absorbers von 80 cm Dicke in den Strahlengang festgestellt, daß Gruppen von Teilchen, die mehr als 30 cm Pb zu durchsetzen vermögen, in diesem relativ dünnen H₂O-Absorber gebildet werden (mit H₂O-Absorber wird eine Zunahme von 23% der durchdringenden Schauer gemessen). Die starke Abnahme der durchdringenden Schauer von 1750 m auf 750 m (um den Faktor 3,5) läßt darauf schließen, daß die diese Schauer erzeugende Strahlung nicht mit derjenigen Strahlung ident. ist, die die durchdringenden Schauer in größeren Tiefen (50 m H₂O-Äquivalent) erzeugt. (Physic. Rev. [2] 67. 55—56.1/15 1. 1945. Sao Paulo, Brasil, Univ., Dep. of Phys.) 204.100

O. Sala und G. Wataghin, *Schauer durchdringender Teilchen in 7000 m Höhe*. Im Flugzeug wurden mit der in einer früheren Arbeit (vgl. vorst. Ref.) benutzten App. Häufigkeitsmessungen der Schauer mit durchdringenden Teilchen in 7000 m Höhe vorgenommen.

Die Ergebnisse zeigen eine außerordentlich rasche Zunahme mit der Höhe (vielleicht exponentiell), die der Zunahme der in Nebelkammern u. mit Zählrohren vermessenen Neutronen u. Protonen entspricht, obwohl es sich hier nur um Teilchen mit einer Energie $> 10^9$ eV handelt. (Physic. Rev. [2] 70. 430. 1/15. 9. 1946. Sao Paulo, Brasil, Univ., Dep. of Phys.) 204.100

N. Ss. Iwanowa, Langsame, schwere, ionisierende Teilchen der kosmischen Strahlung in 3860 m über dem Meeresspiegel. Vorläufige Mitt. vorwiegend qualitativer Natur über Unterss. der durch kosm. Strahlen infolge von im Wandmetall der Meßapp. (Koinzidenzzähler) ausgelösten schweren Teilchen. Die Messungen wurden im Sommer 1945 in den Bergen des Pamir in 3860 m Höhe unter Verwendung von halbzylindr. Doppelzählrohren (wirksame Länge 180 mm, Durchmesser 36 mm), die durch eine 40μ starke Al-Wand getrennt u. mit Ar von 740 Torr gefüllt waren, bei Spannungen, die einem Verstärkungsfaktor von 180—200 entsprachen, durchgeführt. Die Zählkammern waren aus 1 mm dickem Al u. zwecks Feststellung einer evtl. Abhängigkeit von der Atomnummer teilweise innen noch mit 230μ starkem Pb ausgekleidet. Um festzustellen, ob die harten oder weichen Komponenten der Ultrastrahlung für die Kernzertrümmerungen vorwiegend verantwortlich sind, wurden neben ungeschützten Zählern auch solche mit 10 cm Pb-Panzerung verwendet. Hierbei wurde bei den ungepanzerten Zählern in den mit Pb-Folie ausgelegten ein ca. vierfach größerer Effekt beobachtet als bei den reinen Al-Zählern. Die Panzerungsverss. ergaben, daß in Al nahezu der ganze Effekt durch die harte Komponente bewirkt wird, während in Pb auch die restlichen weichen Strahlen an der Auslösung von Kernzertrümmerungen wesentlich beteiligt sind. Durch halbkreisförmige Einfassung des jeweiligen Doppelzählrohres mit gewöhnlichen GEIGER-MÜLLER-Zählern, die sämtlich ionisierende Teilchen registrierten, wurde festgestellt, daß die Zahl der Dreifachkoinzidenzen ca. die Hälfte der Doppelkoinzidenzen erreicht, d. h. nur ca. 50% aller durch Ultrastrahlen bewirkten Kernzertrümmerungen ionisierenden Strahlen zugeschrieben werden müssen, während die restlichen 50% durch nicht ionisierende Strahlen, u. zwar vermutlich bei der weichen Komponente durch Photonen, bei der harten Komponente durch Neutronen ausgelöst wurden. (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N. S.] 52. 761—64. 1946. Phys. Lebedew-Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 300.100

S. A. Korff und B. Hamermesh, Die Vielfacherzeugung von Neutronen durch kosmische Strahlung. Vff. haben mit Hilfe von zwei großen Neutronenzählern (15 cm Durchmesser, 150 cm lang) in einer Höhe von 14155 ft. experimentell das Problem untersucht, ob Vielfacherzeugung von Neutronen durch kosm. Strahlung stattfindet. Die Zähler waren mit W. umgeben u. eine Bleim ss. war so angeordnet worden, daß die in den Bleikernen entstehenden Neutronen gezählt werden konnten. Die Ergebnisse der Messungen, deren Einzelheiten noch veröffentlicht werden, deuten darauf hin, daß bei einer Kernspaltung durch kosm. Strahlungen mehrere Neutronen auf einmal dann u. wann erzeugt werden. (Physic. Rev. [2] 70. 429. 1/15. 9. 1946. New York, Heights Univ.) 333.100

Marcel Schein, Mario Iona jr. und Julius Tabin, Die Erzeugung von Sekundärteilchen in Paraffin durch primäre Höhenstrahlen. Zwei Ballonaufstiege in große Höhen wurden durchgeführt. Zwischen geeignet angeordneten Zählrohrgruppen befand sich eine Schicht von 10 cm Paraffin, in der die Sekundären erzeugt wurden. Etwa 50% der Primären sind von Sekundären begleitet, die als Protonen gedeutet werden. Die Intensität nimmt vom Gipfel der Atmosphäre bis zu einer Höhe entsprechend 6 cm Hg um den Faktor 2.2 ab u. bis zu einer Höhe entsprechend 17 cm Hg um den Faktor 7.5. Das führt zu einem Wirkungsquerschnitt von 2.10^{-25} cm², was annähernd gleich dem Querschnitt des N- oder O-Kernes ist, was darauf hindeutet, daß es sich hier um einen Absorptionsprozeß durch den Atomkern handelt. (Physic. Rev. [2] 64. 253—54. 1/15. 10. 1943. Chicago, Ill., Univ., Ryerson Physical Labor.) 126.100

W. B. Fretter, Energie-Reichweite-Beziehung für Mesonen der kosmischen Strahlung. Die Reichweite der Mesonen in Pb als Funktion ihrer Energie wird mit zwei übereinander angeordneten zählrohrgesteuerten Nebelkammern gemessen. Die obere Kammer befindet sich zur Messung der Teilchenenergie in einem Magnetfeld; in der unteren Kammer befinden sich 8 1,3 cm starke Pb-Platten als Absorber, in welchen die Teilchen je nach ihrer Energie stecken bleiben. Elektronen werden an der Schauerbildg., Protonen an der schwächeren Ionisierung in der oberen Kammer erkannt u. können so eliminiert werden. (Physic. Rev. [2] 70. 444. 1/15. 9. 1946. Berkeley, Cal.f., Univ. of California.) 204.100

Norriss Nereson und Bruno Rossi, Weitere Messungen über die Zerfallskurve der Mesonen. Nach einer Meth. der Vff., die in einer früheren Arbeit beschrieben wurde (ROSSI u. NERESON, C. 1945. II. 1578) wurde der Mesonenzerfall mit Hilfe von Zählrohren gemessen. Eine ausgedehnte Anzahl von Meßpunkten, die in die Zerfallskurve

eingetragen wurden, ergaben mit relativ geringen Schwankungen eine mittlere Lebensdauer $(2,15 \pm 0,07 \cdot 10^{-6} \text{ sec.})$, einen Wert, der gegenüber dem früher angegebenen von $(2,3 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} \text{ sec.}$ als wesentlich genauer anzusehen ist. (Physic. Rev. [2]. 64. 199—201. 1/15. 10. 1943. Cornell Univ., Ithaca, New York.) 126.100

R. E. Lapp. *Über den Spin des Mesons aus Schauerexperimenten über Höhenstrahlen.* Aus Experimenten des Vf. (C. 1945. II. 946) über HOFFMANNsche Stöße hinter dicken Schichten (35 cm Fe) wird die Schauerhäufigkeitskurve bestimmt u. mit der Theorie von CHRISTY u. KUSAKA (C. 1941. II. 1711.) verglichen. Die Übereinstimmung mit der theoret. Kurve für Spin 0 ist sehr gut, wenn die Masse der Mesonen als 177 Elektronenmassen angenommen wird. Nimmt man den wahrscheinlichen Wert von 230 Elektronenmassen, so scheint Spin 1/2 nicht ausgeschlossen. Das starke Anwachsen der ausgedehnten Luftschauer mit wachsender Höhe wird gedeutet als durch Mesonen mit Spin 1 hervorgerufen, deren Zerfallszeit sehr klein ist. (Physic. Rev. [2]. 64. 255—56. 1/15. 10. 1943. Chicago, Ill., Univ., Ryerson Phys. Labor.) 126.100

H. Paul Koenig, *Absorption langsamer Mesotronen in Blei, Eisen, Aluminium und Wasser.* Die Absorption langsamer Mesonen in Pb, Fe, Al u. H₂O wird in sogenannter Antikoinzidenzanordnung der Zählrohre mit einem Fehler $< 3\%$ gemessen. Die Relativwerte der Absorption in den verschied. Substanzen werden mit den Werten verglichen, die sich aus der Theorie der Energieverluste durch Zusammenstöße berechnen lassen. Die Theorie ergibt keine strenge Proportionalität der Absorption mit der M., sondern für gegebene g/cm²-Werte in schwereren Elementen eine kleinere Absorption. Die unkorrigierten experimentellen Werte weichen von der Theorie ab. Durch Berücksichtigung der Streuung, die in schweren Elementen von besonderer Bedeutung ist, können Theorie u. Experiment jedoch in befriedigende Übereinstimmung gebracht werden. Für H₂O konnte kein zu verlässlicher theoret. Wert berechnet werden. (Physic. Rev. [2] 69. 590—96. 1/15. 6. 1946. Quebec, Can., Laval Univ., Physics Dep.) 283.100

W. A. Baum, F. S. Johnson, J. J. Oberly, C. C. Rockwood, C. V. Strain und R. Tousay, *Das ultraviolette Sonnenspektrum bis zu 88 km Höhe über der Erdoberfläche.* Mittels eines in der Schwanzflosse einer V 2-Rakete montierten Spektrographen wurde das Sonnenspektr. bis zu einer Höhe von 88 km über dem Erdboden photograph. aufgenommen. 35 Aufnahmen wurden während des Aufstieges hergestellt. Die Optik bestand aus LiF, das Gerät enthielt ein auf Al eingeritztes ROWLAND-Gitter mit ca. 6000 Linien/mm. Die Dispersion betrug 44 Å/mm, die Auflsg. 3 Å. Der aufgenommene Spektralbereich lag zwischen 3400 u. 2200 Å. Mit wachsender Höhe dehnt sich das Spektr. mehr u. mehr nach dem Ultravioletten zu aus. Bei 25 km reicht es bis 2925 Å., bei 34 km bis zu 2650 Å. Rückschlüsse über den Ozongeh. der Atmosphäre in den verschied. Höhen werden angedeutet u. eine eingehende diesbzgl. Auswertung der Aufnahmen einer späteren Veröffentlichung vorbehalten. (Physic. Rev. [2] 70. 781—82. 1/15. 11. 1946. Washington, Naval Res. Labor.) 251.134

A. N. Kasanzew, *Über die Resultate der Untersuchung der Ionosphäre zur Zeit der Sonnenfinsternis vom 9. Juli 1945.* Gemessen wurden: 1. die wirksamen Höhen der ionisierten Atmosphärenschichten bei bestimmter Frequenz; 2. die Koeff. des Reflexes der Impulse von der Ionosphäre; 3. die Spannung des elektr. Feldes der Radiotelephon-Stationen Leningrad u. Kuibyschew durch Vergleich. — Meßort: Station Kratowo. Gemessen wurde je 3 Tage vor u. nach der Finsternis. Die Ergebnisse sind punktu. kurvenmäßig abgebildet. Die Beobachtungen erwiesen deutlich die UV-Sonnenstrahlung als Grundfaktor der Ionisation, deren starke Veränderung in den unteren Atmosphärenschichten während der Finsternis durch ein bedeutendes Ansteigen der Reflexionskoeff., durch Auftreten mehrfacher Reflexionen von der Schicht F₂, durch erhöhte Spannung des elektr. Feldes (in der ersten Halbzeit der Verfinsternung) u. somit durch einen scharfen Abfall der Absorption angezeigt ist. Auf den Abfall der Ionisation des Gebietes F während der opt. Verfinsternung weist auch die Verminderung der krit. Frequenz der Schicht F₁ hin sowie das Abfallen der Feldspannung in der zweiten Verfinsternungshälfte: ungenügende Ionisation der Schicht F₂. Der Nachw. der korpuskularen Verfinsternung ist jedoch viel weniger deutlich zu führen. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. techn.] 1946. 1297—1304. Sektion für wiss. Bearbeitung der Probleme d. Elektroverbb. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 261.134

R. T. Ellickson und W. L. Parker, *Der Einfluß der Absorption auf das Abklingen von ultrarotempfindlichen Phosphoren.* Die Abnahme der Helligkeit von ultrarotempfindlichen Phosphoren mit der Zeit wird an Hand von Messungen der Vf. theoret. erörtert, wobei als mitbestimmende Größen bes. die Absorption des erregenden Ultrarot im Phosphor u. die Quantenausbeute berücksichtigt werden. Die abgeleitete theoret. Beziehung wird

durch Messungen an einem Strontiumselenid-Samarium-Europium-Phosphor bestätigt. (Physic. Rev. [2] 69. 534. 1/15. 5. 1946. Brooklyn, N. Y., Polytechnic Inst.) 251.140

F. M. Pekerman, *Die konzentrationsabhängige Auslöschung der Fluoreszenz von Farbstofflösungen bei Gegenwart von fremden auslöschenden Substanzen*. Vf. bestätigt eine von WAWILOW (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 13. [1943.] Nr. 12. 13) angegebene Gleichung, in der die Ausbeute an Fluoreszenzlicht in Beziehung gesetzt wird zur Konz. der Lsg. u. der Zeit, in der ein angeregtes Mol. in diesem Zustande verbleibt. Zu den untersuchten Lsgg. von Rhodamin B, Fluorescein u. Trypaflavin wurden als Fremd Beimengungen gegeben KJ u. Resorcin, Verb., die mit den Farbstoffen in keine Rk. treten. Die vom Vf. gewonnenen Resultate zeigen, daß angeregte Moll. mit langer Lebensdauer in der Regel durch Fremdstoffe ausgelöscht werden, während Moll. mit geringer Lebensdauer weniger leicht ihre Energie an Fremdmoll. abgeben. Eine Veränderung des Fluoreszenzspektr. durch die zugesetzten Fremdstoffe wurde nicht beobachtet. (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N. S.] 52. 767—69. 30/6. 1946.) 146.140

Maurice L. Huggins und Kuan-Han Sun, *Energieadditivität bei sauerstoffhaltigen Krystallen und Gläsern*. Vf. berechnen die mol. Bildungsenergien E_i einer größeren Zahl von sauerstoffhaltigen Krystallen u. Gläsern aus den Werten für die Komponenten (Ionen) im gasförmigen Zustand, wie sie von BICHOWSKY u. ROSSINI (1936) zusammengestellt sind. Dabei kann eine angenäherte Additivität der für die Energie charakterist. Konstanten der Komponenten vorausgesetzt werden. Es sind aber die Einflüsse u. a. der Ionenladung, des interatomaren Abstandes sowie der Koordinationszahlen durchaus feststellbar. 5 Typen Si- u. O-Bindungen werden unterschieden: SiO_2 , $\text{M}_m\text{Si}_2\text{O}_5$, M_mSiO_3 , $\text{M}_m\text{Si}_2\text{O}_7$ u. M_mSiO_4 mit den Verhältniszahlen (N_{Si}) 0,500; 0,400, 0,333; 0,286 u. 0,250. Daraus ergeben sich die charakterist. Zahlen ϵ_{Si} ($= 3172 - 123 N_{\text{Si}}$), aus denen $E_i = \Sigma m \cdot \epsilon_{\text{Si}}$ berechnet werden. Ähnliches gilt für P- u. O-Bindungen. (J. physic. Chem. 50. 319—28. Juli 1946.) 322.141

Otto Bastiansen und Chr. Finbak, *Die Struktur von Flüssigkeiten*. IX. Mitt. *Wässrige Lösungen von Phosphorsäure*. (VIII. vgl. FINBAK u. Mitarbeiter, C. 1946. I. 153.) An zwei Lsgg. von H_3PO_4 (86 u. 54 g in 100 g Lsg.) werden röntgenograph. Strukturunters. mit CuK_α - u. MoK_α -Strahlung durchgeführt. Die Intensitätskurven zeigen große Ähnlichkeit mit den bei H_2SO_4 erhaltenen, jedoch ist das Spitzenmaximum von 4,3 nach 4,8 Å verschoben. Für den O—O-Abstand ergibt sich der Wert 1,56 Å, für den P—O-Abstand 2,55 Å, ein schwaches Maximum bei 2,85 Å kann durch H-Bindungen zwischen O-Atomen erklärt werden, ein weiteres Maximum zwischen 3,5 u. 5,9 Å bei der 86%ig. Säure muß Atomabständen zwischen Moll. oder Ionen entsprechen. Von den 12 möglichen H-Bindungen sind aus ster. Gründen wahrscheinlich höchstens 4 gleichzeitig realisierbar. In mehreren Abb. werden verschied. Strukturmodelle gezeigt u. die Übereinstimmung der Atomabstände mit den experimentellen $\sigma(r)$ -Kurven untersucht. Die Verschiebung der Maxima zwischen 3,5 u. 5,9 Å nach links bei der 86%ig. Säure kann verschied. Ursachen haben, besondere Bedeutung dürfte hierbei dem Atomabstand 4,67 Å zukommen. Bei der 54%ig. Säure ist das Maximum bei ca. 3 Å teils als H-Bindungsabstand von 2,85 Å, teils als Packungsabstand zwischen O-Atomen von ca. 3,2 Å zu erklären. (Tidsskr. Kjemi Bergves. Metallurgi 4. 40—43. Mai 1944.) 185.142

Ss. S. Roginski, A. B. Schechter und Ss. W. Ssacharowa, *Elektronenmikroskopische Untersuchung der Alterung von Niederschlägen aus Dämpfen*. Elektronenmikroskop. Aufnahmen von Metallndd. aus Dämpfen ergeben folgendes Bild: Die Ndd. bestehen zunächst aus isolierten oder nur teilweise miteinander zusammenhängenden Partikeln verschiedenster Größe. Bei Zimmertemp. behalten sie diese Struktur bei. Werden sie durch Erwärkung gealtert, so findet im Zuge der VOLMERSchen Lateraldiffusion eine allmähliche Wiedervereinigung der Teilchen statt, u. es bilden sich immer größere zusammenhängende Flächen. Die Tatsache, daß Ag leichter altert als Au, ZnO u. MgO, jedoch erst bei bedeutend höheren Temp., bestätigt die Regel von TAMMANN, daß die Temp. des Beginns der Rekrystallisation mit der Schmelztemp. zunimmt u. für Ionengitter höher ist als für Metallgitter. (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N. S.] 52. 687—89. 20/6. 1946. Inst. für physikal. Chem. der Akad. der Wiss. der UdSSR, Abt. für Katalyse u. Topochemie.) 270.144

P. D. Dankow, *Krystalchemischer Mechanismus der gegenseitigen Einwirkung der Krystalloberfläche mit fremden Elementarteilchen*. Es wird auf die Rolle von krystalchem. Erscheinungen bei der Bldg. von neuen Phasen auf der Krystalloberfläche hingewiesen. Bes. ist ein starker Einfl. dann zu erwarten, wenn die sich bildende Phase mit dem Krystall isomorph ist u. möglichst gleiche Netzebenenabstände hat. Dieses wird am Bei-

spiel der Krystallisation von Na-Halogeniden an PbS gezeigt. Nur bei NaBr u. zum Teil NaCl ist eine orientierte Krystallisation parallel den Krystallkanten des PbS möglich. Es werden weitere Beispiele aus der Literatur betrachtet, bes. die Arbeit von BRÜCK (C. 1936. II. 1123). Bei der Kondensation von Metaldämpfen auf anderen Metallen oder auf NaCl-Krystallen ist mit entsprechenden Verhältnissen zu rechnen. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 20. 853—67. 1946. Kolloid-elektrochem. Inst. d. Akad. d. Wiss. d. UdSSR., Labor. f. d. Struktur von Metalloberflächen.) 177.144

Kathleen Lonsdale, *Natürliche und künstliche Diamanten*. Vf. bringt einen gedrängten Überblick über die Eigg. des natürlichen Diamanten. Von den angeblich von J. B. HANNAY 1880 künstlich hergestellten 12 Diamanten sind 11 sicher Diamanten. Es bleibt allerdings fraglich, ob sie wirklich Kunstprodd. sind. (Nature [London] 153. 669—72. 3/6. 1944. London, Davy Faraday Labor.) 139.146

Dorothy Wrinch, *Fouriertransformationen und Strukturfaktor*. Die Arbeit umfaßt die Eigg. der FOURIER-Transformationen mit besonderer Berücksichtigung ihrer Anwendung für die Krystallanalyse. Jede Verteilung hat ihre eigene charakterist. FOURIER-Transformation, u. es wird gezeigt, wie sie benutzt werden kann zur Best. ihres Beitrags zu dem Strukturfaktor jedes Krystalls von dem sie Teil des Einheitstypus ist, wobei die FOURIER-Transformation jedes Gitterpunktsyst. auch für ein Gitterpunktsyst. des reziproken Gitters gilt. Unter jenen, deren FOURIER-Transformationen aufgezeichnet sind, sind viele einfache Punktverteilungen, wie die Eckpunkte eines Kubus, eines Tetraeders, eines Oktaeders, begrenzte Punktsysteme eines triangulären oder hexagonalen Netzes usw. Die Anwendung dieser Transformationen auf die Strukturfaktoren kleiner Krystalle wird erörtert. Die FOURIER-Transformationen einer Anzahl endlicher kontinuierlicher Verteilungen durch kub. u. oktaedr. Voll. u. Schalen u. auf derartigen Oberflächen sind ebenfalls enthalten. (Physic. Rev. [2] 67. 198. 1/15. 3. 1945.) 417.146

A. Goetz, E. L. Armi, M. G. Foster und A. B. C. Anderson, *Bildung von metallischen Filmen bei niedrigen Temperaturen*. Übersicht über die Kondensation dünner Filme von einem Molekularstrahl von reinem Pb bei Temp. bis herunter zu 14° absol., deren elektr. Leitfähigkeit während u. nach der Einw. des Strahls gemessen ist. Für Wasserstofftemp. ergab sich eine statist. Filmdicke von nur 2 Atomschichten. (Chem. Reviews 39. 481—95. Dez. 1946. Pasadena, Calif., California Inst. of Technol.) 101.148

J. M. Hurd, C. M. Lucht und R. Smoluchowski, *Zusammensetzung und Beugungseffekte in Röntgenmikroradiographien*. Röntgenmikroradiographien bieten eine gute Meth. zur Unters. von verschied. Phänomenen in Metallen. Eine feinkörnige photograph. Emulsion erlaubt den Gebrauch von mittleren Vergrößerungen (100—200). Eine Änderung der Zus. zwischen verschied. Konstituenten kann entdeckt werden, u. ebenso können Konzentrationsgradienten innerhalb einer festen Lsg. beobachtet werden. Diese sehr nahe nebeneinanderliegenden Gradienten können durch andere Methoden nicht entdeckt werden. Entsprechend der Orientierung eines Kornes werden verschied. kristallograph. Ebenen die Strahlung beugen u. die Intensität beeinflussen. Entlang Korngrenzen wurden dunkle u. helle Linien sowie Schatten beobachtet, die sich als Beugungseffekt erklären lassen. In gewissen Fällen machen diese Schatten eine Erklärung der Konzentrations-effekte schwierig. (Physic. Rev. [2] 68. 100. 1/15. 8. 1945. General Electric Labor.) 110.148

K. Huber, *Studien zur Chemie und zur Struktur anodisch erzeugter Niederschläge und Deckschichten*. IV. Mitt. *Die polarisationsoptische Analyse der dispersen Struktur oxydischer Deckschichten auf Aluminium*. (III. vgl. C. 1945. I. 1106.) Die in Oxalsäurebädern erzeugten Oxydschichten auf Al, die eine charakterist. gelbe bis bräunliche Eigenfarbe besitzen, zeigen sehr ausgeprägte Formdoppelbrechung, die auf der geordneten dispersen Struktur der Deckschicht beruht. Die Doppelbrechung der Deckschicht ist abhängig von der kristallograph. Orientierung der Krystallite im Aluminiummetall. Je nach der Orientierung der Metallkrystallite kann die Deckschicht auf dem Al ein- oder zweiachsig sein. Einachsig ist die Deckschicht auf Krystalliten, deren eine Achse senkrecht zur Metalloberfläche steht. Stehen die vierzähligen Achsen eines Al-Krystalliten schief zur Metalloberfläche, dann wird die Deckschicht opt. zweiachsig. (Helv. chim. Acta 28. 1416—20. 1/12. 1945.) 118.149

C. Kurylenko, *Où en est la question de la discontinuité d'absorption K des rayons X et des franges qui l'accompagnent?* Brüssel: Hayez. 1946. (104 S.)

R. W. B. Pearse and A. G. Caydon, *Identification of Molecular Spectra*. New York: John Wiley and Sons. 1941. (221 S.) \$ 8.—.

A₃. Thermodynamik. Thermochemie.

E. F. Lype, *Thermodynamische Gleichgewichte höherer Ordnung*. Das Problem wird, entsprechend einem Vorschlag von EPSTEIN, unter Einbeziehung höherer Glieder der TAYLOR-Reihe für das thermodynam. Potential behandelt. Die sich ergebenden thermodynam. Beziehungen stehen mit den experimentellen Ergebnissen selbst in Fällen in Übereinstimmung, wo die Gleichung nach EHRENFEST Fehler von 100% ergibt. Im Zusammenhang mit dem Gleichgewicht vierter Ordnung wird das Problem der Dampfdruckkurve jenseits des krit. Punktes untersucht. Definition der Gleichgewichte sowie Gleichgewichtsbedingungen werden erörtert u. mehrere experimentelle Ergebnisse besprochen. (Physic. Rev. [2] 69. 652—65. 1/15. 6. 1946. Chicago, Ill., Inst. of Gas Technol. and Armour Res. Found.) 205.179

Kenneth S. Pitzer, *Energieterme und thermodynamische Funktionen für Moleküle mit innerer Rotation*. II. Mitt. *Asymmetrische Kreisel an einer starren Leiste*. In der I. Mitt. (vgl. J. chem. Physics 10. [1942] 428) hat Vf. Formeln entwickelt, die es gestatten, Energiestufen u. thermodynam. Daten bei Moll. mit innerer Rotation zu berechnen, u. Tafeln, die der Berechnung dienen, angeben. In vorliegender Mitt. wird der Gebrauch dieser Formeln u. Tafeln ausgedehnt auf den allg. Fall von asymm. Kreiseln an der starren Leiste. Als asymm. Kreisel können 3 Arten von Gruppen gelt.: 1. solche, deren Rotationsachse eine zweizählige Symmetrieachse ist (z. B. die Phenylgruppe), 2. solche mit einem kleinen Ungleichgewichtsfaktor wie OH u. NH₂ u. 3. solche mit einem großen Ungleichgewichtsfaktor wie CHCl₂ usw. Es wird gezeigt, daß die in der I. Mitt. abgeleiteten Formeln sich auch hier anwenden lassen, wenn man eine erträgliche Ungenauigkeit in Kauf nimmt. (J. chem. Physics 14. 239—43. April 1946. Berkeley, Cal., Univ. of California, Dep. of Chem.) 224.179

Boris Leaf, *Phänomenologische Theorie von Strömungsprozessen in Flüssigkeiten*. Durch Anwendung von Gleichungen der Thermodynamik u. Hydrodynamik für Entropieübergang u. Massenströmung sowie unter Zuhilfenahme von Temp.- u. Spannungsgradienten für jede einzelne Komponente kann eine allg. Theorie der Transportprozesse in Mehrkomponentenfl. entwickelt werden. Diese gestattet, Viscosität, Diffusion, elektr. u. Wärmeleitfähigkeit, Thermodiffusion usw. abzuleiten. Zwischen den Koeffizienten der einzelnen Erscheinungen werden Beziehungen u. Verwandtschaften aufgezeigt. Die speziellen Bedingungen für den stationären Zustand u. das Gleichgewicht werden erforscht. Bei nichtisothermen Prozessen (Thermodiffusion, homogener thermoelektr. Effekt) gibt die Erforschung des stationären Zustandes Gegensätze zu den gebräuchlichen Annahmen bei Behandlung der Experimentaldaten. Die experimentelle Überprüfung dieses Problems steht noch aus. (Physic. Rev. [2] 70. 748—58. 1/15. 11. 1946. New-Haven, Conn., Yale Univ., Sterling Chem. Laborr.) 224.179

Philip Rosenblatt und Victor K. La Mer, *Bewegung eines Teilchens in einem Temperaturgradienten; thermische Abstoßung als Radiometerphänomen*. Unter therm. Abstoßung versteht man die Tatsache, daß sich in Luft schwebende Teilchen von einem heißen Körper wegbewegen, so daß sich trotz Konvektionsströmungen im Versuchsgefäß bei geeigneter Beleuchtung rund um diesen Körper ein dunkler Raum ausbreitet. Die Geschwindigkeit der therm. Abstoßung, die vom Temperaturgefälle, Druck u. Teilchenradius abhängt, wird an Tröpfchen gemessen u. mit berechneten Geschwindigkeitswerten verglichen, die sich aus der Radiometertheorie ergeben. Es wird gezeigt, daß die therm. Repulsion ein Radiometereffekt ist. Die Übereinstimmung zwischen gemessenen u. berechneten Werten ist für Kräfte u. Geschwindigkeiten der therm. Abstoßung befriedigend. Man kann den Effekt dazu verwenden, Radien von Teilchen zu bestimmen, die zu klein sind, um mit Hilfe der Sedimentationsgeschwindigkeit gemessen zu werden. (Physic. Rev. [2] 70. 385—95. 1/15. 9. 1946. New York, N. Y., Columbia Univ., Dep. of Chem.) 233.179

A. W. Lawson und Earl A. Long, *Über die mögliche Anwendung der Brownschen Bewegung zur Tieftemperaturmessung*. Die Schwierigkeiten bei der Messung von Temp. unterhalb 1° K werden besprochen. Es wird eine Meth. vorgeschlagen, die auf der Feststellung der BROWNSchen Bewegung durch einen Quarzkrystall beruht. Es wird angenommen, daß damit Messungen bis herab zu 0,0001° K möglich seien. (Physic. Rev. [2] 70. 220—21. 1/15. 8. 1946. Chicago, Ill., Univ.) 205.179

James B. Brown und D. K. C. Macdonald, *Über die mögliche Anwendung der Brownschen Bewegung zur Tieftemperaturmessung*. Im Gegensatz zu den Feststellungen von LAWSON u. LONG (vgl. vorst. Ref.) wird gezeigt, daß die elektr. Schwankungen in einem Krystall sich nicht grundlegend von denen in anderen elektr. Leitern unterscheiden u. daß daher keine Überlegenheit bei der Tieftemperaturmessung vorhanden ist. (Physic. Rev. [2] 70. 976—77. 1/15. 12. 1946. Oxford, England, Clarendon Labor.) 205.179

A. W. Lawson und Earl A. Long, *Über die mögliche Anwendung der Brownschen Bewegung zur Tieftemperaturmessung*. Erwiderung auf vorst. referierte Arbeit. (Physic. Rev. [2] 70. 977—78. 1/15. 12. 1946. Chicago, Ill., Univ.) 205.179

G. W. Stewart, *Wärmeleitungseffekte in flüssigen Kristallen und Suspensionen*. Die Querorientierung von fl. Kristallen in einem Wärmestrom wurde geprüft, u. die Ursache für diese Erscheinung wird nicht zugeschrieben der verschied. Temperaturenbreitung, dem Moment von hochfrequenten Schallwellen, der anisotropen Wärmeleitung u. einer unvermeidlichen Konvektion. In W. aufgeschwemmte Tabakviren u. Vanadiumpentoxyd zeigen keine Orientierung im Wärmestrom. (Physic. Rev. [2] 69. 51. 1/15. 1. 1946. Iowa. Staatl. Univ.) 313.180

M. F. M. Osborne und A. H. Taylor, *Nichtlineare Ausbreitung von durch Stoß hervorgerufenen Unterwasserwellen*. Im Potomac haben Vff. in einer Tiefe von $4\frac{1}{2}$ ft. eine kleine Explosion erzeugt u. in Abständen von 1 u. 31,3 ft. Vergleichsmessungen an der entstehenden Druckwelle durchgeführt. Die Drucke wurden mit 0,020 in. dicken Turmalinkristallen gemessen. Als Dielektrikum wurden Öl bzw. verschied. Arten von plast. Stoffen gewählt. Folgende Hauptergebnisse wurden gefunden: 1. Für den Spitzendruck zeigte sich eine kleine Abweichung von dem 1/r-Gesetz: 2. Es trat keine feststellbare Veränderung in Form u. Umfang der Druckwelle bei der Ausbreitung auf: 3. Die Stoßfront ist diskontinuierlich innerhalb der Beobachtungsgenauigkeit. Eine Theorie wird entwickelt, die in bezug auf 1. u. 3. dieselben quantitativen Ergebnisse liefert, während sie bezüglich 2. eine kleine Ausdehnung des Wellenprofils voraussagt, die aber groß genug ist, um im Experiment festgestellt werden zu können. Zum Vgl. werden auch andere Theorien (KIRKWOOD u. BETHE) herangezogen. (Physic. Rev. [2] 70. 322—28. 1/15. 9. 1946.) 333.181

Elliott W. Montroll und David C. Peaslee, *Das Frequenzspektrum kristalliner Festkörper*. III. Mitt. *Raumzentrierte kubische Gitter*. Vff. entwickeln eine Theorie der Atom-schwingungen in einem raumzentrierten kub. Gitter nach dem BORN-KARMANschen Modell. Es wird die Annahme gemacht, daß nur Wechselwrgg. zwischen den nächsten u. übernächsten Nachbaratomen ins Gewicht fallen. Die Frequenzen der Normalschwingungen des Kristalls werden berechnet. Das Frequenzspektr. als Funktion der Kraftkonstanten des Gitters wird ermittelt. Im Frequenzspektr. treten 2 Maxima von angenähert gleicher Höhe auf. Es werden Näherungsformeln für die spezif. Wärme eines raumzentrierten kub. Gitters abgeleitet, die für hohe u. tiefe Temp. gelten. (J. chem. Physics 12. 93—106. März 1944. Princeton, N. J., Palmer Phys. Labor.) 194.182

Theodore T. Puck und Henry Wise, *Untersuchungen an Dampf-Flüssigkeits-Gleichgewichten*. I. Mitt. *Eine neue dynamische Methode zur Bestimmung der Dampfdrucke von Flüssigkeiten*. Es wird eine neue dynam. Meth., eine Kondensationsmeth., für die Messung von gesätt. Dampf von Fl. beschrieben, welche anwendbar ist bei Fl. mit einem Dampfdruck bis zu 23 mm Hg u. einem Minimaldruck von 0,001 mm Hg. Die App. besteht im wesentlichen aus drei Teilen: 1. einer Anlage zum Verdampfen der Fl., 2. einem indifferenten Gasstrom, welcher den Flüssigkeitsdampf mitführt, u. 3. einem polierten Metallspiegel, welcher in eine Thermostatenwand eingelötet ist, so daß seine Rückwand mit dem Thermostatenwasser in Verb. steht, welches auf 25° gehalten wird. Auf diesem Metallspiegel kondensiert sich der vom Gas mitgeführte Flüssigkeitsdampf. Das Kondensat wird festgestellt, indem man einen Lichtstrahl auf den Spiegel fallen läßt, welcher in eine Photozelle reflektiert wird. Bei der Messung muß der Gasstrom so einreguliert werden, daß er weder zu verd. noch zu angereichert an dem zu untersuchenden Flüssigkeitsdampf ist. Mittels dieser Anordnung werden die Dampfdrucke von W., Propanol, Butanol, Nitrobenzol, 1,2-Propandiol u. Triäthylenglykol bei 25° bestimmt, welche verglichen werden mit den mittels der stat. u. Mitführungsmeth. ermittelten Werten, wobei in den meisten Fällen eine gute Übereinstimmung erzielt wurde. (J. physic. Chem. 50. 329 bis 339. Juli 1946. Chicago, Univ., Dep. of Med.) 350.183

W. I. Blinow, *Über die Verbrennung aschehaltiger Kohle*. II. Mitt. (I. vgl. C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N.S.] 52. [1946] 507.) Vff. gibt Formeln für die Temp. innerhalb eines allmählich durch Vorrücken der brennenden Schicht verschwindenden Kohlenstücks in Abhängigkeit vom geometr. Ort der brennenden Schicht an. Aus ihnen können die Entzündungstemp. für die Kohle sowie die Temp., bei denen Oxydation ohne Flamme bzw. Brennen mit offener Flamme eintreten, abgeleitet werden. Weiterhin ist aus ihnen zu ersehen, unter welchen äußeren Temperaturbedingungen ein einmal in Gang gekommener Oxydations- bzw. Brennprozeß in seinem Fortgang zur Selbstentzündung bzw. zum Erlöschen kommt. Die Formeln beziehen sich auf den Fall eines von parallelen Wänden begrenzten u. eines zylinder- oder kugelförmig gestalteten Kohlenstückes. (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N. S.] 52. 683—86. 20/6. 1946.) 270.190

B. Anorganische Chemie.

V. Brustier, G. Subra und Labatut, *Katalysen in Gegenwart von Bleioxyd*. Es wurde ein Verf. zur kontinuierlichen Darst. von NO_2 aus $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ entwickelt. Zu diesem Zweck läßt man konz. HNO_3 auf PbO_2 bei 300° einwirken, bei welcher Temp. das gebildete $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ instabil ist. Man erhält dann einen regelmäßigen u. konstanten Strom von NO_2 . Der Verlauf der Rk. ist wahrscheinlich der folgende: $2 \text{HNO}_3 + \text{PbO}_2 = \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + \text{H}_2\text{O}$; $2 \text{NO}_2 + \text{H}_2\text{O} = \text{HNO}_2 + \text{HNO}_3$; $2 \text{HNO}_2 = \text{NO} + \text{NO}_2 + \text{H}_2\text{O}$; $\text{NO} + \text{O} = \text{NO}_2$. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 13. 207. März/April 1946.) 110.264

V. Brustier und G. Subra, *Über eine Darstellung von Thoriumcarbonat*. Thoriumcarbonathydrat wurde erhalten durch doppelte Umsetzung zwischen Na_2CO_3 u. wasserfreiem $\text{Th}(\text{SO}_4)_2$ in wss. Lösung. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 13. 206. März/April 1946.) 110.321

C. Mineralogische und geologische Chemie.

R. Gradwell, *Deuterische Erscheinungen im Enoggera-Granit*. Deuter. Mineralbildungen im Granit von Enoggera werden kurz mkr. beschrieben. Es wird angenommen, daß in späten Stadien der Erstarrung Gase oder Dämpfe von CO_2 , Borsäure, Sulfiden, Fluoriden längs Springen im Granit die Umwandlung in Zeolithe, Pyrit, Kaolin, Epidot, Turmalin, Fluorit u. Calcit verursachen. (Proc. Roy. Soc. Queensland 58. 61—66. 1946.) 231.380

W. E. Seeds und J. H. J. Poole, *Die magnetischen Verhältnisse der Serpentine in Slishwood Gap, County Sligo, Irland*. Kurze Beschreibung der App. mit 2 schemat. Zeichnungen für Suszeptibilitätsmessung u. einer Photographie; mehrere Meßkurven. Ergebnisse: Der Magnetismus des Serpentes beruht auf der Anwesenheit von Magnetit. Die allg. magnet. Anomalie wird durch die hohe Suszeptibilität des Serpentes erzeugt. Die lokalen Unterschiede sind auf stark permanent-magnet. Teile des Serpentes zurückzuführen. Theoret. Erklärung lokaler magnet. Spitzen (Blitzschlag). Messungen erfolgten mit dem Watt-Vertikalvariometer. (Sci. Proc. Roy. Dublin Soc. 24. 135—48. Okt. 1946.) 231.380

M. Ss. Baklakow, *Aussichten über das Vorkommen neuer Goldfunde im Gebiet der Jenisseisk-Taiga*. Als Reisebericht gibt Vf. eine Schilderung von 7 prim. Goldlagerstätten, die bisher unbekannt Vork. darstellen. Drei davon liegen in der nördlichen Taiga in der Nähe schon im Abbau befindlicher Lagerstätten, vier befinden sich im südlichen Gebiet. Es handelt sich offenbar in allen Fällen um Gold-Quarz-Gänge. (Известия Академии Наук СССР. Серия Геологическая [Bull. Acad. Sci. URSS, Sér. géol.] 1946, Nr. 6. 131—36.) 195.382

G. M. Schwartz, *Die Wirtminerale von gediegenem Gold*. Auf Grund von Literaturstudium (118 Zitate) u. eigenen erzmikroskop. Unterss. werden wahrscheinlich vollständig die Minerale aufgeführt, die gediegenes Au enthalten, hervortreten Pyrit, Arsenopyrit, Bleiglanz, Zinkblende, Kupferkies, Bi-Minerale, Magnetkies, Tetraedrit-Tennantit u. a.; von Gangmineralen: Quarz, Carbonate, Chlorite, Graphit, Turmalin u. a. Silberglanz, ein wichtiger Begleiter in epithermalen Au-Ag-Lagerstätten, ist selten Wirtsmineeral, Boulangerit, Bournonit finden sich in einigen seltenen Goldlagerstätten und sind dann Wirtsmineerale. Kupferglanz, der meist gediegenes Ag auf Ruscheln führt, enthält selten Au, da beide sich in der Natur meist ausschließen. Antimonglanz führt nur untergeordnet Au (entgegen LINCOLN, 1911). Nicht immer sind die Wirtsmineerale infolge ihres ähnlichen Krystallgitters die Ursache der Ausscheidung von Au, sondern auch Sprünge u. Risse. Bleiglanz u. Au sind vergesellschaftet, weil sie vielfach gleichzeitig abgesetzt werden. Auffällig ist, daß Au kaum ein anderes Mineral verdrängt, so daß Vf. angesichts der großen Zahl von Wirtsmineeralen schließt, daß eine chem. Fällung ohne Bedeutung ist. Lediglich die wenig verbreiteten Bi-Minerale scheinen gute Ausfäller von Au zu sein, was für Prospektion wichtig ist. (Econ. Geol. 39. 371—411. Sept./Okt. 1944.) 231.383

Vei Chor Juan, *Die Minerallagerstätten Chinas*. Knappe, gründliche Darst. der Minerallagerstätten Chinas mit Angaben neuester Literatur. Behandelt u. auf Übersichtskarten dargestellt sind Kohle, Öl, Fe, Mn, W, Bi, Mo, Ni, Sn, Sb, Hg, As, Cu, Pb, Zn, Ag, Au, Pyrit, Fluorit, Baryt, Bauxit, Alunit, Aluminiumtone, Kaolin, Gips, Magnesit, Asbest, Talk, Phosphate, Salpeter, Soda, Salze. Die Kapitel sind meist gegliedert. Geograph. Verteilung; geolog. Vork. u. Lagerstättentyp mit Angaben über Paragenese, Zonung, Entstehung; Bergbau u. Produktion mit Zahlentabellen etwa von 1930—1943; Prospektion u. Vorräte. — China mit seinen großen mineral. Rohstoffen ist in der Lage, eine eigene autarke Industrie zu entwickeln u. die Stellung Japans als Erzeuger u. Abnehmer zu ersetzen. (Econ. Geol. 41. 399—471. Juni/Juli 1946.) 231.384

H. V. Warren, Die Mineralogie zweier Kobaltvorkommen in Britisch Kolumbien. Das eine Kobaltvork. ist das des Nickel Plate Mountain bei Hedley. Die Erzlager sind gebunden an den oberen Teil des Nickel Plate Mountain, wo eine Serie eingefalteter Sedimente triad. Alters durchsetzt wird von bas. Gesteinen jungmesozoischen oder tert. Alters. Das Erz ist kontaktmetamorph verändert. Folgende Mineralien mit metall. Glanz wurden beobachtet: Arsenopyrit, Pyrrhotin, Pyrit, Sphalerit, Chalcopyrit, Löllingit-Safflorit, Glanzkobalt, Markasit, Gold u. ein unbestimmbares graues Mineral. Der Kobaltgeh. des Nickel Plate-Erzes ist zum Teil auf Glanzkobalt, zum Teil auf Löllingit-Safflorit zurückzuführen, etwas wohl auch auf Co-haltigen Arsenopyrit. — Das zweite Vork. von Little Gem ist in der Nähe der Mineralvorkk. sehr stark der Verwitterung durch Oberflächenwässer ausgesetzt. Das Hauptgestein ist ein Biotit-Quarz-Diorit, der von einem Serpentinstock u. einer Anzahl effusiver Gesteine wohl carbon. Alters umsäumt wird. Das Erz setzt sich aus Arsenopyrit, Danait, Löllingit-Safflorit u. etwas Molybdänglanz zusammen. Dort, wo das Erz an der Oberfläche oxydiert ist, findet sich häufig Erythrit mit anderem oxydiertem Material, bes. Limonit. Eine Erzprobe ergab für Co 6,8%, Ni 0,5%, Fe 22,1%, As 39,0%, S 14,1%, unlösl. Substanz 11,4%. Insgesamt 93,9%. Au ergab 1,43 oz./t. Vf. gehen dann ausführlich auf die Mineralogie des Erzes ein, ferner werden Anschnitte von Erzproben beider Vorkk. untersucht sowie die wirtschaftlichen Möglichkeiten der Co-Produktion erwohnen. Ganz kurz wird die Hazelton View Mine erwähnt, die große Ähnlichkeit mit dem Co-Vork. von Little Gem hat. (Bull. Instn. Min. Metallurgy 1945. 1—16. Jan.) 139.384

Ph. Krieger und A. F. Hagner, Gold-Nickel-Mineralisation von Alistos. Sinaloa, Mexiko. Eine neuartige Goldlagerstätte von Alistos enthält gediegenes Au neben Rotnickelkies (bis 90%), Gersdorffit, Maucherit sowie eine 2. Paragenese von gediegenem Au neben Millerit, Pentlandit, Gersdorffit, Violarit. Als Erzpender wird ein Peridotit angesehen, der flachliegende tertiäre Enstatit-latite durchsetzt. Au-Ni-Erze treten in schmalen Adern im Latit am Rande des zum Teil serpentinisierten Peridotit-Intrusives auf. Au-Geh. bis zu 8,9 ounce/t u. 0,9 ou Ag/t. Kurze erzmikroskop. Mineralbeschreibung. Millerit nicht wie gewöhnlich faserig, sondern grobkörnig, gute Spaltbarkeit u. Zwillingbildung.; mikrochem. durch Ätzung, Optik u. Röntgenaufnahme bestimmt; ist vor Pentlandit u. Gersdorffit, Au, Pyrit, Calcit ausgeschieden, daher primär. Vergleiche mit Mt. Vernon, Skagit Cty Washington u. Copper King Mine, Boulder Cty Colorado. (Amer. Mineralogist. 28. 257—71. April 1943.) 231.384

N. W. Wilson, Die Geologie der Monarch Cinnabar Mine, Transvaal, Südafrika. Vf. gibt zunächst einen Überblick über die geograph. Lage, die Geschichte u. die Topographie der Lagerstätte, die in der Murchison Range in Transvaal liegt. Geolog. besteht die Murchison Range aus dem Basal Complex, dem Pre-Witwatersrand u. der Karoo-Formation. Auf dem Gabbro, Diabas, Hornblendegranit des Rooiwater Igneous Complex (Basal Complex) erfolgt die Intrusion des Older Granit-Batolithen mit seiner Carbonatisierung von Gesteinen. Im Zusammenhang mit dieser Intrusion stehen u. a. die Bldg. von Antimon- u. Golderzen, begleitet von Aufslg. u. Wiederablagerung von Carbonaten. Die Bildungszeiten von Antimon- u. Quecksilbermineralisation überschneiden sich etwas. An Sedimentgesteinen erwähnt Vf. carbonatisierte Schiefer, Quarzite u. Quarzschiefer, an Intrusiva albitisierten Quarz-Porphyr, Aplite u. Quarz-Feldspatgänge, carbonatisierte Epidiorite, Quarzgänge u. Dolerite. Als jüngstes Mineral liegt geolog. Quecksilber (?) vor, dann wohl Guadalezarit, Haringtonit (in graph. Verwachsung mit Gold), Stibnit, Zinnober, Tetraedrit-Tennantit, Corynit u. Pyrit. — Oxydationsprod. sind Cuprit, Azurit, Malachit, Terlinguait (Hg₂ClO) u. Eglestonit (Hg₄Cl₂O). Die Geologie der Lagerstätte ist an Hand einer geolog. Karte u. von Profilen erläutert. Zum Schluß folgen noch einige Gedanken zur prakt. Ausnutzung der Lagerstätte. (Bull. Instn. Min. Metallurgy 1945. 1—24. Jan.) 139.384

G. M. Jefremov, Zwei Typen von Granitoiden des Hauptgebirgsmassives des Kaukasus und die Besonderheiten ihrer Metallvorkommen. Die untersuchten Granitoide, von denen der eine Typ 34% Plagioklas u. 21% Mikroklin, der andere 53,5 bzw. 5,6% enthält, unterscheiden sich auch in ihren Metallvorkommen. Der erste Typ führt hauptsächlich Pegmatite u. in geringerer Menge Greisen u. Albitite mit Kassiterit, der zweite Typ neben muskovit. Pegmatiten Ilmenit u. Granate u. sehr selten Nb-Ta-Mineralien. (Советская Геология [Sowjet-Geol.] 9. Nr. 2. 27—37. Febr. 1941.) 185.385

Erik Fromm, Zwei neue Vorkommen von „Fleckengranit“ westlich Stockholm. Das eine Vork. ist biotitreich, der dunkle, scharf abgesetzte Biotitkern hat einen hellen Hof, bei dem anderen Vork. besteht der Kern aus zwischen dem Quarz- u. Feldspatkorn reichlich eingesprengtem Titanit, während Biotit ganz fehlt. (Geol. Fören. Stockholm Förh. 65. 306—08. Mai/Okt. 1943.) 185.385

Paul Ramdohr, *Beobachtungen an durchbewegten Erzen von Rautivare, Nordschweden*. Es wird die Durchbewegung eines ursprünglich grob u. gleichmäßig körnigen, dazu völlig richtungslos texturierten Magnetit-Ilmenit-Spinell-Erzgesteins eines typ. magmat. Erd-differentiats, in schiefrig-gneisige u. bes. griffelig-gneisige Erze in allen Zwischenstadien beschrieben. Die Hauptkomponenten der Erzgesteine, Magnetit (I), Ilmenit (II), Spinell (III) verhalten sich bei Durchbewegung recht verschieden. II ist am beweglichsten, III am starsten. Die „porphyr“-Strukturen der Erze beruhen in dem vom Vf. untersuchten Material ausschließlich darauf, daß die Spinelle u. zum Teil auch die Magnetite in den ursprünglichen Großkörnern von der Durchbewegung noch nicht überwältigt sind. Die „Grundmasse“ ist das Rekristallisationsprod. der überwältigten Ilmenite u. Magnetite. Die Einzelstrukturen, bes. die Verschiedenheit der Entmischungsstrukturen im unbeanspruchten Erz u. im Rekristallisiert sind mit den daraus zu ziehenden Schlüssen besprochen. Die Regelungserscheinungen am II u. zum Teil I sind für die einfach schiefrigen bzw. angneisartigen Erze qualitativ beschrieben, ebenso für Übergangsglieder. An 16 erzmk. Abbildungen werden Einzelheiten erläutert. (Geol. Fören. Stockholm Föhr. 67. 367—88. Mai/Okt. 1945. Sep.) 139.385

V. Conrad, *Fundamentals of physical Climatology*. Cambridge, Mass.: Harvard Univ. Press. 1942. (115 S. m. 60 Abb. u. 14 Tab.)

D. Organische Chemie.

D₁. Allgemeine und theoretische organische Chemie.

Earle C. Farmer, *Analyse von Gasgemischen mit dem Massenspektrometer*. Die gasförmigen Prodd. aus radiochem. Unterrs. organ. Verb. wurden mit einem von HONIG entwickelten Massenspektrometer mit 60° Ablenkung vom NIERschen Typ untersucht. Es wurden Mischungen von Wasserdampf, H₂, CO₂, CO u. gesätt. KW-stoffen bis zur C₄-Gruppe einschließlich untersucht. Die Massenspektrogramme bestehen aus einer Reihe von Intensitätsmaxima, die von den in der Ionisierungsstrecke des Spektrometers gebildeten Radikalen herrühren. Neon wird als innerer, absol. Intensitätsstandard benutzt. Das Syst. der Maxima ist charakterist. für die Molekularstruktur der in der Mischung enthaltenen Gase. Sie müssen mit reinen Gasen kalibriert werden. Das Massenspekt. einer unbekannt. Mischung wird durch die Spektren ihrer Komponenten ausgedrückt. (Physic. Rev. [2] 68. 235. 1/15.11. 1945. Massachusetts Inst. of Technol.) 194.400

K. D. Wadsworth und **C. N. Hinshelwood**, *Die Kinetik aromatischer Sulfonierungsreaktionen: Die Sulfonierung von p-Nitrotoluol und von Chlorbenzol durch Schwefeltrioxyd*. Es wird der Verlauf der Sulfonierung von *p*-Nitrotoluol (I) u. Chlorbenzol (II) mit SO₃ in Nitrobenzol (III) als Lösungsm. bei 15, 25, 40 u. 60° durch Best. des Titerabfalles gegen Alkali als Folge der Überführung des zweibas. SO₃ in einbas. Sulfonsäure verfolgt. Abgemessene 3 mol. Lsg. von I bzw. 0,5 mol. Lsg. von II in III werden mit Lsgg. von SO₃ in III umgesetzt u. nach Ablauf des Zeitintervalls mit H₂O geschüttelt u. mit n/20 Alkali titriert. Die langsamere Umsetzung von SO₃ mit III (vgl. VICARY u. HINSHELWOOD, C. 1939. II. 4461) wird berücksichtigt. Der Einfl. der Sulfonbdg. nach: 2 C₆H₆ + 2 SO₃ → (C₆H₅)₂·SO₂ + H₂SO₄ wird durch gravimetr. Best. der H₂SO₄ erfaßt. Die Sulfonierung erweist sich als Rk. 2. Ordnung. Mit fortschreitender Rk. wird eine starke Verzögerung beobachtet, die auf Komplexbldg. zwischen SO₃ u. Sulfonsäure zurückgeführt wird. Aus den Messungen ergeben sich nach der ARRHENIUS-Gleichung für die Aktivierungsenergie *E*, den nicht-exponentiellen Faktor *PZ* u. den Wahrscheinlichkeitsfaktor *P* im Vgl. mit III (VICARY u. HINSHELWOOD, l. c.) die Werte der folgenden Tabelle. Die Rk. muß entweder 2 Mol SO₃, von denen eines als Protonakzeptor wirken könnte, oder S₂O₆ im Gleichgewicht mit SO₃ einschließen. Für den letzteren Fall wird das Schema zur Diskussion gestellt: 2 SO₃ ⇌ S₂O₆;
ArH + S₂O₆ → Ar·S₂O₆H; ArS₂O₆H ⇌ Ar·SO₃H + SO₃. (J. chem. Soc. [London] 1944. 469—73. Sept. Oxford, Univ.) 202.400

	III	I	II
<i>E</i> _{ber}	11.400	11.025	7.720
logPZ	3,91	4,79	5,14
<i>P</i>	1,9 × 10 ⁻²	1,65 × 10 ⁻⁶	3,2 × 10 ⁻⁶

David P. Evans, *Der Einfluß von Alkylgruppen auf die Reaktionsgeschwindigkeit in Lösung*. V. Mitt. Die Bildung von Phenyltrialkylammoniumjodiden in Methanol. (IV. vgl. C. 1940. II. 878.) Die Rk. zwischen CH₃J u. Dimethylanilin (I), Kp.₃₀ 95°; Diäthylanilin (II), Kp.₁₃ 96°; Di-*n*-propylanilin (III), Kp.₁₄ 122°; Di-*n*-butylanilin (IV), Kp.₇ 130°; Methyläthylanilin (V), Kp.₁₅ 89,5°; Methyl-*n*-propylanilin (VI), Kp.₁₀ 96,5°; Äthyl-*n*-propylanilin (VII), Kp.₁₃ 111°, in CH₃OH wird auf der Basis der kinet. Gleichung $K = PZ \cdot e^{-E/RT}$ hinsichtlich des Einfl. der Alkylgruppen auf die Reaktionsgeschwindigkeit untersucht

(vgl. EVANS, WATSON u. WILLIAMS, C. 1939. II. 4209 u. Trans. Faraday Soc. 37. [1941.] 645; BROWN u. FRIED, C. 1945. I. 759). Ausführung der tabellar. angeführten Messungen wie bei EVANS, WATSON u. WILLIAMS (l. c.). Auftragung der Aktivierungs-Energie (A.-E.) gegen $\log k_{85}$ zeigt, daß der Abfall der Reaktionsgeschwindigkeit hauptsächlich vom Anstieg der A.-E. verursacht ist u. nicht durch einen Abfall im nichtexponentiellen Glied der Gleichung. In allen Basen mit zwei größeren Alkylgruppen als Methyl wirkt ein starker Effekt, der in keinem Zusammenhang mit der Reaktionsfähigkeit des nicht-anteiligen Elektronenpaares am N-Atom steht (vgl. HINSHELWOOD, LAIDLER u. TIMM, C. 1938. II. 2248). Der plötzliche Anstieg von E bei den diäthylierten u. höheralkylierten Basen kann einer ster. Hinderung zugeschrieben (vgl. BROWN u. FRIED, l. c.; HUGHES, C. 1942. II. 1777) oder mit der Ausbildg. einer H-Brücke zwischen der endständigen Methylgruppe u. dem N-Atom unter Ringbildg. erklärt werden. (J. chem. Soc. [London] 1944. 422—25. Sept. Cardiff, Technic. Coll.) 202.400

M. Je. Djatkina und Ja. K. Ssyркин, *Reduktionspotentiale der Chinone und Resonanzenergie*. Gekürzte Wiedergabe der C. 1946. I. 27 referierten Arbeit. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 20. 757—68. 1946.) 177.400

Aurin M. Chase, *Die sichtbare Absorptionsbande von reduziertem Luciferin*. Vergleichende Messung. der Absorption von in O₂-freiem u. O₂-haltigem Lösungsm. gelösten „red.“ Luciferin (das also noch nicht spontan mit O₂ reagiert hat) zeigen, daß die schon früher bei 435 μ gefundene Bande (C. 1944. II. 939) tatsächlich dem Luciferin u. nicht irgendeinem hypothet. Zwischenprod. seiner Oxydation zukommt. (J. biol. Chemistry 159. 1—4. Juni 1945. Princeton, Univ.) 107.400

H. Kronberger und J. Weiss, *Bildung und Struktur von einigen organischen Molekülverbindungen*. III. Mitt. *Die dielektrische Polarisation von einigen kristallisierten Molekülverbindungen*. (II. vgl. C. 1944. I. 532.) Es wird die DE. von Anthracen (DE. = 3,46), Benzidin (D. = 1,39, DE. = 3,61), 3,4-Benzopyren (D. = 1,351, DE. = 3,52), Chrysen (DE. = 3,32), Coronen (D. = 1,37, DE. = 3,38), Hydrochinon (DE. = 3,58), 20-Methylcholanthren (DE. = 3,53, Naphthalin (DE. = 3,07), Phenanthren (D. = 1,175, DE. = 3,01), p-Phenylendiamin (D. = 1,205, DE. = 3,95), Pikrinsäure (DE. = 3,59), Pyren (D. = 1,27, DE. = 3,21), Chinon (DE. = 3,12), *symm.*-Trinitrobenzol (D. = 1,687, DE. = 3,00) u. der Mol.-Verbb. Anthracen-Pikrinsäure (I, D. = 1,50, DE. = 3,29), Anthracen-*symm.*-Trinitrobenzol (II, D. = 1,40, DE. = 3,25), Benzidin-*symm.*-Trinitrobenzol (III, D. = 1,45, DE. = 3,47), 3,4-Benzopyren-*symm.*-Trinitrobenzol (IV, D. = 1,475, DE. = 3,20), Chrysen-*symm.*-Trinitrobenzol (V, D. = 1,420, DE. = 3,12), Coronen-*symm.*-Trinitrobenzol (VI, D. = 1,4555, DE. = 3,40), 20-Methylcholanthren-*symm.*-Trinitrobenzol (VII, D. = 1,446, DE. = 3,32), Phenanthren-*symm.*-Trinitrobenzol (VIII, D. = 1,432, DE. = 3,04), p-Phenylendiamin-*symm.*-Trinitrobenzol (IX, D. = 1,425, DE. = 3,91), Pyren-*symm.*-Trinitrobenzol (X, D. = 1,50, DE. = 3,20), Chinhydrin (XI, DE. = 4,12) an den in Form kristalliner Pulver vorliegenden Substanzen nach der Immersionsmeth. von STARKE (vgl. Ann. Physik. 60. [1897.] 629. 641; EUCKEN u. BÜCHNER, Z. physik. Chem., Abt B 27. [1934.] 321; HÖJENDAHL, C. 1939. I. 33) unter Verwendung einer neuen Allglaszelle mit teilweise platinieren Innenwänden u. mit PAe., Ae., Bzl., Nitrotoluol als Immersionsfl. bei Frequenzen von ca. 800 kHz u. $17 \pm 1^{\circ}$ gemessen, u. festzustellen, ob die Bindungen in Mol.-Verbb. aus Komponenten mit konjugierten Doppelbindungen (Polynitroverbb., Chinone; vgl. I. u. II. Mitt.) ion. oder teilweise ion. Charakter besitzen. Die mol. Polarisation wird nach den Formeln von LORENTZ-LORENZ u. von DRUDE berechnet. Es ergeben sich beträchtliche Abweichungen der für die Mol.-Verbb. gefundenen Werte von der Summe der Werte für die Komponenten, die in Prozent der ersteren Werte betragen (erste Zahl nach LORENTZ-LORENZ, zweite Zahl nach DRUDE) für: I -7,4%/-10,0%, II +5,1/+4,5, III +9,2/+13, IV -2,2/-5, V +0,1/-1,3, VI +9,4/+9,9, VII -1,5/-2,0, VIII -0,1/+0,5, IX +15,9/+27,0, X -0,8/+1,0, XI +7,0/+25,3. Die Abweichung von der Additivität ist zu erwarten, wenn die Bildg. der Mol.-Verb. mit einem Elektronenübergang verbunden ist nach $A + B \rightleftharpoons (A \cdot B)$. In diesem Falle veranlaßt das äußere Feld durch Verzerrung der Elektronenwolke die elektron. Polarisation P_E , die durch den Brechungsindex n gemessen u. mittels der MAXWELLSchen Gleichung $z_0 = n^2$ bestimmt werden kann, u. die auf der Verschiebung der schweren Teilchen (hier Ionen) beruhende Polarisation P_J . Die bei Radiofrequenzen gemessene totale Polarisation ist dann $P = P_E + P_J$ u. für die Abweichung von der Additivität gilt in erster Annäherung $\Delta P \sim -\Delta P_E(A) + \Delta P_J(B) + P_J(A \cdot B)$. Die Ergebnisse stehen in Übereinstimmung mit der Abweichung der diamagnet. Suszeptibilität der Mol.-Verbb. von den theoret. additiven Werten (vgl. KRISHNAN u. BANERJEE, C. 1935. II. 2184 u. BANERJEE, C. 1939. I. 3349). (J. chem. Soc. [London] 1944. 464—69. Sept. Newcastle-on-Tyne, Univ. of Durham, Kings Coll.) 202.400

Edward L. Duggan und Carl L. A. Schmidt, *Die Dissoziation gewisser Aminosäuren in Dioxan-Wasser-Gemischen*. Die Vff. bestimmen die Dissoziationskonstanten (DK.) von Essigsäure, Guanidin, α -Alanin, β -Alanin, γ -Amino-n-valeriansäure, δ -Amino-n-valeriansäure, Glutaminsäure, Lysinmonohydrochlorid, Argininmonohydrochlorid u. Histidin-dihydrochlorid in W. u. in 20% ig. Dioxan-Wasser-Gemisch, als einem Lösungsm. von niedrigerer DE. als Wasser. — Die erhaltenen Werte werden diskutiert u. mit denen anderer Autoren verglichen. Insbes. werden Vergleiche zu den scheinbaren DK. in W., 20% ig. Dioxan, 65% ig. A. u. 86% ig. A. angestellt. Sie scheinen abzuhängen von der Aktivität u. der Ionisationskonstanten des W. in dem betreffenden Gemisch, von der DE. des Lösungsm. u. von Veränderungen des induktiven Effekts polarer Gruppen auf das Proton der dissoziierenden Gruppe des Mol. mit wechselndem Wassergehalt. Steigende Induktion u. absinkende DE. scheinen zusammenzuhängen. (Arch. Biochemistry 1. 453—71. 1943. Berkeley, Univ. of California, Div. of Biochem., Med. School.) 392.400

Edward L. Duggan und Carl L. A. Schmidt, *Die Beeinflussung der Dissoziation gewisser Aminosäuren in Dioxan-Wasser-Gemischen durch Neutralsalze*. (Vgl. vorst. Ref.) Da die elektrostat. Kräfte in Lösungsmitteln niedriger DE. nach BATCHELDER u. SCHMIDT (vgl. C. 1941. I. 192. 2097. 2098) erhöht sind, wogegen die nicht elektrostat. zum Verschwinden neigen, wurde der Einfl. von Neutralsalzen auf die Dissoziationskonstante (DK.) von Aminosäuren in 20% Dioxan-W. untersucht, um Rückschlüsse auf die Bedeutung dieser Kräfte in rein wss., salzhaltigen Lsgg. von Aminosäuren zu erhalten. Dazu wurden die scheinbaren DK. von α - u. β -Alanin, γ - u. δ -Amino-n-valeriansäure, Lysin, Histidin, Arginin u. Glutaminsäure in 20% ig. Dioxan bei Ggw. von NaCl, KCl, LiCl, MgCl₂ u. CaCl₂ ermittelt. Die Werte sind jedoch wegen experimenteller Schwierigkeiten nur als halbquantitativ anzusprechen. Sie werden mit den von BATCHELDER u. SCHMIDT für wss. Lsgg. erhaltenen verglichen, wobei sich keine wesentlichen Unterschiede in der Beeinflussung durch Neutralsalze in beiden Lösungsmitteln ergeben. Es werden mehrere mögliche Erklärungen dieser Tatsache diskutiert. (Arch. Biochemistry 1. 473—86. 1943. Berkeley, Univ. of California, Div. of Biochem., Med. School.) 392.400

D. R. Morey und J. W. Tamblin, *Experimentelle Untersuchungen über die Fraktionierung von Hochpolymeren*. Zur Feststellung der Trennschärfe bei fraktionierter Fällung in Abhängigkeit von der Konz. an disperser Phase im Dispersionsmittel wurde auf Grund viscosimetr. Messungen eine Aufteilung von Acetylcellulose (mit 40,4% Acetylgeh.) durch Zugabe von W. zu einer acet. Lsg. vorgenommen. Als zweites Beispiel diente der Butylester eines lactonisierten Copolymerisationsprod. aus Vinylacetat u. Maleinsäureanhydrid, gelöst in Aceton u. Ligroin als Fällungsmittel. Soweit eine Konz. von ca. 2% eingehalten wird, zeigt die Trennwrkg. keine beachtenswerte Abhängigkeit von der Konzentration. Während in der Regel bei der Fällung hochpolymerer Stoffe durch geeignete Fll. der Anteil mit dem höchsten Mol.-Gew. als am schwersten lösl. zuerst gefällt wird, ergab eine Unters. der Fällung von Celluloseacetatbutyrat aus 12 verschied. Lösungsmitteln u. Isopropyläther als Fällungsmittel eine bemerkenswerte Umkehr. Auch weitere Beispiele für diese Umkehr, zum Teil von anderen Autoren beschrieben, werden erwähnt. Obwohl solche Fälle verhältnismäßig selten sind, kommt ihnen eine erhebliche prakt. u. theoret. (Gestalt der Molekülkette) Bedeutung zu. Eine Zusammenstellung der Fraktionierung von Celluloseacetat mit 38,2% Acetylgeh. in verschied. Systemen zeigt, daß mit einigen bemerkenswerten Ausnahmen (Essigsäure u. Äthyllactat—W. sowie Cyclohexanon—Dekalin) hydroxylhaltige Fällungsmittel im allg. zu einer guten Trennung der Fraktion im Gegensatz zu den KW-stoffen führen. (J. phys. Chem. 50. 12—22. Jan. 1946.) 116.400

P. J. Blatz und A. V. Tobolsky, *Bemerkung zur Kinetik von Systemen mit gleichzeitigen Polymerisations-Depolymerisationserscheinungen*. Vff. behandeln die Kinetik für den einfachen Fall gleichzeitiger Polymerisations- u. Depolymerisationsvorgänge. Unter der Voraussetzung, daß zu Beginn das Syst. nur aus noch nicht polymerisierten Monomeren A derselben Art besteht u. der Polymerisationsprozeß durch die bimol. Geschwindigkeitskonstante K_1 charakterisiert ist, welche für die A—A-Bindung typ. ist u. von der Größe des reagierenden Polymers unabhängig ist, während der Depolymerisationsvorgang durch die monomol. Geschwindigkeitskonstante k_b , die ebenfalls für jede A—A-Bindung charakterist. ist, gegeben ist, kann der kinet. Gesamtvorgang durch eine Differentialgleichung dargestellt werden. In dieser Gleichung stellen das erste Glied die bimolekulare Bld. von x-meren dar, das zweite Glied das Verschwinden des x-mers durch bimolekulare Anlagerung zu einem s-mer, das dritte Glied die unimol. Aufspaltung des x-mers u. das vierte Glied die unimol. Aufspaltung eines höheren Polymers zum x-mer. Die Auflösung der Gleichung führt zu $m_x = p^{x-1} (1-p)^2$ für den Anteil des x-meren.

Die Gleichgewichtsgröße des Syst. für $t \rightarrow \infty$ ist dann $P_{\infty} = 1/[K + (K^2 - 1)^{1/2}]$, wobei $k = 1 + k_b/k_f$ ist, und wird für große Werte von k_f/k_b zu $P_{\infty} \approx \frac{1}{1 + \left(\frac{2k_b}{k_f}\right)^{1/2}}$. Der

mittlere Polymerisationsgrad $D \cdot P = 1/1 - p$ ergibt sich für das Systemgleichgewicht nach $t \rightarrow \infty$ zu $D \cdot P_{\infty} = [K + (K^2 - 1)^{1/2}]/K - 1 + (K^2 - 1)^{1/2}$ u. geht für große Werte von k_f/k_b über in $D \cdot P_{\infty} \approx 1 + (K_f/2K_b)^{1/2}$. Das Verhältnis k_f/k_b kann als thermodynam. Gleichgewichtskonstante für die betreffende Bindung angesehen werden u. genügt, um vollständig die Funktionen p u. $D \cdot P$ zu bestimmen. Das dargestellte Schema ist zweifellos auch auf Kondensationsrkk. u. katalyt. beeinflusste Polymerisations-Depolymerisationsrkk. anwendbar, doch liegen noch keinerlei ausreichende experimentelle Daten von derartigen Systemen vor, um eine eingehende Behandlung derselben auf Grund der angegebenen kinet. Gleichungen durchführen zu können. (J. phys. Chem. 49, 77—80. März 1945. Princeton, N. J., Princeton-Univ., Frick Chemical Labor.) 300.400

Jurg Waser, Richard M. Badger und Verner Schomaker, Lichtstreuung hochpolymerer Lösungen. Die Mol.-Gew.-Verteilung von Hochpolymeren kann aus der Lichtstreuung ihrer Lsgg. ermittelt werden. Eine Formel hierfür wurde von ZIMM, DOTY u. MARK (J. chem. Physics 12, [1944.] 203; 13, [1945.] 159) angegeben. Es wird darauf hingewiesen, daß diese Formel selbst bei relativ niedriger Konz. nicht genau gilt. Durch Anwendung eines Ausdrucks von DEBYE (General Report No. 17, Aug. 28, 1944. War Production Board, Office of Assistant Rubber Director of Research and Development of Synthetics) lassen sich die Formeln u. die Überlegungen erheblich vereinfachen. (J. chem. Physics 14, 43—45. Jan. 1942. Pasadena, California Inst. of Technol.) 102.400

J. Abere, G. Goldfinger, H. Naidus und H. Mark, Die Polymerisation von Styrol bei verschiedenen Versuchsbedingungen. Es wird die Polymerisation von Styrol in verschied. Lösungsmitteln, bes. Toluol, Methanol u. CCl_4 sowie auch $\text{C}_2\text{H}_5 \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3$ mit verschied. Mengen von Benzoylperoxyd als Katalysator u. mit verschied. Styrolkonz. bei 60° u. 100° untersucht. Bei der Polymerisation in Methanol treten Unregelmäßigkeiten auf, die auf Gelbdg. zurückzuführen sind. Das Gesamtausmaß der Polymerisation nimmt mit der Konz. des Monomeren etwas stärker als proportional zu. Aus dem wahren Viscositätswert der Proben wird der Polymerisationsgrad ermittelt. (J. phys. Chem. 49, 211—26. Mai 1945. Brooklyn, N. Y., USA., Queens Coll. and Polytechn. Inst.) 102.400

Milton L. Braun, Durch Interferenz zwischen Kriechen und Joule-Effekt erklärbare Plastizität und Elastizität in gestrecktem Gummi. Gummi- u. Neoprenbänder wurden unter konstanter Last bis zur 6fachen Länge gestreckt u. in diesem Zustande mehrere Jahre gehalten. Es wurden die Längenänderungen als Funktion der Zeit u. Temp. laufend verfolgt. Die relativ hohen erzeugten Tempp. führten zu n. JOULE-Effekten; doch bei den langsamen Temperaturänderungen des Tages- u. Jahresganges wurde der JOULE-Effekt teilweise durch die Erscheinung des Kriechens (creep), bes. im Herbst bei der jahreszeitlich bedingten Temperaturabnahme geschwächt, aufgehoben oder gar umgekehrt. Dieses Kriechen wird als beschränkte Plastizität aufgefaßt. Die gleichzeitige Wirksamkeit von plast. u. elast. Eigg. wird auf Grund der „Netzwerk“-Theorie der Molekularstruktur des Gummis von GUTH u. Mitarbeitern erklärt. (Physic. Rev. [2] 69, 545—46. 1/15. 1946. Catawba Coll.) 300.400

A. Passynski und T. Gatowskaja, Bestimmung des Molekulargewichts und der Polydispersität von Kautschuk auf Grund von Diffusionsmessungen. An Lsgg. von drei Proben von natürlichem Kautschuk (unverändert, umgefällt u. durch Erwärmen denaturiert) sowie an drei Proben von synthet. Divinylkautschuk, gelöst in CCl_4 , wurden Diffusionsmessungen nach der Skalenmeth. von LAMM ausgeführt. Es werden die Abweichungen der experimentell erhaltenen Diffusionskurven von der theoret. Verteilungskurve nach GAUSS erörtert u. die charakterist. Parameter bestimmt. Auch eine Deutung der Asymmetrie der Diffusionskurve wird gegeben. Auf Grund von Viscositätsbestimmungen werden Angaben über die Formfaktoren der Teilchen für die verschied. Kautschukproben gemacht. Mit Hilfe der für die Diffusionskoeff. D u. die Asymmetriewerte $f(t_0)$ erhaltenen Daten werden die Werte für die Mol.-Gew. der geprüften Kautschukproben nach POLSON berechnet. Diese M -Werte, die zwischen 10000 für synthet. Kautschuk u. 831000 für unveränderten Naturkautschuk liegen, stehen nach den mit anderen Verf. gewonnenen Daten in guter Übereinstimmung. Ferner wird der Koeff. der Polydispersität D_2/D_1 für die Proben berechnet u. die logarithm. Verteilungskurve nach GRALEN aufgetragen. Für den Kautschuk wird eine enge Beziehung zwischen den Änderungen in den Diffusionskoeff. u. dem Mol.-Gew. nachgewiesen: es gilt $M \sim K/D^{1.1}$. (Acta physicochim. URSS 21, 1055—74. 1946. Moskau.) 116.400

Richard S. Bear, *Kleinwinkelstreuungsuntersuchungen an fibrillären Proteinen*. Aufnahmen der Kleinwinkelstreuung von Röntgenstrahlen an *Kollagen* (Sehnen), α -*Keratin* (Stachelschweinkiele) β -*Keratin* (Federkiele) u. dem Muskel der Venusmuschel bringen folgende Ergebnisse: Aus mindestens 20—40 auftretenden Schichtlinien werden die Faserperioden n., trockenen Materials zu 640, 198, 95 u. 725 Å in der obigen Reihenfolge bestimmt. Seitliche Abstände werden außer in Kollagen zu 83, 34 u. 325 Å gefunden. Für Kollagen ergibt sich eine langsame longitudinale Dichteschwankung über die ganze Faserperiode von 640 Å, für den Muschelmuskel aus der Verstärkung jedes fünften meridionalen Reflexes eine Bandstruktur von 145 Å longitudinaler Ausdehnung, also $\frac{1}{5}$ der Faserperiode von 725 Å, beides in Übereinstimmung mit elektronenmikroskop. Aufnahmen von SCHMITT, HALL u. JAKUS. (Physic. Rev. [2] 67. 196. 1/15. 3. 1945. Massachusetts Inst. of Technol.) 314.400

D₂. Präparative organische Chemie. Naturstoffe.

M. A. Kalinin und **W. W. Stender**, *Elektrolytische Oxydation und Chlorierung von Äthylen*. Bei der Oxydation von Äthylen wurden eine spiralförmige Pt-Kathode u. perforierte Pb- oder Pt-Anoden benutzt. Bei Verwendung von *Pb-Anoden* bestand die Anodenfl. aus 10% ig. Na₂SO₄-Lsg. mit Zusatz von 2% H₂SO₄ oder aus 10% ig. H₂SO₄ u. 2% ig. CeSO₄ + 4 H₂O als Katalysator. Die Kathode befand sich in 2 n H₂SO₄. Elektrolyse bei 25°, 5 u. 10 at/Std. n. 50, 200 u. 500 Amp/qm bewirkte keine Oxydation. — Mit *Pt-Anoden* von einer wirksamen Oberfläche von 14,2 qcm wurde das beste Resultat in H₂SO₄ (D. 1,2) bei 7000 Amp/qm, 30 Amp/Std. u. 7° erhalten: 23,8% Äthylenglykol. Bei Verwendung von Pt-Anoden im alkal. Medium — 4% KMnO₄ + 4% KOH u. 500 Amp/qm — erfolgte die Oxydation von Äthylen zu Äthylenglykol, Ameisen- u. Oxalsäure lediglich durch KMnO₄. Um die Löslichkeit von Äthylen im Elektrolyt zu erhöhen, wurden Zusätze von Aceton u. Pyridin versucht. Bei Acetonzusatz wurde sowohl Äthylen wie Aceton oxydiert, bei Verss. mit Pyridin fand Oxydation unter Harzbdg. statt. — Bei der elektrolyt. Chlorierung von Äthylen mit *Pt-Anoden* in HCl wurden der Einfl. der Reaktionsbedingungen auf die Ausbeute an *Äthylenchlorhydrin* (I) untersucht u. folgende optimalen Werte festgestellt: Stromdichte = 1400 Amp/qm, Temp. = 25—40° (ein zweites Optimum bei ca. 100°) u. Anfangskonz. der HCl = 2 n. Mit Pt-Anoden in NaCl-Lsg. war die Ausbeute umso niedriger, je höher die NaCl-Konz. war. — Die günstigsten Resultate wurden bei Verwendung von *Graphitanoden* in HCl erhalten, bei der optimalen Stromdichte von 1500—2250 Amp/qm, Temp. von 25—40° u. Anfangskonz. der HCl = 2 n, Endkonz. 1,2 n. Die Ausbeute betrug 80—85% I bei 4—15% in Lsg. befindlichem. Vorteil dieser Meth. ist, daß man bei niedrigeren HCl-Konz. höhere I-Konz. erreicht. Ein weiterer Vorteil gegenüber dem Verf. von HOMBERG ist, daß der Gebrauch von komprimiertem Cl vermieden wird. Bei Verss. mit Graphitanoden in NaCl-Lsg. wurden bei Stromdichten von 700—1000 Amp/qm, Temp. von 25—40° u. einer Anfangskonz. der NaCl-Lsg. = 1 n ebenfalls Ausbeuten von 85% I erreicht. Größere Stromdichte oder höhere Temp. bei den Verss. mit Graphitanoden in HCl-Lsg. sowie Erhöhung der NaCl-Konz. im letzten Beispiel bewirkt steigende Bldg. von *1,2-Dichloräthan*. Verwendung von CuCl₂, FeCl₂ u. CoCl₂ als Katalysatoren in den Verss. mit Graphitanoden in 2,1 n NaCl bei 25° u. 2250 Amp/qm war ohne Wrkg. auf die Ausbeute an I. (Журнал Прикладной Химии [J. appl. Chem.] 19. 1045—58. 1946.) 119.425

Henry Gilman und **Lauren A. Woods**, *Ein Farblest für leichtreagierende Organometallverbindungen*. Es wurde gefunden, daß hochreaktionsfähige Organometallverb. mit Aminen, wie *Benzylamin*, charakterist. rote Färbungen gaben (vgl. KRABBE, GRÜNWARD, POLZIN u. MENZEL, C. 1942. I. 2116; GILMAN, J. Amer. chem. Soc. 47. [1925.] 2002; C. 1941. I. 196; II. 2803). Die rote Lsg. aus *n-Butyllithium* u. *Dibenzylamin* gibt mit CO₂ *x-Benzylamino-o-toluylsäure*, C₁₅H₁₅O₂N, F. 164,5—165,5°, die unter *Lactambldg.*, C₁₅H₁₃ON, leicht H₂O abgibt. Es wird angenommen, daß zunächst in der Seitenkette Wasserstoff am N oder α -C durch Li substituiert wird u. das Metall dann im Wege einer Alkylmigration in den Kern eintritt. Es werden geprüft: die Metallverb. (in 0,02—0,03 mol. Lsg. in von ungesätt. Verb. freiem Pae.); mit Erfolg: Li, Na, K, CH₃Li, C₂H₅Li, n-C₄H₉Li, n-C₁₆H₃₃Li, C₆H₁₁Li, C₆H₅Li, p-ClC₆H₄Li, p-(CH₃)₂NC₂H₄Li, 2,3,6-(CH₃O)₃C₆H₂Li, (CH₃)₂NLi, n-C₆H₁₁Na, n-C₁₈H₃₇Na, C₆H₅CH₂Na, C₆H₅Na, C₆H₅K *Dibenzfuryl 1,8-dinitratium*, (C₂H₅)₂ Sr, (C₂H₅)₂ Ba, (C₆H₅)₂ Ba; ohne Erfolg: Ca, Sr, Ba, CH₃MgCl, CH₃MgBr, C₂H₅MgBr, C₆H₅CH₂MgCl, C₆H₅MgBr, (C₂H₅)₂Ca, n-C₄H₉CaJ, C₆H₅CaJ, (C₂H₅)₂Zn; die Amine (in 1 mol. Lsg.): mit Erfolg: C₆H₅CH₂NH₂, (C₆H₅)₂NH, dl-C₆H₅CH(CH₃)NH₂, C₆H₅CH₂CH₂NH₂, C₆H₅CH₂CH₂CH₂NH₂, CH₂ = CHCH₂NH₂, (CH₂ = CHCH₂)₂NH, C₆H₅NH₂, β -C₁₀H₇NH₂, p-BrC₆H₄NH₂; ohne Erfolg: (C₆H₅CH₂)₂N, C₆H₅CH₂N(CH₃)₂, CH₃NH₂, n-C₃H₇NH₂, (CH₃)₂NH, (C₆H₅)₂NH, HOCH₂CH₂NH₂.

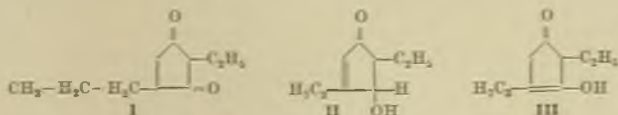
$C_6H_5NH(CH_3)$, $p-NH_2C_6H_4NH_2$. Die Amine wurden mit *Methylithium* geprüft u. gaben gelbe, braune u. rote Töne. (J. Amer. chem. Soc. 65, 33–34. Jan. 1943. Ames, Iowa, Iowa State Coll., Chem. Labor.) 202.579

Anton B. Burg und La Verne Lee Martin, *Die Anlagerung von Borfluorid an Hexamethylenetetramin*. Beim Einleiten von Bortrifluorid, das aus Kaliumborfluorid hergestellt wurde, in eine Lsg. von Hexamethylenetetramin in Chlf. wurde das Amin je nach Konz. der Lsg. mit wechselnder Menge addierten Fluorides ausgefällt. Um eine gleichmäßigere Reaktionsmöglichkeit zu erlangen, wurde Borfluorid in eine Lsg. desamins in fl. SO_2 (vgl. BURG, J. Amer. chem. Soc. 65, [1943.] 1629) bei -20° eingeleitet. Das Reaktionsprod., $(CH_2)_6N_4 \cdot 4 BF_3$, das an feuchter Luft leicht rauchte, schmolz im Vakuum bei $155-160^\circ$, bei 180° Zers., Zersetzungsdruck bei $23 \cdot 10-20$ mm. Aus der Gewichtszunahme nach Abpumpen des SO_2 unter 6 mm Druck wurden die addierten Mengen bestimmt, die kein SO_2 enthielten. Die Isobare Temperatur/Zus. der Additionsprodd. bei 6 mm u. die Isotherme Druck/Zus. bei 100° wurden aufgenommen u. stimmten überein. Es zeigte sich, daß BF_3 nicht stufenweise aufgenommen bzw. abgegeben wurde u. daß ein Mol. bis zum Zersetzungspunkt sehr fest gebunden blieb. (J. Amer. chem. Soc. 65, 1635–37. Aug. 1943. Los Angeles, Univ., Chem. Dep.) 341.581

J. J. Kollenbach, Elizabeth F. Tuller, I. A. Underkofler und E. I. Fulmer, *Darstellung von Methylcyclylketon aus Methylcyclylcarbinol*. Das Verf. besteht in der Oxydation von Methylcyclylcarbinol (I) zu Methylcyclylketon (II) in der Dampfphase mit Luft unter Verwendung von Kontakten, die aus Gemischen von ZnO mit CuO oder Cu_2O bestehen. Unter optimalen Bedingungen wurden Ausbeuten von 63% erhalten, die bei Verwendung geeigneter Maßnahmen zur Verhütung des Temperaturanstiegs bei der Rk. noch wesentlich erhöht werden könnten. Die Umsetzungen wurden in einem Pyrexrohr in einem elektr. beheizten Ofen durchgeführt. An organ. Prodd. wurden außer II unverändertes I, Methyläthylketon (III) u. CO_2 festgestellt. Unter optimalen Reaktionsbedingungen betrug der Anteil des nicht umgesetzten I rund 10%, während sehr wenig III gebildet war. Bei höheren Temp. stieg der CO_2 -Geh. beträchtlich. Die günstigste Umsetzungstemp. ist $275-300^\circ$, das zweckmäßigste CuO : Zn-Verhältnis 30 : 100. (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 37, 1178–80. Dez. 1945. Ames, Iowa, Iowa State Coll.) 240.610

Frank C. Whitmore, Cyrus A. Weisgerber und A. C. Shabica jr., *Bildung von Cyclopropanderivaten aus Monohalogenverbindungen*. IV. Mitt. Einige Reaktionen des 1-Chlor-2-methyl-2-phenylpropan (Neophylchlorid). (III. vgl. C. 1945, I, 1237) Vff. haben einige Rkk. des Neophylchlorids (1-Chlor-2-methyl-2-phenylpropan) (I) untersucht u. mit denen des Neopentylchlorids (II) verglichen. I reagiert unterhalb 90° weniger stark mit metall. Na als II unter Bldg. von *tert*-Butylbenzol (III), β -*Dimethylstyrol* (IV) u. 1-Phenyl-1-methylcyclopropan (V). IV u. V entstehen dabei zusammen in ungefähr der gleichen Menge wie III. Gegen Na-Äthyl bei -10° bis $+20^\circ$ in Pentan ist I reaktionsfähiger als II. hier bildet sich neben Äthan vor allem V u. etwas IV. Dagegen verläuft die Rk. mit $NaNH_2$ bei $105-115^\circ$ langsam, es entstehen ebenfalls IV u. V; ein Amin wurde nicht erhalten. In fl. NH_3 wird I durch Na zu III reduziert. Die Ergebnisse stützen die Theorie der WURTZschen Rk. von MORTON (C. 1944, II, 1262). — Therm. ist I verhältnismäßig beständig, am Kp. wird es teilweise zu IV, 2-Methyl-3-phenyl-1-propen u. Benzylidimethylmethylchlorid umgewandelt. Auch bas. Stoffe wie Na-Äthylat, Pyridin u. Fluoren-Na wirken, ähnlich wie bei II, nur wenig auf I ein. Aus der glatt gebildeten GRIGNARD-Verb. stellten Vff. den I entsprechenden Alkohol u. die Säure dar. — I, durch Zutropfen von Methylchlorid zu Bzl. in Ggw. von konz. H_2SO_4 bei 20° , Kp_{13} 97° , Kp_{74} 222° Zers., $n_D^{20} = 1,5250$. — β -Phenylisovaleriansäure, aus der Mg-Verb. von I u. CO_2 , aus P.Ae., F. $58-59,5^\circ$. — 2-Methyl-2-phenylpropanol, durch Oxydation der Mg-Verb. von I, Kp_{30} 131° , $n_D^{20} = 1,5261$; Phenylurethan, F. $59,5-60,5^\circ$; α -Naphthylurethan, F. $91,5-92,5^\circ$. (J. Amer. chem. Soc. 65, 1469–71. Aug. 1943. Pennsylvania State Coll.) 218.1112

R. B. Woodward und E. R. Blout, *Die Kondensation von Acyloinen mit Äthylacetat*. (Vgl. BOUVEAULT u. LOQUIN, C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 144, [1907.] 851.) Es wird zunächst bestätigt, daß das bei der Kondensation von Butyrolin-Na-Enolat mit Äthylacetat entstehende Prod. ein Dion ist, u. zwar 2-Äthyl-4-n-propylcyclopentandion-(1.3) (I). Der Bildungsmechanismus dieser Verb. wird ausführlich erörtert. Bei obiger Umsetzung entsteht zunächst durch n. Esterkondensation 3-Äthyl-5-oxo-octandion-(2.4), welches sich zum isomeren 3-Äthyl-4-oxo-octandion-(2.5) umlagert.



5-oxo-octandion-(2.4), welches sich zum isomeren 3-Äthyl-4-oxo-octandion-(2.5) umlagert.

Dieses kondensiert sich als δ -Dicarbonylverb. zum *Cyclopentenonderiv. II*, welches im bas. Medium im Gleichgewicht steht mit dem entsprechenden β , γ -Isomeren (III). Da die β , γ -Form ein instabiles Enol darstellt, entsteht irreversibel das gesätt. β -Diketon I. Es wird gefolgert, daß die von BOUVEAULT u. LOQUIN (l. c.) erhaltenen analogen Verbb. aus anderen Acyloinen ebenfalls Cyclopentandionstruktur haben. Die hier gewonnenen Erkenntnisse bei den Acyloinenol-Äthylacetat-Kondensationen eröffnen einen neuen u. allg. Weg zur Darst. der bisher nur schwierig synthetisierbaren Klasse der 1,3-Cyclopentandione. — I, C₁₁H₁₆O₂, aus Äthylacetat Platten, F. 119,4—120,5⁰, λ_{max} in alkoh. Lsg. 255 m μ . Die heiße wss. Lsg. gab jedoch mit 1 Tropfen 1%ig. FeCl₃-Lsg. eine starke rotviolette Farbe. (J. Amer. chem. Soc. 65. 562—65. April 1943. Cambridge, Mass., Harvard Univ.) 170.1123

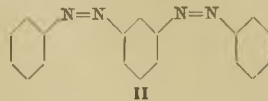
G. F. Hennion und Lawrence A. Auspos, *Die isomeren p-Dibutylbenzole*. XXVIII. Mitt. über organische Reaktionen mit Bortrifluorid. (XXVII. vgl. J. Amer. chem. Soc. 64. [1942.] 2751; XXIX. vgl. C. 1945. I. 1122.) Zur Darst. der zehn isomeren *p-Dibutylbenzole* wurde in die isomeren Monobutylbenzole die n- bzw. iso-Butylgruppe eingeführt durch Acylierung nach FRIEDEL-CRAFTS in CS₂ unter Bldg. der isomeren *p-Butylbutyrophenone* (vgl. SCHMIDT, HOPP u. SCHOELLER, C. 1934. II. 4467) u. Red. letzterer nach CLEMMENSEN, u. die sek. — bzw. tert. — Butylgruppe durch Alkylierung mit n- bzw. Isobutylalkohol in Ggw. von BF₃ oder P₂O₅. Bei der Darst. der *unsymm. p-Dibutylbenzole* durch Red. u. Alkylierung ergab sich, daß die im letzteren Fall erhaltenen Prodd. infolge Anwesenheit geringer Mengen isomerer o-Verbb. in den physikal. Eiggg. etwa als verschieden waren von den Prodd., die durch Red. hergestellt wurden. Während die *symm. p-Dibutylbenzole* durch Kühlung mit festem CO₂ kristallin erhalten wurden, gelang dies bei den *unsymm. Verbb.* nicht außer beim *p-n-Butyl-tert.-butylbenzol*. Die *p-Dibutylbenzole* konnten durch Oxydation nach WELSH u. HENNION (vgl. C. 1942. II. 26) in Terephthalsäure bzw. deren Methylester, F. 140⁰, übergeführt werden. Verss., *p-Dibutylbenzole* durch WURTZ-FITZIGSche Rk. darzustellen, waren wegen Red. der verwendeten Halogenbenzole bzw. -benzolderivv. erfolglos.

Versuche: *n-Butyrophenon*, am besten nach SCHMIDT, HOPP u. SCHOELLER (vgl. oben) dargestellt, Ausbeute 86%, Kp.₂₆ 120⁰; nD₂₀²⁰ = 1,5191; *Semicarbazon*, F. 188,5 bis 189⁰. — *n-Butylbenzol*, aus ersterem durch Red. nach CLEMMENSEN, die nach MARTIN (vgl. C. 1937. I. 1134) abgeändert wurde, Kp.₂₃ 79⁰, nD₂₀²⁰ = 1,4900; D.₂₀²⁰ = 0,8608; Ausbeute 73—85%, *Acetaminoderiv.*, nach IPATIEFF u. SCHMERLING (vgl. C. 1938. I. 2531), F. 104—104,5⁰. — *Isobutyrophenon*, Kp.₁₅ 105⁰; nD₂₀²⁰ = 1,5175; Ausbeute 84%; *Semicarbazon*, F. 167—167,5⁰. — *Isobutylbenzol*, Kp.₁₂ 59,5⁰; nD₂₀²⁰ = 1,4871; D.₂₀²⁰ = 0,8540; Ausbeute 80%, *Acetaminoderiv.*, F. 124—125,5⁰. — *sek.-Butylbenzol*, aus Bzl. u. *n-Butylalkohol* in Ggw. von BF₃ u. P₂O₅ (vgl. TOUSSAINT u. HENNION C. 1940. II. 2146), Kp.₂₀ 69⁰; nD₂₀²⁰ = 1,4900; D.₂₀²⁰ = 0,8623; Ausbeute 84%, *Acetaminoderiv.*, F. 124—125⁰. — *tert.-Butylbenzol*; Kp.₁₆ 62⁰; nD₂₀²⁰ = 1,4914; D.₂₀²⁰ = 0,8658, aus Bzl. u. *Isobutylalkohol* (+ BF₃ + P₂O₅); Ausbeute 41% neben 8% *p-Di-tert.-butylbenzol*. — *p-Butylbutyrophenone*, Ausbeuten 76—91%. Die folgenden Angaben beziehen sich der Reihe nach auf die *p-Butylbutyrophenone*, Kp., nD₂₀²⁰, D.₄₀²⁰, n-, n-; Kp.₆ 138⁰; 1,5129; 0,9450. n-, iso-; Kp.₃ 118⁰; 1,5106; 0,9437. — *sek.-, n-,* Kp.₃ 125⁰; 1,5130; 0,9453. — *sek.-, iso-,* Kp.₃ 116⁰; 1,5114; 0,9418. — *iso-, n-,* Kp.₃ 142⁰; 1,5110; 0,9398. — *iso-, iso-,* Kp.₇ 121⁰; 1,5096; 0,9355. — *tert.-, n-,* Kp.₅ 128⁰; 1,5130; 0,9456. — *tert.-, iso-,* Kp.₄ 140⁰; 1,5116; 0,9436. — *p-Dibutylbenzole*, Ausbeute 50—70% bei Red. der vorigen nach MARTIN (s. oben), 33—59% bei Alkylierung (+ BF₃ + P₂O₅). Die folgenden Angaben beziehen sich der Reihe nach auf die *p-Dibutylgruppen*, Kp., Kp.₁₅, nD₂₀²⁰, D.₄₀²⁰, F. — *Di-n-,* Kp.₇₄₅ 259⁰; 124⁰; 1,48792; 0,8556; —24⁰. n-, *sek.-;* Kp.₇₃₉ 250⁰; 117⁰; 1,48849; 0,8570; —. n-, *iso-,* Kp.₇₄₃ 251⁰; 118⁰; 1,48580; 0,8508; —. n-, *tert.-;* Kp.₇₄₃ 248⁰; 116⁰; 1,48984; 0,8595; —46⁰. *sek.-, iso-,* Kp.₇₃₉ 241⁰; 113⁰; 1,48560; 0,8511; —. *Di-sek.-;* Kp.₇₃₉ 239⁰; 108⁰; 1,48782; 0,8573; —58⁰. *sek.-, tert.-;* Kp.₇₄₅ 235⁰; 108⁰; 1,48916; 0,8607; —. *Di-iso-,* Kp.₇₃₉ 242⁰; 109⁰; 1,48338; 0,8456; —21⁰. *iso-, tert.-;* Kp.₇₅₁ 239⁰; 109⁰; 1,48753; 0,8547; —. *Di-tert.-;* Kp.₇₄₃ 237⁰; 109⁰; —; —; 77,7⁰. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1603—06. Aug. 1943. Univ. of Notre Dame, Chem. Labor.) 341.1150

F. W. Bergstrom und C. H. Horning, *Die Einwirkung von Basen auf organische Halogenverbindungen. V. Die Einwirkung von Kaliumamid auf einige aromatische Halogenide*. Läßt man KNH₂ in fl. NH₃ auf o-, m- oder p-Toluolhalogenide (Chlor-, Brom- oder Jodtoluol) einwirken, so entstehen Gemische von o-, m- u. p-Toluidin in 20—50%ig. Ausbeute u. außerdem die entsprechenden Ditolyamine. Aus den Reaktionsgemischen wurden die betreffenden Amine in Form ihrer Acetyl- oder Benzoylderivv. abgeschieden. — Aus p-Chlorphenetol u. KNH₂ werden *p-Phenetidin* (Hydrochlorid, F. 233—234⁰); Acetyl-deriv., F. 136⁰; Benzoylderiv., F. 170—171⁰) u. *Di-p-phenetylamine* (Kp.₂₇ 250—290⁰)

u. Kp.₂₄ 250—260°) erhalten. — 9-Bromphenanthren geht unter dem Einfl. von KNH₂ in 9-Aminophenanthren (F. 136—137,5°) über. — Durch Umsetzung von p-Bromtoluol mit K-p-Toluidin in Ggw. von KNH₂ entsteht neben Tri-p-tolylamin ein Isomeres, C₂₁H₂₁N, F. 144—145°. Bei der Rk. von p-Chlortoluol mit K-Chinaldin in Ggw. von KNH₂ bildet sich ein *Tolychinaldin* vom Kp.₅₂ 250—263° (Pikrat, C₂₃H₁₈O₇N₃, F. 167 bis 167,5°), dessen Konst nicht ermittelt wurde. (J. org. Chemistry 11. 334—40. Juli 1946. Stanford, Univ., Calif.) 132.1164

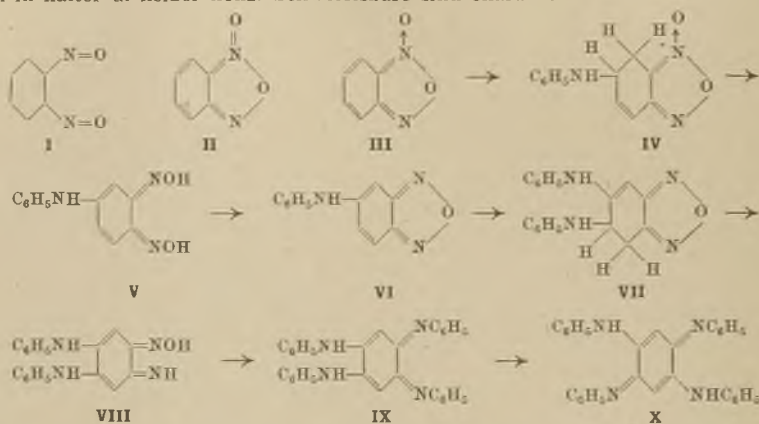
Paul Ruggli und Walter Wüst, *Über m-Disazobenzol*. XXIX. Mitt. über *Azoverbindungen* und ihre *Zwischenprodukte*. (XXVIII. vgl. C. 1946. I. 550.) Vff. haben durch Kondensation von m-Aminoazobenzol (I) u. Nitrosobenzol *m-Disazobenzol* (II) sowie einige seiner Deriv. dargestellt. I konnte auf verschied. Weise gewonnen werden, nach CHARRIER u. BERETTA (Gazz. chim. ital. 54. [1942.] 980) durch Kondensation von Nitrosobenzol mit m-Nitranilin u. Red. des entstehenden m-Nitrosoazobenzols mit Na₂S, durch katalyt. Hydrierung von Acetyl-m-nitranilin u. Kondensation mit C₆H₅NO sowie durch Oxydation von m-Aminoacetanilid mit H₂SO₆ zu m-Nitrosoacetanilid u. dessen Umsetzung mit Anilin. Am besten konnte I über das gut krystallisierende Sulfat gereinigt werden. Auch II ist leicht zu reinigen. Die II entsprechende Hydrazoverb. (III) ist im Gegensatz zu der o- u. p-Verb. ungewöhnlich beständig, die Dehydrierung gelingt nur durch kurzes Kochen mit PbO₂. Grund dafür könnte sein, daß in der m-Reihe die sonst angenommene Chinoniminbildg. nicht eintreten kann. Acetylierung von III ist schwierig, da hierbei leicht Verharzung erfolgt; Vff. vermuten, daß bei der Rk. Semidin- oder Benzinumlagerung stattfindet. Verss. einer Synth. der Disazokörper aus C₆H₅NO u. Diaminen sind bisher fehlgeschlagen.



Versuche: *m-Nitrosoazobenzol* (IV), C₁₂H₉O₂N₃, aus m-Nitranilin u. Nitrosobenzol in Eisessig im Dunkeln, aus A., F. 96°. — *m-Aminoazobenzol* (I), C₁₂H₁₁N₃, aus IV u. alkoh.-wss. Na₂S, nach Reinigung über das Sulfat aus PAe. gelbe bis orangefarbene Nadeln, F. 69—70°, bisweilen daneben braunrote Spieße, F. 90—91°; *Benzalverb. von I*, C₁₅H₁₅N₃, aus A. gelborange Nadelchen, F. 73—74°; *Anisalderiv. von I*, C₂₀H₁₇ON₃, aus A. gelbbraune Blättchen, F. 112°. — *m-Nitroacetanilid* (V), C₈H₈O₃N₂, aus Bzl., F. 150—151°; *m-Aminoacetanilid* (VI), C₈H₁₀ON₂, aus V durch katalyt. Hydrierung in Ggw. von RANEY-Ni, Rohprod., F. 80—81°, Umkrystallisieren aus Aceton-Bzl. gelingt nicht gut. — *m-Acetylaminoozobenzol*, C₁₄H₁₃ON₃, aus VI u. C₆H₅NO oder m-Nitrosoacetanilid u. Anilin, aus Essigsäure, F. 125—128°. — *m-Disazobenzol* (II), C₁₈H₁₄N₄, aus I u. C₆H₅NO in A., aus heißem Methanol, A. oder Eisessig braungelbe Nadeln, F. 78—79°. — *p,p'-Dinitro-m-disazobenzol*, C₁₈H₁₂O₄N₆, aus II mit rauchender HNO₃ u. konz. H₂SO₄ unter 25°, aus Eisessig, F. 213—215°. — *p-Nitro-m-disazobenzol*, C₁₈H₁₃O₂N₅, aus II u. konz. HNO₃, aus Eisessig, F. 153—155°. — *m-Dishydrazobenzol* (III), C₁₈H₁₈N₄, aus II mit Zn-Staub u. Ammoniak in Pyridin, aus Ligroin Prismen, F. 137—139°; *Acetylderiv. von III* (wahrscheinlich Umlagerungsprod.), C₂₂H₂₂O₂N₄, aus Methylalkohol rubinrote Rhomben, F. 273°; *Benzoylderiv. von III* (Umlagerungsprod.), C₃₀H₃₀O₃N₄, aus Oxalester gelbe Nadeln, F. 275 bis 280°. — *Disazoazoxykörper* C₂₃H₁₈ON₆ (VII), aus I u. Perhydrol in Eisessig, aus heißem Bzl. braungelbe Spieße, F. 134—137°. — *m,m'-Trisazobenzol*, C₂₄H₁₈N₆, aus VII durch Red. mit Zn-Staub in Pyridin, aus A. braungelbes Pulver, F. 164—165°. (Helv. chim. Acta 28. 781—91. 15/6. 1945. Basel, Univ.) 218.1201

Paul Ruggli und Franz Buchmeier, *Über Kondensationen des Benzofuroxans mit aromatischen Aminen zu Azopheninen*. XXX. Mitt. über *Azoverbindungen* und ihre *Zwischenprodukte*. (XXIX. vgl. vorst. Ref.) p-Dinitrosoverb. sind nach früheren Unters. der Vff. gute Ausgangsmaterialien für die Darst. auxochromloser Polyazoverbb., dagegen verharzt m-Dinitrosobenzol bei ähnlichen Kondensationsversuchen. Vff. haben jetzt *o-Dinitrosobenzol* (I) mit aromat. Aminen kondensiert. I reagiert dabei nicht in der Dinitrosoform, die nur gelegentlich aufzutreten scheint, sondern als *Benzofuroxan* (II bzw. III), die Rk. tritt erst unter schärferen Bedingungen ein als die mit p-Dinitrosobenzol. Mit Anilin u. Anilinhydrochlorid entsteht dabei *Azophenin* (X), das u. a. auch bei der Oxydation von Anilin mit PbO₂ gebildet wird. Bei der beobachteten Rk. wirkt aber II nicht als Oxydationsmittel, sondern bildet in X den zentralen Kern. In Analogie zum Reaktionsverlauf beim p-Chinon fassen Vff. die Rk. deshalb auf als prim. Anlagerung von Anilin an eine Kern-doppelbindung von II (IV), Wasserstoffverschiebung zu V, Wasserabspaltung zu Anilino-furazan (VI), erneute Anilinanlagerung (VII), Wasserstoffverschiebung (VIII), Verdrängung durch Anilinreste (IX) u. Umlagerung zu einem p-chinoiden Syst. (X). Die Synth. führt mit 80%ig. Ausbeute zu einem gut kryst. Prod., als Nebenprod. treten farbige Stoffe, vermutlich Indamine oder Induline, auf. — Das durch Hydrierung von X entstehende

Hydrazophenin (XI) besitzt eine andere Krystallform als das von FISCHER u. HEPP (Ber. deutsch. chem. Ges. 20. [1887.] 2483) beschriebene Präp. u. ist im Gegensatz zu diesem stark luftempfindlich. Auch bei der Rk. von X mit C_6H_5COCl entsteht ein Dibenzoylderiv., das sich von XI ableitet. Vff. haben nach der gleichen Rk. kernsubstituierte Aniline u. Naphthylamine mit II umgesetzt. Mit o-Toluidin bleibt die Rk. aus, α -Naphthylamin verharzt, beim Octa-o-p-methylazophenin ließ sich das Dihydroprod. wegen der Behinderung durch die o-Substituenten nicht acetylieren. Weiterhin stellten Vff. Vergleichspräp. nach FISCHER u. HEPP dar, deren Meth. die Synth. ungleichmäßig substituierter Azophenine gestattet. Diese schm. tiefer als die symm. Verb. ; während letztere scharf schm., sintern erstere einige Grade unter dem F.; Anhaltspunkte für eine nachträgliche Verdrängung der Gruppen liegen jedoch nicht vor. Alle Azophenine sind sehr schwache Basen, die sich in verd. HCl nicht lösen; mit konz. HCl färben sie sich oberflächlich dunkel, erhalten aber durch Waschen mit W. ihre ursprüngliche Farbe zurück. Monopikrate u. Monopikrolonate von dunkelbrauner bis schwarzer Farbe lassen sich nur in hydroxylfreien Lösungsmitteln darstellen u. zerfallen teilweise beim Umkrystallisieren. Die Lösungs-farben in kalter u. heißer konz. Schwefelsäure sind charakteristisch.

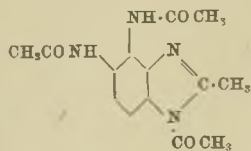
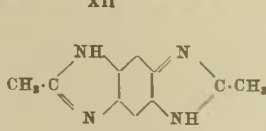
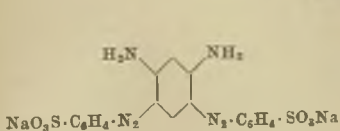
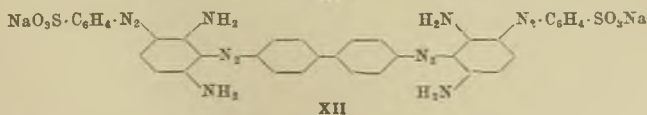


Versuche: *Azophenin* (X), $C_{30}H_{24}N_4$, durch Eintropfenlassen einer Mischung von II u. Anilin in eine Lsg. von Anilinhydrochlorid in Anilin bei 155–170° (Badtemp.), nach Dekantieren mit A. u. Ae. granatrote Nadeln mit violettem Glanz, F. 239–240°, lösl. in CCl_4 , C_6H_6 u. Benzoesäureester; *Monopikrat*, aus Bzl. schwarze glitzernde Krystalle, F. 180°; *Monopikrolonat*, aus Bzl. schwarzbraune Blättchen, F. 207–208° Zers. — *1.2.4.5-Tetraanilinobenzol* (*Hydrazophenin*) (XI), $C_{30}H_{26}N_4$, aus X durch Hydrierung mit RANEY-Ni, aus Bzn. Blättchen, F. 183–184°, an der Luft rasch Rotfärbung; *Diacetyl-deriv.*, $C_{34}H_{30}O_2N_4 \cdot CH_3COOH$, farblose bis silberglänzende Blättchen aus Essigsäure, F. 263–264°, anschließend Zers. unter Violettfärbung; *Dibenzoylderiv.*, $C_{44}H_{34}O_2N_4 \cdot 2HCl$, 2 CH_3COOH , aus X u. C_6H_5COCl , aus Eisessig Nadeln, Zers. gegen 400°, Krystall-Eisessig bei erhöhter Temp. unter Bldg. eines amorphen Pulvers abgespalten. — *Tetra-p-methylazophenin* (XII), $C_{34}H_{32}N_4$, aus II u. p-Toluidin analog X, dunkelrote Krystalle aus Bzl. oder Anilin, F. 259–260°. — *Tetra-p-methylhydrazophenin*, $C_{34}H_{32}N_4$, aus XII durch Hydrierung mit RANEY-Ni, Nadeln aus Essigester, F. 188–189°, Orangefärbung an der Luft; *Diacetylderiv.*, $C_{38}H_{36}O_2N_4 \cdot CH_3COOH$, silbergraue Nadeln, F. 278–279°; *Dibenzoylderiv.*, $C_{48}H_{42}O_2N_4 \cdot 2HCl$, 2 CH_3COOH , eisessigfreie Form, Zers. gegen 400°; *Monopikrat von XII*, aus Bzl. violett-schwarze Plättchen, F. 170–171°; *Monopikrolonat von XII*, grün-schwarze Nadeln, F. 188–189° Zers. — *Octa-o-p-methylazophenin* (XIII), $C_{38}H_{40}N_4$, aus m-Xylidin u. II, aus Benzoesäureester, F. 240–241°; *Pikrat*, aus Bzl. schwarze Nadeln, F. 148–149° Zers.; *Pikrolonat*, aus Bzl. grünstichig schwarze Krystalle, F. 181° Zers. — *1.2.4.5-Tetra[o.p-xyldino]benzol*, $C_{38}H_{42}N_4$, durch Hydrierung von XIII in Essigester, Nadeln, F. 186–187° (Rotfärbung). — β -Naphthazophenin (2.5-Di- β -naphthylamino-chinon- β -naphthil), $C_{46}H_{32}N_4$, analog X aus II u. β -Naphthylamin, aus Bzl. violette Nadeln, F. 242–243°. — *Tetra-p-anilinoazophenin*, $C_{34}H_{44}N_4$, aus II u. p-Aminodiphenylamin, aus Bzl. rotbraune Plättchen, F. 214–215°. — *Tri-p-methylazophenin* (XIV), $C_{33}H_{30}N_4$, aus p-Nitrosodiphenylaminhydrochlorid u. p-Toluidin nach FISCHER u. HEPP, aus Anilin rostrote Nadeln, F. 230–232°; Sintern bei 227°. — *1.2.4.5-Anilino-tri-p-toluidino-benzol*, $C_{33}H_{32}N_4$, durch Hydrierung von XIV, Nadeln aus Essigester, F. 144–145°; *Diacetylderiv.*, $C_{37}H_{38}O_2N_4 \cdot CH_3COOH$, F. 270° Zers.; *Dibenzoylderiv.*, $C_{47}H_{40}O_2N_4 \cdot 2HCl$,

2 CH₃COOH, analog dem Deriv. von X, Zers. gegen 400°. — *Tri-o-methylazophenin* (XV), C₃₃H₃₆N₄, aus p-Nitrosodiphenylaminhydrochlorid u. o-Toluidin, braunrote Krystalle aus Benzoesäureester, F. 192—194° (Sintern ab 175°). — *1.2.4.5-Anilino-tri-o-toluidinobenzol*, C₃₃H₃₂N₄, hellgelbliche Nadeln aus A., F. 129—130° (Rotfärbung). — *Hexa-o-p-methylazophenin*, C₃₆H₃₆N₄, analog XV aus m-Xylidin, rote Plättchen, F. 233—234° (Sintern bei 220°). — *1.2.4.5-Anilino-m-xylydinobenzol*, C₃₆H₃₈N₄, aus Essigester, F. 185 bis 186° (Rotfärbung). (Helv. chim. Acta 28. 850—63. 1/8. 1945.) 218.1201

Paul Ruggli und Roland Fischer, *Über die reduktive Spaltung von m-Phenylendiamin-disazofarbstoffen zu Derivaten des Tetraaminobenzols*. XXXI. Mitt. über Azoverbindungen und ihre Zwischenprodukte. (XXX. vgl. vorst. Ref.) Im 1.3-Phenylendiamin (I) können als Kupplungsorte im allg. die Stellen 2, 4, 6 in Betracht kommen, wobei 4 u. 6 als bevorzugt gelten. Mit einem Mol. Diazokomponente koppelt I stets in 4-Stellung, bei der Einw. von 2 Mol. kann symm. (4.6)-Kupplung oder bei Anwendung je 1 Mol. zweier verschied. Diazoverbb. nacheinander auch unsymm. (4.2)-Kupplung erfolgen. Die isomeren Kupplungsprodd. lassen sich durch Chromatographieren gut trennen. Vff. untersuchten die reduktive Spaltung solcher Verb. durch ihre katalyt. Hydrierung bei Zimmertemp. unter Druck u. stellten zum Vgl. 1.3.4.6-Tetraaminobenzol (III) sowie einige seiner Deriv. dar. Das Tetrabenzoylderiv. von III (IX) konnte durch Hydrierung von Disazofarbstoffen u. anschließende Benzoylierung in guter Ausbeute erhalten werden, während die Darst. aus III schwierig ist. Tetraazofarbstoffe, die neben einer 3. Verb. I u. Benzidin enthalten, lassen sich durch Hydrierung auch fraktioniert spalten — in wss. Lsg. wird nur die 3. Komponente abgespalten u. der unlösl. Farbstoff Benzidin-2 I erhalten, während die hydrierende Spaltung in Dioxan vollständig ist.

Versuche: *Diacetyl-m-phenylendiamin*, aus m-Phenylendiamin (I) (1 Mol) u. Essigsäureanhydrid (2,25 Mol) u. Eingießen in W., F. 191°. — *4.6-Dinitro-m-phenylendiamin* (II), aus 1.3-Dichlorbenzol durch Dinitrierung u. Erhitzen mit Ammoniak im Rohr 8 Stdn. auf 150°, zweckmäßig bei größeren Ansätzen im Autoklaven. — *Tetraaminobenzol* (III), aus II durch katalyt. Hydrierung mit RANEY-Ni in Essigester u. Fällung mit HCl, Tetraacetylderiv., Nadeln aus Eisessig, F. 284—285°. — *4.6-Dinitro-1.3-dibenzoylaminobenzol* (IV), C₂₀H₁₄O₆N₄, aus II durch Kochen mit Benzoylchlorid, gelbe Nadeln aus Eisessig, F. 247—248°. — *Tribenzoylderiv.*, C₂₇H₂₂O₃N₄, durch Hydrierung von IV mit RANEY-Ni in Pyridin u. Behandlung mit Benzoylchlorid, aus Phenol hellgelbe Nadeln von hohem Zersetzungspunkt. — *4.6-Dinitro-1.3-diacetaminobenzol* (VI), C₁₀H₁₀O₆N₄, aus II durch Kochen mit Essigsäureanhydrid, gelbe Nadeln, F. 247—248°. — *4.6-Dibenzoylaminobenzol* (VII), C₂₄H₂₂O₄N₄, aus VI durch Hydrierung mit RANEY-Ni in Pyridin u. Versetzen mit Benzoylchlorid, aus Nitrobenzol oder Chinolin, F. 330°. — *Diazofarbstoff VIII*, aus 2 Mol Sulfanilsäure u. 1 Mol I durch Kupplung in mineralischer Lsg., Alkalisalmachen u. Erwärmen auf 70°, violett-schwarze Farbsäure. — *1.3.4.6* (= *1.2.4.5*)-*Tetrabenzoylaminobenzol* (IX), durch Hydrierung von VIII mit RANEY-Ni in W. bei Zimmertemp. u. 90 at, Eingießen in Benzoylchlorid u. Zutropfen von NaOH unter Rühren, aus alkoh. NaOH, Na-Salz, C₂₄H₂₄O₄N₄Na₂, Nadeln, F. 352—354°, IX aus Chinolin u. A., F. 366—367°; oder IX aus II durch Hydrierung mit RANEY-Ni wie oben, Versetzen mit Benzoylchlorid u. Zutropfen von NaOH. — *Lineares 2.2'-Dimethyldiimidazolobenzol* (X), aus VIII durch Hydrierung mit RANEY-Ni in W. wie bei IX, Eingießen in Essigsäureanhydrid, Erwärmen, Kochen der ausgeschiedenen Nadeln mit Salzsäure (1:4) u. Neu-



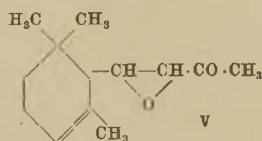
tralisation mit Ammoniak, Krystalle, die sich zwischen 280 u. 350° gelbbraun färben u. bei noch höherer Temp. ohne Zers. schmelzen; oder aus Farbstoff XI durch Hydrierung in Dioxan-W. mit RANEY-Ni bei 100 at u. Behandlung wie oben, neben Sulfanilsäure. — *l*-Acetyl-2-methyl-4,5-diacetaminobenzimidazol (XIII), aus Farbstoff XII durch Hydrierung u. Acetylierung wie bei X, Nadeln, F. 260°. — *2*-Methyl-4,5-diacetaminobenzimidazol, aus XIII durch Lsg. in verd. HCl u. Fällung mit Ammoniak, F. 176°. (Helv. chim. Acta 28. 1270—80. 15/10. 1945.) 218.1201

H. Erlenmeyer und K. Vogler, *Über Kondensationsprodukte aus höheren aliphatischen 1,2-Diketonen und aromatischen Aminen*. Darst. der früher (vgl. Helv. chim. Acta 28. [1945.] 1413) auf ihre Wrkg. auf das Wachstum von Tbc-Bacillen geprüften Kondensationsprodd. von prim. aromat. Aminen mit höheren 1,2-Diketonen (deren Darst. vgl. Helv. chim. Acta 28. [1945.] 1410). — *Dipropionyl-di-β-naphthyl*, C₂₆H₂₄N₂, aus Dipropionyl (I) mit β-Naphthylamin in A., Krystalle, F. 237—238°. — *Dipropionyl-di-[3,4-dimethylanyl]*, C₂₂H₂₈N₂, aus I mit Xylidin-(1.3.4); aus A. hellgelbe Krystalle, F. 132 bis 133°. — *Dipropionyl-di-[p-äthoxyanyl]*, C₂₂H₂₈O₂N₂, aus I mit p-Phenetidin (II); aus A. gelbe Nadeln, F. 144—145°. — *Di-n-butryl-di-[p-äthoxyanyl]*, C₂₄H₃₂O₂N₂, aus Di-n-butryl mit II in 60% Ausbeute, gelbe Nadeln, F. 164—165°. — *Di-n-valeryl-di-[p-äthoxyanyl]*, C₂₈H₃₆O₂N₂, aus Di-n-valeryl mit II analog vorst.; aus A. gelbe Prismen, F. 101—102°. — *Di-n-caproyl-di-[p-äthoxyanyl]*, C₃₀H₄₀O₂N₂, aus Di-n-caproyl mit II analog vorst. bei 40°, aus A. gelbe Nadeln, F. 51—52°. (Helv. chim. Acta 29. 1023—24. 1/8. 1946. Basel, Univ., Anst. für anorgan. Chem.) 202.1215

Norman H. Cromwell, *Die Reaktionen von ungesättigten Ketonen und Derivaten mit Aminoverbindungen. Aminoketone*. (Vgl. C. 1945. I. 1368.; II. 1019.) Übersicht mit 124 Literaturzitaten. (Chem. Reviews 38. 83—138. Febr. 1946. Lincoln, Univ. of Nebraska.) 101.1572

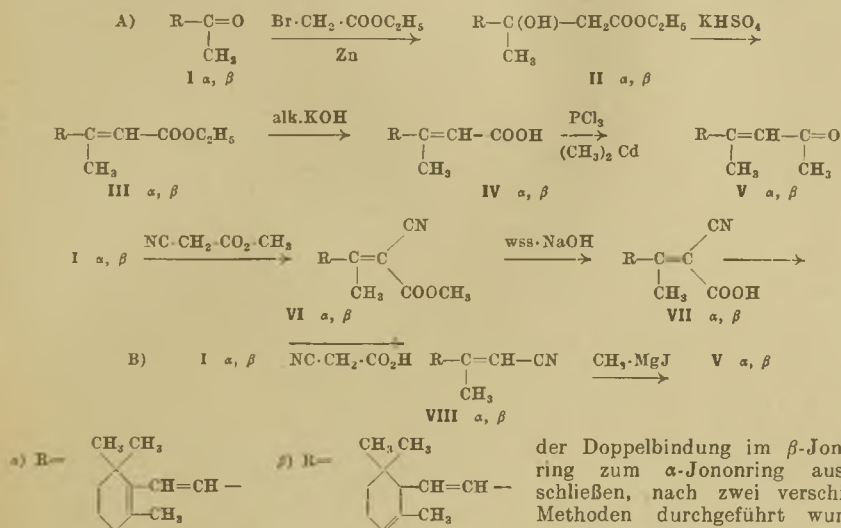
Harry Sobotka, Edith Bloch, H. Cahnmann, Edith Feldbau und Edith Rosen, *Untersuchungen über Jonon*. II. Mitt. Spaltung von *d,l*-α-Jonon in optische Antipoden. (I. vgl. J. Amer. chem. Soc. 65. [1943.] 1961). *dl*-α-Jonon konnte durch Umsetzung mit *l*-Menthyl-N-aminocarbamat, „*l*-Menthylhydrazid“, über das Diastereomerengemisch der *d*-u. *l*-α-Jonon-*l*-menthydrazone in die opt. Antipoden zerlegt werden. — *d,l*-α-Jonon-*l*-menthydrazone, C₂₄H₄₀O₂N₂, aus *d,l*-α-Jonon (n_D²³ = 1,4995), durch Kochen mit der äquimol. Menge *l*-Menthylhydrazid ([α]_D²³ = -76,7°) in 95% ig. A. unter Zusatz von etwas Na-Acetat u. Essigsäure; Krystalle vom F. 163—165°, [α]_D = -20°. — *l*-α-Jonon-*l*-menthydrazone, aus dem vorst. beschriebenen Diastereomerengemisch durch fraktionierte Krystallisation aus A. (als schwerer lösl. Verb.); F. 185°, [α]_D²² = -320° (in Alkohol). — *d*-α-Jonon-*l*-menthydrazone, aus dem Diastereomerengemisch als die leichter lösl. u. deshalb nicht ganz so rein erhaltene Verb.; F. 176°, [α]_D²² = +230° (in Alkohol). — *l*-α-Jonon, aus dem entsprechenden Menthydrazone durch Dest. mit Wasserdampf in Ggw. von Phthalsäureanhydrid; [α]_D²⁷ = -406°, n_D²⁵ = 1,5000. — *2,4*-Dinitrophenylhydrazone, F. 133°. *p*-Chlorbenzoylhydrazone, F. 200—201°. — *d*-α-Jonon, analog der *l*-Verb. dargestellt; [α]_D²³ = +347°, n_D²² = 1,5021. *2,4*-Dinitrophenylhydrazone, F. 129°. *p*-Chlorbenzoylhydrazone, F. 196—198°. — β-Jonon-*l*-menthydrazone, aus β-Jonon (n_D²² = 1,5183) wie das Deriv. des *d,l*-α-Jonons; F. 178°; [α]_D = -35°. (J. Amer. chem. Soc. 65. 2061—62. Nov. 1943. New York, Mount Sinai Hosp.) 180.2056

P. Karrer und H. Stürzinger, *Mono- und Di-epoxyde des α-Jonons und β-Jonons und Umwandlungsprodukte dieser Verbindungen*. Beim α-Jonon (I) u. β-Jonon (II) wird durch *Phthalmonpersäure* (III) im wesentlichen die Doppelbindung im Kern zum Epoxyd oxydiert, durch alkal. H₂O₂ hingegen die Doppelbindung der Seitenkette. Durch aufeinanderfolgende Oxydation nach beiden Methoden wurden die Di-epoxyde erhalten. Alle diese Epoxyde werden durch H₂SO₄ aufgespalten, wobei sich zum Teil Umlagerungen anschließen. Aus I entsteht mit III in Ae. α-Jonon-3,4-epoxyd (3,4-Oxid-α-jonon) C₁₃H₂₀O₂, (IV), Kp.₁₃ 146—148°. Daraus mit verd. H₂SO₄ 3,4-Dioxy-3,4-dihydro-α-jonon, C₁₃H₂₂O₂, Krystalle aus Ae.-PAe., F. 128°; Acetylverb., C₁₅H₂₄O₄, F. 96°. Aus I mit wss.-methanol. KOH u. H₂O₂ bei 0° (6 Tage) entsteht α-Jonon-α'-β'-epoxyd C₁₃H₂₀O₂, (V), Krystalle aus PAe., F. 38°; daraus mit verd. H₂SO₄ eine Verb. C₁₃H₂₂O₃, Öl, Kp._{0,03} 105—110°, die reduzierend wirkt u. ein Monoacetylderiv., C₁₅H₂₄O₄, Kp._{0,04} 100°, liefert. Aus V mit III oder aus IV mit alkal. H₂O₂ entsteht α-Jonon-di-epoxyd, C₁₃H₂₀O₃, Kp._{0,05} 90—100°. Daraus bildet sich mit verd. H₂SO₄ 2-Acetyl-3,8-dioxy-5,9-trimethyl-hexahydro-cumaran, C₁₃H₂₂O₄, Krystalle aus Ae.-PAe., F. 141°; gibt mit Acetanhydrid in Pyridin ein Monoacetylderiv., C₁₅H₂₄O₅, F. 141°. — Aus II u. III wird analog β-Jonon-2,3-epoxyd (VI) C₁₃H₂₀O₂, Krystalle aus Ae.-PAe., und daraus mit verd. H₂SO₄ 2,3-



Dioxy-2,3-dihydro-β-jonon, C₁₃H₂₂O₃, Krystalle, F. 111°, erhalten. — II ergibt mit alkal. H₂O₂ uneinheitliche Öle, VI liefert *β-Jonon-di-epoxyd*, C₁₃H₂₀O₃, Kp._{0,05} 100—115°, Säulen, F. 75°. Daraus entsteht mit verd. H₂SO₄ eine Verb., die vielleicht *2-Acetyl-3,4-dioxy-5,5,9-trimethylhexahydro-cumaran* darstellt, Nadeln aus Ae.—PAe., F. 150°. (Helv. chim. Acta 29. 1829—36. 2/12. 1946. Zürich, Univ.) 173.2056

William G. Young, Lawrence J. Andrews und Stanley J. Cristol, *Polyene*. I. Mitt. *Synthese und Absorptionsspektren der Jonylidenacetone und verwandter Verbindungen*. Beim Studium der synthet. Methoden zur Verlängerung der Polyenkette von *β-Jonon* wurde *β-Jonylidenaceton* (V β) synthetisiert, was wegen des bei 285 mμ gefundenen an Stelle des bei 300—320 erwarteten Absorptionsmaximums, um eine eventuelle Wanderung



der Doppelbindung im *β-Jonon*ring zum *α-Jonon*ring auszuschließen, nach zwei verschied. Methoden durchgeführt wurde.

Auf die gleiche Weise wurde *α-Jonylidenaceton* synthetisiert. Die Absorptionsmaxima u. die Extinktionskoeffizienten aller Zwischenprodd. sind in Tabellen, die Absorptionsspektren figurlich wiedergegeben. Daraus ergibt sich, daß keine Wanderung der Doppelbindung im Kern stattfindet. Durch quantitative Hydrierung, Ozonisierung u. Hypochloritoxydation wurde die Struktur des *Jonylidenacetons* bestätigt.

Versuche: Die *α*- u. *β-Jonylidenessigsäureäthylester*, C₁₇H₂₆O₂ (III α u. β) wurden aus den Jononen mit BrCH₂·CO₂·C₂H₅ + Zn u. folgendes Erhitzen mit KHSO₄ in einer Modifikation der von KARRER, SALOMON, MORF u. WALKER (Helv. chim. Acta 15.[1932.] 878) zur Darst. des *β*-Esters angegebenen Meth. dargestellt, III β, Kp.₆ 162,5—164,5°, n_D^{20,5} = 1,5310; III α, Kp.₅₋₇ 162,5°, n_D²² = 1,5140. Bei einer Darst. von III β war die Dehydratation mit KHSO₄ ausgelassen worden, so daß der hydratisierte Ester II β, Kp.₂₋₃ 153,5—155,5°, n_D^{22,5} = 1,4880, isoliert werden konnte. — Aus den aus *α*- bzw. *β-Jonon* mit Cyanessigsäuremethylester, Acetamid u. NH₃-Acetat in Sd. Eisessig (4 Stdn.) dargestellten *Methylestern* C₁₇H₂₃O₂N, VI β, Kp.₂ 165—168°, u. VI α, gelbes viscoses Öl, Kp._{1,5} 154,5—157,5°, n_D²⁰ = 1,5628, wurden mit sd. 1n NaOH erhalten *β*-, C₁₆H₂₁O₂N (VII β), gelbe Krystalle aus Lignin u. Bzl., F. 160—163° Zers., sowie *α-Jonylidenessigsäure* (VII α), Öl. — *β*-, C₁₅H₂₁N (VIII β), gelbes Öl, Kp.₃ 138—140°, n_D²⁰ = 1,5566; sowie *α-Jonylidenacetonitril* (VIII α), gelbes Öl, Kp.₃ 147,5—150°, n_D²⁰ = 1,5480. — *α-Jonylidenaceton*, C₁₆H₂₄O (Va), durch Kochen des Chlorids von IV α mit Cd(CH₃)₂ in Ae. oder aus VIII α mit CH₃·MgJ in Ae. oder auch mit CH₃Li, Kp.₃ 134,5—135°, n_D²⁰ = 1,5433; *Semicarbazon*, C₁₇H₂₇ON₃, Krystalle aus verd. A., F. 162,5—164°. — *β-Jonylidenaceton* (V β), Kp._{2,5} 131—132°, n_D¹⁸ = 1,5412; Ozonolyse ergab Geronsäure; Oxidation mit NaOCl führte zu IV β. — Von aus *α*- bzw. *β-Jonon* mit NaOCl erhaltenen *α*- bzw. *β-Cyclocitrylidenessigsäuren*, C₁₂H₁₆O₂ (*α*-Form F. 106—108°) sind die Absorptionsmaxima u. Extinktionskoeffizienten angegeben. (J. Amer. chem. Soc. 66. 520—24. April 1944. Los Angeles, Univ. of California.) 242.2056

K. Gätzi, *o, o'-Dichlordiphenyltrichloräthan*, *o, o'-Dichlordiphenyltrichloräthan* (I), das bisher nur als Bestandteil des techn. DDT nachgewiesen wurde, entsteht neben der *o, p'*-

Verb. als einziges Isomeres bei der Kondensation von 1-[*o*-Chlorphenyl]-2-trichloräthanol mit Chlorbenzol u. kann aus den Mutterlaugen dieser Synth. durch Chromatographieren rein erhalten werden. Vf. beschreibt die Konstitutionsermittlung von I u. gibt tabellar. einige Eig. der bisher bekannten isomeren Dichlorphenyltrichloräthane bekannt.

Versuche: *o,o'*-Dichlordiphenyltrichloräthan (I), C₁₄H₉Cl₅, aus A. Prismen, F. 92,5 bis 93°. — 1,1-Di-[*o*-chlorphenyl]-2,2-dichloräthylen, C₁₄H₈Cl₄, durch Rk. von I mit Na u. A. während 4 Stdn., aus A. Prismen, F. 148—149°. — *o,o'*-Dichlordiphenyllessigsäure, aus I durch Rk. mit Na u. A. während 20 Stdn. im Einschlußrohr bei 145°; Anilid, F. 270 bis 272°. — *o,o'*-Dichlordiphenylketon, aus I durch die gleiche Rk. bei 175—180° u. anschließende Oxydation mit CrO₃ u. Eisessig, F. 45—47°; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, F. 202—206°. (Helv. chim. Acta 29. 1159—63. 1/8. 1946. Basel, I. R. Geigy A. G., Wiss. Labor.) 218.2390

J. C. Colbert und Robert M. Lacy, *Über die Wirkung von Substituenten auf den Verlauf der Kondensationsreaktion zwischen Benzoldiazoniumsalzen und Phenolen*. Über die Extraktion von Benzoldiazoniumsalzen aus wss. Lsg. mit Phenol unter Bldg. von Oxydiphenylen liegen verstreute Berichte vor: HIRSCH (Ber. dtsh. chem. Ges. 23. [1890.] 3705; 25. [1892.] 1196; NORRIS, MACINTIRE u. CORSE (J. Amer. chem. Soc. 29. [1903.] 120); KIEGL u. HUBER (Ber. dtsh. chem. Ges. 53. [1920.] 1646); CHATTERJEE (J. Indian chem. Soc. 12. [1935.] 410); ANCHELL u. BLATT (J. Amer. chem. Soc. 63. [1941.] 1948; C. 1941. II. 3193). Vf. planen, den Einfl. von Substituenten in allen 3 Stellungen sowohl im Diazoniumsalz als im Phenol zu prüfen, müssen sich aber infolge experimenteller Schwierigkeiten auf die Umsetzungen von *p*-substituierten Benzoldiazoniumsalzen mit Phenol (I) einerseits u. von diazotiertem Anilin (II) mit *o*-substituierten Phenolen andererseits beschränken. Es ergibt sich, daß *p*-Substituenten im Diazoniumsalz die Bldg. von Oxydiphenylen herabsetzen, u. zwar ansteigend in der Reihe: Methyl, Br, Cl. *o*-Substituenten im I steigern die Ausbeuten an Oxydiphenylen, ansteigend in der Reihe: Methyl, Br, Cl. NO₂ in *p*-Stellung im Diazoniumsalz, stabilisiert dieses u. befähigt es, auch in stark saurer Lsg. die Azokupplung einzugehen. NO₂ in *o*-Stellung im Phenol verhindert völlig die Bldg. von Oxydiphenylen.

Versuche: Die Amine werden in stark saurer Lsg. (1 Mol. Amin: 6 Mol. HCl) diazotiert, um Azokupplung zu unterdrücken, u. unter Rühren in das auf dem Wasserbade erhitzte Phenol (1 Mol. Amin: 3 Mol. Phenol) eingetragen. Reinigung der Reaktionsprodd. durch Dest. mit überhitztem Wasserdampf oder durch Vakuumdestillation. — 4-Oxydiphenyl, C₁₂H₁₀O, aus I u. II zu 5,9%. — 2-Oxydiphenyl, C₁₂H₁₀O, wie vorst. zu 1,8%. — 4-Methyl-4'-oxydiphenyl, C₁₃H₁₂O, aus *p*-Toluidin u. I zu 4,5%, F. 153—154°. — 4-Chlor-4'-oxydiphenyl, C₁₂H₉OCl, aus *p*-Chloranilin u. I zu 5,9%, F. 145°. — 4-Chlor-2'-oxydiphenyl, C₁₂H₉OCl, wie vorst. zu 1,8%, F. 53°. — 4-Brom-4'-oxydiphenyl, C₁₂H₉OBr, aus *p*-Bromanilin u. I zu 0,14%, F. 156°. — 4-Brom-2'-oxydiphenyl, C₁₂H₉OBr, wie vorst. zu 1,3%, F. 60—61°. — 4-Nitro-4'-oxyazobenzol, C₁₂H₉O₃N₃, aus *p*-Nitranilin u. I zu 52,2%, F. 210°. — 5-Methyl-2-oxydiphenyl, C₁₃H₁₂O, aus II u. *p*-Kresol zu 2,6%, isoliert als Benzolsulfonat, C₁₉H₁₈O₃S, F. 65—66°. — 3-Methyl-4-oxydiphenyl, C₁₃H₁₂O, aus II u. *o*-Kresol zu 4,1%, F. 115°. — 3-Methoxy-2-oxydiphenyl, C₁₃H₁₂O, wie vorst. zu 5,6%, isoliert als Benzolsulfonat, C₁₉H₁₈O₃S, F. 37—38°. — 3-Brom-2-oxydiphenyl, C₁₂H₉OBr, aus II u. *o*-Bromphenol zu 15,3%. — 3-Chlor-2-oxydiphenyl, C₁₂H₉OCl, aus II u. *o*-Chlorphenol zu 27,8%. *p*-Toluolsulfonat, C₁₉H₁₈O₃ClS, F. 117—118°. (J. Amer. chem. Soc. 68. 270—71. Febr. 1946. Oklahoma, Univ.) 202.2492

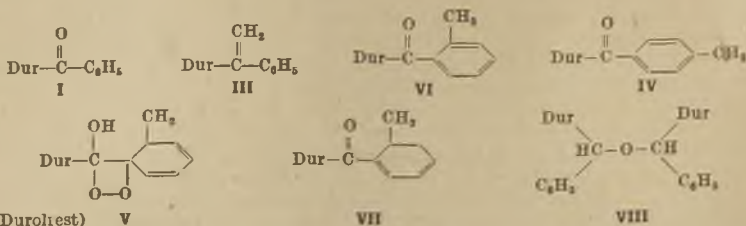
Reynold C. Fuson und B. C. McKusick, *Die p-Alkylierung von Benzoyldurol mit Grignardschem Reagens*. 4'-Benzyl-2,3,5,6-tetramethylbenzophenon (I) entsteht aus Benzyl-MgCl u. Benzoyldurol (II, aus 2,3,5,6-Tetramethylbenzoylchlorid + Diphenyl-Cd nach GILMAN u. NELSON, C. 1937. I. 334), während Phenyl-MgBr bei der Rk. mit Mesitylketonen in die Benzoylgruppe in *o*-Stellung eintritt (vgl. FUSON, ARMSTRONG u. SPECK, C. 1943. I. 2583). Konstitutionsbeweis durch Darst. aus *p*-Benzylbenzoylchlorid u. Durol + AlCl₃ u. durch Spaltung mit H₃PO₄ in Durol u. *p*-Benzylbenzoesäure (deren Darst., modifiziert nach CLEMMENSEN, ist angegeben). Analog ergibt tert.-Butyl-MgCl mit II 4'-tert.-Butyl-2,3,5,6-tetramethylbenzophenon (III). Konstitutionsbeweis durch Darst. aus (Di-*p*-tert.-butylphenyl)-MgCl u. 2,3,5,6-Tetramethylbenzoylchlorid u. durch Spaltung in Durol u. *p*-tert.-Butylbenzoesäure. Die Red. der neuen Ketone ergibt die entsprechenden Kohlenwasserstoffe. Das 2'-Benzoylisomere von I u. Dibenzoyldurol werden für den Konstitutionsbeweis von I dargestellt.

Versuche: 4'-Benzyl-2,3,5,6-tetramethylbenzophenon (I), C₂₄H₂₄O, Plättchen, F. 128,5—129,5°, oder lange Nadeln, F. 119—120°. Spaltung mit sd. sirupöser H₃PO₄ am Rückfluß. — 4'-Benzyl-2,3,5,6-tetramethyldiphenylmethan, C₂₄H₂₆, aus I mit Na in A.; Nadeln aus Methanol/Chf., F. 69—70°. — 2'-Benzyl-2,3,5,6-tetramethylbenzophenon,

$C_{24}H_{24}O$, aus 2.3.5.6-Tetramethylbenzoylchlorid + Diphenylmethan-MgBr-(2), orange-farbene Krystalle aus A., F. 118,5—119,5, 49% Ausbeute. — Benzoyldurol, $C_{17}H_{20}$, aus II mit Na in A., Nadeln aus A., F. 57—58°, 40% Ausbeute. — 4-Benzyl-2.3.5.6-tetramethylbenzophenon, $C_{24}H_{24}O$, aus vorst. mit Benzoylchlorid + $AlCl_3$ in CS_2 , Nadeln aus A./Bzl., F. 173—174°, 77% Ausbeute. — 4-Benzyl-2.3.5.6-tetramethyldiphenylmethan, $C_{24}H_{28}$, aus vorst. oder aus p-Dibenzoyldurol mit Na in n-Amylalkohol, aus A./Bzl., F. 176—177°. — 4'-tert.-Butyl-2.3.5.6-tetramethylbenzophenon, $C_{21}H_{26}O$ (III), Ausbeute 33%, Plättchen, F. 127—128°. Dinitroder v., $C_{21}H_{24}O_5N_2$, mit HNO_3 , Nadeln aus A., F. 212—213°. — 4'-tert.-Butyl-2.3.5.6-tetramethyldiphenylmethan, $C_{21}H_{28}$, aus III nach CLEMENSEN oder mit Na in A., Plättchen aus A., F. 116—117°. — 4-Brom-2.3.5.6-tetramethylbenzophenon, $C_{17}H_{17}OBr$, aus II mit Br oder aus Bromdurol mit Benzoylchlorid + $AlCl_3$, aus PAe., F. 116—117°. — 4'-tert.-Butyl-2.3.5.6-tetramethyl-4-brombenzophenon, $C_{21}H_{25}OBr$, aus III mit Br in CCl_4 , oder aus vorst. mit tert.-Butyl-MgCl, Plättchen, F. 182 bis 183°. (J. Amer. chem. Soc. 65. 60—64. Jan. 1943. Urbana, Ill., Univ. of Illinois, Noyes Chem. Labor.) 202.2522

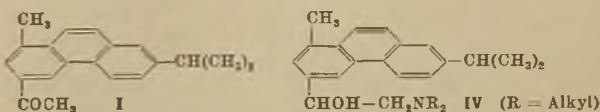
Reynold C. Fuson, B. C. Mc Kusick und Jack Mills, *Anlagerung von Methylmagnesiumjodid an Benzoyldurol*. GRIGNARD-Reagenzien werden von Ketonen von der Art des Benzoyldurols (I) addiert, trotz übermäßiger Anhäufung von Methylgruppen um die Carbonylgruppe. Die Addition kann in 1.2-, 1.4- oder 1.6-Stellung vor sich gehen, je nach Art des Ketons u. der GRIGNARD-Verb.; 1.2-Addition erfolgt z. B. bei Acetomesitylen u. Benzyl- oder sek. Butenyl-GRIGNARD-Verbb.; 1.6-Addition bei I u. Benzyl- oder tert. Butyl-MgCl; 1.4-Addition in den meisten anderen Fällen. Diese 3 rivalisierenden Möglichkeiten treten nun gleichzeitig bei der Kondensation von CH_3MgJ (II) mit I auf. Beim Erhitzen von I mit 3 Mol II während 6 Stdn. auf 130° in n-Butyläther entsteht ein Gemisch, aus dem u. a. 1-Duryl-1-phenyläthylen (III) isoliert werden kann, also das Olefin, das vermutlich sich bei der Wasserabspaltung aus dem durch 1.2-Addition entstehenden Carbinol bildet. Weiterhin wird p-Toluyldurol (IV), wenn auch in kleinen Mengen, festgestellt, dessen Auftreten der Beweis für 1.6-Addition ist. Das Hauptprod. lieferte wie gewöhnlich die 1.4-Addition; es konnte als Peroxyd (V) des Enols oder in der ketonisierten Form, als Dihydro-o-toluyldurol, gefaßt werden. Zwei isomere Dihydroketone wurden aus dem Gemisch abgetrennt (A vom F. 123—124° u. B vom F. 103 bis 103,5°). Doch entstanden die beiden Formen nie nebeneinander; es ist noch ungeklärt, welche Faktoren (Acidität des Reaktionsmediums?) die Entstehung der einzelnen Formen begünstigen. Ein drittes isomeres Dihydro-o-toluyldurol (C) bildet sich, wenn B mit Pt in N_2 -Atmosphäre behandelt wird. Dehydrierung mit Pd-Kohle führt jedes der Isomeren in o-Toluyldurol (VI) über. — Es können Formeln für 6 Dihydro-o-toluyldurole aufgestellt werden, die kein α -H-Atom enthalten. Aus der einzigen bekannten Dihydro-o-toluylsäure kann das Keton VII synthetisiert werden: 2.3-Dihydro-o-toluylsäure gibt, als Säurechlorid mit Durol nach FRIEDEL-CRAFTS kondensiert, ein mit A ident. Prod. vom F. 123°. — Der weiterhin noch isolierte 2.3.5.6-Tetramethylbenzhydryläther (VIII) ist vielleicht aus dem Durylphenylcarbinol entstanden, das sich bei der Red. von I bildet.

Versuche: III bildet breite Prismen vom F. 71—72°; es entstand in einem ersten Vers. neben A u. IV, F. 144—145°, sowie VIII, F. 174—175°. Ein zweiter, unter im wesentlichen gleichen Bedingungen angestellter Vers. lieferte III u. B. — A entfärbt sofort eine Bromlsg. in CCl_4 ; es reagiert mit 2% ig. $KMnO_4$ -Lsg., u. die ZEREWITINOFF-Best. weist auf akt. Wasserstoff hin. Wird durch Säure oder Alkali bei gewöhnlicher Temp. nicht isomerisiert. Mit Br_2 ein Pentabromderiv., F. 195—196°. — B entfärbt Br-Lsg. in CCl_4 ; wird in Ggw. von PtO zu C, F. 117—118°, isomerisiert, das gleichfalls Br-Lsg. entfärbt, mit $KMnO_4$ reagiert u. nach ZEREWITINOFF akt. Wasserstoff anzeigt. — Zur Isolierung von V wird der zweite Vers. wiederholt, ein Teil des Reaktionsgemisches mit NH_4Cl -Lsg. zers., die äther. Schicht in 2 Hälften geteilt, aus der einen B durch Eindampfen abgetrennt, in die andere O_2 12 Stdn. lang eingeleitet. Dann wird der Butyläther verdampft, der Rückstand mit PAe. behandelt. V, gelbe Krystalle vom F. 126—128° Zers. — Ozonisierung von III bildet I zurück (nach Zers.). Daneben entsteht Durylphenyllessigsäure, F. 232—234°. — III kann auch durch Rk. von Duryl-MgBr mit Acetophenon gewonnen werden. — Als Vergleichssubstanzen für die Identifizierung der verschied. Kondensationsprod. wurden folgende Ketone nach FRIEDEL-CRAFTS bzw. GRIGNARD hergestellt: VI, aus o-Toluylsäurechlorid, F. 112—112,5°. — m-Toluyldurol, aus m-Toluylsäurechlorid, F. 111—112°. — IV, aus p-Toluylsäurechlorid, F. 144—145°. — p-Anisoyldurol, aus p-Anisoylchlorid, F. 143,4—144,5°. — Benzoylpentamethylbenzol, aus Benzoylchlorid, F. 135—136°. — m-Toluylbromdurol, aus m-Toluylsäurechlorid, F. 131—132°. — Duryl-trans-2-methylcyclohexylketon, aus trans-2-Methylcyclohexancarbonsäurechlorid, F. 132—134°. — VI kann mit Na in A. zu Duryl-o-tolylmethan, F. 94,5—95°, red. werden.



Durch Red. von I mit Na-Amalgam entsteht *Durylphenylcarbinol* (IX), Kp.₆ 185—186°, F. 66—69°; es bildet ein α -Naphthylurethan vom F. 177,5—178,5°. Oxydation mit CrO₃ ergibt I. — Aus dem harzigen Destillationsrückstand von IX krist., wenn er über Nacht mit Ae. stehenbleibt, VIII vom F. 174—175°. (J. org. Chemistry 11. 60—66. Jan. 1946. Urbana, Ill., Univ. of Illinois, Noyes Chemical Labor.) 320.2523

Thomas N. Dodd jr., Charles H. Schramm und Robert C. Elderfield, 3-(2'-Dialkylamino-1'-oxyäthyl)-retenderivate. Es wurden einige 3-(2'-Dialkylamino-1'-oxyäthyl)-retenderiv. für die Prüfung auf Antimalariawirkg. hergestellt. 3-Acetylreten (I) wurde aus Reten (II) durch Modifizierung des Verf. von CAMPBELL u. TODD



(C. 1940. II. 1574) u. 3-[ω -Bromacetyl]-reten (III) aus I nach ADELSON u. BOGERT (C. 1938. II. 1590) gewonnen. III wurde durch Umsetzung mit sek. AMELIN in 3-Dialkylaminoacetylreten übergeführt u. diese mit Al-Isopropylat zu den 3-(2'-Dialkylamino-1'-oxyäthyl)-retenen (IV) reduziert. Keins der Aminocarbinole zeigte gegenüber Vogel malaria hinreichende Wirksamkeit.

Versuche: Sorgfältig gereinigtes II, das nach vorhergehendem Weichwerden bei 96° einen F. von 98° hat, wird in Nitrobenzol bei -5° mit Acetylchlorid in Ggw. von AlCl₃ behandelt, das Reaktionsgemisch mit Eis u. HCl zers., das Nitrobenzol mit Wasserdampf entfernt, der Rückstand mit Kohle in Ae. behandelt, die filtrierte Lsg. eingedampft. Beim Abkühlen fällt I vom F. 98—99° aus. Das hieraus hergestellte III gibt mit Di-n-hexylamin ein Aminoketon, das als dicker Sirup anfällt u. als solcher zu 3-[2'-Di-n-hexylamino-1'-oxyäthyl]-reten red. wird. Hydrochlorid, F. 126—127°. — In analoger Weise wurden gewonnen: 3-[2'-Dimethylamino-1'-oxyäthyl]-retenhydrochlorid, F. 253—258°. — 3-[2'-Diäthylamino-1'-oxyäthyl]-retenhydrochlorid, F. 129—129,5°. — 3-[2'-Di-n-propylamino-1'-oxyäthyl]-retenhydrochlorid, F. 204,5—205,5°. — 3-[2'-Di-n-amyloamino-1'-oxyäthyl]-retenhydrochlorid, F. 146—147°. — 3-[2'-Diisoamylamino-1'-oxyäthyl]-retenhydrochlorid, F. 171,5—172,5°. — 3-[2'-Diisoheptylamino-1'-oxyäthyl]-retenhydrochlorid, F. 149—150°. — 3-[2'-Di-n-octylamino-1'-oxyäthyl]-retenhydrochlorid, F. 79—80°. — 3-[2'-Di-n-nonylamino-1'-oxyäthyl]-retenhydrochlorid, F. 86—87°. — 3-[ω -Di-n-butylaminoacetyl]-reten (V) wurde über sein Pikrat, F. 152—152,5°, gereinigt, gab aber nach der Red. kein definiertes Salz des Carbinols. Hydrobromid von V, F. 163—164°. (J. org. Chemistry 11. 253—56. Mai 1946. New York 27, N. Y., Columbia Univ., Dep. of Chem.) 320.2753

Richard A. Seibert und F. W. Bergstrom, Phenylierung einiger Kohlenwasserstoffe mit einem Halogenbenzol, das durch ein Alkaliamid aktiviert ist. Läft man K- oder Na-Amid in Ggw. von fl. NH₃ auf Di- oder Triphenylmethan, Fluoren oder 9-Phenyl-1.2-benzofluoren einwirken, so entstehen die Alkaliverbb. der KW-stoffe. Beim Behandeln mit Chlor- oder Brombenzol erfolgt dann ein- oder zweimalige Phenylierung unter Abscheidung von Alkalihalogenid. Die Rk. wird durch Zusatz von NH₄Cl begünstigt. Auch Cyclohexylamin kann in Ggw. von KNH₂ mit Brombenzol phenyliert werden, während sich 4.4'-Tetramethyldiamino-4''-methoxytriphenylmethan u. 4.4'.4''-Hexamethyltriaminotriphenylmethan in der angegebenen Weise nicht phenylieren lassen. Im Hinblick auf diese Ergebnisse u. auf die früheren Unterr. von BERGSTROM u. Mitarbeitern (vgl. C. 1938. I. 2696) erörtern die Vff. verschied. Möglichkeiten zur Erklärung des Reaktionsmechanismus.

Versuche: Triphenylmethan, aus K-Diphenylmethan u. Chlorbenzol, Ausbeute 11,1%. Ferner entsteht Tetraphenylmethan in 18,4%ig. Ausbeute. — Tetraphenylmethan, aus K-Triphenylmethan u. Chlorbenzol, Kristalle aus Bzl., F. 284,5—285,5°, Ausbeute 41,3%. — 9-Phenylfluoren, aus K-Fluoren u. Brombenzol, Nadeln aus Eisessig, F. 142 bis 144°, Ausbeute 35,4%. Ferner entsteht 9.9-Diphenylfluoren, C₁₇H₁₈, Nadeln aus Eisessig, F. 223—225°, Ausbeute 15,6%. — 9.9-Diphenyl-1.2-benzofluoren, C₂₀H₂₀, aus K-9-Phenyl-

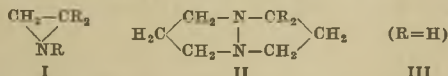
1,2-Benzofluoren u. Brombenzol, Nadeln aus Eisessig, F. 261,5—263°, Ausbeute 15,9%. — *Cyclohexylanilin*, durch 3std. Erhitzen von Cyclohexylamin mit Brombenzol in Ggw. von KNH₂ auf 120—130°, Kp., 142—147° (Hydrochlorid, F. 202—203°; Acetylderiv., F. 69 bis 72°; Benzoylderiv., F. 101—102°; Pikrat, F. 164—169°), Ausbeute 42%. Ferner entsteht *Cyclohexyldiphenylamin*, C₁₈H₂₁N, Krystalle aus Methanol, F. 75—77° (Hydrochlorid, F. 152—157° Zers.). (J. org. Chemistry 10. 544—50. Nov. 1945. California Stanford Univ.) 132.2765

Erik Larsson, *Über 4-Methylthiophanon*(3). Es wird die Darst. des 4-Methylthiophanons(3) aus Sulfidessigsäure-β-isobuttersäureäthylester, C₂H₅OOC—CH₂—S—CH₂—CH(CH₃)COOC₂H₅, nach der Meth. von DIECKMANN (Ber. dtsch. chem. Ges. 27. [1894.] 102; Liebig's Ann. Chem. 317. [1901.] 27) beschrieben. β-Bromisobuttersäure (I), aus Methacrylsäure u. HBr in Chlf. nach LARSSON (Chalmers Tekn. Högskolas Handl. Nr. 35 [1944.]). Sulfidessigsäure-β-isobuttersäure, C₆H₁₀O₄S, aus dem Na-Salz von I mit dem Dinatriumsalz der Thioglykolsäure in W., Krystalle aus Essigester u. Bzl., F. 72°; Ausbeute 54%; Diäthylester (II), C₁₀H₁₈O₄S, Kp. 6, 140—144°; Ausbeute 58%. — 4-Methylthiophanon n-(3)-carbonyl-äthylester (III), C₈H₁₂O₃S, aus II u. Na-Äthylat in A. u. Toluol, Kp.₁₃ 128—131°; Ausbeute 42%; lösl. in Natronlauge, gibt mit FeCl₃ in A. violette Färbung. — 4-Methylthiophanon (3), C₈H₈OS, aus III durch Kochen mit 10%ig. H₂SO₄, Kp.₁₈ 77—78°; Ausbeute 46%; Semicarbazon, C₈H₁₁ON₃S, aus Essigester, F. 198—199°. (Svensk kem. Tidskr. 57. 24—27. Jan. 1945. Gothenburg, Chalmers TH, Inst. für organ. Chem.) 366.2913

R. C. Blume und H. G. Lindwall, *2-Phenylindol-3-aldehyd und gewisse Kondensationsprodukte desselben*. Es war beabsichtigt, den Ringschluß zur 4-Stellung an Indol-3-acrylsäurederiv. unter Bldg. des Benzindolringsyst. durchzuführen, was jedoch nicht gelang. Zunächst wurde versucht, die substituierte Acrylsäure durch PERKIN-Kondensation von Malonsäure mit 2-Phenylindol-3-aldehyd (I) herzustellen, doch hatten die Vers. kein Ergebnis, auch nicht bei Verwendung von organ. Basen als Katalysatoren. In der Hoffnung, auf indirektem Wege zu dem Acrylsäurederiv. zu gelangen, wurden dann Cyanessigsäureäthylester- u. Cyanacetamidkondensationsprodd. usw. hergestellt; die hydrolyt. Behandlung der Prodd. führte jedoch wieder zu I. — I wurde durch 2std. Erhitzen mit 30%ig. H₂O₂ oxydiert; das Oxydationsprod. war nicht die erwartete 2-Phenylindol-3-carbonsäure, sondern *N-Benzoylanthranilsäure*. — I gibt weder ein Na-Bisulfit-additionsprod. noch eine positive Fuchsinrk.; auch erzeugt er keinen Silberspiegel mit TOLLENS-Reagenz u. red. FEHLING'sche Lsg. nicht. Oxim, Semicarbazon u. p-Nitrophenylhydrazon sind bekannt.

Versuche: 2,2 g I wurden in einer Lsg. aus 6 ccm Isopropylalkohol, 3 ccm Pyridin, 0,5 ccm Piperidin u. 1,5 ccm Cyanessigsäureäthylester 20 Min. am Rückfluß erhitzt: 2-Phenylindol-3-[α-cyan]-acrylsäureäthylester, F. 219—220°. — Aus I u. Cyanacetamid 2-Phenylindol-3-[α-cyan]-acrylamid, F. 292°. — Aus I u. Phenylessigsäureäthylester 2-Phenylindol-3-[α-phenyl]-acrylsäureäthylester, F. 199—201°. — Aus I u. Benzylecyanid 2-Phenylindol-3-[α-phenyl]-acrylsäurenitril, F. 176—177° (nach Sintern bei 167°). — Aus I u. Acetophenon β-[2-Phenylindolyl-3]-acrylophenon, F. 170—171°. — Aus I u. Methyl-p-tolylketon p-Methyl-β-[2-phenylindolyl-3]-acrylophenon, F. 210—201°. — Aus I u. p-Methoxyacetophenon p-Methoxy-β-[2-phenylindolyl-3]-acrylophenon, F. 176—177°. (J. org. Chemistry 11. 185—88. März 1946. New York 53, N. Y., New York Univ., William H. Nichols Chem. Lab.) 320.2980

Emmett L. Buhle, Alexander M. Moore und F. Y. Wiselogle, *Die Konfiguration des dreiwertigen Stickstoffs. Ein bicyclisches Hydrazinderivat*. Da die Synth. von substituierten Äthyleniminen (I) nicht die bei Verbb. des Typs R₁R₂R₃N zu erwartenden opt. Isomeren ergeben hatte (vgl. Annu. Rep. Progr. Chem. 36. [1939.] 239; CAIBNS, C. 1942. I. 30; KINCAID u. HENRIQUES, C. 1940. II. 2446), sollen substituierte 1,2-Trimethylenpyrazolidine (II) dargestellt werden. In den spannungsfreien planaren Fünfringen haben die Valenzwinkel N—N—C nahezu n. Werte, während die Valenzwinkel C—N—C bei n. Größe (180°) V-Form des Mol. bedingen bzw. bei koplanarer Molekülform auf 144°



erweitert sind. Die Racemisierung kann über die koplanare Form oder durch Inversion der N-Atome nacheinander erfolgen. Die in diesem Falle intermediär entstehende multiplanare „trans“-Struktur bedingt eine Veränderung der Valenzwinkel in den Ringen. In beiden Fällen ist die Aktivierungsenergie der Racemisierung größer als bei nur 1 N enthaltenden Ringen oder bei offenen Ketten. Pyrazolidin u. 1,2-Trimethylenpyrazolidin (III) entstehen aus Trimethylen dibromid mit einem Überschuß an Hydrazin, der die Bldg. von quater-

nären Aziniumionen (R_3N-NH_2)⁺ auf 50% beschränkt, mit zusammen 30% Ausbeute neben *Bis-trimethylendiimin* (7–24%).

Versuche: *Pyrazolidin*, $C_3H_8N_2$, aus Trimethylendibromid (1,5 Mol) mit Hydrazin (3,0 Mol) in sd. A., Fraktionieren des Reaktionsprod. nach Filtration von $NH_2-NH_2 \cdot HBr$ u. Alkalisieren mit festem KOH, Kp.₇₆ 54–56°; Kp.₇₆₀ 138°; F. 10–12°; $n_D^{20} = 1,477$; $D_{20}^{20} = 0,9952$; hygroskop.; red. FERLING'sche Lsg. u. TOLLENS Reagens bei Zimmertemp.; *Oxalat*, $C_5H_{10}O_4N_2$, mit 0,5 mol. Oxalsäure in A., F. 114–115°. *Dibenzoylverb.* $C_{17}H_{16}O_2N_2$, mit Benzoylchlorid u. NaOH, F. 146–147°. — *1,2-Trimethylenpyrazolidin*, $C_6H_{12}N_2$ (III), analog vorst., Kp.₂₆ 74–75°; Kp.₇₆₀ 173°; F. 1,5–2,5°; $n_D^{20} = 1,4895$; $D_{20}^{20} = 1,0000$; Dissoziationskonstante $1,0 \times 10^{-6}$; *Pikrat*, $C_{12}H_{15}O_7N_5$, F. 159–159,5°. — *Bis-trimethylendiimin*, $C_6H_{14}N_2$, analog vorst. durch Dest. mit 7%, durch Abscheidung als Hydrobromid nach Entfernung des Hydrazins mit Benzaldehyd mit 24% Ausbeute. *Oxalat*, $C_{10}H_{18}O_8N_2$, mit 0,5 mol. Oxalsäure in A., F. 170–170,5° (J. Amer. chem. Soc. 65. 29–32. Jan. 1943. Baltimore, Md., USA., Johns Hopkins Univ., Chem. Dep.) 202.3085

N. F. Kutscherowa und K. A. Kotscheschkow, *Untersuchungen auf dem Gebiet der Aminoderivate der heterocyclischen Ringe. I. Mitt. Über einige Derivate des 2-Aminothiazols*. Beim Überprüfen der widersprechenden Literaturangaben über die physikal. Konstanten von 2-Amino-4,5,6,7-tetrahydrobenzthiazol (I) u. dessen Acetamid-, Sulfanilamid-, Acet-sulfanilamid- u. Cholesterylcarbamid-erivv. wurden die Angaben von ERLÉNMEYER (C. 1942. II. 265) teilweise bestätigt, nicht aber die von SPAGUE u. KISSINGER (C. 1941. II. 2202) u. BASU u. DAS-GUPTA (J. Indian chem. Soc. 18. [1941.] 172E).

Versuche: 2-Amino-4,5,6,7-tetrahydrobenzthiazolhydrobromid (II), $C_7H_{11}N_2BrS$, durch langsame Zugabe von α -Bromcyclohexanon zu einer Suspension von Thioharnstoff in W. u. 2std. Kochen; Ausbeute 49,6%, Nadeln aus W., F. 235–236°. — I, $C_7H_{10}N_2S$, durch Zugabe von 40%ig. NaOH zu einer 30–40° warmen Lsg. von II in W.; Ausbeute 96%, lange Nadeln aus W. u. Ligroin, F. 87–88°. — 2-Acetamido-4,5,6,7-tetrahydrobenzthiazol, $C_9H_{12}ON_2S$, aus I, Essigsäureanhydrid u. Essigsäure durch längeres Stehenlassen, Fälln mit W.; Ausbeute 70%, Nadeln aus acetonhaltigem Wasser. — 2-(N⁴-Acetylsulfanilamido-N¹)-4,5,6,7-tetrahydrobenzthiazol (III), $C_{15}H_{17}O_3N_3S_2$, durch langsame (1std.) Zugabe von p-Acetamidobenzolsulfocchlorid zu einer Lsg. von I in Pyridin unterhalb 35°, 4std. Erwärmen bei 60–70°, Abkühlen auf 40°, Fälln mit W., Krystalle, F. 269–270°; Ausbeute 66%. — 2-Sulfanilamido-4,5,6,7-tetrahydrobenzthiazol, $C_{13}H_{15}O_2N_3S_2$, durch $\frac{1}{2}$ std. Kochen von III in 10%ig. NaOH unter Zusatz von Tierkohle u. Hydrosulfid, F. 254–256°; Ausbeute 77,2%. — 2-Cholesterylcarbamido-4,5,6,7-tetrahydrobenzthiazol, $C_{35}H_{54}O_2N_2S_2$ durch Fälln einer Lsg. von Cholesterylchlorokohlensäureester (IV), in absol. Ae. mit einer Lsg. von I in Ae., Krystalle aus Bzl. + Aceton (1:1), F. 245–246,5°; Ausbeute 41,5%. — 2-Cholesterylcarbamido-4-methylthiazol, $C_{32}H_{50}O_2N_2S_2$, durch Fälln einer Lsg. von IV in absol. Ae. mit einer Lsg. von 2-Amino-4-methylthiazol in Ae., Krystalle aus absol. Bzl., F. 236–238°; Ausbeute 54,2%. — 2-(N⁴-Cholesterylcarbamido)-sulfanilamido-N¹-thiazol, durch 3tägiges Stehenlassen einer Mischung je einer Lsg. von Sulfazol in Aceton u. von IV in absol. Ae., Krystalle aus Pyridin + Aceton (1:2) u. Pyridin, F. 249–250°; Ausbeute 38,4%. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 16. (78.) 1701–05. Okt. 1946. Gesundheitsminist. d. UdSSR, Labor. d. sanitär-chem. Abwehr.) 391.3145

N. F. Kutscherowa, W. F. Kutscherow und K. A. Kotscheschkow, *Untersuchungen auf dem Gebiet der Aminoderivate der heterocyclischen Ringe. II. Mitt. Über nichtcycliche Kondensationsprodukte der 5-Haloid-2-aminopyridine mit Malonester*. (I. vgl. vorst. Ref.) Zur Unters. der W kg. der Konst. von 2-Aminopyridinderivv. auf den Verlauf ihrer Kondensation mit Malonsäureäthylester (I) wurden 5-Halogen-2-aminopyridine (II) benutzt. Im Gegensatz zu 2-Aminopyridin, Anilin, α -Naphthylamin u. Carbazol, die mit I di- bzw. polycycl. Kondensationsprod. geben (vgl. TSCHITSCHIBABIN, Ber. dtsch. chem. Ges. 57. [1924.] 1163; BAUMGARTEN u. KÄRGEL, d. gl. 60. [1927.] 832; BAUMGARTEN u. RIEDEL, C. 1943. I. 31; WALDMANN, C. 1937. I. 2601), bilden II nur Gemische von N-(5-Halogenpyridyl-2)-malonsäuremonoamidoäthylester (III), $C_{10}H_{11}O_3N_2Hal$, u. N,N'-Di-(5-halogenpyridyl-2)-malonsäurediamid (IV), $C_{13}H_{10}O_2N_4Hal_2$. II kondensiert man mit der 2–3fachen Menge I im Ölbad; schon bei 160–170° spaltet sich A. ab, bei 190–195° geht in 1 Stde. die Rk. zu Ende. Die nach dem Erkalten gelblichen bis roten krystallinen Prödd. lassen sich mit Aceton in das lösl. III mit niedrigerem F. u. in das unlösl. IV mit höherem F. trennen. Im Gegensatz zu den entsprechenden, sich leicht cyclisierenden 2-Iminoverbb. (FINGER u. KRAFT, Ber. dtsch. chem. Ges. 57. [1924.] 1950; TSCHITSCHIBABIN, Ber. dtsch. chem. Ges. 57. [1924.] 2092; REINDEL u. RAUCH, Ber. dtsch. chem. Ges. 58. [1925.] 393) sind die 2-Amidoverbb. (III) gegen Erhitzen u. cyclisierende Mittel beständig. Konz. H_2SO_4 verseift sie zu N-(5-Halogenpyridyl-2)-malonsäuremono-

amiden (V), $C_8H_7O_3N_2Hal$; diese geben beim Erhitzen über den F. unter CO_2 -Abspaltung 2-Acetamido-5-halogenpyridine (VI), die mit acetyliertem II ident. waren. Beim Erhitzen von III mit äquimol. Mengen II im Ölbad bis 180—200° u. Behandeln der erkalteten M. mit Aceton wird dagegen leicht u. fast quantitativ A. abgespalten unter Bldg. von IV. Die gleichen gemischten IV werden erhalten z. B. sowohl durch Kondensation von *N*-(5-Chlorpyridyl-2)-malonsäuremonoamidoäthylester (VII) mit 5-Brom-2-aminopyridin (VIII) als auch von *N*-(5-Brompyridyl-2)-malonsäuremonoamidoäthylester (IX) mit 5-Chlor-2-aminopyridin (X). — 3,5-Dihalogen- u. 5-Nitro-2-aminopyridine geben mit I weder beim 2—3std. Erhitzen bei 190—200°, noch im Vakuum oder mit Katalysatoren ($ZnCl_2$, Al_2O_3) Kondensationsprodukte.

Versuche: *N,N'*-Bis-(5-chlorpyridyl-2)-malondiamid, $C_{13}H_{10}O_2N_4Cl_2$, durch Kondensation von I u. X $1\frac{1}{2}$ Std. bei 195° u. Fällung mit Aceton, aus A. + Pyridin (2:1) Krystalle, F. 236—237°. — *N*-(5-Chlorpyridyl-2)-malonsäuremonoamidoäthylester (VII), $C_{10}H_{11}O_3N_2Cl$, aus vorst. acetonhaltiger Mutterlauge durch Fällung mit W. u. wenig A., aus Aceton + W. (2:1) u. PAe. glänzende Blättchen, F. 108—109°. — *N,N'*-Bis-(5-brompyridyl-2)-malondiamid (XI), $C_{13}H_{10}O_2N_4Br_2$, durch $2\frac{1}{2}$ std. Erhitzen von I mit VIII bei 195°, Krystalle aus Pyridin + Aceton (1:1), F. 238—239°. — *N*-(5-Brompyridyl-2)-malonsäuremonoamidoäthylester (IX), aus vorst. Mutterlauge, glänzende Blättchen aus Aceton + W. (1:1), F. 106—107°. — *N,N'*-Bis-(5-jodpyridyl-2)-malondiamid (XIII), aus I u. 5-Jod-2-aminopyridin (XII) analog, kryst. aus Pyridin + A. (1:1), F. 244—245°, u. *N*-(5-Jodpyridyl-2)-malonsäuremonoamidoäthylester (XIV), glänzende Blättchen, F. 117 bis 118°. XIII wird auch durch Kondensation von XIV u. XII in $\frac{1}{2}$ Stde. bei 180—200° erhalten, F. 243—244°; Ausbeute 83,5%, desgl. XI aus IX u. VIII, F. 237—238°; Ausbeute 92%. — *N*-(5-Jodpyridyl-2)-*N'*-(5'-brompyridyl-2')-malondiamid, aus XIV u. VIII, Krystalle aus A. + Pyridin, F. 238—239°; Ausbeute 76,9%. — *N*-(5-Chlorpyridyl-2)-*N'*-(5'-brompyridyl-2')-malondiamid, aus VII u. VIII (Ausbeute 60,6%) oder aus IX u. X, aus A. + Pyridin (1:1), F. 235—236°. — *N*-(5-Chlorpyridyl-2)-malonsäuremonoamid, durch Abbau von VII in konz. H_2SO_4 unter Kühlen, Eingießen in W. nach 2 Tagen u. Neutralisierung mit 30%ig. NaOH, Nadeln aus A., F. 155—155,5° (Zers.); Ausbeute 71,4%. — 5-Chlor-2-acetamidopyridin, durch Erhitzen des vorst., Nadeln aus A., F. 171°. — *N*-(5-Brompyridyl-2)-malonsäuremonoamid, aus IX mit konz. H_2SO_4 , analog, Nadeln aus Aceton + Methanol (1:1), F. 152—153° (Zers.); hieraus 5-Brom-2-acetamidopyridin, Nadeln aus A., F. 175—176°. — *N*-(5-Jodpyridyl-2)-malonsäuremonoamid, analog aus XIV, Nadeln aus Aceton, F. 144—145°; Ausbeute 65,5%; hieraus 5-Jod-2-acetamidopyridin, Nadeln aus A., F. 154—155° (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 16. (78). 1706 bis 1714. Okt. 1946.)

391.3145

A. Ss. Ssadykow und W. I. Maximow, Über einige Sulfanilamidderivate der Nicotinsäure. Nach dem Verf. von DANIELS u. IWAMOTO (C. 1940. II. 1284) wird Nicotinylnchlorid (I) mit Sulfanilamid (Streptocid, II) u. dessen N^2 - u. N^4 -Derivv. wie N^4 -Äthylsulfanilamid (III), N^4 -Acetylsulfanilamid (Acetylstreptocid, IV), N^4 -Äthyl- N^4 -acetylsulfanilamid (V), (N^4 -Acetylsulfanilyl- N^1)-guanidin (Sulgin ASG, VI), (Sulfanilyl- N^1)-guanidin (Sulgin, VII), (Sulfanilyl- N^1)-thiazol (Sulfazol, VIII), N^1 -(Pyridyl-2)-sulfanilamid (Sulfidin, IX) sowie mit 2-Aminopyridin (X) u. Äthylanilin (XI) in Pyridin gelöst erhitzt, letzteres im Vakuum abdest. oder die Reaktionsprod. mit W. verd. u. aus 50%ig. A. umkryst.; nur die Rk. mit XI wird anders durchgeführt. Entgegen den Angaben von DANIELS u. IWAMOTO entsteht aus I u. II nicht N^4 -, sondern N^2 -Nicotinylnsulfanilamid (N^2 -Nicotinylnstreptocid, XII), desgl. aus I u. III nicht N^4 -, sondern N^1 -Nicotinyln- N^4 -äthylsulfanilamid (XIII), das auch aus Äthylacetanilid über Äthylacetylsulfanilchlorid u. V u. durch Verseifen des gebildeten N^2 -Nicotinyln- N^4 -äthylacetylsulfanilamid entsteht.

Versuche: N^4 -Äthyl- N^4 -acetylsulfanilamid (V), $C_{10}H_{13}O_3N_2S$, aus frisch dest. XI durch allmähliche Zugabe von Acetylchlorid unter Kühlung, Zutropfen von Chlorsulfonsäure zum erhaltenen Äthylacetanilid (F. 53°) unter Eiskühlung bei 20—25°, 3std. Erhitzen auf 60—70°, Umkrystallisation des Äthylacetylsulfanilchlorids (F. 139—140°) aus Dichloräthan u. dessen Behandlung mit konz. wss. NH_3 , aus W. glänzende Krystalle, F. 123—124°. — N^4 -Äthylsulfanilamid (III), $C_8H_{12}O_2N_2S$, durch 3std. Erhitzen der vorst. (V) mit 20%ig. HCl bei 65—70°, Krystalle, F. 110—111°. — N^2 -Nicotinylnsulfanilamid (XII), $C_{12}H_{13}O_3N_3S$, durch 2std. Erhitzen von II in Pyridin mit I, Krystalle aus A. F. 256—257°; Ausbeute 84,6%. — N^1 -Nicotinyln- N^4 -äthylsulfanilamid (XIII), $C_{14}H_{15}O_3N_3S$, analog aus I u. III in Pyridin durch 5std. Erhitzen, Nadeln aus 70%ig. A., F. 229 bis 230°; Pikrat, aus A. glänzende Krystalle, F. 218°; Jodmethylat, Krystalle aus A., F. 214—215° (Zers.). — N^1 -Nicotinyln- N^4 -acetylsulfanilamid, $C_{13}H_{13}O_4N_2S$, durch 3std. Erhitzen von I u. IV in Pyridin, glänzende Krystalle, F. 213—215°; Jodmethylat, Krystalle aus A., F. 196—197°; geht durch Erhitzen auf 50—60° mit 15%ig. HCl in XII über. — N^1 -Nicotinyln- N^4 -äthylacetylsulfanilamid, $C_{16}H_{17}O_4N_3S$, aus I u. V in Pyridin, glänzende

Krystalle, F. 242—243°; geht durch Erhitzen auf 65—70° mit 20% ig. HCl in XIII über; *Pikrat*, 218—220°; *Jodmethylat*, F. 215—217°. — *N*⁴-(*Acetylsulfanyl-N*¹)-*nicotinyguanidin* (*Nicotinyl ASG*), C₁₅H₁₅O₃N₅S, aus I u. VI in Pyridin, Krystalle, F. 258—259°; *Pikrat*, glänzende Blättchen, F. 200—202°. — *N*⁴-(*Nicotinylsulfanyl-N*¹)-*nicotinyguanidin* (*Dinicotinylsulfanylguanidin*, *Dinicotinylsulgin*), C₁₉H₁₆O₄N₆S, aus I u. VII in Pyridin, glänzende Krystalle, F. 219—220°; *Pikrat*, Krystalle, F. 191—192°. — *N*⁴-(*Nicotinylsulfanyl-N*¹)-*thiazol* (*Nicotinylsulfazol*), C₁₆H₁₄O₃N₄S₂, aus I u. VIII in Pyridin, Krystalle, F. 230—232°. — *N*⁴-(*Nicotinyl-N*¹-*pyridyl-2*)-*sulfanilamid* (*N*⁴-*Nicotinylsulfidin*), C₁₇H₁₄O₃N₄S, aus I u. IX in Pyridin, gelbliche Krystalle, F. 185—186°; *Pikrat*, F. 149—150°; *Jodmethylat*, Krystalle aus A., F. 228—229°. — 2-(*Nicotinylamido*)-*pyridin*, C₁₁H₉ON₃, aus I u. X in Pyridin, große Prismen, F. 230°; *Pikrat*, F. 220—221°; *Jodmethylat*, Krystallpulver aus A., F. 192—193°. — *Nicotinyläthylanilid*, C₁₄H₁₄ON₂, aus XI u. Nicotinsäure durch Erhitzen auf 200—210° mit PCl₅, dickes Öl, Kp. 186—190°, aus Aceton Prismen, F. 63°; *Pikrat*, Krystalle, F. 154—155°; *Jodmethylat*, Krystalle aus A., F. 137—137,5°. (*Журнал Общей Химии* [J. allg. Chem.] 16. (78.) 1719—28. Okt. 1946. Mittelasiat. Staatsuniv. u. Inst. für Experimentalphysiol. u. Therapie d. Gesundheitsminist. d. UdSSR.) 391.3344

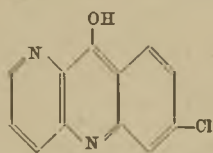
G. E. McCasland, *Derivate von 8-Chlorchinolin*. 8-Chlorchinolin*pikrat*, C₁₆H₉O₇N₃Cl, Krystalle aus A., F. 178—180°. — *Verb. aus 8-Chlorchinolin u. Thioharnstoff*, C₁₀H₁₀N₃Cl, aus den Komponenten beim Kochen in absol. A., Nadeln aus A., F. 132—133°. Da heisse alkohol. AgNO₃-Lsg. nicht angegriffen wird, ist erwiesen, daß die Verb. nicht das erwartete 8-Chinolinisothiuroniumchlorid ist, sondern daß in ihr eine isomere Additionsverb. aus 8-Chlorchinolin u. Thioharnstoff vorliegt. (*J. Amer. chem. Soc.* 68. 533. März 1946. Rochester, N. Y., Univ. of Rochester.) 117.3378

Charles C. Price und Royston M. Roberts, 4-Chlor-2-[3-pyridylamino]-benzoesäure und deren Umwandlung in 6-Chlor-9-oxypyrido-(3.2.b)-chinolin. Die Verss., 4-Chlor-2-[3-pyridylamino]-benzoesäure (I) u. deren Derivv. zu cyclisieren, hatten nur beim Erhitzen von I mit konz. H₂SO₄ Erfolg. Es entstand 6-Chlor-9-oxypyrido-(3.2.b)-chinolin von der untenstehenden Formel. Beim Methylester waren die Bemühungen, einen Ringschluß durch Pyrolyse oder mittels Na-Äthylat zu bewirken, vergeblich. Es trat dabei keine Rk. oder Verseifung zu I ein. Führt man I in das Säurechlorid über, läßt 4-Amino-1-diäthylaminopentan darauf einwirken u. kocht dann mit POCl₃, so findet kein Ringschluß statt, sondern es entsteht 4-Chlor-2-[3-pyridylamino]-benzonnitril. Das gleiche Prod. wird erhalten, wenn man aus dem Säurechlorid von I mit NH₃ das Amid herstellt u. dieses mit POCl₃ behandelt. Es läßt sich mit NaOH wieder zu I verseifen.

Versuche: 4-Chlor-2-[3-pyridylamino]-benzoesäure (I), C₁₂H₉O₃N₂Cl, durch Erhitzen von 3-Aminopyridin mit 2.4-Dichlorbenzoesäure in Ggw. von K₂CO₃, Cu-Bronze u. Hexanol, Nadeln aus Eisessig, F. 263—265° Zers. (Hydrochlorid, F. 262—263; *Methylester*, C₁₃H₁₁O₂N₂Cl, weiße Nadeln, F. 91—92°). — 6-Chlor-9-oxypyrido-(3.2.b)-chinolin, C₁₂H₇ON₂Cl, durch Erhitzen von I mit konz. H₂SO₄ (Hydrochlorid, F. 133°; Sulfat schmilzt nicht unter 320°). — 4-Chlor-2-[3-pyridylamino]-benzoylchlorid, aus I u. SOCl₂, wird schwarz bei 195° u. fl. bei 210°. — 4-Chlor-2-[3-pyridylamino]-benzamid, C₁₂H₁₀ON₂Cl, aus dem vorigen u. NH₃, weiße Stäbchen, F. 235—236°. — 4-Chlor-2-[3-pyridylamino]-benzonnitril, C₁₂H₈N₃Cl, durch Kochen des vorigen mit POCl₃, weiße Nadeln, F. 132—133°. (*J. org. Chemistry* 11. 463—68. Sept. 1946. Urbana, Ill., Univ. of Illinois.) 132.3379

T. A. Geissman, Maurice J. Schlatter, Irving D. Webb und John D. Roberts, *Die Synthese einiger Zwischenprodukte für die Herstellung von Analogen des Salicylaldehyd-Äthylendiamin-Kobalts („Salcomin“)*. Für den genannten Zweck wurden einige arom. Dialdehyde sowie Aldehyde der Pyridin- u. Chinolinreihe synthetisiert. Ferner wurden verschied. o-Oxyphenylderivv. von heterocycl. Verbh. hergestellt.

Versuche: *Resorcin-2.4-dialdehyd*, C₆H₆O₄, aus Resorcin u. Diphenylformamidin, gelbliche Nadeln aus A., F. 127—128°. — 2-Äthyl-4-resorcyaldehyddimethyläther, C₁₁H₁₄O₃, durch Verätherung von 2-Äthyl-4-resorcyaldehyd (F. 118,5—120°) mit Dimethylsulfat, F. 58—59,5°. — 2.4-Dimethoxy-3-äthyl-5-chlormethylbenzaldehyd, C₁₂H₁₅O₃Cl, durch Behandeln des vorigen mit CH₂O u. HCl in Ggw. von ZnCl₂, Nadeln aus A., F. 49—50°. — 4.6-Dimethoxy-5-äthylisophthalaldehyd, C₁₂H₁₄O₄, durch Behandeln des vorigen mit Hexamethylentetramin in Ggw. von A. oder mit Na-Acetat u. Eisessig, Umwandlung der Acetoxymethylgruppe in eine Carbinolgruppe mittels Na-Methylat u. Methanol u. Oxydation des Carbinols mit HNO₃, Krystalle aus A., F. 95—96°. — 4.6-Dioxy-5-äthylisophthalaldehyd, C₁₀H₁₀O₄, durch 4std. Kochen des vorigen mit HBr, Prismen, F. 104—106°. — 4.6-Dimethyl-2-pyridon-3-carbonsäurehydrazid, C₈H₁₁O₂N₃, durch Behandeln von 4.6-Dimethyl-2-pyridon-3-carbonsäureäthylester oder -3-carbonsäureamid mit Hydrazin-



hydrat, Nadeln aus A., F. 239—240°. — 3-Formyl-4,6-dimethyl-2-pyridon, C₈H₈O₂N, aus dem vorigen über die Benzolsulfonylverb., gelbe Prismen aus W., F. 210° Zersetzung. — 2-Methyl-4-oxypyrimidin-5-carbonsäurehydrazid, C₆H₈O₂N₄, aus der Säure u. Hydrazinhydrat, gelbe Blättchen aus W., F. 242—243° Zersetzung. Ein Aldehyd war aus dem Prod. nicht erhältlich. — 4-Oxy-6-methylchinaldin, C₁₁H₁₁ON, durch Cyclisieren von β-p Toluidinocrotonsäuremethylester, F. 280—282° Zersetzung. — 3-Formyl-4-oxy-6-methylchinaldin, C₁₂H₁₁O₂N, aus dem vorigen u. Chlf. in Ggw. von NaOH, orangegelbe Nadeln aus Eisessig, F. 300° Zersetzung. — 3-Formyl-4-oxy-7,8-benzochinaldin, C₁₅H₁₁O₂N, analog dem vorigen, gelbe Nadeln aus Eisessig, F. 308° Zersetzung. — 2-o-Methoxyphenyl-1,2-dihydrochinolin, C₁₆H₁₅ON, aus o-Methoxyphenyl-Li u. Chinolin, Krystalle aus wss. A., F. 86—88°. — 2-o-Oxyphenylchinolin, C₁₅H₁₁ON, durch Kochen des vorigen mit Nitrobenzol u. dann mit HBr, gelbe Nadeln aus A., F. 114—115,5° — 1-o-Oxyphenylisochinolin, C₁₅H₁₁ON, analog dem vorigen, farblose Prismen aus A., F. 167—168° (Pikrat C₂₁H₁₄O₈N₄, gelbe Nadeln, F. 182—183°). — 2-o-Oxyphenylpyridin, C₁₁H₉ON, analog dem vorigen, Fl., Kp.₂ 135—145° (Pikrat, C₁₇H₂₂O₆N₄, gelb, F. 176—178°). — 2,2'-Dipyridyl, C₁₀H₈N₂, aus 2-Brompyridin u. Cu-Pulver, Fl., Kp.₁₆ 147°. — 6,6'-Diphenyl-2,2'-dipyridyl, C₂₂H₁₆N₂, aus dem vorigen u. Phenyl-Li, Flocken aus Cellosolve, F. 176—178°. — 6,6'-Bis-(o-methoxyphenyl)-2,2'-dipyridyl, C₂₄H₂₀O₂N₂, aus o-Methoxyphenyl-Li u. 2,2'-Dipyridin, Fl., Kp.₂ 190—195° (Dipikrat, C₃₆H₂₆O₁₆N₈, gelbe Nadeln, F. 211—212°). — 6,6'-Bis-(o-oxyphenyl)-2,2'-dipyridyl, C₂₂H₁₆O₂N₂, durch Entmethylieren des vorigen mit HBr, gelbe Nadeln aus Methanol, F. 102,5—103,5° (Dipikrat, C₃₄H₂₂O₁₆N₈, gelbes Pulver, F. 193,5—195°). (J. org. Chemistry 11. 741—50. Nov. 1946. Los Angeles, Calif., Univ. of California.)

132.3386

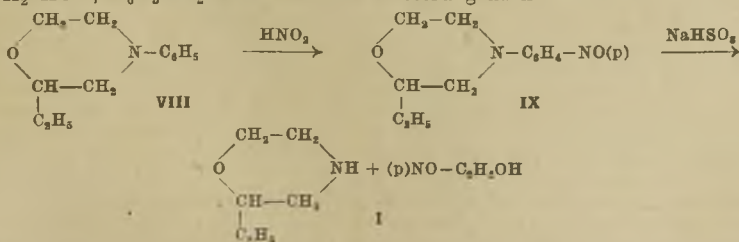
Frederick Leonard und Paul E. Spoerri, Darstellung von 6-Methylpyrazincarbonsäure-(2). Zur Darst. der 5-Methylpyrazindicarbonsäure-(2,3) wurde die von BÖTTCHER (Ber. dtsch. chem. Ges. 46. [1913.] 3084) angegebene Vorschrift verbessert. Durch Oxydation von 2-Methylchinoxalin mit KMnO₄ in wss.-alkohol. Lsg. bei 50° erhielten Vff. 39% der gewöhnlichen Dicarbonsäure C₇H₆O₄N₂, Krystalle aus A. + Ae., F. 174—175°. Die wss. Lsg. färbt sich auf Zusatz von FeSO₄ tief weinrot. — S-Benzylthiuroniumsalz, C₂₃H₂₆O₄N₂S₂, Krystalle aus verd. A., F. 203—204°. — 6-Methylpyrazincarbonsäure-(2), C₆H₆O₂N₂, aus vorst. Verb. beim Erhitzen unter 1 mm Druck auf 175—185°; gibt beim Erhitzen auf 138—140° eine trübe Schmelze, die bei 144° unter Gasentw. klar wird. Die wss. Lsg. färbt sich auf Zusatz von FeSO₄ orange. (J. Amer. chem. Soc. 68. 526. März 1946. Brooklyn, Polytechn. Inst.)

117.3564

Iring J. Krems und Paul E. Spoerri, Synthesen in den Pyrazinreihen. Darstellung von 2,5-Dicyanpyrazin und Pyrazindicarbonsäure-2,5-diacetyldiamid. Pyrazindicarbonsäure-2,5 wurde aus 2,5-Dimethylpyrazin durch Oxydation mit KMnO₄ in alkal. Lsg. gewonnen; F. 253° im geschlossenen Röhren. In Analogie zu der von BRAUN, u. TSCHERNIAC (Ber. dtsch. chem. Ges. 40. [1907.] 2710) beschriebenen Bldg. von Phthalsäureamidonitril aus Phthalsäurediamid wurde Pyrazindicarbonsäure-2,5-diamid 48 Stdn. mit Acetanhydrid gekocht u. dabei Pyrazindicarbonsäure-2,5-bisacetyldiamid, C₁₀H₁₀O₄N₄, Prismen aus Eisessig, F. 270—272°, erhalten. Letztgenannte Verb. liefert bei 4std. Kochen mit P₂O₅ in Nitrobenzol geringe Mengen 2,5-Dicyanpyrazin, C₆H₂N₄, Plättchen aus Ae., F. 188 bis 189°. (J. Amer. chem. Soc. 68. 527—28. März 1946, Brooklyn 2, Polytechn. Inst. of Brooklyn.)

117.3564

D. L. Cottle, A. E. Jeltsch, T. H. Stoudt und D. R. Walters, Herstellung einiger C-Alkylmorpholine. 2-Methyl-, 3,3-Dimethyl-, 3-Äthyl-, 2-Methyl-5-äthyl- u. 2-Äthylmorpholin (I) wurden synthetisiert. Die Herst. der ersten 4 Verbb. erfolgte durch Wasserabspaltung aus den entsprechenden Alkanolaminen, die ihrerseits aus Aminoalkoholen u. Olefinoxyden gewonnen wurden. — I wurde auf folgendem Wege erhalten: (CH₃CHO)₃ + HCl + ClCH₂CH₂OH → CH₃CHCl—O—CH₂CH₂Cl (V) $\xrightarrow{\text{Br}_2}$ CH₂BrCHBr—O—CH₂CH₂Cl (VI) $\xrightarrow{\text{C}_6\text{H}_5\text{MgBr}}$ CH₂BrCH(C₆H₅)—O—CH₂CH₂Cl (VII) $\xrightarrow{3\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2}$ VIII + C₆H₅NH₂·HCl + C₆H₅NH₂·HBr. Weitere Umsetzung nach:



Versuche: *N*-β-Oxyäthyl-1-amino-2-propanol (II), aus 2-Aminoäthanol in W. u. Eis unter Rühren u. tropfenweisem Zusatz von Propylenoxyd, Kp.₃₅ 163—166°; D₄²⁵ = 1,042; n_D²⁵ = 1,4670. — 2-Methylmorpholin, durch Zutropfen von II zu H₂SO₄ (95% ig.) u. 10 std. Erhitzen auf 155—165°, Kp. 135—136°; D₄²⁵ = 0,939; n_D²⁵ = 1,4454; Phenylthioharnstoffderiv., F. 135,5—136,5°; *p*-Toluolsulfonamidderivat. — Aus 2-Amino-2-methyl-1-propanol u. Äthylenoxyd (III) *N*-β-Oxyäthyl-2-amino-2-methyl-1-propanol, Kp.₁₀ 143 bis 147°, F. 60—61°. Hieraus 3,3-Dimethylmorpholin, Kp. 143—144°; D₂₀²⁰ = 0,9355; n_D²⁰ = 1,4472. — Aus 2-Amino-1-butanol (IV) u. III *N*-β-Oxyäthyl-2-amino-1-butanol, Kp.₁₂ 138 bis 140°; D₂₀²⁰ = 1,0153; n_D²⁰ = 1,4677. Hieraus 3-Äthylmorpholin, Kp. 156,5—157,5°; D₂₀²⁰ = 0,9556; n_D²⁰ = 1,4519. — Aus II u. IV *N*-β-Oxy-*n*-propyl-2-amino-1-butanol, Kp.₁₆ 4147—152,5°; D₂₀²⁰ = 1,0153; n_D²⁰ = 1,4677. Hieraus 2-Methyl-5-äthylmorpholin, Kp. 16r,5—165°; D₂₀²⁰ = 0,9222; n_D²⁰ = 1,4471. — 1-Chlor-1-[β-chloräthoxy]-äthan (V), aus Paaaldehyd, Äthylenchlorhydrin u. gasförmigem HCl, Kp.₁₀₋₁₁ 46—48°. 1,2-Dibrom-1-[β-chloräthoxy]-äthan (VI), aus V u. Br₂ bei gewöhnlicher Temp., Kp.₁₃ 110—113°. — 1-Brom-2-[β-chloräthoxy]-butan (VII), aus VI u. C₂H₅MgBr, Kp.₁₁ 91—93°. — 2-Äthyl-4-phenylmorpholin (VIII), aus VII u. Anilin durch Erhitzen bis 160° (4 Stdn.), Zugabe von NaOH, Kp.₉ 139—140°. Anstatt VII kann auch 1-Brom-2-[β-bromäthoxy]-butan verwendet werden. 2-Äthylmorpholin (I), aus VIII in HCl bei — 6° mit NaNO₂ u. nach 1 Stde. mit NaOH versetzt u. das erhaltene IX mit NaHSO₃-Lsg. hydrolysiert bei Temp. bis 75°, Kp. 154°; Kp.₈ 38—40°; D₂₀²⁰ = 0,9419 n_D¹⁵ = 1,4519; Phenylthioharnstoffderiv., F. 126,4—127,2°; *p*-Toluolsulfonamidderiv., F. 116—116,7°. (J. org. Chemistry 11. 286—91. Mai 1946. New Brunswick, N. J., Rutgers Univ., School of Chem.) 320.3605

E. Sorkin und T. Reichstein, *Krystallisiertes d-Idosebenzylmercaptal*. Während die Hydrazinderiv. roher *d*-Idose (I) auch nach 1-jährigem Stehen nicht kryst., konnte die nach Helv. chim. Acta 28. [1945]. 1 (C. 1946. I. 347) dargestellte I nach Impfen relativ leicht in ein kryst. Benzylmercaptal (II) übergeführt werden, das sich nach der Meth. von WOLFROM (J. Amer. chem. Soc. 51. [1929.] 2188) in analysenreine *d*-Idose umwandeln läßt. — II, C₂₀H₂₆O₅S₂, aus rohem I, HCl, Benzylmercaptan u. ZnCl₂, aus Methanol-Ae. bei — 10° nach Impfen, Nadeln, F. 38—40°, corr., [α]_D¹⁹ = +139,10 ± 1° (*c* = 1,502 in Chlf.). — I, C₆H₁₂O₆, Sirup. [α]_D¹⁷ = +13,7° ± 1,5° (*c* = 2,470 in W. ohne Muta rotation). (Helv. chim. Acta 28. 940—41. 1/8. 1945. Basel, Univ.) 218.913

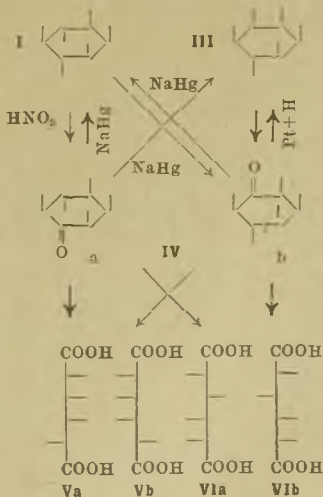
Charles D. Hurd und William A. Bonner, *Schmelzflusssynthesen von Arylpolyacylglucosiden*. Nach dem Verf. von HELFERICH u. SCHMITZ-HILLEBRECHT (C. 1933. I. 2533) stellten Vff. aus *p*-Oxyazobenzol (I) u. *p*-(3-Nitrophenylazo)-phenol (II) einerseits u. β-Glucosepentaacetat (III) andererseits durch Verschmelzen mit *p*-Toluolsulfonsäure (IV) die entsprechenden Phenol-β-glucoside dar. Die Pentaacetate der Fructose u. Galaktose sowie Glucosepentaapropionat gaben dabei nur dunkelrote Sirupe. 4-Phenylazo-1-naphthol reagierte nicht mit Glucosepentaacetat. Als Katalysatoren für diese Synth. wurden außer *p*-Toluolsulfonsäure auch AlCl₃, FeCl₃ u. BF₃ angewandt. BF₃ ist am wenigsten wirksam. Die reinen β-Phenylacetylglucoside werden durch die Katalysatoren in der Schmelze mit Phenol zum Teil in die α-Formen umgelagert. Bei den Tetraacetyl-β-phenylglucosiden wurden folgende Werte gefunden: mit ZnCl₂ 72% α, 28% β; Gesamtausbeute 60%; mit BF₃ 13% α, 87% β; Gesamtausbeute 1%; mit FeCl₃ 72% α, 28% β, Gesamtausbeute 28%; mit AlCl₃ 84% α, 16% β; Gesamtausbeute 92%; mit *p*-Toluolsulfonsäure 67% α, 33% β; Gesamtausbeute 95%. — Das Verf. wurde zum ersten Mal zur Synth. eines Thiophenylglucosids angewandt.

Versuche: β-Phenylazophenyltetraacetyl-β-d-glucosid, C₆H₂₆O₁₀N₂, aus III u. I mit IV, ½ Stde. bei 130° bei 25 mm; aus A. orange Nadeln, F. 172,5—173°. — *p*-(3-Nitrophenylazo)-phenyltetraacetyl-β-d-glucosid, C₂₆H₂₇O₁₂N₃, aus A. + Essigester feine orange Nadeln, F. 202,5—203°. — *p*-(3-Nitrophenylazo)-phenol, aus Toluol oder verd. A. nach Filtration durch Celite, F. 161,5—162,5°. — Phenyltetraacetyl-β-d-glucosid, aus III u. Phenol mit AlCl₃, 50 Min. bei 100°, aus Isopropanol, F. 127—127,5°, [α]_D²⁵ = —21,5° (Chlf., *c* = 1,444). — 1-Naphthyltetraacetyl-β-d-glucosid, aus III u. α-Naphthol mit AlCl₃, 35 Min. bei 130°; aus Isopropanol Nadeln, F. 175,5—176,5°, [α]_D = —71,4° (Chlf.; *c* = 1,535). — Phenyltetraacetyl-β-d-galaktosid, aus β-Galaktosepentaacetat u. Phenol mit AlCl₃, 45 Min. bei 100°, Ausbeute 88% Rohprod.; aus Isopropanol, F. 124—125°, [α]_D²⁵ = +2,0° (Chlf.; *c* = 1,750). — Phenyltetrapropionyl-β-d-glucosid, C₂₄H₃₂O₁₀, aus *d*-Glucosepentaapropionat u. Phenol mit *p*-Toluolsulfonsäure, 1 Stde. bei 100°; aus Isopropanol tetragonale Krystalle, F. 72—72,5°, [α]_D²⁵ = 16,4° (Chlf.; *c* = 1,585). — Phenyltetraacetyl-β-d-thioglucosid, aus III u. Thiophenol mit *p*-Toluolsulfonsäure, 1 Stde. bei 100°, Rohprod. 68%; aus Isopropanol 14% Krystalle, F. 115,5°, [α]_D²⁵ = —15,1° (Chlf.; *c* = 2,515). (J. org. Chemistry 11. 50—54. Jan. 1946. Evanston, Ill., Northwestern Univ.) 167.915

Charles D. Hurd und William A. Bonner, *Acyltausch bei Arylpolyacylglukosiden*. (Vgl. vorst. Ref.) Da die Synth. von Acylarylglykosiden durch Verschmelzen der Zuckeracetate u. Phenole mit Katalysatoren wie Toluolsulfonsäure, $AlCl_3$, $FeCl_3$ häufig nur sirupöse Gemische der α - u. β -Polyacylglukoside liefern, stellen Vff. durch Umracylieren einheitlicher kryst. Glykoside die entsprechenden sirupösen anomeren Derivv. mit anderen Acylgruppen dar, nachdem sie nachgewiesen haben, daß dieser Austausch der Acylgruppen (Verseifung mit $NaOCH_3$ u. darauffolgende Acylierung des freien Phenylglykosids) quantitativ unter Erhaltung der Konfiguration des C-Atoms 1 erfolgt. So konnten auch die bisher nur als Sirupe erhältlichen Tetrapropionate des α -Phenyl- u. des α -(1-Naphthyl)-d-glucosids aus den entsprechenden kryst. Tetraacetaten in opt. reinem Zustand gewonnen werden. Die Anwendung der HUDSONSchen Regeln ergab, daß die A-Werte für acylierte Phenylglucoside sowie für acylierte 1-Naphthylglucoside annähernd konstant sind. Dagegen sind die B-Werte keineswegs konstant, sondern variieren stark in Abhängigkeit von der Natur der Arylgruppe, wie aus der folgenden Zusammenstellung hervorgeht: α -Phenylglucosidtetraacetat, F. 115°, $[\alpha]_D^{25} = 168,7^\circ$; β -Phenylglucosidtetraacetat, F. 125–126°, $[\alpha]_D^{25} = -22,5^\circ$; $A_{Ph} = 40,525$, $B_{Ac} = 30,975$. — α -Phenylglucosidtetrapropionat, Sirup, $[\alpha]_D^{25} = +147,1^\circ$; β -Phenylglucosidtetrapropionat, F. 72–72,5°, $[\alpha]_D^{25} = -16,4^\circ$; $A_{Ph} = 39,240$, $B_{Pr} = 31,360$. — α -(1-Naphthyl)-glucosidtetraacetat, F. 114,5°, $[\alpha]_D^{25} = +170,2^\circ$; β -(1-Naphthyl)-glucosidtetraacetat, F. 178–179°, $[\alpha]_D^{25} = -72^\circ$; $A_{Naphth} = 57,350$, $B_{Ac} = 23,250$. — α -(1-Naphthyl)-glucosidtetrapropionat, Sirup, $[\alpha]_D^{25} = 153,2^\circ$; β -(1-Naphthyl)-glucosidtetrapropionat, F. 127,5, $[\alpha]_D^{25} = -65,7^\circ$; $A_{Naphth} = 58,025$, $B_{Pr} = 23,225$. — α -(p-Bromphenyl)-glucosidtetraacetat, F. 113°, $[\alpha]_D^{25} = 159,6^\circ$; β -(p-Bromphenyl)-glucosidtetraacetat, F. 133°, $[\alpha]_D^{25} = -17,8^\circ$, $-A_{BrPh} = 44,68^\circ$, $B_{Ac} = 35,72^\circ$. (J. org. Chemistry 10. 603–07. Nov. 1945.) 167.915

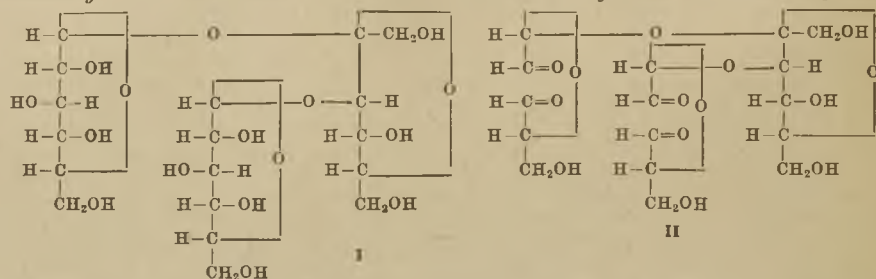
Théodore Posternak, *Untersuchungen in der Gruppe der Cyclite*. VIII. Mitt. Über die Konfiguration der *d,l*-Epimesinosose und ihrer auf biochemischem Wege erhaltenen linksdrehenden Form. (VII. vgl. C. 1944. I. 1382.) Die Konfigurationsaufklärung der *d,l*-Epimesinosose (IV), die durch Oxydation des Mesoinosits (I) mit HNO_3 entsteht, wurde nach demselben Prinzip ausgeführt wie bei der Scyllomeseinosose (C. 1942. II. 2262): durch Oxydation mit alkal. $KMnO_4$. Dabei entstanden *d,l*-Taloschleimsäure (V) u. *d,l*-Zuckersäure (VI). Die HNO_3 greift den Mesoinosit also in Stellung 4 oder 6 an. IV wird durch katalyt. Hydrierung mit Pt-Oxyd in neutraler wss. Lsg. zu einer neuen Cyclose: Epinosit (III) red., dagegen entsteht bei der Red. von IV mit Na-Amalgam in saurem Medium ein Gemisch von I u. III. Unterwirft man III der biochem. Oxydation mit Acetobacter suboxydans, so erhält man (–)-Epimesinosose (IVb), deren Oxydation mit alkal. $KMnO_4$ *d*-Taloschleimsäure (Vb) u. Zuckersäure (VIb) lieferte. — Das UV-Spektrum von IV weist ein Maximum bei 2800 Å auf; die Cyclose dürfte also als Keto-Modifikation vorliegen.

Versuche: Die Oxydation der über ihr Phenylhydrazon gereinigten *d,l*-Epimesinosose erfolgte durch Eintropfen einer 3,2%ig. $KMnO_4$ -Lsg. in eine 1%ig. Lsg. von IV. in Ggw. von Na_2CO_3 bei 0°. Dauer des Eintropfens $\frac{1}{2}$ Stde.; Gesamtdauer der Oxydation 2,5 Stdn.; Fällung der Säuren mit Pb-Acetat. Aus dem Filtrat kann die unangegriffene IV als Phenylhydrazon zurückgewonnen werden. Der Pb-Nd. wird mit H_2S zerlegt. Beim Eindampfen des Filtrats kryst. Oxalsäure u. V. Aus dem Filtrat fällt man den Rest der Oxalsäure durch Kochen mit $CaCO_3$ u. aus dem Filtrat das Ca mit Oxalsäure u. die Zuckersäure VI mit Diphenylhydrazin. Das Diphenylhydrazid, F. 200° Zers., wird durch Kochen mit $nKOH$ zerlegt u. VI als saures K-Salz abgeschieden; $C_6H_9O_8K$, aus Eisessig, dann aus 4 Teilen W. in Kugeln kleiner Nadelchen. Benzalderiv., aus A., F. 224 bis 225°. — *d,l*-Taloschleimsäure (V), $C_6H_{10}O_8$, F. 176–178°. — Diäthylester, $C_{10}H_{18}O_8$, aus A., F. 139–141°. — (–)-Epimesinosose (IVb), $C_6H_{10}O_8$, nach Reinigung über das Phenylhydrazon aus wenig W. mit A. gefällt, Nadeln, F. 178–180° Zers., $[\alpha]_D^{18} = -4,5 \pm 0,4^\circ$. — Phenylhydrazon, $C_{12}H_{16}O_5N_2$, aus wenig Pyridin mit W., Nadeln, F. ~200°. — Pentabenzoylderiv., $C_{41}H_{30}O_{11}$, aus 9 Teilen A., Nadelchen, F. 134–136°. — Epinosit (III), aus IVb in W. durch Hydrierung mit Pt-Oxyd bei ~20° in 3,5 Stdn., F. 285°. —



Hexaacetylderiv., F. 189°. Die Oxydation von IVb wurde wie die von IV ausgeführt, die Aufarbeitung erfolgte indessen etwas anders. Fällung der Säuren als Pb-Salze, danach als Diphenylhydrazide; nach Zerlegung der Phenylhydrazide Abscheidung der *d*-Zuckersäure (VIb) als saures K-Salz, $[\alpha]_D = +28,7 \pm 1,2^\circ$, identifiziert als *Benzalderiv.*, F. 222 bis 223° u. aus den Mutterlaugen von VIb nach nochmaliger Fällung als Pb *d*-Taloschleimsäure (Vb), F. 155—157°. (Helv. chim. Acta 29. 1991—98. 2/12. 1946. Lausanne, Univ.) 167.925

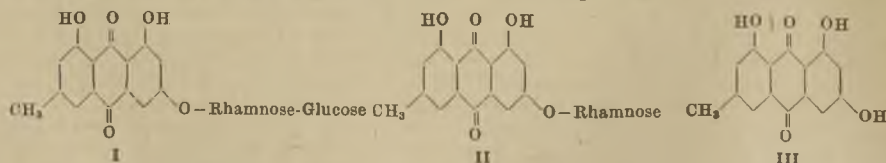
Nelson K. Richtmyer und C. S. Hudson, *Melezitosemonohydrat und seine Oxydation mit Perjodat*. Melezitose (I) wird im Einklang mit der Theorie von H₂O₄ oder Na-Metaperjodat unter Bldg. des Tetraaldehyds II (nicht isoliert) u. 2 Mol Ameisensäure oxydiert, wozu 4 Mol H₂O₄ verbraucht werden. Die Konst. von II wurde durch Oxydation mit Bromwasser zur entsprechenden Tetracarbonsäure u. Hydrolyse zu 2 Mol *Glyoxylsäure*, 2 Mol *Glycerinsäure* u. 1 Mol *Fructose* bewiesen. Melezitose kryst. aus W. in Drusen großer,



durchsichtiger Prismen mit 2 Moll. Krystallwasser, die an der Luft unter Verlust von H₂O verwittern. Die bei 100° wasserfrei getrocknete Melezitose ist hygroskop. u. nimmt bei 20° wieder H₂O auf. Das Monohydrat fällt direkt aus beim Verdünnen der konz. wss. Lsg. mit A., $[\alpha]_D^{20} = +88,5^\circ$ (W.; $c = 2-4$); für wasserfreie Melezitose ist $[\alpha]_D^{20} = +91,7^\circ$. — *Fructose-p-nitrophenylhydraton*, aus 95% ig. A. gelbe, dünne, prismat. Nadeln, die unter Berührung mit der Mutterlauge in dunkelgelbe, dicke, plattenähnliche Prismen übergehen. Beide Modifikationen haben den gleichen F. 182° Zers.. (J. org. Chemistry 11. 610—16. Sept. 1946. Bethesda, Md., Nat. Inst. of Health.) 167.964

E. Seebeck und O. Schindler, *Über die Isolierung eines Emodinbiosids aus der Rinde von Rhamnus Frangula*. Aus den mit A. im Autoklaven bei 1 at 15 Min. zur Inaktivierung der Fermente erhitzten Rindenstücken von Rhamnus Frangula wurden nach Trocknen bei 40° u. Pulvern Begleitstoffe durch Perkolatation mit Aceton entfernt. Aus diesem so vorbehandelten Rindenpulver wurden durch Extraktion mit 6,5 Teilen A. bei 50°, Einengen auf 0,5 Teile u. Eintropfen in 2 Teile Aceton ~10% der Rindensubstanz mit dem Glykosid erhalten. Anreicherung derselben durch Fällung der Lsg. in 50% ig. Methanol mit Pb-Acetat, wobei hauptsächlich anderen Prodd. ausfallen, u. Fällung des Filtrats mit bas. Bleiacetat führten zu einem Material mit 15% Emodin. Weitere Anreicherung durch Ausschütteln der schwach sauren wss. Lsg. mit A.-Chlf. (2:5) (2—5 mal) ergab ein Prod. mit 19% Emodin. Durch Acetylierung in Pyridin u. Chromatographie an SiO₂ oder Floridin XXF wurde durch Elution mit Bzl.-PAe. (3:1) u. Bzl. das *Octaacetat des Glucofrangulins*, C₄₃H₄₆O₂₂, rein erhalten; aus Methanol feine, lange Nadeln, F. 226 bis 227°, $[\alpha]_D^{20} = -140 \pm 5^\circ$ (Aceton; $c = 1,28$). Das daraus durch Verseifung nach ZEMPLÉN erhaltene *Glucofrangulin*, C₂₇H₃₀O₁₄, blieb amorph, $[\alpha]_D^{20} = -128,7 \pm 6^\circ$ (Methanol; $c = 1,422$). Red. nicht Silberdiamminlsg., aber FEHLING'sche Lsg.; Na-Salz, C₂₇H₂₈O₁₄Na₂, aus Methanol mit Chlf. oder Aceton Prismen, die sich bei ~180° zersetzen. (Helv. chim. Acta 29. 317—24. 15/3. 1946. Basel, Gaba A.-G.) 167.3690

O. Schindler, *Über das Glucofrangulin*. (Vgl. vorst. Ref.). Daß *Glucofrangulin* (I) ein Biosid und kein Diglykosid ist, ergibt sich aus der Bldg. eines Di-Natriumsalzes. Die



schrittweise Abspaltung der beiden Monosaccharide aus dem I gelang durch vorsichtige Hydrolyse weder mit Mineralsäuren noch mit Essigsäure, dagegen fermentativ mit der

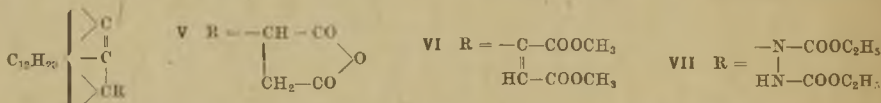
Rhamnodiastase aus *Rhamnus catharticae* oder *Rhamnus utilis*. Dabei entstand das bekannte *Franquin* (II), das bei der Hydrolyse *Emodin* (III) u. *Rhamnose* lieferte. — Da nach Beobachtungen von GARDNER u. Mitarbeitern (C. 1936. II. 3678) die alkal. Spaltung von Glykosiden des α -Oxyanthrachinons bedeutend rascher verläuft als die der Glykoside des β -Oxyanthrachinons, nimmt Vf. an, daß die Biosidgruppe in I an der β -ständigen OH-Gruppe gebunden ist (in Analogie zur Rubierythrin säure). Von sd. 0,05N KOH wird I in 80 Min. zu 12%, von 10% ig. Boraxlsg. in 7 Stdn. zu 15% gespalten. (Helv. chim. Acta 29. 411—15. 15/3. 1946.) 167.3690

P. Karrer und H. Salomon, *Zur Kenntnis des Verbenalins*. I. Mitt. Das von BOURDIER (J. Pharm. Chim. 27. [1908.] 49. 101) aus *Verberna officinalis* extrahierte u. von CHEYMOL (C. 1939. I. 130) sowie von HOFFMANN (C. 1944. II. 1281) untersuchte Glucosid *Verbenalin* wurde von Vf. erneut dargestellt. Die von CHEYMOL vorgeschlagene Formel $C_{17}H_{24}O_{10}$ wurde bestätigt, sowie das Vorhandensein einer OCH_3 - u. einer Lactongruppe, dagegen ein abweichendes Verh. gegen $FeCl_3$ konstatiert. Bei der Spaltung mit Emulsin wurden 2 Aglucone erhalten, eine kryst. Verb. $C_{11}H_{14}O_5$ vom F. 124—130°, für die die Bezeichnung *Verbenalol* beibehalten wird (Ausbeute ca. 60%), u. ein braunes Öl von noch zweifelhafter Einheitlichkeit. *Verbenalol* ist an der Luft beständig, wird aber von Oxydationsmitteln sehr leicht angegriffen. Als Oxydationsprod. wurden nur Oxalsäure u. Ameisensäure identifiziert. Bei der Acetylierung, Benzoylierung u. Nitrobenzoylierung in Pyridin tritt starke Verfärbung ein, ebenso mit Acetylhydrid u. Na-Acetat, ohne daß kryst. Acylierungsprod. entstanden. Auch mit Phenylhydrazin u. NH_2OH konnte kein kryst. Deriv. gewonnen werden. Im Gegensatz zu CHEYMOL stellen Vf. fest, daß sich *Verbenalol* beim Erhitzen mit nH_2SO_4 schon bei 60—70° unter starker Gasentw. zersetzt. Ein kryst. Reaktionsprod. ließ sich jedoch nicht fassen. Auch gelang es im Gegensatz zu CHEYMOL nicht, durch katalyt. Hydrierung mit platinisiertem RANEY-Ni zu einheitlichen Reduktionsprod. des *Verbenalins* zu gelangen. Dagegen wurden bei der Druckhydrierung mit RANEY-Ni 2 neue Verb. gewonnen: *Tetrahydroverbenalin*, $C_{17}H_{28}O_{10}$, u. als Nebenprod. *Desoxyverbenol*, $C_{10}H_{16}O_3$, das die Zuckergruppe u. die OCH_3 -Gruppe verloren hat u. nur noch eine OH-Gruppe u. die Lactongruppe enthält. Aus dieser Zus. u. dem Fehlen einer C=C-Doppelbindung ergibt sich, daß das *Desoxyverbenol* einen Kohlenstoffring enthalten muß. — *Tetrahydroverbenalin* gab bei der enzymat. Hydrolyse *Tetrahydroverbenalol*, $C_{11}H_{18}O_5$, das 2 OH-Gruppen enthält, die aber wegen der Stabilität dieser Verb. gegen Perjodsäure nicht benachbart stehen können. Daneben entsteht wahrscheinlich noch eine 2. Substanz, die indessen nicht kristallisierte. — Bei der Druckhydrierung des *Verbenalols* bildete sich in 50% ig. Ausbeute ein *Norverbenol*, $C_{10}H_{16}O_4$, das keine Methoxylgruppe mehr enthält, aber eine Lactongruppe u. 2 OH-Gruppen.

Versuche: Für die Darst. des *Verbenalins* eignen sich am besten Blätter u. Stengel, die im August geerntet wurden. Die im Oktober geernteten enthielten viel weniger *Verbenalin*, das sich auch schwerer reinigen ließ. Extraktion mit 90% ig. A. in Ggw. von etwas $CaCO_3$ (für 30 kg Frischmaterial 300 kg A.), Eindampfen im Vakuum unter zeitweiligem Abfiltrieren von Chlorophyll usw. zum Sirup, Extraktion mit sd. Essigester. Beim Abkühlen der Extrakte Kristallisation eines Teiles des *Verbenalins*. Aus W. (mit Kohle) feine, glänzende Nadelchen, F. 180—181°, $[\alpha]_D = -184$ bis 185° (W.). Wird beim Erwärmen mit Barytw. bei 60—70° unter Braunfärbung u. Abscheidung von $BaCO_3$ zersetzt. — *Terbenalol*, $C_{11}H_{14}O_5$, aus *Verbenalin* mit Emulsin bei 30—31° in 4 Tagen aus Essigester große, klare Krystalle, F. 130°, desgleichen aus Ae., dagegen nach wiederholter Kristallisation aus Essigester oder A. F. 124°. Aus A. Blättchen. 100 ccm sd. Ae. lösen 0,4 g, leicht lösl. in Aceton, wenig lösl. in kaltem W., leicht in heißem W.; gibt im Gegensatz zu CHEYMOL mit $FeCl_3$ keine weinrote Färbung, sondern gelblich → violettstichig bräunlich. Red. FEHLINGSche Lsg. u. ammoniakal. $AgNO_3$ -Lsg. stark; reagiert lackmussauer, $[\alpha]_D^{20} = -14,73^\circ$ (A.; $c \sim 1$). Gibt mit Tetranitromethan Gelbfärbung. Keine Rk. mit OsO_4 bei 0°. Wird nicht von Phthalmonopersäure angegriffen. Nach 3std. Einw. von 1,5% ig. methanol. HCl bei 100° wurde ein Öl, $C_{13}H_{20}O_6$, erhalten, Kp._{0,02} 110 bis 115° (Bad), das heiße FEHLINGSche Lsg. red. u. 3 OCH_3 -Gruppen enthält, von denen eine durch Alkali abgespalten werden kann. Einw. von Amylnitrit auf *Verbenalol* in Essigester gab nur undefinierte Öle. — *Tetrahydroverbenalin*, $C_{17}H_{28}O_{10}$, aus *Verbenalin* in W. mit platinisiertem RANEY-Ni bei 100°/15 at, 8—10 Stdn., aus absol. A. Nadeln vom F. 195—196°, wenig lösl. in heißem Aceton, sehr wenig lösl. in sd. Essigester. Die Löslichkeit wird durch Begleitstoffe stark erhöht. — *Desoxyverbenol*, $C_{10}H_{16}O_3$, aus den alkoh. Mutterlaugen der vorst. Verb., nach Abscheidung reduzierender Substanz durch Einengen, Eindampfen, Extraktion mit Essigester, wobei sich weitere Mengen rohen *Tetrahydroverbenalins* abscheiden, Eindampfen zum Sirup, Lösen in W., Extraktion mit Ae. u. Behandeln des Ätherrückstandes mit W.; spießige Krystalle vom F. 137—138°. —

Tetrahydroverbenol, C₁₁H₁₈O₅, aus Tetrahydroverbenalin mit Emulsin bei 30–31° in 4 Tagen; aus Bzl. erst ölig, dann in großen Krystallen; bei weiterem Umkrystallisieren aus Bzl. oder Ae. Tafeln, F. 102–103°, [α]_D¹⁶ = +8,4° (W.; c ~ 2); leicht lösl. in A., W., ziemlich lösl. in Essigester. — *Norverbanol*, C₁₀H₁₆O₄, aus Verbanol in A. mit RANEY-Ni bei 75°/15 at in 8 Stdn.; aus absol. A. oder A. + Ae. Nadeln, F. 95–96°. — Durch Oxydation von Desoxyverbanol mit alkal. KMnO₄ (entsprechend 5 Atomen akt. O) (24 Stdn. bei 20°) wurde eine Säure von F. 157–158°, aus W. seidenglänzende Nadelchen, gewonnen, deren Zus. noch unsicher ist [C₆H₁₀O₃ (?)]. — Bei der gleichartigen Oxydation von Norverbanol entstanden als flüchtige Säure Essigsäure, identifiziert als Benzylthiuroniumsalz, F. 135–136°, u. eine Säure C₁₀H₁₄O₅, aus heißem Essigester, dann aus W. Büschel von Prismen, F. 170°. Daraus mit CH₂N₂ der *Methylester* C₁₁H₁₆O₅, aus A., F. 82°. Die Säure gibt keine FeCl₃-Rk. u. red. FEHLINGSche Lsg. nicht, gibt aber noch die Jodoformreaktion. Da die Säure kein Lacton mehr bildet, muß die aus der Lactongruppe durch Alkali entstehende >COH-Gruppe oxydiert worden sein. (Helv. chim. Acta 29. 1544–54. 1/10. 1946. Zürich, Univ.) 167.3690

Pl. A. Plattner und L. Werner, *Zur Kenntnis der Sesquiterpene*. 64. Mitt. *Über die Anlagerung von Acetylendicarbonsäureester, Azodicarbonäureester und Maleinsäureanhydrid an Caryophyllen*. (63. vgl. Helv. chim. Acta 27. [1944.] 738.) Vff. untersuchten den bisher unbekanntem Bildungsmechanismus des bereits früher dargestellten Anlagerungsprod. von *Maleinsäureanhydrid* (II) an *Caryophyllen* (I) (vgl. RUZICKA u. Mitarbeiter, C. 1935. I. 2376; 1942. I. 1259). Zu diesem Zweck wurde I mit anderen dienophilen Komponenten wie *Acetylendicarbonsäuredimethylester* (III) u. *Azodicarbonäurediäthylester* (IV) umgesetzt. Das aus III u. I erhaltene Addukt erwies sich als Ester einer bicycl. 3-fach ungesätt. Dicarbonsäure. Bei der Hydrierung wurde ein Hexahydroester erhalten, der in ein Dianilid übergeführt werden konnte, das nach F. u. spezif. Drehung mit dem früher aus Caryophyllen–Maleinsäureanhydrid hergestellten trans-Tetrahydrodicarbonäuredianilid ident. war. Die beiden Addukte besitzen also das gleiche Kohlenstoffgerüst u. sind wohl nach einem ähnlichen Reaktionsschema entstanden. Da IV nachweislich in besonderem Maße die Fähigkeit besitzt, sich nach dem Schema der „Substitution in Allylstellung“ (vgl. ALDER, PASCHER u. SCHMITZ, C. 1943. II. 1624) an einfach ungesätt. KW-stoffe anzulagern, ist anzunehmen, daß auch die Anlagerung von IV an I u. somit wohl auch die von II u. III an I in diesem Sinne erfolgt u. den Addukten die Formeln VII bzw. V u. VI zuzuschreiben



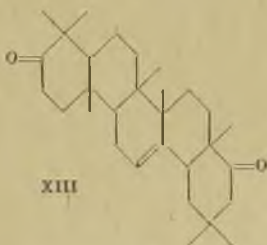
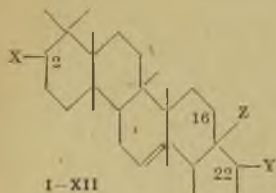
sind. — Für alle Verss. wurde das früher (I. c.) als Caryophyllen B bezeichnete Präp. verwendet (alle FF. sind korr.). VI (Addukt aus III u. I), C₂₁H₃₀O₄, durch 1/4 std. Erhitzen der Komponenten auf 180°, D₂₀^{21,6} = 1,0542, n_D^{21,6} = 1,5063, [α]_D = +79,3° (c = 1,26 in CHCl₃). Bei der katalyt. Hydrierung wurden 3 Mol H₂ aufgenommen. Durch 4std. Kochen auf dem Wasserbad mit 1n methanol. KOH wurde VI verseift unter Bldg. stereoisomerer Säuren, aus welchen nach mehrmaligem Umkrystallisieren aus Bzl.–PAe. eine *Dicarbonsäure*, C₁₉H₂₆O₄, F. 122–123°, isoliert werden konnte; [α]_D = +77,2° (c = 1,45 in CHCl₃). Sie nahm bei der Hydrierung nach ADAMS 3 Mol H₂ auf; das Reaktionsprod. wurde mit Diazomethan in den *Hexahydroester* C₂₁H₃₆O₄, übergeführt, Kp., ca. 180°, n_D²⁰ = 1,4830, [α]_D = –11° (c = 2 in A.); *Dianilid* C₃₁H₄₂O₂N₂, durch Umsetzung des Esters mit einer GRIGNARD-Lsg. aus CH₃J, Mg u. C₆H₅.NH₂ oder direkt aus dem Hydrierungsprod. von VI, F. 228°, [α]_D = +39° (c = 0,48 in Aceton). — VII (Addukt aus IV u. I), C₂₁H₃₄O₄N₂, Krystalle aus PAe.–Essigester u. PAe., F. 139°, [α]_D = +39° (c = 1,64 in CHCl₃). Bei der sauren Verseifung wurden ziemlich genau 2 Mol CO₂ abgespalten. — Die Herst. von V (Addukt aus II u. I) wurde unter variierten Versuchsbedingungen vorgenommen. Durch Verlängerung der Erhitzungsdauer von 24 auf 96 Stdn. stieg die Ausbeute z. B. von 42 auf 78%, desgl. erhöhte sich die Ausbeute an V bei Verwendung eines größeren Überschusses an II. Um festzustellen, ob sich ein nicht mit II reagierender Bestandteil des Caryophyllengemisches anreichern lasse, wurde eine Probe wiederholt mit II umgesetzt. In Bestätigung der früheren Erfahrungen besaßen die letzten mit II nicht in Rk. getretenen Anteile zwar ähnliche D. u. Brechung wie das Ausgangsmaterial, aber eine merklich schwächere Drehung. (Helv. chim. Acta 27. 1010 bis 1016. 15/6. 1944. Zürich, TH.) 237.2164

O. Jeger, M. Montavon und L. Ruzicka, *Zur Kenntnis der Triterpene*. 106. Mitt. *Überführung des Maniladiols in β-Amyrin*. (105. vgl. RUZICKA u. Mitarbeiter, C. 1946. I. 207.)

Das ungesätt. Triterpendiol, C₃₀H₅₀O₂ (I), aus Manila-Elemiharz, von MORICE u. SIMPSON, (C. 1941. I. 3513) als *Maniladiol* beschrieben, kann nach Unterss. der Vff. auf zwei verschied. Wegen in β -Amyrin (II) umgewandelt werden. Da bei den dabei angewandten Rkk. die ster. Lage des Hydroxyls in 2-Stellung von II unverändert bleibt, ist I ein Oxy- β -amyrin, in dem nur noch die Lage der 2. Hydroxylgruppe nicht festliegt.

Versuche (Alle FF. sind kor., die spezif. Drehungen in Chlf. bestimmt): *Maniladiol* (I), C₃₀H₅₀O₂, aus dem nicht wasserdampfflüchtigen Teil der Amyrinmutterlaugen des Manila-Elemiharzes durch Extraktion mit A., Chromatographieren an Al₂O₃ in Benzol-lsg. u. Trennung von I u. Brein durch fraktionierte Krystallisation der Diformiate, aus Aceton Nadeln, F. 220–221°, [α]_D = +68° (c = 1,325); *Diformiat*, C₃₂H₅₀O₄, aus Aceton Nadeln, F. 186–187°, [α]_D = +90° (c = 0,996); *Diacetat*, C₃₄H₅₄O₄, aus Methanol-W. Nadeln, F. 203–204°, [α]_D = +89° (c = 1,508). — *Maniladion* (III), C₃₀H₄₈O₂, durch Oxydation von I mit Chromsäure nach MORICE u. SIMPSON (J. chem. Soc. [London] 1942. 198), aus Chlf.-Methanol Blättchen, F. 213–214°, [α]_D = +53,5° (c = 1,122). — *Maniladiolmonoacetat* (IV), C₃₂H₅₂O₃, durch Behandlung von I mit Acetanhydrid in Pyridin bei 0° u. Chromatographieren, aus Ae.-PAe., F. 192,5–194°, [α]_D = +84° (c = 1,509). — *Manilaanol* (V), C₃₀H₄₈O₂, durch Hydrierung von III in Ggw. von PtO₂ bei Zimmertemp. in Eisessig u. Chromatographieren, aus Chlf.-Methanol Nadeln, F. 214–215°, [α]_D = +43,5° (c = 0,819). — *Manilaanolacetat* (VI), C₃₂H₅₀O₃, aus IV durch Oxydation mit CrO₃ in Eisessig oder aus V durch Acetylierung, aus Chlf.-Methanol Nadeln, F. 232–233°, [α]_D = +25° (c = 1,030). — β -Amyrin (II), C₃₀H₅₀O, aus V durch Red. mit Hydrazin u. Na-Methylat in Methanol nach WOLFF-KISHNER, u. Chromatographieren, aus PAe., F. 186–188°, [α]_D = +87° (c = 0,9); *Acetat*, C₃₂H₅₂O₂, aus Chlf.-Methanol, F. 239 bis 240°, [α]_D = +80° (c = 0,798); *Benzoat* aus Chlf.-Methanol, F. 232–233°, [α]_D = +96° (c = 1,233 in Benzol). (Helv. chim. Acta 29. 1124–27. 1/8. 1946. Zürich. Eidgen. TH. Organ.-Chem. Labor.) 218.2164

O. Jeger, Cl. Nisoli und L. Ruzicka, *Zur Kenntnis der Triterpene*. 107. Mitt. *Über die Lage der zweiten Hydroxylgruppe im Maniladiol*. (106. vgl. vorst. Ref.) Zur Festlegung der Lage der 2. Hydroxylgruppe im *Maniladiol* (I) verglichen Vff. I bzw. sein Diketon mit entsprechenden Verb., die aus bekannten Dioxysäuren der β -Amyrinreihe gewonnen waren. Die Diketoverbb. aus Sumaresinolsäure u. Siaresinolsäure zeigten andere Eigg. als Maniladion, dagegen waren das aus *Echinocystsäure* entstehende Diketon (XIII) u. Maniladion ident., die entsprechenden Dirole zeigten Unterschiede. Die beiden Hydroxylgruppen des I sitzen also an den gleichen C-Atomen wie die der Echinocystsäure, d. h. an den C-Atomen 2 u. 16 bzw. 22, die letzte Hydroxylgruppe hat aber eine andere ster. Lage. — Die Umwandlung der Carboxylgruppe der Echinocystsäure in die Methylgruppe wurde auf 2 verschied. Wegen durchgeführt: durch Red. des Thiomethyl-esters nach PRELOG, NORYMBERSKI u. JEGER (C. 1946. I. 206), wobei höhere Temp. angewand werden mußten als bei der Oleanolsäure u. durch Hydrierung des Säurechlorids (RUZICKA u. SCHELLENBERG, C. 1938. I. 4458).



I	X = Y = OH	Z = CH ₃
II	X = Y = CH ₃ COO	Z = COOH
III	X = Y = CH ₃ COO	Z = COCl
IV	X = Y = CH ₃ COO	Z = COSCH ₃
V	X = Y = CH ₃ COO	Z = CH ₂ OH
VI	X = Y = OH	Z = CH ₂ OH
VII	X = Y = CH ₃ COO	Z = CH ₂ OCOCH ₃
VIII	X = Y = CH ₃ COO	Z = CHO
IX	X = Y = CH ₃ COO	Z = CH ₂ OSO ₂ C ₆ H ₄ CH ₃
X	X = Y = CH ₃ COO	Z = CH ₂ J
XI	X = Y = CH ₃ COO	Z = CH ₃
XII	X = Y = OH	Z = CH ₃

Versuche (alle FF. sind kor., die spezif. Drehungen in Chloroformlsg. bestimmt): *Diacetyleinocystsäure* (II), C₃₄H₅₂O₈, aus Chlf.-Methanol Nadeln, F. 271,5–272,5°, [α]_D = –13° (c = 1,118). — *Diacetyleinocystsäurechlorid* (III), C₃₄H₅₁O₅Cl, aus II u. Thionylchlorid, aus Ae.-PAe. Nadeln, F. 196,5–197°, [α]_D = –16° (c = 1,060). — *Diacetyleinocyststhiolsäuremethylester* (IV), C₃₅H₅₄O₂S, aus III mit Methylmercaptan u. Pyridin in Bzl., aus Chlf.-Methanol Nadeln, F. 250,5–251°, [α]_D = –12,5° (c = 0,882). —

Trioldiacetat V, C₃₄H₅₄O₅, durch Schütteln von *IV* in A./Ae. mit RANEY-Ni bei Zimmertemp. u. Chromatographieren, aus Chlf.-Methanol, F. 266—267°, [α]_D = -2,2° (c = 0,894); *Trioltriacetat VII*, C₃₆H₅₆O₆, aus Chlf.-Methanol Blättchen, F. 159—160°, [α]_D = -9,7° (c = 1,149); *Triol VI*, C₃₀H₅₀O₃, durch Verseifung von *V* mit methanol. KOH u. Chromatographieren, aus Chlf.-Methanol, F. 249,5—250°, [α]_D = -58° (c = 0,686). — *Tosylat* von *V* (*IX*), C₄₁H₆₀O₇S, aus Ae.-PAe. Nadeln, F. 129,5—131°; dann Erstarren, 2. Schmelzen 194—194,5°, [α]_D = -6,7° (c = 0,927). — *Jodid X*, C₃₄H₅₄O₄J, aus *IX* mit NaJ in Aceton im Einschlußrohr bei 205°, aus Chlf.-A., F. 229—230° (Zers.), [α]_D = +1,5° (c = 0,939). — *Dioldiacetat XI*, C₃₄H₅₄O₄, durch Hydrierung von *X* in Ggw. von RANEY-Ni in Dioxan u. Chromatographieren, aus Chlf.-Methanol, F. 226—227°; Mischprobe mit Maniladiolacetat zeigte starke Depression, [α]_D = +11,3° (c = 0,927). — *Diacylechinocystaldehyd (VIII)*, C₃₄H₅₂O₆, durch Hydrierung von *III* in Ggw. von Pd-BaSO₄ in Xylol u. Chromatographieren, aus Chlf.-Methanol, F. 179—179,5°, [α]_D = -19,0° (c = 1,048). — *Diol XII*, C₃₀H₅₀O₂, durch Red. von *VIII* nach WOLFF-KISHNER mit Hydrazin u. Na-Äthylat im Einschlußrohr, aus Aceton/PAe., F. 221—222°, bzw. aus Aceton-W. 202—203°; mit Maniladiol starke Depression, [α]_D = +54,5°; +54,7°; +58,8° (c = 0,966; 0,877; 1,018); als Nebenprod. wurde *VI* erhalten; *Diol-2-monoacetat*, C₃₂H₅₂O₃, aus *XII* mit Acetanhydrid in Pyridin; aus Chlf.-Methanol, F. 266,5—267°, [α]_D = +47,3° (c = 0,779); *Diacetat*, C₃₄H₅₄O₄, aus *XII* durch Kochen mit Acetanhydrid u. Pyridin, ident. mit *XI*. — *Maniladion (XIII)*, C₃₆H₄₆O₂, aus *XII* mit CrO₃ in Eisessig, aus Methylenchlorid-Methanol, F. 212—213°, [α]_D = +54,5° (c = 1,115); mit Maniladion aus natürlichem Diol keine Depression. (Helv. chim. Acta 29. 1183—91. 1/8. 1946.)

218.2164

Yves-René Naves, *Studien über die flüchtigen Pflanzenstoffe*. 40. Mitt. *Über die Sesquiterpene im ätherischen Öl der kleinkörnigen Pomeranze*. (39. vgl. C. 1946. I. 561.) Außer den in der vorigen Mitt. beschriebenen Monoterpenen u. Terpenestern enthält die Essenz aus den Blättern der Bitterfruchtorange auch Sesquiterpene, Sesquiterpenalkohole u. ihre Ester. Nach Unters. des Vf. sind in kleinen Mengen *d-Nerolidol* u. *Farnesol* vorhanden, neben größeren Anteilen tert. Alkohole, C₁₅H₂₆O, von denen einer wahrscheinlich tricycl. ist u. bei der Dehydrierung mit Se *Guajazulen* ergibt, während ein anderer monocycl. Alkohol ein *Bisabolol* sein kann. Außerdem fand Vf. noch sek. bicycl. Alkohole, C₁₅H₂₆O, in der Essenz. Auch *Geranyloxyd* (Neryloxyd) konnte nachgewiesen werden; Vf. beschreibt seine Eigg. sowie die des aus ihm durch Hydrierung entstehenden *Citronellyl-* u. *Dihydrocitronellyloxyd*.

Versuche: *Farnesol*, C₁₅H₂₆O, als 3-Nitrophthalsäureester aus der Essenz gewonnen, durch Dest. gereinigt, Kp.₃ 131—132°, D₄²⁰ = 0,8880; n_D²⁰ = 1,48562; n_F²⁰ = 1,48906; n_F²⁰ = 1,49740. 3-Nitrophthalat, F. 93—94°. Di-β-naphthylurethan, aus PAe., F. 70—70,5°. *Allophanat*, C₁₇H₂₈O₂N₂, aus PAe., F. 78—79°; *Diphenylurethan*, C₂₈H₃₂O₂N₂, aus Methanol, F. 54,5—55°. — *Farnesal*, C₁₅H₂₆O, aus *Farnesol* durch Oxidation mit K₂Cr₂O₇ u. Schwefelsäure, Kp._{3,6} 136—138°; D₄²⁰ 0,9088; n_D²⁰ = 1,49318; n_D²⁰ = 1,49724; n_F²⁰ = 1,50708; *Semicarbazon*, C₁₆H₂₂ON₃, aus Methanol, F. 127,5 bis 128,5°; 2,4-Dinitrophenylhydraxon, C₂₁H₂₈O₄N₄, aus Methanol orangefarbene Kristalle, F. 84—90°. — *Nerolidol*, C₁₅H₂₆O, aus der Fraktion der tert. Alkohole der Essenz durch Veresterung u. fraktionierte Dest., Kp._{2,6} 118—119°; D₄²⁰ = 0,8786; n_D²⁰ = 1,47669; n_D²⁰ = 1,47996; n_F²⁰ = 1,48787; *Phenylurethan*, aus PAe., F. 38°; *Xenylurethan*, amorph, F. 75—82°. Bei der Oxidation entsteht *Farnesal*. — *Geranyloxyd* (Neryloxyd), C₂₀H₃₄O, durch Boratisierung von den Alkoholen der Essenz getrennt, Kp.₂ 163—164°; D₄²⁰ = 0,8696; n_D²⁰ = 1,48137; n_D²⁰ = 1,48474; n_F²⁰ = 1,49292; bei der Hydrogenolyse in Ggw. von PtO₂ entstehen 2,6-Dimethyloctan u. *Dihydrocitronellol*. — *Citronellyloxyd*, C₂₀H₃₈O, aus Neryloxyd durch Hydrierung in Ggw. von RANEY-Ni in A., Kp.₂ 150—151°; D₄²⁰ = 0,8436; n_D²⁰ = 1,45911; n_D²⁰ = 1,46193; n_F²⁰ = 1,46877. — *Dihydrocitronellyloxyd*, C₂₀H₄₂O, durch Hydrierung von Neryloxyd in Ggw. von ADAMS-PtO₂ in Cyclohexan, Kp.₂ 144—145°; D₄²⁰ = 0,8162; n_D²⁰ = 1,43779; n_D²⁰ = 1,44003; n_F²⁰ = 1,44547. (Helv. chim. Acta 29. 1084—94. 1/8. 1946. Vernier-Genf, Givaudan u. Cie., Wiss. Labor.)

218.2165

Y.-R. Naves, *Studien über die flüchtigen Pflanzenstoffe*. 41. Mitt. *Über die Identifizierung von Citronellol (Rhodinol) durch sein Allophanat*. (40. vgl. vorst. Ref.) Während Cyansäure mit *Citronellol* (*I*) ein *Allophanat*, C₁₂H₂₂O₃N₂, vom F. 108—108,5° bildet, gibt Allophanylechlorid mit *I* unter Anlagerung von HCl an dessen Doppelbindung das *Allophanat* des *Chlordihydrocitronellols*, C₁₂H₂₃O₃N₂Cl, F. 116,5—117°. Die Allophanate von *I* u. *Geraniol* können leicht unterschieden werden durch ihre Kondensation mit *Xanthydrol*; [*Xanthenyl-9*]-*γ*-allophanat von *Geraniol*, C₂₅H₂₈O₄N₂, F. 153,5—154°; [*Xanthenyl-9*]-*γ*-allophanat von *Citronellol*, C₂₅H₃₀O₄N₂, F. 119—119,5°, beide aus CH₃OH. (Helv. chim. Acta 29. 1447—50. 1/10. 1946.)

218.2165

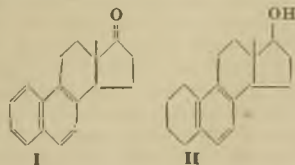
Y.-R. Naves, Studien über die flüchtigen Pflanzenstoffe. 42. Mitt. Über die Identifizierung von Citronellol in Gegenwart von Geraniol und Nerol. (41. vgl. vorst. Ref.) Vf. hat ein neues Verf. zur analyt. Best. von Citronellol (I) in Mischungen mit Geraniol u. Nerol ausgearbeitet. Durch Hydrierung des Gemisches mit dem PtO₂-Katalysator nach ADAMS bei 60° entsteht aus I quantitativ Dihydrocitronellol, während Geraniol u. Nerol Dimethyl-octan bilden. Linalool u. α-Terpineol geben gesätt. Alkohole, die Sesquiterpene verhalten sich unter den gleichen Bedingungen wie die Monoterpene, nur Nerolidol wird zu einem Gemisch aus Farnesan u. Hexahydronerolidol umgewandelt. Das Verf. wird zur Best. von I in der Rosenessenz angewandt. Vf. nimmt an, daß die Hydrogenolyse der C—OH-Bindung durch die Anwesenheit einer Gruppierung —C(CH₃)=CH— erleichtert wird.

Versuche: Dihydrocitronellol, aus Citronellol neben wenig Dimethyl-octan, Kp._{9,6} 81—82°, D.₄²⁰ = 0,8302—0,8309, n_D²⁰ = 1,43293—1,43295, n_D²⁰ = 1,43520—1,43570, n_F²⁰ = 1,44118—1,44120. — Tetrahydrolinalool, aus Linalool. Kp._{3,5} 68°, D.₄²⁰ = 0,8286, n_D²⁰ = 1,43203, n_D²⁰ = 1,43424, n_F²⁰ = 1,43960. — Dihydro-α-terpineol, C₁₀H₂₀O, aus α-Terpineol, Kp._{9,5} 90°, D.₄²⁰ = 0,9090, n_D²⁰ = 1,46179, n_D²⁰ = 1,46412, n_F²⁰ = 1,46978. — Farnesan, C₁₅H₃₂, aus Farnesol, Kp.₃ 83°, D.₄²⁰ = 0,7721, n_D²⁰ = 1,43032, n_D²⁰ = 1,43248, n_F²⁰ = 1,43771. — Hexahydrofarnesol, aus Dihydrofarnesol neben Farnesan, Kp._{9,4} 118 bis 119°, D.₄²⁰ = 0,8343, n_D²⁰ = 1,44291, n_D²⁰ = 1,44522, n_F²⁰ = 1,45083. — Hexahydronerolidol, C₁₅H₃₂O, aus Nerolidol neben Farnesan, Kp._{1,8} 117°, D.₄²⁰ = 0,8319, n_D²⁰ = 1,44441, n_D²⁰ = 1,44673, n_F²⁰ = 1,45236. (Helv. chim. Acta 29. 1450—54. 1/10. 1946.) 218.2165

Robert P. Jacobsen, Eine neue Abbaumethode für Gallensäurederivate. Kurzer Hinweis auf eine neue Abbaumeth. für Gallensäurederiv., dad. gek., daß RCH(CH₃)—CH₂—CH₂—COOH (R = substituiertes Steroidringsyst.) über das Säurechlorid mittels Diphenylcadmium in 70—75%ig. Ausbeute in das Phenylketon RCH(CH₃)—CH₂—CH₂—CO—C₆H₅ übergeführt wird, dies zu RCH(CH₃)—CH₂—CHBr—CO—C₆H₅ bromiert u. weiter zu RCH(CH₃)—CH₂—CH(OAc)—CO—C₆H₅ acetyliert wird. Das hieraus durch Hydrolyse erhaltene α-Ketol wird in Pyridin mit wss. CuSO₄ zum α-Diketon in 65—70%ig. Gesamtausbeute oxydiert. Durch Acetylierung wird hieraus das Enolacetat RCH(CH₃)—CH=C(OAc)—CO—C₆H₅ erhalten, das zu weiterem Abbau zu Bismorsäurederiv. geeignet ist. Beispiele: „Cholophenon“ (Norcholyphenylketon), C₃₀H₄₄O₄, 1/2 H₂O, F. 174—176,5°, [α]_D²⁰ = +26° (Chlf.); Triacetat, F. 120,3—121°, [α]_D²⁰ = +79° (Chlf.); 2,4-Dinitrophenylhydrazon, F. 221—222,5°; Oxim, F. 214—217° Zersetzung. — 23(β)-Bromcholophenontriacetat, C₃₆H₄₉O₇Br, H₂O, F. 108,5—111,5°, [α]_D²⁰ = +95° (Chlf.). — 23(α)-Acetoxycholophenontriacetat, C₃₈H₅₂O₉, 1/2 H₂O, F. 180—182°. — Bismorcholyphenylketontriacetat, C₃₆H₄₈O₈, F. 160—165° (nach Trocknen F. 161,5—166°), [α]_D²⁰ = +92° (Chlf.). — Bismorcholyphenylketon-7,12-diacetat, C₃₄H₄₆O₇, F. 201—203,5°, [α]_D²⁰ = +80° (Chlf.). — 2-Bismorcholy-3-phenylchinoxalinetriacetat, F. 217—218,5°. (J. Amer. chem. Soc. 66. 662. April 1944. Bethesda, Md., Nat. Inst. Health.) 107.3950

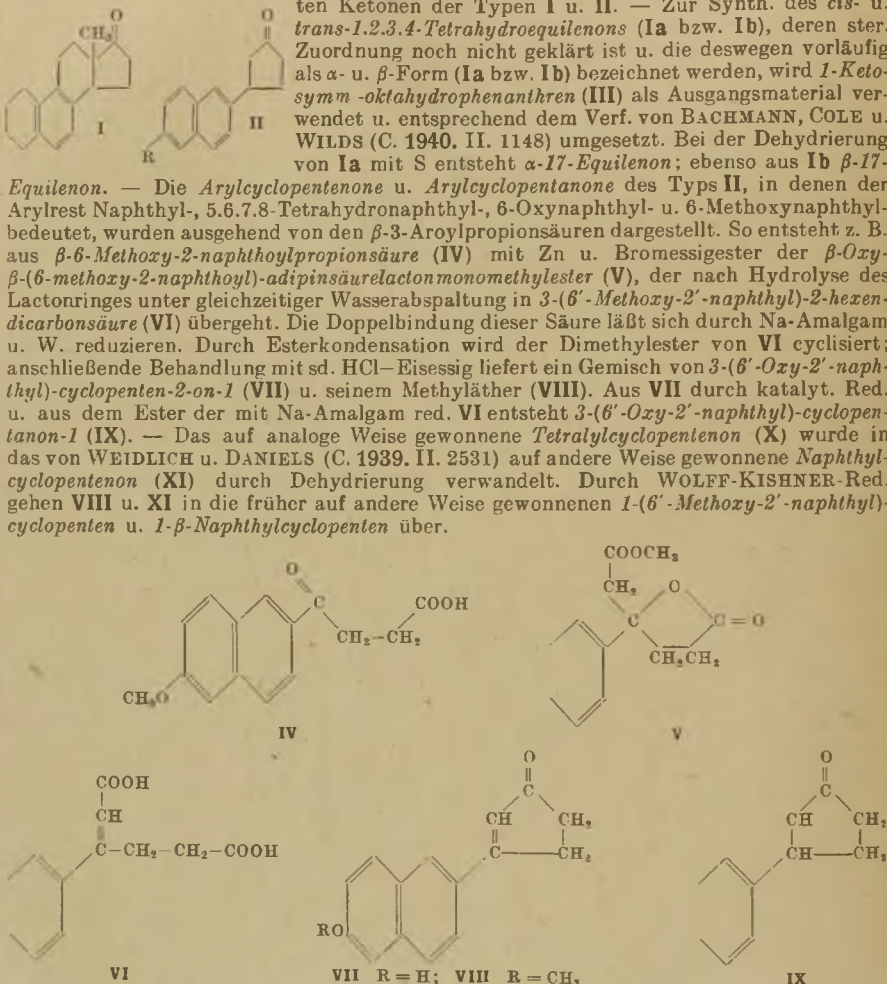
V. Prelog und J. Führer, Untersuchungen über Organextrakte. 8. Mitt. Über die Isolierung von 3-Desoxyequilenin aus dem Harn trächtiger Stuten. (7. vgl. C. 1945. II. 1611.) Als Beitrag zur Frage des Steroidstoffwechsels wurde im Stutenharn nach bisher unbekanntem Verb. der Steroidreihe gesucht. Aus den neutralen Anteilen (Nebenprod. der techn. Öströngewinnung) von 14000 Liter Stutenharn wurden 50 mg reines 3-Desoxyequilenin (I) isoliert, dessen Konst. durch Hydrierung zum bekannten 3-Desoxyhexahydroequilenin (II) bewiesen wurde. I ist im ALLEN-DOISY-Test an der Ratte mit 100 bis 150 γ wirksam. Neben I wurden ein ungesättigtes Keton C₁₃H₁₈O (III) vom F. 93,5 bis 94,5° u. ein Alkohol C₁₃H₂₀O (IV) vom F. 88,5—90,5° isoliert. III enthält wahrscheinlich das chromophore Syst. >C=CH—CH=C=O, während IV vermutlich ein mehrfach substituiertes Benzolderiv. ist.

Versuche: 1 kg neutrale techn. Harnfraktion aus 20000 Liter Stutenharn liefert, mit methanol. KOH unter N₂ verseift, 633,5 g neutrale unverseifbare Anteile. 488,7 g vorst. Fraktion liefern nach zweimaliger Dest. bei 90—140° u. 0.001 mm Hg 129,3 g Öl (A) u. 9,65 g leichter flüchtige, mit Aceton + festem CO₂ kondensierte bewegliche Fl. (B). — Aus 116 g A wurden mit GIRARD-Reagens T (vgl. C. 1937. I. 575) 11,3 g Ketone abgetrennt, daraus durch zweimalige chromatograph. Adsorption an Al₂O₃ im Benzoleluat 50 mg 3-Desoxyequilenin (I) C₁₃H₁₈O, aus CH₃OH Nadeln, F. 155—157°, [α]_D²² = +117° (± 3°) (c = 0,854 in Chlf.), Absorptionsmaximum bei 280 mμ, log ε = 3,6 u. 322 mμ, log ε = 2,75, liefert bei der katalyt. Hydrierung in Eisessig mit PtO₂-Katalysator II, u. im Äthereluat 35 mg von III, Nadeln aus PAc. oder CH₃OH, F. 93,5—94,5°, opt.-inakt., Absorptionsmaximum bei 290 mμ, log ε = 4,5 (in A.), gibt mit Tetrannitromethan eine Gelb-



färbung; *Semicarbazon*, F. 105—107°, Absorptionsmaximum bei 305 μ , $\log \epsilon = 4,6$. — Aus Destillat B nach Entfernung von Carbonylverb. mit GIRARD-Reagens T u. chromatograph. Adsorption an Al_2O_3 0,75 g Öl, daraus mit Cyanursäure in Ae. ein kryst. *Allophanat*, $\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{O}_3\text{N}_2$, F. 173—175°, $[\alpha]_{\text{D}}^{25} = +7^\circ$ ($c = 0,488$ in Chf.), Absorptionsmaximum bei 270 μ , $\log \epsilon = 2,6$ (in A.), gibt mit Tetranitromethan eine Gelbfärbung. — *Alkohol* $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}$ (IV), aus vorst. mit methanol. KOH u. Sublimation bei 0,02 mm u. 60°, F. 88,5—90,5°. (Helv. chim. Acta 28. 583—90. 2/5.1945. Zürich, TH.) 356.4000

W. E. Bachmann und R. D. Morin, *Die Synthese von Verbindungen, die mit den Sexualhormonen verwandt sind*. Vff. beschreiben die Synth. von mehr oder minder hydrierten Ketonen der Typen I u. II. — Zur Synth. des *cis*-u. *trans*-1.2.3.4-Tetrahydroequilenons (Ia bzw. Ib), deren ster. Zuordnung noch nicht geklärt ist u. die deswegen vorläufig als α - u. β -Form (Ia bzw. Ib) bezeichnet werden, wird 1-Ketosymm-oktahydrophenanthren (III) als Ausgangsmaterial verwendet u. entsprechend dem Verf. von BACHMANN, COLE u. WILDS (C. 1940. II. 1148) umgesetzt. Bei der Dehydrierung von Ia mit S entsteht α -17-Equilenon; ebenso aus Ib β -17-Equilenon. — Die Arylcyclopentenone u. Arylcyclopentanone des Typs II, in denen der Arylrest Naphthyl-, 5.6.7.8-Tetrahydronaphthyl-, 6-Oxynaphthyl- u. 6-Methoxynaphthyl- bedeutet, wurden ausgehend von den β -3-Aroylpropionsäuren dargestellt. So entsteht z. B. aus β -6-Methoxy-2-naphthoylpropionsäure (IV) mit Zn u. Bromessigester der β -Oxy- β -(6-methoxy-2-naphthoyl)-adipinsäurelactonmonomethylester (V), der nach Hydrolyse des Lactonringes unter gleichzeitiger Wasserabspaltung in 3-(6'-Methoxy-2'-naphthyl)-2-hexendicarbonsäure (VI) übergeht. Die Doppelbindung dieser Säure läßt sich durch Na-Amalgam u. W. reduzieren. Durch Esterkondensation wird der Dimethylester von VI cyclisiert; anschließende Behandlung mit sd. HCl-Eisessig liefert ein Gemisch von 3-(6'-Oxy-2'-naphthyl)-cyclopenten-2-on-1 (VII) u. seinem Methyläther (VIII). Aus VII durch katalyt. Red. u. aus dem Ester der mit Na-Amalgam red. VI entsteht 3-(6'-Oxy-2'-naphthyl)-cyclopentanon-1 (IX). — Das auf analoge Weise gewonnene Tetralylcyclopentenon (X) wurde in das von WEIDLICH u. DANIELS (C. 1939. II. 2531) auf andere Weise gewonnene Naphthylcyclopentenon (XI) durch Dehydrierung verwandelt. Durch WOLFF-KISHNER-Red. gehen VIII u. XI in die früher auf andere Weise gewonnenen 1-(6'-Methoxy-2'-naphthyl)-cyclopenten u. 1- β -Naphthylcyclopenten über.



Versuche (Ausbeuten in Klammern; betreffende Reaktionsbedingungen s. BACHMANN u. Mitarbeiter, l. c.): 1-Keto-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren (III): α -Naphthylamin wird mit Na u. Amylalkohol zum *ar*-Tetrahydro- α -naphthylamin red. (84%), dieses diazotiert u. in das 1-Jod-5.6.7.8-tetrahydronaphthalin, Kp.₂₀ 153—158° (66%), übergeführt. Durch Bereitung des GRIGNARD-Reagens daraus u. dessen Umsetzung mit Äthylenoxyd wird β -5.6.7.8-Tetrahydro-1-naphthyläthylalkohol als viscoses gelbes Öl vom Kp._{0,4} 125—135° (57%) gewonnen, das mit PBr_3 das β -5.6.7.8-Tetrahydro-1-naphthyläthylbromid, Kp._{0,05} 113 bis 118° (62%) liefert. Dieses gibt mit Na-Malonester in A.-Bzl. u. nach Verseifung u. Decarboxylierung bei 180° γ -5.6.7.8-Tetrahydro-1-naphthylbuttersäure, nach Krystalle aus Ligroin, F. 94—95° (65%), ident. mit der von SCHRÖTER (Ber. dtsh. chem. Ges. 57.

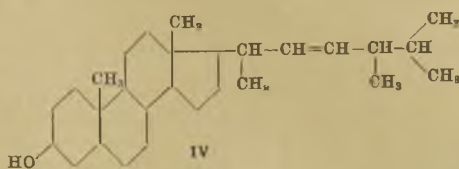
[1924.] 2029) dargestellten Säure. Das Chlorid der Säure wird mit SnCl₄ zu III, F. 805, bis 82° (88%), cyclisiert. — *1-Keto-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren-2-glyoxylsäuremethyl ester*, C₁₇H₁₈O₈, aus III mit Oxalsäuremethyl ester nach BACHMANN u. Mitarbeiter (l. c.), glänzende gelbe Prismen aus Methanol, F. 103—104° (89%), mit alkoh. FeCl₃ tiefpurpurbraune Farbreaktion. — *1-Keto-2-carbomethoxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren*, C₁₆H₁₈O₃, aus vorst. durch Decarboxylierung mit Weichglaspulver, 180°, ½ Stde., Prismen aus Methanol, F. 83—85° (88%), mit alkoh. FeCl₃ tiefblaugüne Farbreaktion. — *1-Keto-2-methyl-2-carbomethoxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren*, C₁₇H₂₀O₂, aus vorst. mit CH₃J u. NaOCH₃ in Bzl., Prismen aus Methanol, F. 77—78° (86%), keine FeCl₃-Reaktion. — *1-Keto-2-methyl-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren*, C₁₅H₁₈O, aus vorst. mit wss. methanol. KOH, prismat. Blöcke aus Methanol, F. 87—88° (80%). — *2-Methyl-2-carboxy-1-oxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren-1-essigsäuredimethylester*, C₂₀H₂₆O₅, aus vorst. mit Zn u. Bromessigsäuremethyl ester, Prismen aus Methanol, F. 102—103° (76—81%), geht beim Kochen mit wss. methanol. KOH in vorst. Angangsmaterial über. — *2-Methyl-2-carboxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthryliden-1-essigsäure*, C₁₈H₂₀O₄, aus vorst. Oxyester mit SOCl₂ u. Pyridin u. anschließender Behandlung mit wss. alkoh. KOH, Prismen aus Aceton-Ligroin, F. 140—141° Zers. (92%). — *α-2-Methyl-2-carboxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren-1-essigsäure*, C₁₉H₂₂O₄, aus zweitvorst. Oxyester ohne Isolierung der ungesätt. Säure durch deren Red. als K-Salze mit Na-Amalgam in wss. Lsg., Prismen aus Essigsäure-Xylol, dann Essigsäure, F. 218—219° (40—43%). — *β-2-Methyl-2-carboxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren-1-essigsäure*, C₁₉H₂₂O₄, aus den Mutterlaugen vorst. Säure, Kristalle aus Bzl., dann Essigester-Ligroin, F. 162—163° (46—50%). — *Dimethylester der (zweitvorst.) α-Säure*, C₂₀H₂₆O₄, aus der Säure mit CH₂N₂, Prismen aus Methanol, F. 70,5—71° (97%). — *Dimethylester der (zweitvorst.) β-Säure*, C₂₀H₂₆O₄, Prismen aus Methanol, F. 81,5—82,5° (92%). — *α-2-Methyl-2-carbomethoxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren-1-essigsäure*, C₁₉H₂₂O₄, aus dem Dimethylester durch partielle Verseifung mit der berechneten Menge sd. wss. methanol. NaOH, nach dem Ansäuern Kristalle aus Essigester, Prismen aus Aceton-Ligroin, F. 121—122° (95%). — *β-2-Methyl-2-carbomethoxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren-1-essigsäure*, C₁₉H₂₂O₄, analog vorst., Prismen aus Essigester, F. 141—142° (98%). — *α-2-Methyl-2-carboxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren-1-β-propionsäure*, aus zweitvorst. saurem Ester durch ARNDT-EISTERT-Rk. u. Behandlung mit Ag₂O, nach Dest. bei 180°/0,05 mm isoliert als *Dimethylester*, C₂₁H₂₈O₄, Prismen aus Methanol, F. 63,5—64,5° (75%). — *β-2-Methyl-2-carboxy-1.2.3.4.5.6.7.8-oktahydrophenanthren-1-β-propionsäuredimethylester*, analog vorst. dargestellt, gelbes Öl. — *α-1.2.3.4-Tetrahydro-16-carbomethoxy-17-equilenon*, C₂₀H₂₄O₃, aus zweitvorst. Dimethylester mit NaOCH₃ (10 Stdn. Rückfluß), Nadeln aus Methanol, F. 124—125° (90%); Farbkr. mit alkoh. FeCl₃ tiefgrün. — *β-1.2.3.4-Tetrahydro-16-carbomethoxy-17-equilenon*, C₂₀H₂₄O₃, aus rohem öligem zweitvorst. Dimethylester analog vorst., Prismen aus Methanol, F. 121 bis 122° (85%); Farbkr. mit alkoh. FeCl₃ grünlichbraun. — *α-1.2.3.4-Tetrahydro-17-equilenon (Ia)*, C₁₈H₂₂O, aus zweitvorst. durch Kochen (1 Stde.) mit konz. HCl in wss. Essigsäure unter N₂, Prismen aus Methanol, F. 72—73° (88%), Kp._{0,05} 100°. — *β-1.2.3.4-Tetrahydro-17-equilenon (Ib)*, C₁₈H₂₂O, analog vorst., Prismen aus Methanol, F. 114—115° (Vakuum) (79%), Kp._{0,05} 110°. — *Semicarbazon der α-Form (von Ia)*, C₁₉H₂₅ON₃, Prismen aus A., F. 233—234°, *der β-Form (von Ib)*, C₁₉H₂₅ON₃, F. 274—275° (Vakuum). — *α-17-Equilenon*, aus Ia mit S, 210°, 2 Stdn., nach Sublimation bei 100°/0,05 mm, Kristalle aus Methanol, F. 97—98,5°, Misch-F. mit authent. Probe vom F. 100—101° bei 98—99° (41%). — *β-17-Equilenon*, analog vorst., F. 186—187,5° (Vakuum), Misch-F. 187—188,5° (Vakuum) (49%). — *Lacton des Monomethylesters der β-Oxy-β-(6-methoxy-2-naphthyl)-adipinsäure (V)*, C₁₆H₁₈O₅; β-Naphthylmethyläther u. Bernsteinsäureanhydrid wurden nach SHORT, STROMBERG u. WILES (C. 1936. I. 4721) zu β-(6-Methoxy-2-naphthyl)-propionsäure (IV), F. 147—148°, umgesetzt, die aus dem Gemisch isomerer Säuren durch Krystallisation aus Aceton gewonnen wurde. Der Äthylester, F. 107,5—108°, wurde nach REFORMATSKI umgesetzt zu V, C₁₈H₁₈O₅, Prismen aus Methanol, F. 121—122° (84%), Kp._{0,05} 115°. — *3-(6'-Methoxy-2-naphthyl)-2-hexendicarbonsäure (VI)*, C₁₇H₁₆O₅, aus V durch Kochen mit methanol. NaOH (3 Stdn.), Prismen aus Aceton-Ligroin, F. 194—195° (98%). — *Dimethylester*, mit CH₂N₂ dargestellt, ölig, als Rohprod. (Kp._{0,05} 190°) weiterverarbeitet. — *3-(6'-Methoxy-2-naphthyl)-5-carbomethoxycyclopenten-2-on-1*, C₁₈H₁₆O₆, aus vorst. Dimethylester durch Esterkondensation, Prismen aus Methanol, F. 125—126° (80%). — *3-(6'-Oxy-2'-naphthyl)-cyclopenten-2-on-1 (VII)*, C₁₅H₁₂O₂, aus vorst. durch Kochen (10 Stdn.) mit HCl in wss. Essigsäure unter N₂, nach Abtrennung vom Methyläther mittels Alkali u. Sublimation bei 200°/0,05 mm, Prismen aus Methanol, F. 252—253° (Vakuum). — *Semicarbazon*, C₁₈H₁₅O₂N₃, F. 260—262° (Vakuum). — *Methyläther (VIII)*, C₁₆H₁₄O₂, vgl. zweitvorst., nach Dest. bei 190°/0,05 mm Nadeln aus Methanol, F. 169 bis 170°. — *Methyläther des Semicarbazons*, C₁₇H₁₇O₂N₃, F. 250—251° (Vakuum). —

1-(6'-Methoxy-2-naphthyl)-cyclopenten, aus vorst. mit NaOCH₃ bei 180°, 20 Stdn., F. u. Misch-F. 141—142°. — β-(6'-Methoxy-2-naphthyl)-adipinsäure, C₁₇H₁₈O₅, aus VI mit 2% ig. Na-Amalgam in Kallilauge, Prismen aus Aceton-Ligroin, F. 164—165° (99%). — Methyl-ester, fl., Kp._{0,05} 180—190°. — 3-(6'-Oxy-2'-naphthyl)-cyclopentanon (IX), C₁₅H₁₄O₂, aus vorst. durch Esterkondensation, nach Hydrolyse, Entmethylierung u. Dest. bei 200°/0,05 mm Prismen aus Methanol, F. 176—176,5° (83%); ferner aus VII mit Pd-Aktivkohle-H₂ in Eisessig, Krystalle aus Methanol, F. 176—176,5° (70%). — Semicarbazon, C₁₈H₁₇O₂N₃, sahnefarbene Prismen, F. 212—213°. — Lacton des Monomethylsters der β-Oxy-β-(2-naphthyl)-adipinsäure, C₁₇H₁₆O₄, aus β-2-Naphthylpropionsäuremethylster vom F. 74—75° durch REFORMATSKI-Rk., nach Dest. bei 170°/0,05 mm Nadeln aus Methanol, F. 111 bis 112°. — 3-(2'-Naphthyl)-2-hexendicarbonsäure, C₁₆H₁₄O₄, aus rohem vorst. Esterlacton vom F. 106—108°, Prismen aus Aceton-Ligroin, F. 179—180° (96%). — Dimethylester, fl., Kp._{0,05} 170—180°. — 3-(2'-Naphthyl)-cyclopenten-2-on-1, C₁₅H₁₂O, aus vorst. Ester durch Esterkondensation, nach Hydrolyse, Decarboxylierung u. Dest. bei 160—170°/0,05 mm Prismen aus Methanol, F. 126—127° (81%). — Semicarbazon, C₁₈H₁₅ON₃, F. 240—241°. — 1-(2'-Naphthyl)-cyclopenten, aus vorst. Semicarbazon durch WOLFF-KISCHNER-Red., F. 84,5—86° (49%). — β-(2-Naphthyl)-adipinsäure, C₁₆H₁₆O₄, aus 3-(2'-Naphthyl)-2-hexendicarbonsäure durch Red. mit Na-Amalgam, Prismen aus Aceton-Ligroin, F. 153—154° (96%). — Dimethylester, fl., Kp._{0,05} 180°. — 3-(2'-Naphthyl)-cyclopentanon, C₁₅H₁₄O, aus vorst. Ester durch Esterkondensation, Hydrolyse u. Decarboxylierung, nach Dest. bei 150°/0,05 mm Prismen aus Methanol, F. 65—66° (87%); ferner aus 3-(2'-Naphthyl)-cyclopenten-2-on-1 mittels Pd-Aktivkohle-H₂ in Eisessigsäure. — Semicarbazon, C₁₆H₁₇ON₃, Prismen, F. 199—199,5°. — 3-(5'.6'.7'.8'-Tetrahydro-2'-naphthyl)-2-hexendicarbonsäure, C₁₆H₁₈O₄, aus 2-Chloracetyl-5.6.7.8-tetrahydronaphthalin, das durch Malonestersynth. in die freie substituierte Malonsäure übergeführt wurde u. diese bei 150—170° in β-(5.6.7.8-Tetrahydro-2-naphthyl)-propionsäure, F. 120,5—121,5° (85%). Der Methylster vorst. Säure, Kp._{0,1} 168—171°, F. 31°, wurde der REFORMATSKI-Rk. unterworfen u. ergab nach Dest. bei 180°/0,05 mm die Tetrahydronaphthylidicarbonsäure, Prismen aus Aceton-Ligroin, F. 185—186°. — Dimethylester, Kp._{0,05} 180°. — 3-(5'.6'.7'.8'-Tetrahydro-2'-naphthyl)-cyclopenten-2-on-1, C₁₅H₁₆O, aus vorst. Ester durch Esterkondensation, Hydrolyse u. Decarboxylierung, nach Dest. bei 150°/0,05 mm Prismen aus Methanol, F. 82—83,5° (77%). — Semicarbazon, C₁₆H₁₉ON₃, F. 235—236°. — Zweitvorst. geht mit Pd-Aktivkohle bei 320° unter N₂ in 15 Min. in 3-(2'-Naphthyl)-cyclopenten-2-on-1 über, Kp._{0,05} 150°, F. u. Misch-F. 125—126° (61%). — β-(5.6.7.8-Tetrahydro-2-naphthyl)-adipinsäure, C₁₆H₂₀O₄, aus Tetralylhexendicarbonsäure mit Na-Amalgam, Prismen aus Aceton-Ligroin, F. 159 bis 160° (98%). — Dimethylester, fl., Kp._{0,05} 160°. — 3-(5'.6'.7'.8'-Tetrahydro-2'-naphthyl)-cyclopentanon, C₁₅H₁₆O, aus vorst. durch Esterkondensation, Hydrolyse u. Decarboxylierung, nach Dest. bei 170°/0,05 mm Prismen aus Methanol, F. 73—74° (83%); ferner durch Hydrierung von 3-(5'.6'.7'.8'-Tetrahydro-2'-naphthyl)-cyclopenten-2-on-1 mit Pd-Aktivkohle-H₂ in Eisessigsäure. — Semicarbazon, C₁₆H₂₁ON₃, Prismen, F. 207—208° (J. Amer. chem. Soc. 66. 553—57. April 1944. Ann Arbor, Univ. of Michigan, Chem. Labor.) 197.4000

Werner Bergmann, David H. Gould und Eva M. Low, Beiträge zum Studium der Meeresprodukte. XVII. Mitt. Spongosterin. (XVI. vgl. J. org. Chemistry 9. [1944.] 290.) Von HENZE (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 41. [1904.] 109; 55. [1908.] 427) wurde aus dem mediterranen Schwamm *Suberites domuncula* das Spongosterin (I) vom F. 123—124°, [α]_D = -19,6°, isoliert u. für ein gesätt. Sterin der Formel C₂₇H₄₈O gehalten. Vff. haben I aus dem ostamerikanischen Schwamm *Suberites compacta* in 0,7% Ausbeute (bezogen auf Trockengewicht) isoliert, F. 124°, [α]_D²⁴ = +18,2. Das Propionat von I ist nach F., Misch-F. u. Drehung ([α]_D²⁸ = +8°) ident. mit dem Originalpräp. von HENZE, dessen Angabe der Linksdrehung offenbar ein Irrtum i t. — Spongosterinacetat (II) nimmt in Eisessig 1 Atom Br auf, die Titration mit Benzopersäure u. die quantitative katalyt. Hydrierung zeigen 0,45 Doppelbindungen an. Danach ist I ein Moladdukt eines gesätt. u. eines einfach ungesätt. Sterins. Die gesätt. Komponente konnte nach Ozonabbau von II u. Entfernung der sauren Prodd. als Cholestanol (III) identifiziert werden; damit in Einklang steht die Bldg. von Dihydro-iso-Dielsäure bei der Chromsäureoxydation von I. Die ungesätt. Komponente, Neospongosterin (IV) genannt, wurde rein dargestellt durch Entbromung u. Verseifung von Neospongosterinacetatdibromid (V), das aus Spongosterinacetatmonobromid, einem Moladdukt von Cholestanolacetat u. V, durch fraktionierte Krystallisation aus Ae. oder durch Chromatographie erhalten wird. — Beim Ozonabbau entsteht aus Neospongosterinacetat (VI) u. aus II ein flüchtiger Aldehyd, der als 2.4-Dinitrophenylhydrazon isoliert u. identifiziert wurde als teilweise rac. d-Methylisopropylaldehyd, neben der 3-β-Oxybisorallocholansäure. — VI liefert bei der katalyt. Hydrie-

zung *Campestanolacetat*, so daß für IV die Konst. eines 22,23-Dehydrocampestanols anzunehmen ist. IV scheint in geringem Maße von dem C₂₄-Isomeren 22,23-Dehydroergosterol begleitet zu sein.

Versuche (Alle FF.korr., alle Drehungen in Chlf. gemessen): Frische Schwämme, *Suberites compacta*, werden zerrieben u. erst mit Aceton, dann mit Ae. extrahiert; der Trockenrückstand des Acetonextrakts wird mit Ae. extrahiert, die Ätherlsg. eingedampft: Ausbeute 1% wachstartiges Prod., das auch aus trocken-



Schwämmen durch Acetonextraktion in 2,5–3%ig. Ausbeute erhalten wird; liefert bei der Verseifung 35–40% unverseifbare Anteile, davon 70–71% Sterine (Best. mit Digonin); daraus mit CH₃OH kryst. *Spongosterin* (I), F. 123,5–124,5⁰, $[\alpha]_D^{24} = +18,2^0$; *Acetat* (II), durch Kochen von I mit Essigsäureanhydrid, Krystalle aus A., Aceton u. Ligroin, F. 125 bis 126⁰, $[\alpha]_D^{28} = +8,2^0$, enthält nach Titration mit Benzopersäure u. katalyt. Hydrierung 0,45 Doppelbindungen. *Propionat*, aus I durch Kochen mit Propionsäureanhydrid, Krystalle aus A., F. 130–131⁰, $[\alpha]_D^{27} = +10,8^0$, keine F.-Depression mit dem Präp. von HENZE (F. 132 bis 133⁰, $[\alpha]_D^{28} = +8,1^0$). *Benzoat* (Ia), C₃₄H₅₂O₂ (oder C₃₅H₅₂O₂), mit Benzoylchlorid in Pyridin, aus Ae.–A. Krystalle F. 128–129⁰, klar bei 141–142⁰. — *Spongosterinacetatmonobromid* (VII), C₂₈H₅₀O₂ + C₃₀H₅₀O₂Br₂, aus II in Ae. mit Br in Eisessig. Krystalle aus Essigester/CH₃OH, F. 155–157⁰, $[\alpha]_D^{24} = +6,5^0$, liefert mit Zn-Staub in Eisessig II zurück. — II wurde in Eisessiglg. mit O₃ behandelt, dann Zn-Staub u. AgNO₃ zugesetzt, nach 30 Min. Rühren mit W. verd. u. dest. bis zum Kp. 110⁰; aus dem Destillat mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin das *d-Methylisopropylacetaldehyd-2,4-dinitrophenylhydrazone* (VIII), C₁₂H₁₆O₂N₄, nach chromatograph. Reinigung u. Krystallisation aus verd. A. F. 118⁰, $[\alpha]_D^{24} = +17,1^0$; die nicht flüchtigen Anteile wurden mit CrO₃ in 90%ig. Eisessig oxydiert u. in saure u. neutrale Anteile getrennt; aus den sauren Anteilen nach Verseifung 3-β-Oxybisoralchololensäure (IX), C₂₂H₃₆O₃, Krystalle aus Aceton, F. 274–276⁰; *Methylester*, C₂₃H₃₈O₃, Krystalle aus verd. CH₃OH, F. 151–152,5⁰, Misch.-F. mit einem Präp. anderer Herkunft vom F. 153,3–156⁰; 153,5–155,5⁰; *Methylesteracetat*, C₂₅H₄₀O₄, aus vorst. mit Eisessig–Essigsäureanhydrid, F. 130⁰. Aus den Neutralteilen des Ozonabbaus nach Verseifung *Cholestanol* (III), F. u. Misch.-F. 141–142⁰, $[\alpha]_D^{24} = +23,8^0$, nach Reinigung über das *Benzoat* (IIIa) F. u. Misch.-F. 134–136⁰, klar bei 154⁰, $[\alpha]_D^{24} = +21,7^0$; *Acetat*, F. u. Misch.-F. 114–115⁰, $[\alpha]_D^{24} = +14,35^0$. Milde Oxydation von III mit CrO₃ liefert *Cholestanon*, F. u. Misch.-F. 127–128⁰, energische Oxydation *Lihydro-iso-Dielsäure*, F. u. Misch.-F. 194–196⁰, daraus das Pyroketon *Norcholestanon*, F. 99⁰, u. der *Dimethylester* F. 65–67⁰. — Durch 10maliges Umkrystallisieren von Ia wurde IIIa erhalten, F. u. Misch.-F. 135⁰, klar bei 155⁰; daraus durch Verseifung III, F. u. Misch.-F. 141 bis 142⁰, $[\alpha]_D^{22} = +23,6^0$; *Acetat*, F. u. Misch.-F. 112–113⁰, $[\alpha]_D^{22} = +13,3^0$; aus den Mutterlaugen ein *Benzoat*, F. 120–121⁰, $[\alpha]_D^{24} = +10,7^0$, zeigt bei der Benzopersäuretitration 0,5 Doppelbindungen, liefert bei Verseifung unreines I. — *Neospongosterinacetatdibromid* (V), C₃₀H₅₀O₂Br₂, aus VII durch fraktionierte Krystallisation, aus Ae. als schwer lösl. Komponente, oder durch chromatograph. Adsorption an Al₂O₃; Elution mit PAe. liefert eine Verb. vom F. 120–122⁰, Elution mit Bzl. nach Krystallisation aus Ae. V; Zers. bei 200–205⁰. — Daraus mit Zn-Staub in Eisessig *Neospongosterinacetat* (VI), C₃₀H₅₀O₂, Krystalle aus A., F. 141–142⁰, $[\alpha]_D^{24} = 0^0$. Daraus mit methanol. KOH *Neospongosterin* (IV), C₂₈H₄₆O, Krystalle aus CH₃OH u. Essigester–CH₃OH, F. 153⁰, $[\alpha]_D^{24} = +10^0$; *Benzoat*, C₃₅H₅₂O₂, analog mit Benzoylchlorid in Pyridin, Krystalle aus A.–Ae. u. Essigester, F. 146⁰. — *Campestanolacetat*, C₃₀H₅₂O₂, aus VI mit Pt-Schwarz u. H₂ in Essigester, Krystalle aus A., F. u. Misch.-F. 142⁰, $[\alpha]_D^{23} = +15,8^0$, liefert bei der Verseifung *Campestanol*, C₂₈H₅₀O, F. 144,5⁰, $[\alpha]_D^{25} = +25,3^0$. — VI liefert beim Ozonabbau wie bei II beschrieben VIII u. IX. (J. org. Chemistry 10. 570–79. Nov. 1945. New Haven, Conn., Yale Univ., Sterling chem. Labor. u. Bingham Ozeanograph. Labor.) 356.4000

Werner Bergmann, Harold P. Schedl und Eva M. Low, *Beiträge zum Studium der Meeresprodukte*. XVIII. Mitt. *Microcionasterin und andere Sterine aus Schwämmen*. (XVII. vgl. vorst. Ref.) Vff. geben eingangs eine Übersicht über die bisher aus Schwämmen isolierten Sterine u. untersuchen erneut das *Microcionasterin* (I) aus *Microciona prolifera* (vgl. BERGMANN u. JOHNSON, C. 1934. I. 1993). Das Acetat von I addiert Brom u. liefert ein Gemisch, aus dem ein schwer lösl. Tetrabromid der Zus. C₂₉H₄₆O₂Br₄ oder C₃₀H₄₈O₂Br₄ (II), *Cholesterinacetatdibromid* (III) u. *Cholestanolacetat* (IV) isoliert wurden; in den Mutterlaugen findet sich noch eine weitere Verb., aus der nach Entbromung ein nicht rein dargestelltes Sterinacetat vom F. 135–145⁰ erhalten wurde. I ist demnach

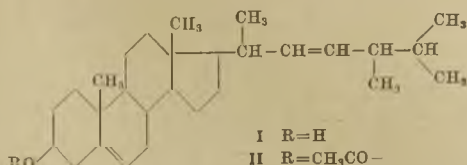
ein Gemisch von ca. 30—35% *Cholesterin* (V), ca. 40% *Cholestanol* (VI), einem doppelt ungesätt. Sterin u. mindestens einer weiteren Komponente. — Das aus dem Schwamm *Halichondria panicea* isolierte Steringemisch besteht zu 80% aus V, das als III isoliert wurde; daneben wurde ein Tetrabromid erhalten, das anscheinend mit II ident. ist. — *S. glote'lla heliophila* enthält vorwiegend VI (60% der Sterinfraktion) neben einem nicht isolierten ungesätt. Sterin, das vermutlich von allen bisher aus Schwämmen isolierten Sterinen verschieden ist.

Versuche (Alle FF. korr., alle Drehungen in Chlf. gemessen): Getrocknete *Microciona-prolifera*-Schwämme geben 3,5% mit Aceton u. Ae. extrahierbare, rote wachsartige Substanz mit 50—55% unverseifbaren Anteilen. Vom Unverseifbaren sind 47—48% Sterine; daraus *Microcynasterin* (I), F. 123—125°, $[\alpha]_D^{24} = -17^\circ$. Best. der gesätt. Sterine in I nach SCHÖNHEIMER (Hoppe Seyler's Z. physiol. Chem. 192. [1930.] 80), ergab 38,8%. — Das *Acet* vom I (11,4 g), gelöst in Ae., wird mit Br₂ in Eisessig versetzt u. der Nd. nach 24 Stdn. filtriert (Filtrat A). Der Nd. wird mit 30 ccm Ae. verrieben, zentrifugiert (Lsg. B), der Nd. mit Ae. gewaschen u. aus Chlf.—CH₂OH umkryst.: *Verb. C₂₉H₄₈O₂Br₄* oder *C₃₀H₄₈O₂Br₄* (II), F. 190° (Zers.), $[\alpha]_D^{24} = -40,6^\circ$. Lsg. B wird konzentriert u. mit Eisessig versetzt: *Cholesterinacetatdibromid* (III), F. u. Misch-F. 112° nach zweimaligem Umfällen aus Ae.—Eisessig; daraus mit NaJ in Bzl.—A. *Cholesterinacetat*. F. u. Misch-F. 114°, $[\alpha]_D^{24} = -43^\circ$; daraus *Cholesterin* (V), F. u. Misch-F. 147 bis 148,5°, $[\alpha]_D^{28} = -38,6^\circ$, u. das *Benzolat*, F. u. Misch-F. 145—146°, klar bei 179—180°. Das Filtrat A, 4 Stdn. mit Zn-Staub gekocht u. mit W. versetzt, ergibt kryst. Nd. u. schwer lösl. Bromide (darunter II) u. (nach Entbromung) lösl. Verbb.; daraus durch Zerstörung ungesätt. Substanzen mit H₂SO₄ in CCl₄—Essigsäureanhydrid nach ANDERSON u. NABENHAUER (C. 1924. II. 1697) *Cholestanolacetat* (IV), aus CH₃OH umkryst., F. u. Misch-F. 110°, $[\alpha]_D^{24} = +12,8^\circ$; daraus durch Verseifung *Cholestanol* (VI), F. u. Misch-F. 141—142°, $[\alpha]_D^{25} = +23,1^\circ$; *Benzolat*, F. u. Misch-F. 135—136°, klar bei 155,5°. — Soxhletextraktion des getrockneten Schwamms *Halichondria panicea* ergab 2,8—3% wachsartige Lipide, davon 37—38% Unverseifbares mit 55—60% Steringehalt; aus CH₃OH umkryst., schm. das Sterin bei 143—144°; in Ae. gelöst u. mit Br₂ in Eisessig versetzt, liefert es *Cholesterindibromid*, aus Ae. umkryst., F. 117—119° (Zers.); daraus V, F. u. Misch-F. 148—149°, $[\alpha]_D^{23} = -38,3^\circ$; *Acetat*, F. u. Misch-F. 113—114°, $[\alpha]_D^{22} = -42,8^\circ$; *Benzolat*, F. u. Misch-F. 146—147°, klar bei 180°. — Das Acetat des rohen Sterins, F. 115—120°, liefert mit Br in Ae.—Eisessig etwas Tetrabromid (= II?) vom F. 190° u. III: daraus *Cholesterinacetat*, F. u. Misch-F. 112—113°. — Soxhletextraktion von getrockneten *Stylorella-heliophila*-Schwämmen ergab 5—5,2% tiefrote, wachsartige Lipide, davon 38—40% Unverseifbares mit 67—68% Steringeh. (Best. mit Digitonin). Das aus CH₃OH kryst., durch Carotinoide gefärbte Sterin wurde acetyliert: *Acet* vom F. 108°, $[\alpha]_D = -6-7^\circ$, liefert beim Verseifen ein Sterin vom F. 114—115°, zeigt bei der Benzoesäuretitration 0,5 Doppelbindungen, liefert mit Br in Ae.—Eisessig nur sehr wenig Bromid vom F. 130—140°; nach Behandlung mit H₂SO₄ in CCl₄ 60% IV, nach Krystall sat' on aus A. F. u. Misch-F. 111—112°, $[\alpha]_D^{27} = +12,8^\circ$; daraus VI, F. u. Misch-F. 142 bis 143°, $[\alpha]_D^{23} = +23,9^\circ$; *Benzolat*, F. u. Misch-F. 135°, klar bei 155°, $[\alpha]_D^{25} = +22,9^\circ$. IV kann auch nach Ozonbehandlung des rohen Acetats isoliert werden. (J. org. Chemistry 10. 580—86. Nov. 1945.) 356.4000

Werner Bergmann, Harold P. Schedl und Eva M. Low, *Beiträge zum Studium der Meeresprodukte*. XIX. Mitt. *Chalinasterin*. (XVIII. vgl. vorst. Ref.) Vff. haben aus den Schwämmen *Chalina arbuscula* Verill u. *Tetilla laminaris* Wilson in 0,5—0,6%ig. Ausbeute (bezogen auf Trockengewicht) ein neues Sterin, das *Chalinasterin* (I), isoliert. Titration mit Benzoesäure u. quantitative katalyt. Hydrierung zeigen 2 Doppelbindungen im *Chalinasterinacetat* (II) an. II addiert leicht 2 Mol Br₂ zum *Chalinasterinacetat-tetrabromid*, das mit NaJ in Bzl. das *Chalinasterinacetat-22.23-dibromid* liefert. — Das *Tetrahydrochalinasterin* ist ident. mit *Campestanol* (III), das Dihydrochalinasterin (dargestellt durch nicht reproduzierbare partielle katalyt. Hydrierung, oder über den *Chalinasterinisomethyläther* nach der Meth. von FERNHOLZ u. RUGH (C. 1941. II. 3198) ist ident. mit *Campesterin* (IV). I besitzt demnach die Konst. eines *22.23-Dehydrocampesterins* u. ist das C₂₄-Isomere des *Brassicasterins* (V). Dementsprechend entsteht beim Ozonabbau von II der flüchtige *d-Methylisopropylacetaldehyd* (VI), der als 2.4-Dinitrophenylhydrazon isoliert wurde. VI ist teilweise racemisiert, u. Präpp. von III u. IV aus I zeigen etwas stärker negative opt. Drehungen als Vergleichspräparate. Vff. schließen daraus, daß I vermutlich von dem C₂₄-Isomeren V begleitet ist. — Die strukturelle Verwandtschaft der verschied. aus Meerestieren isolierten Sterine wird diskutiert.

Versuche (Alle FF. korr., alle Drehungen in Chlf. gemessen): Lufttrockene *Chalina-arbuscula-Verill*-Schwämme geben bei der Extraktion mit Aceton 2,5—4,7%

braunes Öl mit 32% Unverseifbarem; davon sind 38% Sterine (Best. mit Digitonin). Das Unverseifbare wird mit sd. Methanol ausgezogen, aus der Lsg. kryst. *Chalinasterin* (I), C₂₈H₄₆O, nach Krystallisation aus Ae., CH₃OH u. PAe., F. 139–144°, [α]_D²⁵ = –40,5°, enthält Krystalllösungsmittel.



— *Chalinasterinacetat* (II), C₃₀H₄₈O₂, aus I mit sd. Essigsäureanhydrid, Krystalle aus CH₃OH, Aceton u. Ae., F. 135°, [α]_D²³ = –46,1°, JZ. 113,7. — *Chalinasterinacetattetrabromid* (IIa), C₃₀H₄₈O₂Br₄, aus II mit Br₂ in Ae.–Eisessig, Krystalle aus Ae.–A. u. Essigester, Zers. bei 154–156°, liefert mit Zn in Eisessig II zurück. — *Chalinasterinacetat-22.23-dibromid*, C₃₀H₄₈O₂Br₂, aus vorst. mit NaJ in Bzl.–A. in 24 Stdn. bei Zimmertemp., aus CH₃OH Krystalle, F. 144°. — *Chalinasterinbenzoat*, C₃₆H₅₀O₂, aus I mit Benzoylchlorid in Pyridin, aus Essigester, Aceton u. Ae.–CH₃OH Krystalle F. 146–147°, klar bei 148°. — *Campestanolacetat* (IIIa), C₃₀H₅₂O₂, aus II in Eisessiglg. mit 3 at. H₂ in Ggw. von Pt.–Schwarz, nach Zerstörung ungesätt. Verbb. mit H₂SO₄ in CCl₄–Essigsäureanhydrid nach ANDERSON u. NABENHAUER (C. 1924. II. 1697) aus A.–CCl₄ u. Ae.–CH₃OH umkryst., F. u. Misch.-F. 143,5°, [α]_D³⁰ = +141,0°; daraus *Campestanol* (III), aus A. Krystalle, F. u. Misch.-F. 145°, [α]_D³⁴ = +25,4°. — *Chalinasterin-p-toluolsulfonat*, C₂₅H₃₂O₄S, aus I mit Tosylchlorid in Pyridin, F. 113 bis 114,5°; daraus durch 4½ std. Kochen mit Kaliumacetat in CH₃OH, *Chalinasterinisononehy'äther*, C₂₅H₄₈O, nach chromatograph. Reinigung klares, viscoses Öl. — *Campesterin* (IV), C₂₈H₄₈O, aus vorst. durch Hydrierung mit Pd.–Schwarz in Essigester, dann 8 std. Kochen mit Zn–Acetat in Eisessig u. Verseifung mit alkohol. KOH, aus Aceton Nadeln, F. u. Misch.-F. 155–156°, [α]_D²⁴ = –35,1°; *Acetat* (IVa), C₃₀H₅₀O₂, aus IV mit sd. Essigsäureanhydrid, oder aus II mit H₂ u. Pd.–Schwarz in Essigester, aus A. Krystalle, F. u. Misch.-F. 137–138,5°, [α]_D²³ = –40,0°. — *Campesterinm-dinitrobenzoat*, aus IV mit Dinitrobenzoylchlorid in Pyridin, Krystall aus Bzl.–A., F. 198 bis 199°, [α]_D²³ = –12,5°. — II liefert beim Behandeln mit Ozon in Eisessig, Zers. des Ozonids mit Zn–Staub u. AgNO₃, Wasserdampfdest. u. Umsetzung mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin das *d-Methylisopropylacetaldehyd-2,4-dinitrophenylhydrazon*, nach chromatograph. Reinigung u. Krystallisation aus A. F. u. Misch.-F. 118–119°, [α]_D²³ = +15°, Misch.-F. mit Äthylisopropylacetaldehyd-2,4-dinitrophenylhydrazon 103–109°. — Aus dem Schwamm *Tetilla laminaris* Wilson wurden erhalten: 1,5% ätherlös. Wachs, davon 34% Unverseifbares mit 78% Steringeh. (Best. mit Digitonin). Daraus I, F. 144°, [α]_D²³ = –42°. Daraus wurden weiter dargestellt: II, III, IIIa, IV, IVa u. *Campesterinbenzoat*, F. 156–157°, [α]_D²⁶ = –10,8°; alle Präpp. zeigen keine F.–Depression mit den aus *Chalina arbuscula* erhaltenen Stoffen. — (J. org. Chemistry 10. 587–93. Nov. 1945.) 356.40C

P. Karrer, E. Jucker und E. Schick, *Synthese der Vitamin-A-Säure und der entsprechenden, den α-Jononkohlenstoffring enthaltenden Verbindung (3,7-Dimethyl-9-(1',1',3'-trimethylcyclohexen-3'-yl-2')-nonatetraen-[2.4.6.8]-carbonsäure)*. Auf analogem Wege wie durch DORP u. BREM (Nature [London] 157. [1946.] 190) wurde ebenfalls die dem Vitamin A entsprechende Carbonsäure, die *Vitamin-A-Säure* (I), wie ferner die entsprechende isomere Säure mit α-Jononring hergestellt. — *5-Methyl-5-oxy-7-(1',1',3'-trimethylcyclohexen-3'-yl-2')-heptadien-(2,6)-säuremethylester*, C₁₈H₂₈O₃, R·CH:CH·C(CH₃)₂(OH)·CH₂:CH:CH·CO₂·CH₃, durch ½ std. Kochen von α-Jonon mit γ-Bromotetraensäuremethylester u. aktiviertem Zinkgrüß in absol. Bzl. + etwas Jod, hellgelbe Fl., Kp._{0,63} 130–135°. 3 std. Erwärmen mit C₆H₅·NCO auf 110° dehydratisiert zu *5-Methyl-7-(1',1',3'-trimethylcyclohexen-3'-yl-2')-heptatrien-(2,4,6)-säuremethylester*, C₁₇H₂₆O₂, hellgelbes, sehr zähes Öl, Kp._{0,01} 120–125°; *Äthylester*, C₁₉H₂₈O₂, Kp._{0,01} 125–130°; freie Säure, amorph. Letztere gibt mit PCl₃ in Bzl. bei 50° das Chlorid, das in Rohform durch frisch hergestelltes CH₃·ZnJ (in Toluol) übergeführt wird in *4-Methyl-6-(1',1',3'-trimethylcyclohexen-3'-yl-2')-hexatrien-(1,3,5)-yl-methylketon*, R·CH:CH·C(CH₃)₂:CH:CH:CH·CO·CH₃, hellgelbes, sehr zähes Öl, Kp._{0,001} 115–120°. Daraus entsteht beim Erhitzen mit Bromessigester u. akt. Zinkwolle in Essigester + etwas Jod *3,7-Dimethyl-3-oxy-9-(1',1',3'-trimethylcyclohexen-3'-yl-2')-nonatrien-(4,6,8)-säuremethylester*, C₂₁H₃₂O₃, RCH:CH·C(CH₃)₂:CH:CH:CH·C(CH₃)₂(OH)·CH₂:CO₂·CH₃, gelbes, zähes Öl, Kp. 140–145° (Vakuum); gibt mit C₆H₅·NCO bei 110° *3,7-Dimethyl-9-(1',1',3'-trimethylcyclohexen-3'-yl-2')-nonatetraen-(2,4,6,8)-säuremethylester*, C₂₁H₃₀O₂, hellgelbes, sehr zähes Öl, Kp._{0,001} 125–135°. — Die entsprechend mit β-Jonon durchgeführten Rkk. führten zur Isolierung von *5-Methyl-7-(1',1',3'-trimethylcyclohexen-2'-yl-2')-heptatrien-(2,4,6)-säuremethylester*, gelbes Öl, Kp._{0,01} 125–135°; *freie Säure*, C₁₇H₂₆O₂, Krystalle, F. 157°; *4-Methyl-6-(1',1',3'-trimethylcyclohexen-2'-yl-2')-hexatrien-(1,3,5)-yl-methylketon*, sehr zähes, gelbes Öl, Kp._{0,001} 115–125°;

3.7-Dimethyl-3-oxy-9-(1.1' 3'-trimethylcyclohexen-2'-yl-2')-nonatrien-(4.6.8)-säuremethyl-ester, C₂₁H₃₂O₃, sehr zähes, gelbes Öl, Kp_{0,001} 140—150°, u. über den Methylester, C₂₁H₃₀O₂, sehr zähes, gelbes Öl, Kp_{0,001} 125—135°, zu Vitamin-A-Säure [3.7-Dimethyl-9-(1.1' 3'-trimethylcyclohexen-2'-yl-2')-nonatetraen-(2.4.6.8)-säure] (I). Die Absorptionsspektren der Methylester von I (Maximum bei 347 m μ) u. der analogen Säure mit Doppelbindung in 3-Stellung (Maximum bei 342 m μ) sind sehr ähnlich. (Helv. chim. Acta 29. 704—11. 30/4. 1946. Zürich, Univ.. Chem. Inst.) 342.4000

David L. Drabkin, *Unveränderliches Globin und kristallisiertes synthetisches (wiedervereinigtes) Myoglobin*. Während 1 Mol natives Globin (Mol.-Gew. 34000) 2 Mole Hämin zu binden vermag, kann sich gealtertes Globin mit 8 Molen Hämin vereinigen. Aber auch die erstere Verb. ist weniger stabil als das natürliche Hämoglobin u. unterscheidet sich von dieser in der elektrophoret. Beweglichkeit u. in der Löslichkeit nach der Elektrodialyse. Aus Myoglobin gewonnenes Globin (gleiches Mol.-Gew.) alterte weniger schnell u. ermöglichte eine Wiedervereinigung zum Fe(III)-Myoglobin, das dem natürlichen entsprach (Absorptionskonstante, charakterist. Wellenlängenlage der Maxima, Kristallform). Die Darst. des Globins erfolgte aus Fe(III)-Myoglobin aus Pferdeherzen durch Spaltung mit einer Mischung von kalter HCl u. Aceton (p_H 1,9). (J. biol. Chemistry 158. 721—22. Mai 1945. Philadelphia, Univ. of Pennsylvania, School of Med., Dep. of Physiol. Chem.) 380.4050

Anwar A. Kleso, Über Thiophanverbindungen. Zürich; Leemann. 1945. (29 S.) 8°. Phil. F. II. Sekt., Diss.

E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

E₂. Enzymologie. Gärung.

Hubert Bloch, *Über die Spezifität des Inhibitors bei der Esterasehemmung durch Tri-o-kresylphosphat*. Techn. Trikresylphosphat, das infolge Verwechslung häufig zu Vergiftungsfällen Anlaß gibt, enthält neben den 3 isomeren Estern auch reichlich Mischester der 3 Kresylradikale. Nach GROSS u. GROSSE (Arch. Pathology 168. [1932.] 473) kommt aber nur dem Tri-o-kresylphosphat (I) tox. Wrkg. zu, während die m- u. die p-Verb. ungiftig sind. Im Anschluß an frühere Beobachtungen (HOTTINGER u. BLOCH, C. 1943. I. 1995) wird gezeigt, daß nur die o-Verb. eine hemmende Wrkg. auf Cholinesterase u. Serumlipase am lebenden Kaninchen besitzt. Die m- u. die p-Verb. sind in vivo völlig wirkungslos, während die m-Verb. in vitro schwach hemmt. Die Wrkg. kann nicht auf abgespaltenes o-Kresol zurückgeführt werden. — Tri-o-chlorphenylphosphat wirkt in vitro u. in vivo ähnlich wie das ihm isostere I. (Helv. chim. Acta 26. 733—39. 3/5. 1943. Basel, Univ.) 256.4210

R. Bader, F. Schütz und M. Stacey, *Ein kristallines Serum-Mucoprotein mit hoher Cholinesteraseaktivität*. Das nach einem neuen, ausführlich beschriebenen Verf. („Adsorption an Schäumen“, C. 1938. I. 1549) aus Pferdeserum isolierte kryst. Serumprotein ist frei von wärmekoagulierbaren Albuminen u. Globulinen, besitzt die Eigg. eines Mucoproteins (C. 1943. II. 318), behält in trockenem Zustande sehr lange seine Aktivität, verliert sie aber in Lsg. bei Zimmertemp. in wenigen Tagen. Die Röntgenaufnahmen zeigen eine gewisse Ähnlichkeit mit denjenigen von Pepsin u. kristallinen „Globulär“-Proteinen von ASTBURY („Textile Fibres under X-Rays“ 46. I. C. I. Ltd.). — Das Fehlen wärmekoagulierbarer Albumine u. Globuline in der gereinigten Substanz sowie das stetige u. gleichmäßige Ansteigen der Cholinesteraseaktivität gleichzeitig mit dem wachsenden Trockengeh. während des Reinigungsverf. sowie die am frischen Präp. negative Ninhydrinprobe machen die engste, unmittelbare Bindung der Cholinesteraseaktivität an das Serum-Mucoprotein wahrscheinlich. — Etwa gleichzeitig wurde von STRELITZ (C. 1945. I. 50) eine „Pseudocholinesterase“ mit erheblich höherer Aktivität isoliert. — Vff. führen die Divergenz im Aktivitätsgrad auf eine Divergenz in der Methodik der Prüfung der enzymat. Aktivität zurück. (Nature [London] 154. 183—84. 5/8. 1944. Birmingham, Univ., Med. School and Chem. Dep.) 401.4210

E₃. Mikrobiologie. Bakteriologie. Immunologie.

Fr. Pels Leusden und Walter Tölle, *Wachstumsförderung der Anaerobier durch Gelatine*. Vff. empfehlen Zusatz von 10% Gelatine zu fl. Kohlenhydratnährböden, wie sie zur Differenzierung von Anaerobiern nach ZEISSLER Verwendung finden. Die Säurebildg. wird durch den Gelatinezusatz nicht beeinflusst, während die Zahl der Kultursäuger verringert wird. (Zbl. Bakteriol., Parasitenkunde Infektionskrankh., Abt. I, Orig. 147. 273—83. 7/7. 1941. Kiel, Univ.) 249.4310

John Turkevich und Lejaren Arthur Hiller jr., *Die Wirkung von Kohlenwasserstoffbakterien auf racemische Mischungen von Kohlenwasserstoffen. Bacterium aliphaticum (I)*

zerstört zahlreiche aliphath. KW-stoffe von Pentan bis Paraffinöl, wenn es in einem einfachen anorgan. Medium kultiviert wird. Um die Frage zu entscheiden, ob I aus Racematen aliphath. KW-stoffe vorwiegend einen Antipoden angreift, wie es von vielen anderen Mikroorganismen bekannt ist, kultivierten Vff. I in Ggw. von 3-Methylhexan u. 3-Methylheptan. Nach 3wöchiger Kultur konnte keine Spur von opt. Aktivität des nicht angegriffenen KW-stoffes entdeckt werden. (J. Amer. chem. Soc. 68. 530—31. März 1946. Princeton, N. J., Princeton Univ., Frick Chem. Labor.) 278.4330

Jean Gallut, *Der Kohlenhydrat-Lipoid-Komplex des Cholera-vibrions und seines Toxins*. Cholera-vibrionen vom Typ S, 18 Stdn. bei 37° auf Peptonnährboden gezüchtet, enthalten den Kohlenhydrat-Lipoid-Komplex des Endotoxins (I) in Mengen, die verschieden, aber für den einzelnen Stamm konstant sind. Die Vibrionen machen in glucosehaltigem Medium in 4 Stdn. bei 37° I aus dem Toxin frei. Die Ausbeute an I aus Toxin ist immer höher u. beträgt meist das doppelte derjenigen aus frischen Vibrionenkulturen. Nach 4std. Aufenthalt in glucosehaltigem Medium enthalten die Cholera-vibrionen nur noch Spuren von I. Vff. sieht hierin eine Bestätigung seines Verf. zur Herst. von Cholera-toxin, das in verkürzter Zeit (4 Stdn.) das gesamte Kohlenhydrat-Lipoid-Endotoxin, das von den Vibrionen gebildet wird, liefert u. das andererseits die dialysablen tox. Proteine enthält. I wurde durch Extraktion mit 0,5n Trichloressigsäure in frischen Vibrionen, im Toxin u. in Spuren in Mikroorganismen, aus denen schon Toxin isoliert wurde, bestimmt. (Ann. Inst. Pasteur 69. 123—26. März/April 1943. Paris, Inst. Pasteur.) 362.4330

Frederick Bernheim, *Die Bedeutung der Aminogruppen für die Oxydation verschiedener Verbindungen durch Cholera-vibrionen (V. Comma)*. Die reaktionsfähigen Amino (I)- u. Carboxylgruppen wurden in Suspensionen von Cholera-vibrionen (II) u. Escherichia coli (III) nach VAN SLYKE bzw. durch Formoltitration bestimmt. Die Oxydation von Brenztraubensäure durch II wird durch eine geringere Formolmenge gehemmt, als dem ermittelten I-Geh. entspricht. Trotzdem III weniger I enthält als II, wird die Brenztraubensäureoxydation durch Formol bzw. Nitrit bei III weniger gehemmt als bei II. Die Oxydation von Asparagin wird durch kleine Mengen Phenylhydrazin bei II stärker gehemmt als bei III. — Außerdem wurde die Sauerstoffaufnahme u. die Kohlendioxydbldg. einer II-Suspension für eine Reihe von Substraten bestimmt. (Arch. Biochemistry 2. 125—33. 1943. Durham, North Carolina, Duke Univ. of Medicine, Dep. of Physiology and Pharmacology.) 249.4330

Jean C. Levaditi, *Veränderungen der sekundären Fluoreszenz der Bakterien*. Die Wachstumskurve der sichtbaren Bakterien im weißen Licht ist für die untersuchten Arten identisch. Dagegen gibt es 4 verschied. Kurventypen für die fluoreszierenden Bakterien (Kurven im Original). I. Schweinerotlauf u. B. avisepticus verhalten sich wie die Enterobacteriaceae. II. B. pycocyanus. III. B. anthracis, B. anthracoides u. B. subtilis (Bacillaceae) fluoreszieren. IV. B. mesentericus u. B. megatherium fluoreszieren unabhängig vom Alter der Kultur, aber die Fluoreszenz der jugendlichen Formen liegt im Unterschied zu III. an der Grenze der Sichtbarkeit. Trotz dieser Unterschiede eignet sich das Fluoreszenzmikroskop zur allg. Kennzeichnung der Bakterien einschließlich der Enterobacteriaceae. Die jungen Kulturen enthalten nur bläuliche, homogene, wenig lumineszierende Bakterien, zuweilen an der Grenze der Sichtbarkeit. Beim Altern der Kultur nimmt die Lumineszenz unter Emission eines sek. weißen glänzenden Lichtes zu. Dann werden die Granulate des Endoplasma sichtbar. Bei alten Kulturen überwiegen die granulösen, evtl. dunkelroten Formen. Die sek. Fluoreszenz der alternden oder abgetöteten Keime der Enterobacteriaceae bei UV-Bestrahlung ($\lambda = 3660 \text{ \AA}$) in Ggw. von Thioflavin S stammt von fremden Bakterien. Das Auftreten u. die Dauer der sek. Fluoreszenz wechseln mit der Bakterienart und dem Alter und scheinen von den Bedingungen der Fixierung des Thioflavins an der Bakterienoberfläche durch physikal.-chem. Rkk. abhängig zu sein. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 137. 367—69. Juni 1943. Paris, Inst. Pasteur.) 362.4350

A. Boquet, *Über die Konservierung der BCG-Suspensionen*. Die Keime von BCG-Stämmen, die in 419 Passagen auf Kartoffelnährboden mit Galle, mit Glycerinwasser u. mit Glycerinbouillon gewachsen waren, wurden in dest. W. (I), physiol. NaCl-Lsg. (II), Phosphatpuffer (pH 7,2) u. verd. SAUTON-Lsg. (pH 7,6) (III) suspendiert. Hiervon wurden je 4—5 cem-Proben im Brutschrank bei 37° bzw. im Eisschrank bei +1° aufbewahrt. In bestimmten Zeitabständen wurden von jeder Suspension 0,1 cem mit 1 mg, 0,1 mg u. 0,01 mg Bacillen pro cem auf LÖWENSTEIN-Nährboden überimpft. Die entstandenen Kolonien wurden nach 10—120 Tagen ausgezählt. Die 1 mg enthaltenden Suspensionen von 4, 12 u. 21 Tage alten Kulturen lieferten in II nach 20 Tagen, — von 7 Tage alten Kulturen in I nach 107 Tagen, in III nach 120 Tagen Brutschrankaufbewahrung keine Kulturen mehr. Bei der Aufbewahrung im Eisschrank fällt die Zahl der Kolonien nach

18 Tagen rasch u. ergibt z. B. nach 42 Tagen 500 u. nach 118 Tagen 250 Kolonien. Die Suspensionen von 0,1 u. 0,01 mg sind nach 15 Tagen Aufbewahrung im Brutschrank nicht mehr kultivierbar; nach Eisschrankaufbewahrung liefern 7 Tage alte Kulturen selbst nach 118 Tagen noch Kolonien. Die Wrkg. am Meerschweinchen wurde durch die Aufbewahrung nicht geschwächt. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 137. 349. Juni 1943. Paris, Inst. Pasteur.) 362.4350

C. G. Holmberg und S. Winblad, *Reinigung und Konzentrierung von Streptokokkenfibrinolysin aus Bouillonkulturen*. Ein stark fibrinolyt. Streptokokkenstamm (LANCEFIELD-Gruppe A) wird in Pepton-Dextrose-Nährbrühe gezüchtet, die gekühlte, durch ein kleines SEITZ-Filter unter Verwerfung des ersten Anteils gefilterte Brühe zu 70% mit $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ gesätt., der in wenig dest. W. gelöste u. jeweils dialysierte Nd. nacheinander mit 85% ig. A., Al-Gel u. nochmaliger 50% ig. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -Sättigung gefällt. Es wird eine 22fach verstärkte dunkelbraune, ca. 1 Monat beständige Lsg. in physiol. Kochsalzlg. erhalten, die Proteinrk. ergibt u. noch in Verdünnung 1:5·10⁸ Fibrinklumpchen in 10 Min. löst. (Acta pathol. microbiol. scand. 21. 833—37. 1944. Lund, Med. Klinik u. Bakteriologie Inst.) 230.4350

W. A. L. Dekker, C. Van Der Meer und R. Th. Scholtens, *Das elektrophoretische Verhalten von Bacterium typhosum nach Beobachtungen an den glatt-rauh-Varianten in Beziehung zu den Änderungen der antigenen Struktur*. Nach Diskussion der antigenen Zus. der verschied. Varianten des Typhusbacillus wird über Elektrophoreseverss. in einem Mikroelektrophoreseapp. Mitteilung gemacht. Die Wanderungsgeschwindigkeiten werden als Funktion des p_H für die einzelnen Varianten dargestellt. Aus den Messungen ergeben sich Unterlagen für ein Diagramm der Anordnung der einzelnen Antigene auf der Oberfläche der Typhusbacillen, die mit den von TOPLEY vertretenen Vorstellungen übereinstimmen. Hinsichtlich der Eigg. der einzelnen Antigene konnten folgende Feststellungen getroffen werden: Die \varnothing -Antigene sind amphotere Stoffe mit einem isoelekt. Punkt zwischen 2,0 u. 2,5, vermutlich Nucleoproteine, das Vi-Antigen besitzt auch noch bei p_H unter 2,0 eine negative Ladung u. enthält demnach stark saure Gruppen (H_3PO_4 oder H_2SO_4), das Antigen IX ist eine amphotere Substanz mit einem isoelekt. Punkt bei p_H ca. 4,5. (Antoine van Leeuwenhoek 8. 53—70. 1942. Leiden, State Univ., Biochem. Inst., and Utrecht, State Inst. of Public Health.) 120.4371

R. Vendrely, *Der Nucleoproteingehalt und die Antigenstruktur der Bakterien*. (Vgl. vorst. Ref.) Vf. bestimmte bei verschied. Antigenfaktoren des Colibacillus das Verhältnis des Nucleinsäuregeh. der Bakterien (in Trichloressigsäure unlösl. Purin-N) zum Prote n- + Nucleinsäuregeh. (in Trichloressigsäure unlösl. Gesamt-N) u. fand, daß die verschied. Faktoren prakt. den gleichen Nucleoproteingeh. haben (Verhältnis 0,09—0,07). Die Veränderungen der Antigenstruktur, die sich in vivo so deutlich zeigen (Virulenz, Immunisierungsvermögen), haben nur wenig Einfl. auf die allg. physiol. Eigg. der Bakterien, so daß sie in vitro kaum erkennbar sind u. den Nucleoproteingeh. der Keime prakt. nicht verändern. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 137. 447—48. Juli 1943.) 362.4371

E₃. Pflanzenchemie und -physiologie.

C. J. Lind und P. W. Wilson, *Hemmende Wirkung von Kohlenmonoxyd auf die Stickstoffbindung durch Azotobacter*. Durch jeweilige Best. des Total-N wurde bewiesen, daß CO die N₂-Aufnahme aus der Luft bei *Azotobacter vinelandii* hemmt. Die Wrkg. ist schon deutlich bei 0,1—0,2% CO in der Luft, die N₂-Fixierung hörte völlig auf bei 0,5—0,6% CO. Bei den beschriebenen Verss. waren die wirksamen CO-Konz. 10 mal größer als bei dem Syst. Azotobacter-Roter Klee. — CO beeinflusste die Aufnahme von NH_3 - u. NO_3 -N nicht oder kaum. Diese Verss. konnten in Luft ausgeführt werden, während für den Nachw. der gleichbleibenden N-Assimilation aus Asparagin, asparaginsäuren u. glutaminsäuren Salzen ein O₂-H₂-Gemisch erforderlich war, da in N₂-haltiger Luft unter Umständen die N₂-Fixierung überwiegen würde. — *Azotobacter*kulturen, die im N-freien Medium gezüchtet wurden, brauchten nach Zusatz von N-Salzen eine Anpassungszeit, ehe sie imstande waren, diese zu assimilieren. Nach dieser Zeit wurde NH_3 - u. Harnstoff-N am stärksten aufgenommen, etwas weniger rasch N₂, Nitrat-, Nitrit- u. Asparagin-N, wesentlich schwächer asparaginsäures u. glutaminsäures Salz. (Arch. Biochemistry 1. 59—72. 1943. Wisconsin, Univ.) 273.4470

W. Harvey, *Entstehung von Leben im Meer*. Vf. untersuchte den Einfl. verschied. Faktoren auf die Vermehrung des Planktons (I). Im Sommer reicht die Assimilationszone im offenen Meer bei klarem W. bis unter 100 m, im Winter wegen der geringen Einstrahlung nur bis ca. 16 m. Vertikale Wasserströmungen ergänzen zwar den Nährsalzgeh. der photosynthet. Zone, wirken jedoch oft wachstumshemmend durch Fortführung des I in zu große Tiefen. Sinkt die N- u. P-Salzkonz. der Assimilationszone sehr stark, so kann

das Wachstum verlangsamt werden. Wichtiger als die absol. Nährsalzkonz. ist jedoch die Geschwindigkeit, mit der die verbrauchten Stoffe nachgeliefert werden. Das gilt vor allem auch für Fe, Si u. a. Spurenelemente, die noch aus geringsten Konz. vom I aufgenommen werden können. Organ. gebundener S scheint das I-Wachstum zu fördern. Das n. starke Frühlingswachstum des Phyto-I wird oft zunichte gemacht durch große Schwärme von Zoo-I u. a. Herbivoren. Allerdings tritt dadurch auch Anreicherung an Nährsalzen direkt in der Assimilationszone auf. Eine weitere Quelle für die Regeneration der Nährsalze ist die bakterielle Tätigkeit. Die Stärke der jährlichen I-Produktion schwankt beträchtlich in den einzelnen Gegenden des Weltmeeres u. von Jahr zu Jahr. Die letztere Schwankung scheint mit der Höhe des jeweiligen P.-Geh. der Assimilationszone zusammenzuhängen. (Biol. Rev. Cambridge philos. Soc. 17. 221—46. Juli 1942. Plymouth, Marine Biol. Association.) 273.4480

E₃. Tierchemie und -physiologie.

G. v. Studnitz, H. Wigger und H. K. Loevenich, *Über die Wirkungsbereiche der Farbstoffsubstanzen.* (Vgl. Z. Physiol. 30. [1943.] 167.) Es werden weitere Angaben über Absorptionsmessungen an den verschied. durch Chromatographie trennbaren Farbstoffen der Retina von Frosch, Ringelnatter, Kücken u. Meerschweinchen gemacht. Die Absorption des gelben Stoffes aus der oberen gelben Zone des Chromatogramms liegt zwischen 430 u. 550 μ , der Stoff aus der unteren gelben Zone absorbiert zwischen 518 u. 620 μ . (Pflügers Arch. ges. Physiol. Menschen Tiere 247. 353—56. 1943. Halle a. S., Univ., Zool. Inst.) 120.4520

Thore Olovson, *Blutjodstudien.* Bei Kranken mit *Hyperthyreoidismus* ist der J.-Geh. des Blutes gewöhnlich erhöht, bei solchen mit *Hypothyreoidismus* herabgesetzt. Diesbzgl. wird auch der Best. des Blutjodgeh. ein bestimmter differentiaaldiagnost. Wert zuerkannt. — Vf. gibt eine kurze Übersicht über die Prinzipien der Mikromethoden zur quantitativen J.-Best. u. berichtet über eigene Unterss. (J.-Best. nach der FELLENERBERGER-Meth., C. 1924. I. 1901 u. C. 1925. I. 1233, später nach der geeigneteren LEIPERT-Meth., C. 1934. I. 3090). Grenzwerte des n. Blut-J-Spiegels zwischen 5,1 u. 19,8 γ -%, Mittelwert 10 γ -%. — In 22 von 32 untersuchten Fällen von *Struma diff. Basedowi* fand Vf. einen Anstieg des Blut-J über die Norm. Zusammenhänge zwischen Blut-J u. den klin. tox. Symptomen sowie zwischen Blut-J u. Grundumsatzschwankungen wurden nicht gefunden. Vf. nimmt einen Zusammenhang zwischen Blut-J u. Dauer der Symptome bei *Basedow* an, da der Blutjodgeh. mit steigender Dauer abzunehmen schien. — Präoperative *Lugol*-Behandlung zeigte Blut-J-Anstieg. (Acta chirurg. scand. 90. 469—81. 30/12. 1944. Stockholm, St. Görän-Krankenhaus.) 401.4572

J. Leu, W. Wilbrandt und A. Liechti, *Untersuchungen über Strahlenhämolyse.* III. Mitt. *Ultravioletthämolyse.* (II. vgl. Strahlentherapie 71. [1942.] 285). Aus Resistenzmessungen an Rinderblutkörperchen in verschied. Lsgg. ergibt sich, daß die Hämolyse nach UV-Bestrahlung (Hg-Lampe Hanau SR 300) ebenso wie die früher untersuchte Röntgenstrahlenhämolyse eine osmot. durch Steigerung der Kationenpermeabilität bedingte ist. In Saccharoselsg. erfolgt daher keine Hämolyse. Die Hämolyse nimmt zu mit zunehmender Strahlendosis. Die Bldg. eines Hämolysins durch die Bestrahlung war nicht nachzuweisen. Die Geschwindigkeit der Hämolyse hängt von der Art der nach u. nicht der während der Bestrahlung anwesenden Ionen ab. Mit absteigender Intensität begünstigen K, Na u. Li die Hämolyse, während Ca, Ba u. Mg in bestrahlte Zellen nicht eindringen, we halb in entsprechenden Salzlsgg. keine Hämolyse erfolgt. Von den Anionen wirken mit abnehmender Intensität Salicylat, SCN, NO₃, Cl u. SO₄; letzteres dringt nicht ein. u. in Sulfatlsg. erfolgt dementsprechend keine Hämolyse. Dies gilt für die unbestrahlten Zellen, während die Beschleunigung der Strahlenhämolyse am stärksten durch Cl u. am schwächsten durch Salicylat erfolgt. Die Strahlenhämolyse hat ein Temperaturminimum bei etwa 20° (bei 6° u. bei 37° ist die Hämolyse stärker). Da alle diese Beobachtungen mit den nach Röntgenbestrahlung gewonnenen übereinstimmen, wird angenommen, daß beide Hämolysen auf den gleichen Mechanismus: Denaturierung von Membraneiweiß durch adsorbierte Anionen zurückzuführen sind. (Strahlentherapie 71. 487 bis 506. 28/8. 1942. Bern, Univ., Röntgeninst. u. Physiol. Inst.) 120.4573

A. Cerny, A. Liechti und W. Wilbrandt, *Untersuchungen über Strahlenhämolyse.* IV. Mitt. *Hämolyse durch Ultraschall.* (III. vgl. vorst. Ref.) Aufnahme der osmot. Resistenzkurven von Hammelblutkörperchen im Verlauf von Ultraschall lassen die Hämolyse durch Ultraschall eindeutig als nichtosmot. Hämolyse erkennen. Auch nach submaximaler Beschallung war keine osmot. Komponente nachweisbar. Die Hämolysegeschwindigkeit ist einerseits abhängig von der Schallintensität, andererseits von der Suspensionsflüssigkeit. Sie ist am geringsten in Saccharoselsg. u. erfolgt zunehmend

rascher in Lsgg. von KNO₃, CaCl₂, KCl, NaCl u. KSCN. Die Unterschiede werden auf eine unterschiedliche Beeinflussung der Membranresistenz gegen die Ultraschalleinfl. durch die verschied. Anionen zurückgeführt. Auch die auffallend starke Hämolyse in Ggw. von KSCN ist nicht auf eine Kombination osmot. u. nichtosmot. Hämolyse zurückzuführen. Der Logarithmus der Hämolysegeschwindigkeit war der Schallintensität direkt proportional. (Strahlentherapie 72. 202—03. 29/12. 1942.) 120.4573

D. Dervichian und C. Magnant, *Wirkung verschiedener chemischer Stoffe auf das Serum*. Die meisten reinen u. kryst. Proteine bedecken, wenn sie mit W. in Verb. gebracht werden, einen Raum von 1 qm pro mg bei einer Oberflächenspannung von ca. 1 dyn/cm. Bei dem Gesamtserum wird nur eine Fläche von 0,5 qm, entsprechend der Anzahl mg Protein, die es enthält, bedeckt. Vff. untersuchten den Einfl. verschied. chem. Stoffe, um aus den Oberflächenunterschieden auf Änderungen in der Eiweißstruktur zu schließen. Zur Erkennung der vollständigen Oberflächenspannung muß das Serum im Verhältnis 1 : 1000 gelöst sein. Die Zugabe von Isoamylalkohol ist auf die Oberflächenspannung ohne Einfluß. Bei *Dioxan* findet man bei Verwendung von Rinderserum in einer Verdünnung mit 25% *Dioxan* im Verhältnis 1 : 1000 eine doppelt so große Oberfläche wie bei einer entsprechenden Testprobe. Die Wrkg. bleibt bei Anwendung von Harnstoff aus. *Formamid*, *o-Orychinolinsulfat* u. *Formol* zeigen gleichfalls Erhöhungen in den Werten, während A. u. Aceton keinen Einfl. ausüben. (Ann. Inst. Pasteur 69. 380—81. Nov./Dez. 1943. Inst. Pasteur, Serv. de chim. phys.) 160.4574

Richard O. Roblin jr., *Stoffwechselantagonisten*. Übersicht mit 471 Zitaten, die aber wohl in bezug auf ausländ. Literatur der Ergänzung bedürfen, wozu Vf. auffordert. (Chem. Reviews 38. 255—378. April 1946. Stamford, Conn., Am. Cyanamid Co.) 101.4596

S. Granick, *Ferritin: seine Eigenschaften und Bedeutung für den Eisenstoffwechsel*. (Vgl. C. 1947. 609.) Übersicht mit 58 Literaturzitaten. (Chem. Reviews 38. 380—404. Juni 1946. New York City, Rockefeller Inst. for Med. Res.) 101.4596

Karl A. Meyer, Hans Popper und Frederick Steigmann, *Bedeutung der Zunahme des Reststickstoffes bei klinischem und chirurgischem Ikterus*. Bei klin. u. chirurg. schwereren Ikterusfällen ist der Rest-N erhöht. Bei klin. Fällen ist er als prognost. ungünstiges Zeichen zu werten, bei chirurg. Fällen legt er akt. Intervention nahe. Durch Vgl. der Kreatinin- u. Harnstoffclearance wird an einer Reihe von Fällen dargetan, daß der erhöhte Rest-N nicht auf einen vermehrten Eiweißzerfall, sondern auf eine erhöhte Rückresorption zurückzuführen ist, während nur ein kleiner Teil der Rest-N-Vermehrung durch verminderte Filtration im Glomerulus seine Erklärung findet. (J. Amer. med. Assoc. 117. 847—50. 6/9.1941. Chicago, Northwestern Univ., Med. School, Cook County Hosp., Dep. of Surgery, Cook County Graduate School, and Univ. of Illinois, Coll. of Med., Dep. of Med.) 120.4596

J. F. Danielli, *Capillarpermeabilität und Ödem im perfundierten Frosch*. In Vers. an den durchströmten Hinterextremitäten des Frosches wird die Ödemldg. durch fortlaufende Wägungen bestimmt. Die Ödemldg. wird durch Kolloide, wie Akaziengummi, *Ovalbumin* oder *Hämoglobin* eingeschränkt. Unter der Annahme, daß die Ödemldg. vom kolloidosmot. Druck der Durchströmungsfl. abhängt, läßt sich rechner. die Gültigkeit dieser Annahme für diese 3 Kolloide beweisen. Serum, rote Blutzellen u. Fil., die Blutplättchen enthalten, wirken weitaus stärker ödemhindernd, als ihrem kolloidosmot. Druck zuzuschreiben wäre. So sind isolierte Blutplättchenzubereitungen 1000 mal, gewaschene rote Blutkörperchen 100 mal wirksamer. Die Wrkg. der Blutplättchen hat eine gewisse Latenz, während die rein osmot. Wrk g. sofort nach Umschalten der Durchströmung eintreten. Zusatz von *Clupein* zu *Akaziengummi* enthaltender Perfusionsfl. vermindert den Durchfl.ß (Capillarkontraktion) u. die Ödemldg. (erhöhter kolloidosmot. Druck). Zusatz von *Clupein* zu Serum enthaltender Perfusionsfl. vermindert ebenfalls den Durchfl.ß, erhöht jedoch die Ödemldg. (Verdrängung von Eiweiß, das Poren der Capillaren dichtet?). Es wird die Theorie diskutiert, daß die Blutplättchen selbst durch Blockierung für Eiweiß permeabler Poren die Ödemldg. beeinträchtigen. (J. Physiology 98. 109—29. 14/3. 1940. Cambridge, Biochem. Labor.) 120.4596

P. E. Lindahl, *Die cyanidresistente Atmung des Seeigels*. Der Reaktionsquotient des sich entwickelnden Seeigels liegt bei 0,90. Vf. fand mit der 3-Manometer-Meth. nach **WARBURG** einen RQ der cyanidresistenten Atmung von $1,22 \pm 0,01$; dieses Ergebnis zeigt, daß eine Oxydation von Cyanid zu Cyanat, wie von **PETT** für Hefe angenommen wird, keinerlei Bedeutung hat. (Science [NewYork] [N. S.] 93. 332—33. 4/4. 1941. Stockholm, Wenner Gren Inst. of Exp. Biol.) 160.4596

Hamilton Kirk, „*Krampf*“ bei Rennwindhunden. Nach einer Schilderung der als „*Krampf*“ bei Rennwindhunden bekannten Erscheinungen, die sich vorwiegend in ton.

Krämpfen der Hinterextremitäten im Verlauf des Rennens äußern, werden die möglichen Ursachen eingehend besprochen: Ermüdung durch Anhäufung von Stoffwechselprod., begünstigt gegebenenfalls durch mangelhafte Leistung des Herzens u. des Kreislaufs, mögliche Einfl. eines Übertrainings, Einfl. verschied. zum Dopen verwendeter Gifte (Strychnin, Digitalin, Cocain, Arsenik, Schilddrüsenpräpp., Adrenalin, Ephedrin u. Benzedrin), Dehydratation, NaCl-Mangel; ferner wird an das Vork. von Myotonie, von Beschäftigungskampf, an den Einfl. von Kälte u. schließlich noch eine Reihe anderer Faktoren (Rheumatismus, Nephritis, Hysterie, Azoturie, Vitamin B-Mangel, bzw. Überfütterung mit Kohlenhydraten) gelacht. Als Hauptursache betrachtet Vf. Ermüdung infolge hinsichtlich Dauer u. Aufbau bzw. Ernährung mangelhaften Trainings. Bei regelmäßigem Auftreten von Krampf bei jedem Rennen ist an Herzschäden zu denken. Den übrigen möglichen Ursachen wird nur untergeordnete Bedeutung beigemessen. Dem Vortrag folgte eine eingehende Diskussion. (Veterin. Rec. 54. 425—29. 17/10. 1942. 120.4597)

Ludwig Büchler, Über die biologische Wertigkeit des Nahrungseiweißes beim Menschen. (29 gez. Bl.) 4^o. (Maschinenschr.) Heidelberg, Med. F., Diss. v. 21/11. 1946.

Willy Fritschy, Über das Vorkommen des Antithrombins (vom Typus des Heparin-Antithrombins) im menschlichen Plasma. St. Gallen: Zollikofer. 1945. (27 S.) 8^o. Zürich, Med. F., Diss.

E_g. Pharmakologie. Therapie. Toxikologie. Hygiene.

E. B. Manly, *Untersuchung früher Wirkungen verschiedener Füllstoffe auf die menschliche Pulpa*. Zweck der Unters. ist die Best. der Art u. des Umfanges der Einw. von verschied. Materialien, die beim Füllen von Zähnen verwendet werden. Zum Vgl. wurden dieselben Füllstoffe verwendet wie bei den Experimenten mit Hunden, hauptsächlich Silberamalgam, Silicat u. Phosphatzemente, Zinkoxyd u. Eugenol. — Die chem. Unterschiede zwischen den verschied. Füllmitteln sind ein Faktor von großer klin. Wichtigkeit. Es können z. B. Silicatzemente den Tod der Pulpa verursachen, während Zinkoxyd u. Eugenol mit Erfolg als Beruhigungsmittel wirken können. — 18 Abb., 4 Literaturhinweise. (Proc. Roy. Soc. Med. 34. 693—706. Sept. 1941. Section of Odontoloy. President Evelyn Sprawson.) 233.4606

M. W. Emmel und G. E. Ritchey, *Die Giftigkeit von Indigofera endecaphylla Jacq. bei Kaninchen*. *Indigofera endecaphylla* ist ein Weidekraut, welches von Rindvieh u. Schafen gern gefressen, aber von Maultieren nicht angenommen wird. Der Nährwert entspricht etwa dem von Erdnußheu. Zufällig wurde gefunden, daß das Kraut für Kaninchen direkt giftig ist. Pharmakol. ließ sich bei den Tieren, die am 6. Tage nach Aufnahme des Grases eingingen, ein starker Erythrocytenrückgang, desgleichen des Hämoglobins u. Eintritt von Leukopenie feststellen. Makroskop. zeigten sich Leber- u. Nierenschädigungen u. Anzeichen von Ödem. (J. Amer. Soc. Agronom. 33. 675—77. Juli 1941. Gainesville, Fla., Agric. Exp. Stat.) 182.4610

J. St. C. Elkington, *Periphere Nervenlähmungen nach intramusculären Injektionen von Sulfonamiden*. Bericht über 3 Fälle von Lähmungen peripherer Nerven nach intramusculären Injektionen von *Sulfapyridin*. Vf. empfiehlt, derartige Injektionen nur bei zwingender Indikation u. nur durch den Arzt unter Wahrung strengster Asepsis vorzunehmen, wobei darauf zu achten ist, daß sie möglichst entfernt von Nervensträngen appliziert werden. (Lancet 243. 425—26. 10/10. 1942. St. Thomas's Hosp.) 120.4619

H. Mercker, *Über die Interferenz der lokal dilatatorischen Wirkung des Acetylcholins mit zentralnervöser Vasokonstriktion im peripheren Gefäßnetz*. Messung der Durchblutung an der Arteria femoralis von Hunden in Morphin-Pernocton-Narkose. Seitenäste sind bis zum Abgang der Arteria saphena unterbunden. In letztere erfolgte die Injektion von 0,5 Acetylcholin (I) mit mechan. Vorr. in genau 40 Sekunden. Bei Atmung von Frischluft u. von 3%ig. CO₂ in Luft war die Rk. der Durchblutungsgröße auf I prakt. gleich stark. Durch 7% CO₂ in der Atemluft wird die Rk. jedoch deutlich abgeschwächt u. verkürzt. Hyperventilation verstärkt u. verlängert den Einfl. von I auf die Durchblutung. Die Ergebnisse werden als Unterstützung der Deutung der Arbeitshyperämie des Muskels als I-Wrkg. gedeutet, denn sowohl diese wie jene werden nicht durch physiol. Adrenalin-gaben, pressor. Reflexe oder geringe CO₂-Konz. in der Atemluft beeinträchtigt, wohl aber durch höhere CO₂-Konz. in der Atemluft u. erhöhten zentralen Vasomotorentonus abgeschwächt. (Pflügers Arch. ges. Physiol. Menschen Tiere 247. 336—41. 1943. Göttinger, Univ., Physiol. Inst.) 120.4623

Ljuben S. Waltscheff, *Biochemische und therapeutische Wirkung des Schwefels bei der Sufrogelbehandlung der chronischen Polyarthrititis*. (56 gez. Bl. m. eingekl. graph. Darst.) 4^o. (Maschinenschr.) Heidelberg, Med. F., Diss. v. 13/7. 1946.

F. Pharmazie. Desinfektion.

Jean-Jacques Goupil, Frankreich *Bestandteil für Einreibungsemulsionen*. Man bereitet ein Dekokt von *Fucus* (I) (Lichen, *Chondrus crispus*, Algen), filtriert u. zentrifugiert. Soll das Präp. sirupartige Konsistenz haben u. etwa 25% an unlösl., dispergierter Fl. (Chlf., Salicylsäuremethylester, Terpentinöl, usw.) enthalten, so verwendet man ca. 46 g I pro Liter Wasser. Eine Emulsion bereitet man z. B. in der Weise, daß man in dem filtrierten Dekokt zunächst die lösl. Bestandteile auflöst, dann langsam die unlösl. Anteile einrührt u. schließlich allenfalls das Prod. durch eine Emulgierzentrifuge passieren läßt. (F. P. 903 588 vom 21/4. 1944, ausg. 9/10. 1945.) 832.4791

* **Johnson & Johnson Ltd.**, England, übert. von: **Albert A. Stonehill**, *Nähfäden für chirurgische Zwecke* werden mit freien, wenig wasserlös. Sulfonamiden präpariert, indem man sie mit einer Lsg. derselben in organ. Lösungsmitteln behandelt. (E. P. 577 047, ausg. 2/5. 1946.) 805.4735

Aktiebolaget Pharmacia (Erfinder: **Grönwall** und **Ingelman**), Schweden, *Bereitung polymerhomologer Polysaccharide*. Neutrale u. wasserlös. Polysaccharide, wie Dextran, Lävulan, Galaktan, werden einer sauren Hydrolyse unter Einhaltung solcher Rk.-Bedingungen, wie Temp., Dauer u. Acidität, unterworfen, daß nur ein partieller Abbau der Ausgangsstoffe erfolgt u. Hydrolysierensprodd. erhalten werden, die in W. völlig lösl. sind u. in etwa 6%ig. Lsg. einen koll.-osmot. Druck von 50—1000 mm W.-Säule erzeugen. Unerwünschte Nebenprodd. werden durch Dialyse oder Fällung mit A. entfernt. Die Rk.-Tempn. liegen zwischen ca. 30 u. 150°, die Rk.-Dauer zwischen einigen Min. u. etwa 24 Stdn., die Säurekonz. ist z. B. 0,08—0,12 n. — Z. B. werden 600 cem einer 3,5%ig., auf mikrobiolog. Wege erhaltenen wss. Dextranlsg. mit 5 cem konz. HCl 2 Min. unter Rückfluß zum Sieden erhitzt, abgekühlt, mit konz. NaOH neutralisiert. Durch Einrühren von 800 cem A. werden die höhermol. Abbauprodd. gefällt. Man löst sie dann in W. u. dialysiert sie gegen Wasser. Die erhaltene Hydrolysatlg. hat eine relative Viscosität von 13,4 bei einer Konz. von 8,67%, eine Sedimentationskonstante von $2,7 \cdot 10^{-13}$ (Konz. 0,72%) u. eine Diffusionskonstante von $2,0 \cdot 10^{-7}$ (Konz. 0,36 bzw. 0,72%). — Die Prodd. dienen als *Blut-* u. *Plasmaersatzstoffe für Injektionen, als Dickungsmittel für Salben usw.* (F. P. 908 482 vom 17/7. 1944, ausg. 10/4. 1946. Schwed. Prior. 17/7. 1943.) 832.4797

Knoll Akt. Ges., Deutschland, *Herstellung eines Abführmittels aus Euphorbia lathyris*. Aus dem aus den Kernen von *Euphorbia lathyris* gewonnenen Öl werden, da es im Körper schwer resorbierbar ist, die wirksamen Bestandteile mit aliphat. Alkoholen vom Öl abgetrennt. Man erhält dabei eine honigartige M. von erheblich stärkerer Wrkg. als das Öl selbst. 100 cem Öl werden 10—12 mal hintereinander mit je 100 cem Methanol oder 100 cem 95%ig. Aceton extrahiert. Die Extraktion muß so oft wiederholt werden, bis sich nichts mehr löst. Es hinterbleiben 6 g einer gelben M. von honigartiger Konsistenz, nachdem aus den vereinigten Extrakten das Lösungsm. verdampft worden ist. (F. P. 900 157 vom 26/11. 1943, ausg. 21/6. 1945. D. Prior. 28/11. 1942.) 805.4806

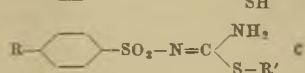
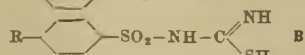
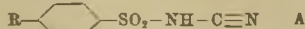
Lederle Laboratories, Inc., New York, N. Y., übert. von: **Clair S. Dyas**, Pearl River, N. Y., V. St. A., *Haltbare Lösungen von Mutterkornalkaloiden*. Das entfettete Rohmaterial wird mit 50% seines Vol. 10%ig. NH₃ gemischt u. nach 2 Stdn. mit Bzl., Chlf. oder Ae. extrahiert. Nach 12—18 Stdn. wird der Extrakt 3—6 Stdn. mit 0,25—0,125 Vol. einer Lsg. von 1% α -Oxybutter-, Essig-, Milch-, Wein- oder Bernstein säure + 0,5% Thioharnstoff in W. von neuem extrahiert. Dann wird die Benzolschicht abgetrennt u. die letzten Reste davon werden im Vakuum verdampft. Infolge der Ggw. von Thioharnstoff hat eine solche Lsg. eine hohe Haltbarkeit, die durch Zusatz von 5 mg Chlorbutanol auf 1 cem noch weiter verbessert werden kann. (A. P. 2 390 575 vom 1/5. 1944, ausg. 11/12. 1945.) 805.4806

Soc. Française de Recherches Biochimiques, Frankreich, *Herstellung von haltbaren Lösungen von Acetylcholin salzen*, bes. seinen Halogeniden u. vor allem seinem Chlorid. Man verwendet als Lösungsm. techn. Dipropylenglykol, das überwiegend aus dem Äther (I) der Zus. CH₃·CHOH·CH₂·O·CH₂·CHOH·CH₃ besteht; oder den reinen Äther I; oder auch Äther u. Ester von Dipropylenglykol, die der Formel CH₃·CHOR·CH₂·O·CH₂·CHOR'·CH₃ (R u. R' bedeuten KW-stoff- oder Acylreste) entsprechen. Außer den Acetylcholin salzen können noch andere Pharmazeutika, bes. Alkaloidsalze, wie Papaverinsalze, gleichzeitig mit aufgelöst werden. (F. P. 912 505 vom 2/5. 1944, ausg. 12/8. 1946.) 832.4806

Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc (Erfinder: **Robert Ludovic Despois**), Frankreich, *Herstellung von Benzolsulfonylderivaten von Cyanamid* der allg. Formel

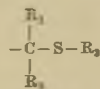
$R-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_2-\text{NH}-\text{C}\equiv\text{N}$ in der R eine NH_2 -Gruppe oder einen in eine solche überführbaren Rest, z. B. eine Acetylamino-, Nitro-, Nitrosogruppe, bedeutet. Ein in p-Stellung geeignet substituiertes Benzolsulfochlorid wird mit einem Alkali- oder Erdalkalisalz von Cyanamid umgesetzt u. das Rk.-Prod. gegebenenfalls durch Entacetylierung, Red. oder dgl. in p-Aminobenzolsulfonylcyanamid (I) übergeführt. — Die Verbb. haben baktericide Eigg. u. können auch für die Herst. neuer pharmazeut. Prodd. verwendet werden. — Beispiele für die Umsetzung von Cyanamid mit p-Acetylaminobenzolsulfochlorid zu p-Acetylaminobenzolsulfonylcyanamid u. Hydrolyse zu I; von Cyanamid mit p-Nitrobenzolsulfochlorid zu p-Nitrobenzolsulfonylcyanamid (Na-Verbindung). (F. P. 913 921 vom 4/6. 1942, ausg. 24/9. 1946.) 832.4806

Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc (Erfinder: Maurice Arquet und Paul Charpentier), Frankreich, Herstellung von Benzolsulfonylcyanamidderivaten der Formel A, in der R für eine NH_2 -Gruppe oder einen in eine solche überführbaren Rest, z. B. einen Acetylamino-, Nitro-, Nitrosorest usw., steht, durch Behandlung von Thioharnstoff B oder Alkyl- oder Aralkylisothioharnstoff C (R' steht für Alkyl oder Aralkyl) mit Metalloxyden oder -hydroxyden u. gegebenenfalls anschließende Umwandlung des Restes R in eine NH_2 -Gruppe. — Die Verbb. haben baktericide Eigg. u. können auch als Zwischenprodd. für die Herst. neuer pharmazeut. Prodd. verwendet werden. — Z. B. erhitzt man eine Lsg. von 14 (Teilen) p-Acetylaminobenzolsulfonylmethylisothioharnstoff (I) in 100 2nNaOH 1 Stde. auf dem Wasserbad u. säuert nach dem Abkühlen mit HCl an. p-Aminobenzolsulfonylcyanamid (II), Zers. oberhalb 350°. — Aus I bei Behandlung mit $\text{Ba}(\text{OH})_2$ bei n. Temp. p-Acetylaminobenzolsulfonylcyanamid. — Aus p-Aminobenzolsulfonylthioharnstoff mit NaOH (36° Bé.) in Ggw. von gelbem HgO II. — Aus p-Acetylaminobenzolsulfonylthioharnstoff mit HgO u. $\text{Ba}(\text{OH})_2$ p-Acetylaminobenzolsulfonylcyanamid. (F. P. 913 915 vom 16/3. 1942, ausg. 24/9. 1946.) 832.4806

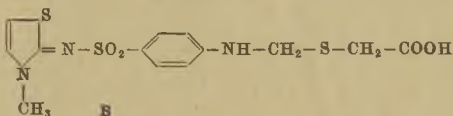
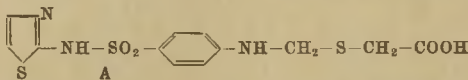


Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc (Erfinder: Michel Mosnier), Frankreich, Herstellung von substituierten Diaminen der allg. Formel $\text{C}_6\text{H}_5-\text{N}(\text{R})-(\text{CR}'\text{R}')_n-\text{N}(\text{CH}_3)_2$, in der R einen Alkyl- oder Aralkylrest mit mindestens 2 C-Atomen, R' u. R'' H-Atome oder Alkylreste u. n eine ganze Zahl > 2 bedeuten. Gegebenenfalls substituierte Alkyl- oder Aralkylaniline, in denen der an N gebundene Rest mindestens 2 C-Atome enthält, werden mit Verbb. $\text{X}-(\text{CR}'\text{R}')_n-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ (X steht für Halogen) umgesetzt. Man kann auch ein Diamin $\text{C}_6\text{H}_5-\text{NH}-(\text{CR}'\text{R}')_n-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ mit einem Alkyl- oder Aralkylhalogenid behandeln oder Dimethylamin mit N-(Monohalogenalkylen)-N-alkyl- oder aralkylanilinen kondensieren. — Z. B. erhitzt man ein Gemisch von 48,4 g Äthylanilin u. 16,8 g 1-Dimethylamino-3-chlorpropanhydrochlorid $\frac{1}{2}$ Stde. auf 140°, macht das Gemisch nach dem Abkühlen mit NaOH alkal., extrahiert mit Bzl. u. dest. im Vakuum. N-Dimethylaminopropyl-N-äthylanilin, Kp_{6-7} 130°; Hydrochlorid. — Antihistaminwirkung. (F. P. 913 916 vom 11/4. 1942, ausg. 24/9. 1946.) 832.4806

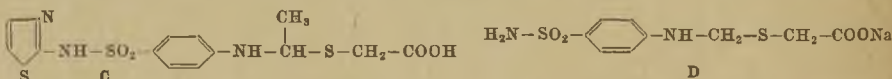
Ges. für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, Herstellung neuer Derivate von p-Aminobenzolsulfonsäureamiden. p-Aminobenzolsulfonsäureamide werden mit Oxoverbb. der Formel $\text{R}_1-\text{CO}-\text{R}_2$, in der R_1 ein H-Atom oder einen organ. Rest u. R_2 ein H-Atom, eine Carboxylgruppe oder ein funktionelles Deriv. einer Carboxylgruppe bedeutet, u. mit Verbb., die reaktionsfähige SH-Gruppen aufweisen u. eine salzbildende Gruppe tragen müssen, falls in den Oxoverbb. keine solche vorliegt, umgesetzt u. die Reaktionsprodd. gegebenenfalls in ihre wasserlös. Salze übergeführt. Man gelangt dabei zu p-Aminobenzolsulfonamiden, deren am Benzolkern befindliche Aminogruppe einen Substituenten der nebenst. Zus. trägt (R_1 u. R_2 siehe oben; R_3 ein organ. Rest, der eine salzbildende Gruppe aufweisen muß, wenn in R_1 u. R_2 keine solche vorhanden ist). Die Ausgangsstoffe können miteinander gemischt u. dann umgesetzt werden; es ist auch möglich, zuerst das Sulfonamid mit der Oxoverb. u. dann das Reaktionsprod. mit der Mercaptoverb.; oder zunächst die Oxoverb. mit der Mercaptoverb. u. dann das Prod. mit dem Sulfonamid zu kondensieren. Bes. geeignete Sulfonamide sind solche, die in der Amidgruppe einen heterocycl. Rest tragen, also 2-(p-Aminobenzolsulfonamido)-thiazol (I), -pyridin (II), -5-methylthiodiazol, -pyrimidin (V), -pyrazin usw., ferner auch p-Aminobenzolsulfonamid (VII), -methylamid (VI), p-(p'-Aminobenzolsulfonamido)-benzolsulfonamid u. -dimethylamid usw. Als Oxoverbb. verwendet man aliph., arom., alicycl. oder heterocycl. Aldehyde oder α -Ketocarbonsäuren, wie Form-, Acet-, Benz-, Zimtaldehyd, Acrolein, Glyoxal, Methylglyoxal, Benzaldehydsulfonsäuren, Phenylglyoxal (X), Furfurol, Glyoxyl-



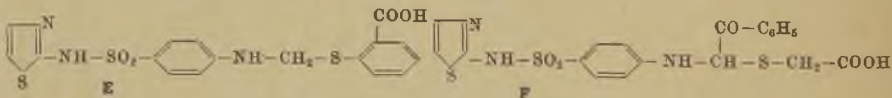
säure (XI) u. ihre Ester, Brenztraubensäure (XII) u. Ester, Benzylglyoxylsäure u. dgl. An Mercaptoverb. sind genannt: Thioglykol-, α -Thiomilch-, β -Thiomilch-, Mercapto-methion-, Mercaptobernstein-, Thiosalicylsäure (VIII), 4-Mercapto-benzolsulfonsäure (IX), β -Amino-, β -Methylaminoäthylmercaptan, Thioisamin, Äthylmercaptan, Thiophenol (XIV), Thioglykolsäureäthylester u. -anilid, Thioessig-, Thiobenzoesäure. — Die Rk. erfolgt im allg. in Ggw. von organ. Verdünnungsmitteln, wie Methyl-, Äthylalkohol, Dioxan, Essigsäure u. gegebenenfalls von W., enthalten die Reaktionskomponenten saure Gruppen, können anorgan. oder organ. Basen zugegen sein. In diesem Falle entstehen Salze. Fallen die Prodd. als freie Verb. an, so können sie nachträglich in ihre Salze mit Na, Ca, NH_3 , organ. Basen usw. übergeführt werden. Die Sulfonamidgruppe nimmt an der Salzbildung nicht teil. Wenn bas. Substituenten vorhanden sind, können mit Säuren, z. B. Halogenwasserstoffsäuren, Salze gebildet werden. — Die Prodd. lösen sich als Salze in W. mit neutraler Reaktion. — Z. B. gibt man zu einer Suspension von 25 g I in 120 ccm 95%ig. A. 9,6 ccm einer 30%ig., wss. Formaldehydsg. (III) u. 10 ccm Thioglykolsäure (IV). Beim Verrühren gehen die Ausgangsstoffe unter schwacher Erwärmung allmählich in Lsg.; wenn fast alles gelöst ist, beginnt das Prod. zu kristallisieren. Nach einigen Stdn. wird



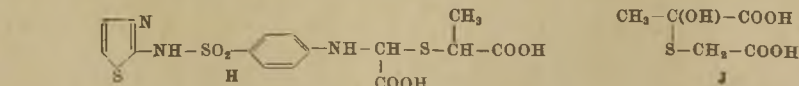
Methylenbisthioglykolsäure u. I entsteht A. — Aus I, III u. α -Thiomilchsäure 2-[p-(α -Carboxyäthylthiomethylamino)-benzolsulfonamido]-thiazol, F. 96-98°. Ca-, Mg-Salz. —



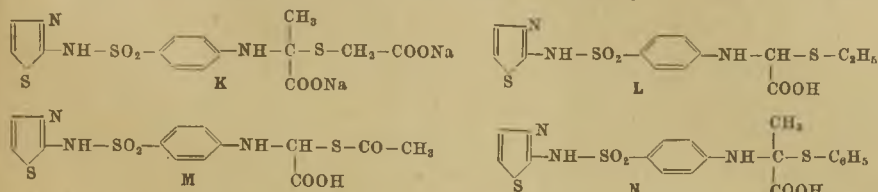
Aus VI, III u. IV p-(Carboxymethylthiomethylamino)-benzolsulfonsäuremethylamid, F. 113 bis 114°. — Aus VII, III u. IV ein Prod., das als Na-Salz wahrscheinlich der Formel D entspricht. An Stelle von IV können äquivalente Mengen an VIII oder IX verwendet werden. — Aus I, III u. β -Thiomilchsäure (β -Mercapto-propionsäure) 2-[p-(β -Carboxy-äthylthiomethylamino)-benzolsulfonamido]-thiazol, F. 165-166°. — Aus 6-(p-Aminobenzolsulfonamido)-2,4-dimethylpyrimidin, III u. IV 6-[p-(Carboxymethylthiomethylamino)-benzolsulfonamido]-2,4-dimethylpyrimidin, F. 175-177°. Analoge Verb. aus V oder 2-(p-Aminobenzolsulfonamido)-4-methylpyrimidin. — Aus I, III u. VIII eine Verb. vom F. 140°, die wahrscheinlich der Formel E entspricht. — Aus I u. Zimtaldehyd die SCHIEFSche Base, dann mit IV ein als weißes Pulver ausfallendes Kondensationsprodukt. — Aus X, IV u. I die Verb. F. — Aus XI, IV u. I eine Verb. vom F. 191°. Das Ca-



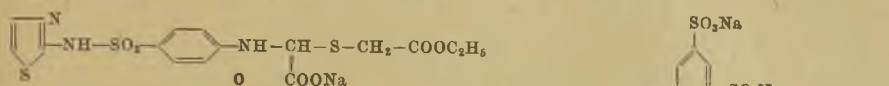
Salz hat die Formel G. Tritt an die Stelle von IV α -Thiomilchsäure, so entsteht H; Di-Na-Salz. — Aus IV u. XII Krystalle der Zus. J; hieraus mit I eine Verb., die als Di-Na-Salz die Zus. K hat. Verwendet man anstatt XII ihren Äthylester, so entsteht eine K entsprechende Verb., in der die endständige Carboxylgruppe in Form des Na-Salzes u. die andere als Äthylestergruppe vorliegt. — XI wird mit Thiomercaptan (XIII) u. das Prod. mit I umgesetzt. Verb. L, F. 180°. — Wird XIII durch Thioessigsäure ersetzt, so



entsteht die Verb. M, F. 144⁹. — Aus XII u. XIV ein Prod. vom F. 85⁰, das sich mit I zu Verb. N, F. 100⁹, kondensiert. — Aus XI, Thioglykolsäureäthylester (XV) u. I ein Prod.,



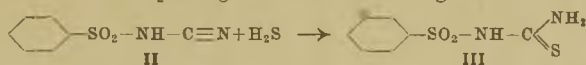
das als Na-Salz der Formel O entspricht. — Aus II, β -Aminoäthylmercaptan u. III 2-[β -Aminoäthylthiomethylamino]-benzolsulfonamido]-pyridin; Hydrochlorid. — Aus I u.



benzaldehyd-2,4-disulfonsaurem Di-Na-Salz eine SCHIFF'sche Base, die mit XV zu der Verb. der Formel P kondensiert wird. (F. P. 895 676 vom 23/6. 1943, ausg. 31/1. 1945. Schwz. Priorr. 27/6. 1942 u. 10/3. 1943.) 832.4806

Soc. An. Chinoin Gyógyszer és Vegyészeti Termékek Gyára R. T. Dr. Kereszty & Dr. Wolf, Ungarn, *Neue Abkömmlinge des Thioharnstoffs*. Isothiocarbamide der Formel $Y \cdot R \cdot SO_2 \cdot NH \cdot C(NH) \cdot S \cdot Z$ (R = arom. oder heterocycl. Ring; Y = Amino oder eine in diese überführbare Gruppe, wie Alkylamino, Acylamino, Nitro, Azo oder Halogen; Z = α -Alkyloxyalkyl) werden der Hydrolyse oder Alkoholyse unterworfen, worauf gegebenenfalls die Gruppe Y in eine Aminogruppe umgewandelt wird. Es entstehen Verbb. der Formel $Y \cdot R \cdot SO_2 \cdot NH \cdot CS \cdot NH_2$. Z. B. kocht man den Methoxymethyläther des p -Acetylaminobenzolsulfonamids mit Methanol in Ggw. von HCl u. A. 1 Min. u. verseift mit NaOH. Man erhält p -Aminobenzolsulfonamidothioharnstoff, F. 175⁰ (Acetylderiv., F. 200,5⁰). In ähnlicher Weise wird p -Aminopyridino-5-sulfonamidothioharnstoff hergestellt. Als Ausgangsstoffe sind auch die Äthoxymethyl- oder α -Äthoxyäthyläther verwendbar. *Arzneimittel*. (F. P. 899 036 vom 21/10. 1943, ausg. 15/5. 1945. Ung. Prior. 3/10. 1939.) 809.4806

Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc (Erfinder: Maurice Arquet und Paul Charpentier), Frankreich, *Herstellung von Arylsulfonylthioharnstoffen*. Benzolsulfonylthioharnstoff (III) u. seine Kernsubstitutionsprodd. werden erhalten, wenn entsprechende Arylsulfonylcyanamide mit H_2S umgesetzt werden, z. B. gemäß:

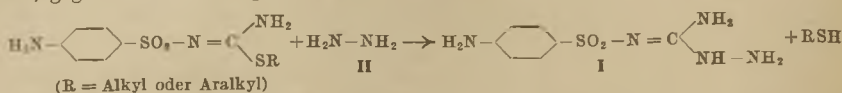


Der Phenylrest kann durch Alkyl-, Aralkyl-, Aryl-, Amino-, Oxy-, Alkoxyreste usw. substituiert sein. Das Verf. eignet sich bes. für die Herst. von p -Aminobenzolsulfonylthioharnstoff u. seinen Deriv., die *therapeut. wertvoll* sind. — Z. B. löst man 19,7 g p -Aminobenzolsulfonylcyanamid in 160 wasserfreiem Pyridin, sättigt die Lsg. bei 0⁰ mit H_2S , erhitzt mehrere Stdn. im geschlossenen Gefäß auf dem Wasserbad, verjagt dann H_2S u. Pyridin, nimmt mit W. auf, säuert an. p -Aminobenzolsulfonylthioharnstoff (I) fällt aus. Na-Salz, F. 200—201⁰. — Aus p -Acetylaminobenzolsulfonylcyanamid p -Acetylaminobenzolsulfonylthioharnstoff, F. 228⁰; hieraus durch Entacetylierung mit NaOH I. — Aus II in analoger Weise III, F. 138—139⁰. (F. P. 913 920 vom 13/5. 1942, ausg. 24/9. 1946.) 832.4806

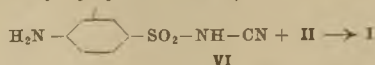
Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc (Erfinder: Raymond-Jacques Horelois), Frankreich, *Herstellung von Monoamiden von zweibasischen Säuren mit p -Aminobenzolsulfonylthioharnstoff* (I) durch Kondensation der Säuren oder ihrer Deriv. (Anhydride, Ester, Halogenide) mit I. Da die Prodd. bei peroraler Anwendung kaum in den Blutkreislauf übergehen, eignen sie sich dank ihrer mikrobekämpfenden Eig. sehr gut für die Behandlung von Infektionen der Eingeweide, wie Dysenterien. — Z. B. erhitzt man 700 g Bernstein säureanhydrid, 1617 g I u. 4 Liter Aceton 10 Min. am Rückfluß bis zur völligen Auflsg., gibt 20 g Entfärbungskohle zu u. filtriert rasch warm. p -Succinylaminobenzolsulfonylthioharnstoff, F. 205⁰ Zers. — Aus I u. Phthalsäureanhydrid p -

Phthaloylaminobenzolsulfonylthioharnstoff, F. 224^o. — Weiter ist *p-Maleylaminobenzolsulfonylthioharnstoff* genannt. (F. P. 913 932 vom 24/6. 1943, ausg. 24/9. 1946.) 832.4806

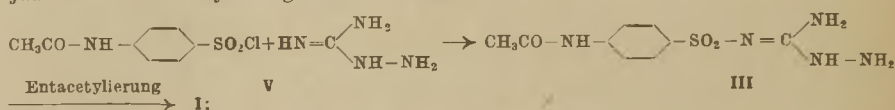
Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc, Frankreich, *Herstellung von Sulfonamidderivaten des Guanidins. p-Aminobenzolsulfonyl-N-amino-N'-guanidin (I)* wird auf folgende Weise gewonnen: a) durch Umsetzung von *Hydrazin (II)* mit einem am S-Atom durch einen aliph. oder araliph. Rest substituierten *p-Aminobenzolsulfonyl-N-isothioharnstoff*, gegebenenfalls in Ggw. eines *II-Salzes*:



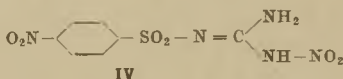
oder b) aus *p-Aminobenzolsulfonylcyanamid (VI)* u. *II*:



oder c) durch Kondensation von *p-Acetylaminobenzolsulfonsäurechlorid (V)* mit *Amino-guanidin* u. Entacetylierung des *Produktes*:



oder d) durch katalyt. Red. des *Kondensationsprod. (IV)* von *p-Nitrobenzolsulfonsäurechlorid* mit *Nitroguanidin*:



— Die aliph. oder araliph. substituierten, als Ausgangsstoffe nach Meth. a) dienenden Isothioharnstoffe werden leicht durch Kondensation von *V* mit einem Alkyl- oder Aralkylisothioharnstoff oder durch Alkylierung bzw. Aralkylierung von *p-Aminobenzolsulfonylthioharnstoff* gewonnen. *VI* entsteht bei der Umsetzung von *V* mit *Cyanamid* u. Entacetylierung des *Reaktionsprod.* — In gleicher Weise können Verbb. erhalten werden, in denen die an N gebundenen H-Atome durch aliph., arom., araliph. oder durch Acylreste ersetzt sind. — 10 g *p-Aminobenzolsulfonyl-N-(methyl-S-isothioharnstoff)* werden mit 8 g *II* (50%ig) in 25 cem W. auf 78—80^o erwärmt, wobei sich das Mercaptan entwickelt. Die Aufarbeitung des Reaktionsgemisches liefert *I* vom F. 207^o. — Aus *p-Acetylaminobenzolsulfonyl-N-(methyl-S-isothioharnstoff)* u. *II* entsteht *III*, F. 257—258^o; hieraus durch Abspaltung der Acetylgruppe *I*. — Die Verbb. haben *baktericide Eigenschaften*. (F. P. 907 637 vom 29/7. 1943, ausg. 18/3. 1946) 832.4806

— (Erfinder: **Robert Behnisch**, Wuppertal), *Darstellung von N-Glykosiden von Sulfanilamidverbindungen*, dad. gek., daß man das *4-Aminobenzolsulfonsäure-2'-pyridylamid (I)* in an sich bekannter Weise mit einem Aldehydzucker kondensiert, z. B. mit Mono- als auch mit Polysacchariden, wie Glucose, Galactose, Rhamnose, Maltose, Arabinose, Gentiose. — 50 g *I* werden mit 40 g Galactose u. 0,5 g NH₄Cl in 600 cem Methanol unter Rückfluß u. Rühren zum Sieden erhitzt. Es bildet sich das Galaktosid von *I*. F. 195 bis 200^o. In W. schwer löslich. Die neuen Verbb. sind zur Therapie der Pneumokokkeninfektion bes. gut geeignet. (D. R. P. 750 741 Kl. 12q vom 19/10. 1941, ausg. 29/1. 1945.)

808.4806

* **Boots Pure Drug Co., Ltd.**, übert. von: **Herbert A. Stevenson**, **Wallace F. Short** und **Charles A. Hill**, *Baktericide Verbindungen* werden durch Behandlung von Aminoacridinen mit Sulfanilamidodimethylpyrimidinen hergestellt, z. B. durch Kochen von 0,02 Mol *Dimethylsulfapyrimidin (I)* u. 0,02 Mol *5-Aminoacridin* in 200 cem Alkohol. Beim Abkühlen scheiden sich gelbe Krystalle ab, F. 229^o (Zers.). In gleicher Weise wird eine *Verb. aus I u. 2.8-Diaminoacridin* gewonnen, F. 136—137^o. Die Verbb. sind bes. wirksam gegen Streptokokken. (E. P. 577 200, ausg. 8/5. 1946.)

805.4806

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Holland, *Herstellung wässriger Emulsionen von Vitaminen, Provitaminen oder von Konzentraten lipidlöslicher Vitamine oder Provitamine*. Man verwendet als Emulgiermittel eine Sterinverb., die am C-Atom 17 eine aliph. Seitenkette mit mindestens 4 C-Atomen u. außerdem eine oder mehrere durch Veresterung oder Verätherung einer Oxygruppe eingeführte hydrophile Gruppen trägt. Diese

Verbb. sollen in W. unlösl. sein, da eine zu große Wasserlöslichkeit, wie sie z. B. bei der Cholestenon-3-sulfonsäure-(6) vorliegt, die Emulsionsbldg. stört. Geeignet sind z. B. das *Tri-Na-Salz* (III) der durch Cholesterin (I) monoveresterten *Butan-1.2.3.4-tetracarbonsäure*, die *Na-Salze* der durch I monoveresterten *Acetylzitronen- u. Bernsteinsäure*; dagegen rufen das *K-Salz* von mit I monoveresteter *Cyclohexen-4-dicarbonsäure*-(1,2), die mit I monoveresterte *Glycerophosphorsäure* u. ihr *Na-Salz*, das *Na-Salz* (IV) von mit I monoveresteter *Phthalsäure* (II) u. das *Na-Salz* von mit einem Steringemisch, das aus dem unverseifbaren Anteil des Fettes von *Muscheln* (*Mytilus edulis*) stammt, veresteter II eine Ausflockung aus Milch hervor. Diese Substanzen können daher, obwohl für die homogene Verteilung der Vitamine in festen Stoffen u. die direkte Verwendung geeignet, mit Milch nicht gemischt werden, ohne daß eine Änderung eintritt. Das Verf. bewährt sich bes. für die *Vitaminisierung* von Milch u. die Herst. injizierbarer Präparate von lipidlösl. Vitaminen, bes. zur *Schocktherapie*. — Z. B. läßt man in eine Lsg. von 400 mg III in 100 ccm dest., luftfreiem W. bei 60° unter Rühren in N₂-Atmosphäre eine Lsg. von 8 g des rohen *Bestrahlungsprod.* von Vitamin D₂ (enthaltend 5000000 I. E.) in 100 ccm A. eintropfen. Nach Verjagung des A. u. Einengung im Vakuum erhält man eine stabile wss. Emulsion (550000 I. E. Vitamin D₂/ccm), die mit Milch beliebig verd. werden kann. — Eine Lsg. von Vitamin D₂ in Erdnöl wird mit (*Carbocholesteroxy*)-*methyltriäthylammoniumchlorid* in Ggw. von A. u. Ae. behandelt. *Haltbare Emulsion*. — Mit IV eine *Ergosterinemulsion*; mit III eine Emulsion aus einem *Carotinkonzentrat*. (F. P. 903 122 vom 31/3. 1944, ausg. 25/9. 1945. Holl. Prior. 4/3. 1943.) 832.4808

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Holland, *Extraktion von Lipoiden* (I) aus feuchten, eiweißhaltigen Naturstoffen, in denen die I in Bindung mit den Eiweißstoffen vorliegen, dad. gek., daß man das Ausgangsmaterial mit einem so weit wasserlösl. Lösungsm. behandelt, daß es in gesätt., wss. Lsg. die Denaturierung des Proteins bewirken kann u. dann in mit W. gesätt. Zustand die I löst. Solche Lösungsmittel sind u. a. *Methyläthylketon*, *Isobutanol*, sek. *Butanol*, *n-Butanol* u. *n-Pentanol*-(2). Das Verf. eignet sich bes. für die I-Extraktion aus tier. Stoffen bei der Gewinnung empfindlicher Prodd., wie *Provitamin D* u. *Vitamin-A-Konzentrate*. — Beispiele für die Gewinnung eines *Vitamin-A-Konzentrats* aus Rinderleber mittels Isobutanol; von *Sterinen* aus *Muscheln* mittels Methyläthylketons. (F. P. 905 977 vom 21/4. 1943, ausg. 19/12. 1945. Holl. Prior. 23/4. 1942.) 832.4808

Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc (Erfinder: **François Custot**), Frankreich, *Herstellung von Derivaten der 6-Methylisonicotinsäure*, besonders von 3-Cyan-4-carbäthoxy-5-amino-6-methylpyridon-2 (I) und 2-Halogen-3-cyan-4-carbäthoxy-5-amino-6-methylpyridinen (II), die *Zwischenprodd.* für die *Synth.* von Vitamin B₆ sind. I wird durch Red. (z. B. mit SnCl₂ oder auf katalyt. Wege in Ggw. von Ni) von 3-Cyan-4-carbäthoxy-5-nitro-6-methylpyridon-2 (III) (vgl. D. R. P. 714 540; C. 1942. I. 2801, u. BARDHAN, J. chem. Soc. [London] 1929. 2227) gewonnen. Hat man gegebenenfalls die Aminogruppe von I geschützt, z. B. durch Acetylierung, so kann man die Oxofunktion des Pyridons unter der Einw. von Phosphorhalogeniden durch einen Halogenrest ersetzen u. so zu den Verbb. II gelangen (nach Wiederabspaltung der Acylgruppe). — Beispiele für die Herst. von I aus III durch Hydrierung mit RANEY-Ni (F. von I 273°) u. von 2-Chlor-3-cyan-4-carbäthoxy-5-acetylamino-6-methylpyridin, dann 2-Chlor-3-cyan-4-carbäthoxy-5-amino-6-methylpyridin, F. 173—173,5°, durch Behandlung von 3-Cyan-4-carbäthoxy-5-amino-6-methylpyridon-2 mit Essigsäureanhydrid u. des Acetylderiv. mit POCl₃. (F. P. 913 995 vom 17/10. 1944, ausg. 25/9. 1946.) 832.4808

Niederländische Organisatie Voor Toegepast-Natuur-Wetenschappelijk Onderzoek Ten Behoeve Van De Voeding, Holland, *Herstellung von Ascorbinsäure*. Man kann Ascorbinsäure in kurzer Zeit u. in hoher Ausbeute erhalten, wenn man auf die Äthersalze der Ketogulonsäure bei p_H ca. 7 u. bei Raumtemp. oder zwecks Abkürzung der Reaktionsdauer bei 60—140° W. einwirken läßt. Zur Einstellung u. Aufrechterhaltung des erforderlichen p_H-Wertes wird dem Reaktionsgemisch eine Mischung puffernder Substanzen oder ein in W. lösl. Salz zugegeben, das ein Abkömmling einer in W. nicht lösl. Säure ist. Prakt. Anwendung findet das Verf. auch für Lebensmittel u. Injektionsfl., die Vitamin C enthalten sollen. Man versetzt diese Substanzen mit Äthersalzen der 2-Keto-l-gulonsäure u. führt dann die Sterilisation unter Aufrechterhaltung eines p_H-Wertes zwischen 6 u. 8 unter den oben beschriebenen Bedingungen durch. 6 Beispiele erläutern das Verfahren. (F. P. 892 954 vom 29/3. 1943, ausg. 25/5. 1944. Holl. Prior. 11/4. 1942.) 813.4808

F. Hoffmann-La Roche & Co., Akt.-Ges., Schweiz, *Herstellung haltbarer Lösungen von ascorbinsaurem Ca* (I). Man gibt Ascorbinsäure (II) zu einer wss. Suspension von CaCO₃, filtriert, versetzt das Filtrat mit ca. 0,5—2% einer aliph. Thiocarbonsäure, wie Thio-glykolsäure (III), Thiomilchsäure oder Cystein, entfernt gegebenenfalls die Luft aus der Lsg. u. füllt diese unter Luftausschluß in Ampullen. Vor der Füllung der Ampullen

empfehlte es sich, das p_H der Lsg. durch Zugabe von **II** auf einen Wert von 5,2—5,6 einzustellen. — Z. B. gibt man in 300 (Teile) mit CO_2 gesätt. W. 3,75 $CaCO_3$, erwärmt unter Rühren auf 60°, fügt nach u. nach 13,2 **II** zu, filtriert warm in CO_2 -Atmosphäre, löst in dem Filtrat 0,3 **III** u. 0,06 **II**, filtriert noch einmal u. füllt die Ampullen unter CO_2 . Die Lsg. enthält 5 Vol.-% I. $p_H = 5,3$ —5,4. (F. P. 912 277 vom 11/7. 1945, ausg. 5/8. 1946. Schwz. Prior. 9/3. 1944.) 832.4808

Byk-Guldenwerke, Chemische Fabrik, Akt.-Ges., Deutschland, Stabile Lösungen von Manganascorbat. Lsgg. von *Manganascorbat*, die sich in Berührung mit Luft nach wenigen Min. gelb färben u. dann trüben, bleiben gegen Luft u. a. Oxydationsmittel längere Zeit widerstandsfähig, wenn ihr p_H -Wert mit freier Ascorbinsäure, Essigsäure oder Schwefelsäure auf 5,5—6,0 eingestellt wird. Man löst z. B. 8 g $MnCl_2 \cdot 4 H_2O$ in 8 ccm n. NaOH u. gibt dann portionsweise eine Lsg. von 14,25 g Ascorbinsäure in 1 Liter W. zu. Zuletzt füllt man mit dest. W. auf 2 Liter auf; der p_H -Wert der Lsg. ist dann 6,0, sie enthält in 2 ccm 16,4 g Manganascorbat = 2,23 mg Mn. (F. P. 900 122 vom 25/11. 1943, ausg. 20/6. 1945. D. Prior. 3/12. 1942.) 805.4808

Alfred Champagnat, Frankreich Glycerinersatzstoffe. Oxysäuren werden mit Aminoalkoholen unter Salzbdg. umgesetzt. — Z. B. mischt man 100 g einer 50%ig. Lsg. von techn. *Milchsäure* mit 100 g *Triäthanolamin* (I) u. stellt das p_H des Prod. durch Zugabe von etwas I auf 7 ein. — I kann auch mit *Wein-* oder *Citronensäure* umgesetzt werden. (F. P. 905 490 vom 12/2. 1944, ausg. 5/12. 1945.) 832.4824

Soc. An. Vitex, Frankreich (Gironde), Künstliche Vaseline erhält man dadurch, daß man auf die durch Decarboxylierung von Kolophonium erhaltenen Ölfractionen, die eine niedrige JZ. aufweisen, Salze von Fettsäuren u. gegebenenfalls Carbonate von Metallen der Gruppen 2, 3, 4 oder 5 des Period. Syst. einwirken läßt. Durch weitere Zugabe von Paraffin, höheren Alkoholen, Wachsen u. Mineralstoffen kann die vaselineartige Konsistenz gegebenenfalls verbessert werden. Ein zur Bereitung der künstlichen Vaseline geeignetes Kolophoniumöl weist z. B. die folgenden Eigg. auf: SZ. 0,05, D_{20} 0,935, JZ. 18, Viscosität nach ENGLER bei 50°: 4—7. Durch Hydrieren oder andere geeignete Methoden können diese Öle geruchlos gemacht werden. — Verreibt man nacheinander 85 (%) Kolophoniumöl (I), 5 Al-Stearat (II) u. 10 Mg-Carbonat (III), so erhält man ein gelbliches Prod. mit bläulicher Fluorescenz mit den folgenden Eigg.: VZ. 12, JZ. 20, Tropfpunkt 70°, Viscosität nach ENGLER bei 100°: 85. — Aus 83 I, 10 II u. 7 III erhält man ein gelbliches Prod. mit grünlicher Fluorescenz: VZ. 9,5, JZ. 18, Tropfpunkt 95°, Viscosität nach ENGLER bei 100°: 135. — Aus 75 I, 20 neutralem Kolophoniumharz (der bei der Dest. der Kolophoniumöle erhaltene Rückstand, F. 60° u. JZ. 0,05) u. 5 II erhält man ein Prod. von ähnlichem Aussehen wie oben beschrieben: VZ. 10, JZ. 15, Tropfpunkt 100° u. Viscosität nach ENGLER bei 100°: 150. (F. P. 907 457 vom 20/4. 1944, ausg. 13/3. 1946.) 813.4824

G. Analyse. Laboratorium.

M. N. Alenzew, A. F. Beljajew, N. N. Ssobilew und B. M. Stepanow, Ein optisches Verfahren zur Messung der Strahlungstemperatur bei der Explosion von Explosivstoffen. Die Explosion wurde in einem Reagensglas (11 × 120 mm) durchgeführt, das in ein geräumigeres (25 mm), mit W. gefülltes Reagensglas eingesetzt war. Das Bild des Reagensglases gelangte, von einer Linse fokussiert, in den Spalt (2 mm) eines Quarzspektrographen von FUESS (F 1: 5, Dispersion 75 Å/mm bei 4100 Å), wo das Spektr. des aufblitzenden Lichts mit Platten Isoortho (200 X ÷ D) aufgenommen wurde. Das Vergleichsspektr. war die Aufnahme eines W-Bandes bei 2526° K durch einen Pt-Stufenabschwächer, Belichtungsdauer 10⁻³ Sekunden. Bei dieser Versuchsanordnung bleibt die Gesamtstrahlung im Reagensglas, es entstehen also keine sek. irreleitenden Strahlungsvorgänge; die oberflächliche Strahlungshelligkeit war völlig homogen u. das erhaltene Spektr. ein Flächenspektr. ohne Linien. Die Energieverteilung folgte dem WIENSchen Gesetz. Die erste Best. mit *Pentaerythritnitrat* ergab $K = 6650^\circ$ statt 4300—4800° K der Berechnung, offensichtlich zu hoch, da es ein Pulver ist ($d = 0,90$ g/ccm); Pressen auf $d = 1,10$ g/ccm ergab eine Abnahme von 6610 auf 5750° K. Bei noch größerer Ladedichte (Trotlyl $\rho = 1,59$, Tetryl $\rho = 1,62$) fiel die Helligkeit so sehr, daß nicht einmal Ilfordplatten (3500 X u. D) brauchbare Bilder lieferten. Es wurden nun 3 Fil. untersucht: *Methylnitrat*, *Nitroglycerin*, *Nitroglykol*. Die gefundenen Werte (3050—3160° K \pm 100°) liegen bedeutend unter den nach NAUM berechneten (4520—4700° K). Vff. nehmen an, daß die Bestimmungen richtig, die Berechnungen falsch sind, da sogar die einfachen Rechnungen nach der NEUMANN-KOPPSchen Regel die Versuchsergebnisse bestätigen. (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 990—95. 1946. Lebedew-Inst. für Physik u. Inst. für chem. Physik der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 261.5016

D. D'Eustachio, *Ein schnell arbeitendes Vakuumventil*. Es wird ohne nähere Beschreibung auf ein Vakuumventil hingewiesen, das einen nur wenige ccm zusätzlichen Raum zu der Vakuumseite bringt u. einen kleinen Öffnungsquerschnitt hat. Das Ventil kann innerhalb eines Bruchteils einer Sek. geöffnet u. geschlossen werden. (Physic. Rev. [2] 69, 251. 1/15. 3. 1946.) 322.5026

W. F. Barthel und H. L. Haller, *Apparat zur schnellen Entfernung von Lösungsmitteln*. Der von SMITH (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 14. [1942.] 255) beschriebene App. wurde so modifiziert, daß er im Vakuum die schnelle Entfernung von Lösungsmitteln von Pyrethrumkonzentraten sowie auch von pflanzlichen Extrakten u. organ. Verbb. gewährleistet. Es können 1500 ccm Nitromethan pro Stde. fast quantitativ entfernt werden. Zur Abtrennung unter 70—80° siedender Fl. arbeitet man ohne Vakuum. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 17. 529. 22/8. 1945. Beltsville, Md., Bur. Entomol. Plant Quarantine.) 246.5034

Benjamin P. Burt und J. D. Kurbatov, *Eine Adsorptionsisotherme von Radon*. Es wurde eine Meth. entwickelt zur Best. geringer Radonmengen von $2 \cdot 10^{-13}$ — $4,4 \cdot 10^{-11}$ g im Gemisch mit Luft von Atmosphärendruck bei 25° durch Adsorption an Silicagel u. Messung mit Ionisationskammer u. einem gegen einen Radiumstandard geeichten Elektrometer. Die ausführliche Beschreibung soll an anderer Stelle erfolgen. (Physic. Rev. [2] 68. 101. 1/15. 8. 1945. Ohio State Univ.) 205.5052

D. H. Rank und R. V. Wiegand, *Ein photoelektrischer Ramanspektrograph für quantitative Analyse*. Es wird ein Spektrograph mit einem Konkavgitter, einem Parabol-Teleskop-Spiegel, einer Photozelle mit Verstärkeranlage u. automat. Registrierung beschrieben, der gleichzeitig Messung der Wellenlänge (auf 1 Å genau) u. der Intensität der RAMAN-Linien (mittlerer Fehler 1,3%) erlaubt. Als Lichtquelle dienen zwei Hg-Lampen, die über einen Spannungsstabilisator direkt an die 115-Volt-Leitung angeschlossen werden. Die Registrierung eines Spektr. von 200—1800 cm^{-1} benötigt 30 Minuten. Es wurden verschied. Hg-Lampen u. verschied. Verstärker ausprobiert. Für absol. Intensitätsmessungen werden die Proben mit CCl_4 verglichen, der vorher u. nachher unter genau den gleichen Bedingungen aufgenommen wird. Die mit dieser App. erreichbare Genauigkeit bei der Analyse von Aromatengemischen mit 2—8 Komponenten wird zu 2% angegeben. Die Genauigkeit bei Analysen von Paraffinen u. Naphthenen liegt etwas niedriger. (J. opt. Soc. America 36, 325—34. Juni 1946. Pennsylvania State Coll.) 238.5063

Cl. Frondel, S. G. Gordon, W. Parrish, K. V. Dyke, R. D. Butler u. a., *Symposion über Quarzoscillatoren*. Umfangreiches, prächtig ausgestattetes Werk mit folgenden Aufsätzen: Geschichte der Quarz-Oscillatoren-Industrie 1941—1944. Piezoelekt. Quarz-Resonator. Geologie der Quarz-Krystallagerstätten. Prüfung der Quarze. Effekte der Einschlüsse. Technik des orientierten Schneidens. Exakte Winkelkontrolle des Schnittes mittels Röntgenstrahlen. Schnittschemen für Krystalle. Sägen von Krystallen, Schleif- u. Poliermethoden für Oscillatorenplatten. Endgültiger „Frequenzschliff“. Wrkg. von Strahlung auf die Elastizität des Quarzes. Sek. Dauphinéer Zwillinge. Schlagwortverzeichnis aus der Quarz-Oscillatoren-Industrie. (Amer. Mineralogist. 30. 205—13. Mai. 416—61. Juni 1945.) 231.5063

John B. Wilkes, *Schnellfilterhilfe für die chromatographische Analyse*. Nach Einführung des *Hyflo Super-Cel* (I), einer hitzebehandelten Kieselerde, als Verdünnungsmittel oder Trägermaterial für verschied. Adsorptionsmittel in chromatograph. Trennverf. sind inzwischen weitere Filterhilfen zugänglich geworden, unter denen sich *Celite No. 545* (II), eine andere behandelte Kieselerde, durch bes. große Durchflußgeschwindigkeit auszeichnet. Weitere Vorzüge von II sind: während beim Durchlaufen von *Carotinslg.* in niedrig sd. PAe. durch I kleine, aber merkbare Verluste eintreten, sind solche bei II über die Nachweisbarkeitsgrenzen von $2 \mu\text{g}$ in verd. u. $5 \mu\text{g}$ in konz. Lsgg. hinaus nicht festzustellen. Ähnlich ist der Riboflavinverlust durch II unbedeutend gegenüber dem durch I. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 18. 329—30. Mai 1946. San Francisco, Poultry Producers of Central California.) 129.5065

Auméras, I. Gauthier und S. Caillol, *Ein neuer Apparat zur Messung der Gasadsorption*. Adsorption der CO_2 durch *Aluminiumoxyd*. Vff. beschreiben einen neuen Gasadsorptions-app., mit welchem es möglich ist, die adsorbierte Menge Gas jederzeit u. nicht erst nach eingetretenem Gleichgewicht zu messen. Der App. besteht aus zwei Ballons v_1 u. v_2 , welche durch eine lange horizontale Glasröhre von geringem Durchmesser verbunden sind die einen Hg-Index enthält. v_2 ist mit einem Ballon v verbunden, von dem er durch einen Hahn abgeschlossen werden kann. Sind v_1 u. v_2 mit Gas unter einem Druck von p gefüllt, v evakuiert, dann bewirkt das Öffnen des Hahnes ein Absinken von v_2 auf $(v_2 + v)$, u. das

bewirkt eine Verschiebung J des Hg-Index. Die Anwendung des BOYLE-MARIOTIESchen Gesetzes gestattet eine Beziehung aufzustellen zwischen v_1 , v_2 , v , der Verschiebung J u. den Querschnitt K der Glasröhre. Enthält v ein Adsorptionsmittel, dann tritt zunächst auch ein Absinken des Druckes ein u. dann Adsorption eines Gasvol. v ; aus dem BOYLE-MARIOTIESchen Gesetz kann man dann die Verschiebung J_1 des Index berechnen oder umgekehrt aus J_1 das adsorbierte Gasvolumen. Mit dem App. wurde die Adsorption von CO₂ an Al₂O₃ untersucht. Gefunden wurde, daß die Verschiebung des Index in Abhängigkeit von der Zeit bei allen untersuchten Drucken Kurven von gleichem Verlauf ergibt. Auf einen fast geradlinigen Kurvenzug folgte ein nach unten zu konkaver Kurvenzug u. hierauf eine horizontale Kurve, die im allg. nach 3 Std. gefunden wurde. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 13. 202—03. März/April 1946.) 110.5086

Eduard Hofmann, *Quantitativer Nachweis kleinster Pyridinmengen in der Luft mittels der Spektralanalyse*. Das in Fabrikationsräumen auftretende Pyridin (I) wird durch Adsorption in 50 bzw. 100 ccm n/1 oder n/10 H₂SO₄ konz., die I-Menge einerseits volumetr. aus der Abnahme des Säuregrades mittels Mischindicator (gleiche Teile 0,1% ig. Dimethylgelb u. Methylenblau), andererseits spektralanalyt. in der durch Zentrifugieren geklärten Lsg. mittels Quarzspektrograph u. Emissionsspektr. des kondensierten Wolframfunken unter Vgl. der Extinktionskoeffizienten mit einer 0,001 mol. I-Lsg. bestimmt. Die Abweichungen der gefundenen von den theoret. Werten (ca. 20%) werden auf Absorptionserscheinungen an den Wänden zurückgeführt. Empfindlichkeit des Nachw. ca. 0,0003 Vol.-% oder 0,01 mg/Liter. Die Meth. wird durch NH₃ nicht gestört, so daß auf diesem Wege auch der I-Geh. von NH₃-Lsgg. ermittelt werden kann. (Arch. Hyg. Bakteriologie. 128. 169 bis 178. 20/10. 1942. Wien, Univ., Hygien. Inst.) 230.5088

Eduard Hofmann, *Quantitative spektralanalytische Bestimmung von Nicotin und Pyridin*. Millimol. Lsgg. von Nicotin (I) u. Pyridin (II) in 10 n H₂SO₄ ergeben Extinktionskurven gleicher Form mit einem Maximum bei einer Wellenlänge von 2545 Å für II u. 2600 Å für I. Die verschied. Lage der beiden Extinktionskurven, die sich bei 2563 Å schneiden, ermöglicht die analyt. Trennung der beiden Stoffe auf rechner. Wege. Die zur Berechnung der Einzelmengen aus der Gesamtextinktion erforderlichen Formeln werden angegeben. Damit ist auch der Nachw. geringer Mengen II- u. I-Dampf in der Luft bis zu rund 0,1 mg je Liter Luft möglich. (Arch. Hyg. Bakteriologie. 128. 179—86. 20/10. 1942. Wien, Univ., Hygien. Inst.) 230.5088

a) Elemente und anorganische Verbindungen.

E. Kahane und I. Cotte, *Über eine neue Reduktionsmethode bei der Bestimmung der Nitrate*. Quantitativ red. wird das Nitrat-Ion zu Ammoniak durch Ferrosulfat in alkal. Lsg. bei Ggw. von Silbersulfat oder Silberacetat als Katalysator. Die erhaltenen Ergebnisse zeigten eine Fehlergrenze von wenigstens 0,5% bei den gewöhnlichen Mengen u. weniger als 2% bei mikroanalyt. Einwaagen. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 13. 202. März/April 1946) 110.5100

S. Skogmo, *Polarographische Bestimmung von Blei und Cadmium in Zink usw.* Für die polarograph. Best. von Pb u. Cd in Feinznk genügt eine Probe von 10 g (gegenüber 100—200 g bei chem. Analyse); sie wird in HCl (D. 1,19) gelöst, die Lsg. eingedampft u. mit Zusatz von 2 ccm 1% ig. Tyloselsg. auf 50 ccm aufgefüllt. Die Höhe der Pb- u. der Cd-Schwelle ist direkt proportional deren Konzentration. Vf. beschreibt auch die Best. in Zn-Legierungen, Zn-Erzen u. Zn-haltigen Produkten. (Tidsskr. Kjemi, Bergves. Metallurgi 5. 16—18. Febr. 1945. Eitheim, Norske Zinkkompani.) 185.5100

H. T. S. Britton, *Hydrogen Ions, Their Determination and Importance in Pure and Industrial Chemistry*. 3rd ed. Two vol. (420 and 443 S.) New York: D. Van Nostrand Co. 1943. \$ 16.—

Konrad Kühn, *Studien über Redoxsysteme und deren Anwendung für elektronetrische Titrations*. (79 gez. Bl. m. graph. Darst. u. Tab.) 4°. (Maschinenschr.) Freiberg, Bergak., Hab.-Schr. v. 30/12. 1946.

Heinz Linnemann, *Vergleichende Methoden zur Bestimmung von Kohlenoxyd in der atmosphärischen Luft*. (17 gez. Bl. m. eingekl. Photogr. u. graph. Darst.) 4°. (Maschinenschr.) Münster, Med. F., Diss. v. 27. 3. 46.

H. Angewandte Chemie.

I. Allgemeine chemische Technologie.

Gebr. Hüttenes K. G., Deutschland, *Herstellung von haltbaren Emulsionen aus in Öl und aus in Wasser löslichen Substanzen*, dad. gek., daß man den wasserlös. Bestandteil, z. B. Sulfitlauge (I), zur Erhöhung seiner Viscosität mit wasserfreien Metallsalzen, wie MgSO₄ oder Na₂SO₄, versetzt. Die Konsistenz der I soll z. B. einer Lauge von 38—40° Bé entsprechen. Man mischt z. B. 1000 I (32° Bé) mit 250 g Na₂SO₄. (F. P. 904 995 vom 12/6. 1944, ausg. 21/11. 1945. D. Prior. 12/6. 1943.) 832.5827

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. Main, *Dialysenmembran.* Die nach dem Verf. des Hauptpatents hergestellten semipermeablen Membranen, die aus hochpolymerisierten KW-Stoffen oder aus Deriv. davon, z. B. aus Polyvinylchlorid u. anorgan. Salzen bestehen, werden dadurch verbessert, daß die letzteren auf der Unterlage durch Alkyläther fixiert werden, z. B. durch *Methylcellulose* oder *Tylose 4 S.* Man verwendet z. B. als Unterlage ein Gewebe aus Polyvinylchlorid, das 12 bzw. 16 Fäden auf den qcm besitzt, tränkt es mit einer 2,5%ig. Lsg. von Tylose u. wäscht dann mit 10%ig. HCl aus. Nach eventueller Trocknung wird das Gewebe zuerst 1 Stde. mit einer MgCl₂-Lsg. von der D. 1,162 bei 20° u. nach schwachem Abpressen mit einer 9%ig. Natronlauge behandelt. (F. P. 53 693 vom 26/6. 1944, ausg. 11/7. 1946. Zusatz zu F. P. 871 899.) 805.5829

Suteliffe, Speakman & Co., Ltd., Leigh (Lancash.), übert. von: **Edgar Rouse Sutcliffe,** Lowton, und **Wm. Ernest Edwards,** Leigh, England, *Filtrierverfahren.* Gleichzeitig mit der Filtration werden die im Filtrat enthaltenen leichtflüchtigen Lösungsmittel wiedergewonnen. Dazu wird die abfließende Fl. durch indirekten Dampf erhitzt u. die entstehenden Gase werden durch unmittelbar an die Filtrier- u. angeschlossene Behälter mit Aktivkohle geleitet. Dann werden die Dämpfe der Kohle wieder entzogen u. kondensiert. Alle Verfahrensschritte werden in einer kombinierten App. ausgeführt. — 3 Abbildungen. (A. P. 2 379 321 vom 2/1. 1942, ausg. 26/6. 1945. E. Prior. 30/11. 1940.) 805.5831

Roger Mesnil, Frankreich, *Filter für die Reinigung von Wasser oder anderen Flüssigkeiten (Schnellfilter),* gek. durch eine Anzahl nebeneinander liegender senkrechter, mit einer Filtermasse (Quarkörner oder dgl.) angefüllter Röhre, die alle oben mit dem Zuflußbehälter (I) u. unten mit der Abflußvorr. in Verb. stehen. I kann eine Verteilungsvorr. u. eine perforierte Platte, die das W. passieren muß, aufweisen. — Zeichnungen. (F. P. 911 014 vom 24/5. 1945, ausg. 26/6. 1946.) 832.5831

Henri Chinchole, Frankreich, *Druckfiltervorrichtung.* Die zu filtrierende Fl. wird gezwungen, sich unter Druck durch die dicht aneinander liegenden Windungen einer in einem senkrechten Filtrierstutzen angeordneten Zugfeder hindurchzuzwängen. — Zeichnungen. (F. P. 911 844 vom 28/6. 1945, ausg. 22/7. 1946.) 832.5831

* **Idraci Akt.-Ges.,** *Absorptionsanlage für Gase und Dämpfe.* Bei der Absorptionsanlage wird Aktivkohle in Verb. mit Silicagel oder Al₂O₃-Gel in getrennten Schichten verwendet. Auch die Regenerierung des Absorptionsmittels wird beschrieben. Die ganze Anlage kann automat. betrieben werden. — Ein Diagramm. (It. P. 415 474, ausg. 14/10. 1946.) 813.5847

* **Norman V. Barton und John Chapman,** *Vergasungsmittel.* Leichtflüchtige, fl. Vergasungsmittel, z. B. HCN, läßt man von Holzmehl absorbieren, aus dem zuerst mit geeigneten Lösungsmitteln die harzigen u. öligen Bestandteile entfernt worden sind u. das anschließend daran mit leicht angesäuertem W. ausgekocht wurde. (E. P. 576 512, ausg. 8/4. 1946.) 805.5847

André Chrétien und Yves Longi, Frankreich, *Vorrichtung zur Einwirkung von Gasen auf eine feste Substanz, bes. zum Trocknen von Gasen* durch Überleiten über *Phosphor-pentoxyd* in einem senkrechten zylindr. Röhren aus Glas, welches mit einer Spirale durchzogen ist. Diese Spirale dient als Träger für das feste P₂O₅, welches von oben her nach dem Abnehmen der Haube eingefüllt wird. Dabei bleibt noch so viel freier Raum, daß das Gas von unten nach oben das P₂O₅ durchstreichen kann. — Dazu mehrere Abbildungen. (F. P. 908 447 vom 19/7. 1944, ausg. 9/4. 1946.) 808.5847

Soc. An. Brown, Boveri & Cie., Schweiz, *Verfahren und Vorrichtung zur Abtrennung von in Gasen und Dämpfen in feiner Form suspendierten festen und flüssigen Stoffen* durch Einw. einer elektr. Ladung aus einem elektrostat. Felde (Ionisation) auf die Gase u. Dämpfe unter gleichzeitiger Behandlung in einer mit Zentrifugalkraft wirkenden Schleudervorr., z. B. in Cyclonapparaten, welche mit einem Elektrofilter ausgerüstet sind. (F. P. 913 708 vom 25/8. 1945, ausg. 18/9. 1946. Schwz. Prior. 6/9. 1944.) 808.5847

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Entfernung der organischen Schwefelverbindungen aus Gasen* durch Auswaschen unter Verwendung von Lsgg. von Alkalimetallen oder Ätzalkalien in Ätheralkoholen von mehrwertigen Alkoholen, z. B. *Äthylenglykolmonoalkyläthern.* — 19 g metall. Na werden in 200 ccm *Äthylenglykolmonomethyläther* (I) gelöst, u. durch die Lsg. wird N₂-Gas geleitet, welches COS enthält. Dabei wird das Sulfid restlos absorbiert. — In einem Gemisch von 32 Liter I u. 18 Liter CH₃OH werden 11,2 kg KOH gelöst. Danach wird CH₃OH abdest., u. mit der verbleibenden Lsg. wird *Kokereigas* schwefelfrei gewaschen. An Stelle von I sind bes. der *Äthylenglykolmonoäthyl-u. -monopropyläther* als Lösungs- u. Waschmittel geeignet. (F. P. 899 982 vom 23/11. 1943, ausg. 15/6. 1945. D. Prior. 19/11. 1942.) 808.5847

Air Reduction Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: **Claude C. van Nuys**, Greenwich, Conn., V. St. A., *Trennung von Gasgemischen*. Ein Gemisch, dessen überwiegende Menge 2 Gase bilden, z. B. Luft, wird unter hohem Druck u. starker Abkühlung zu einem Teile verfl., während der andere Teil unter Druckverminderung u. Abkühlung verflüssigt u. dabei gleichzeitig in 2 Fraktionen zerlegt wird, von denen die eine reich an O₂, die andere reich an N₂ ist. Aus der ersteren wird in gasförmigem Zustande O₂ abgeschieden, der Rest wieder kondensiert u. mit der Fraktion vereinigt, die unter hohem Druck kondensiert wurde. — Die zur Ausführung des Verf. nötige Spezialapp. wird ausführlich beschrieben 1 Abbildung. (F. P. 2 409 458 vom 27/4. 1943, ausg. 5/10. 1946.) 805.5849

Interpharma A. G. für Chemische Produktion, Tschechoslowakei, *Extraktionsverfahren*. Das Verf. beruht darauf, daß ein endloses Band aus Baumwolle oder Gummi mit absorbierendem Belag durch die das Extraktionsgut enthaltende M. geführt wird, worauf das beladene Band durch die extrahierende Fl. geführt wird. Als Beispiel ist die Behandlung von Penicilliummycel mit HCl angeführt. Ausführliche Beschreibung der Vorr., Abbildung. (F. P. 917 178 vom 10/11. 1945, ausg. 27/12. 1946.) 823.5861

Achille Etienne Jean Chocquet, Frankreich, *Konzentrierung von Lösungen durch Verdampfung*. Die Verdampfung wird in einer Reihe von geschlossenen Gefäßen vorgenommen, die in Serien parallel geschaltet sind. Die Verdampfung erfolgt dabei zunächst unter Überdruck u. dann nach dem „klass. stat. Prinzip“. Das Verf. ist bes. zur Konzentrierung von Lsgg. geeignet, die mit zunehmender Konz. stärker temperaturempfindlich werden. — Beschreibung der für das Verf. konstruierten Spezialapp., 4 Abbildungen. (F. P. 912 918 vom 10/3. 1945, ausg. 23/8. 1946.) 805.5865

* **Giovanni Mauri**, *Vakuumverdampfung von Flüssigkeiten*. Ein gewisses Vakuum bei Verdampfung von Fl. kann mit Hilfe eines bewegten FLETTNER-Zylinders erzeugt werden. Durch seine Rotation entsteht der sogenannte MAGNUS-Effekt, das heißt auf der einen Seite bildet sich ein gewisser Überdruck, auf der anderen ein Vakuum. Die zu verdampfende Fl. läßt man auf der stark unebenen Oberfläche des Zylinders herabrieseln. (It. P. 412 892, ausg. 27/2. 1946.) 805.5865

Gustav Utzinger, Schweiz, *Destillierapparat*. Die zu destillierende Fl. läuft in einer geneigten Röhre mit flachem Boden herab, die mit einem Heizmantel umgeben ist. Am oberen Ende befindet sich das Zulaufgefäß in Form eines kopfstehenden Rundkolbens, am unteren Ende ist ein ebensolcher Rundkolben zum Auffangen der nichtverdampften herabfließenden Fl. angebracht, u. in der Mitte ist das Ableitungsrohr für die Dämpfe, das zu einem Kühler führt. Wenn die Fl. im Vorratsgefäß zu Ende ist, dann wird das Rohr nach der anderen Richtung geneigt, die beiden Kolben umgekehrt u. weiterdestilliert. Der Vorteil des Verf. besteht in einer großen Wärmeersparnis, da immer nur eine kleine Flüssigkeitsmenge bis zum Kp. erhitzt werden muß. (F. P. 915 113 vom 27/9. 1945, ausg. 28/10. 1946.) 805.5865

Établissements Celtiques, Frankreich, *Vorrichtung zum Destillieren von Flüssigkeiten*, bes. zum Einhalten einer genauen Temp. für die Verdampfung der Fl. unter Vermeidung einer Überhitzung. Das Erhitzungsaggregat zum Verdampfen der Fl. besteht aus einem dicken Zylinder aus einem Material mit gutem Wärmeleitvermögen, z. B. aus Kupfer, der gegebenenfalls mit einer anderen dünnen Schicht von Metall, Glas oder Email überzogen ist. Die Oberfläche des Zylinders wird durch einen eingebauten elektr. Heizwiderstand auf eine bestimmte gleichmäßige Temp. gebracht. — Zeichnung. (F. P. 908 192 vom 17/6. 1944, ausg. 2/4. 1946.) 808.5865

Gulf Research & Development Co., V. St. A., *Hochvakuumdestillation*. Es ist eine Spezialvorr. beschrieben u. abgebildet, die es ermöglicht, einen Hauptdampfstrom durch einen Rückstrom aus gewissen Punkten des Hauptstromes zusätzlich zu speisen. Der Rückstrom wird abwechselnd abgekühlt u. erhitzt, so daß ständig eine partielle Kondensation u. Verdampfung stattfindet. Dieser Dampf mischt sich nun ständig mit dem Hauptdampfstrom. (F. P. 916 700 vom 31/10. 1945, ausg. 12/12. 1946. A. Prior. 30/3. 1942.) 823.5865

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. (Erfinder: **Wilhelm Jost**), Deutschland, *Verfahren und Kolonne zur fraktionierten Destillation von Flüssigkeiten*. Die Kolonne enthält feste u. abwechselnd drehbare Platten, welche die einen über die anderen verteilt enthält. Der Flüssigkeitsstrom wird in tangentialer Richtung gegen die festen Platten geleitet u. setzt danach die drehbaren Platten in rotierende Bewegung. — Dazu mehrere Zeichnungen. (F. P. 897 179 vom 10/8. 1943, ausg. 14/3. 1945. D. Priorr. 15/6. u. 11/8. 1942.) 808.5865

* **Porocel Corp.**, übert. von: **William A. Lalande jr.**, *Trocknung von Flüssigkeiten*. Die zu entwässernde Fl. wird mit *Bauxit* in Kontakt gebracht, der durch ein therm. Verf. bei 550—900° F (288—482° C) aktiviert worden ist u. aus dem 68—86% des gebundenen W. entfernt worden sind. (Can. P. 432 167, ausg. 25/12. 1945.) 805.5869

* **Procédés et Produits Chimiques et Pyrochimiques**, Frankreich, *Zerstäubungstrocknung*. Die Gewinnung von feinverteilten festen Stoffen aus hochkonz. Lsgg. durch Sprüh-trocknung wird dadurch vereinfacht, daß zum Zerstäuben der Lsgg. nicht mehr wie bisher eine durch Druckluft betriebene Vorr. benutzt wird, sondern eine einfache rotierende Scheibe, die in die Lsg. zum Teil eintaucht u. sich mit mindestens 3000 U/min bewegt. Über der Lsg. befindet sich wie üblich ein geheiztes Gas. (F. P. 854 835, ausg. 25/4. 1940.) 805.5869

Südchemie, Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von SiO₂-Gel*. Natürliche Silicate werden mit 75—85% ihres Trockengewichts an HCl oder einer anderen Mineralsäure behandelt, wobei man ein Gel von außergewöhnlich großem Vol. erhält. Man wäscht z. B. ein feinpulvriges Al-Silicat zuerst mit W., dann mit verd. Alkali aus u. kocht es mit 80%ig. HCl (19° Bé), bis das Al restlos aus dem Krystallgitter entfernt ist, was daran erkennbar ist, daß das Material kein scharfes Röntgenspektr. mehr gibt. Der Rückstand wird säurefrei gewaschen u. bei 220° F (104°C) getrocknet. Sein Gewicht beträgt dann weniger als 150 g für 1 Liter. Um das Verf. rationell zu machen, wird aus der angewandten HCl das Al (nach bekannten Verff.) zurückgewonnen. (F. P. 900 140 vom 25/11. 1943, ausg. 20/6. 1945. D. Prior. 18/6. 1943.) 805.5895

Südchemie, Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von aktiver Kieselsäure. Alkalisilicate* vom Typus des *Montmorillonits* werden mit HCl oder anderen starken Mineralsäuren in Mengen erhitzt, die weit über dem Optimum für die Herst. von Bleicherde liegen. Beträgt dieses z. B. für eine bestimmte Sorte 15—35% (berechnet auf trockenes Rohmaterial), so wendet man ca. 55% an. Dadurch werden nicht nur die bleichenden u. desodorierenden Eigg. des Endprod., z. B. gegenüber Ölen bedeutend erhöht, sondern auch die Verunreinigungen (Al, Fe, Ca u. Mg) restlos entfernt, so daß ein Prod. mit 90—95% SiO₂ u. den Eigg. von akt. SiO₂ entsteht. Man kocht das Naturprod. zunächst mit 70%ig. HCl bis zur vollständigen Entfernung von Al aus dem Material, was am besten durch Beobachtung seines Röntgenspektr. kontrolliert werden kann. Wenn dasselbe vollkommen unscharf geworden ist, so ist auch das gesamte Al aus dem Krystallgitter ausgetreten. Das Material wird dann säurefrei gewaschen u. bei 220° F (104° C) getrocknet. Aus der ver-wendeten HCl kann außerdem nach bekannten Verff. Al(OH)₃ gewonnen werden. (F. P. 900 097 vom 24/11. 1943, ausg. 19/1. 1945. D. Prior. 18/6. 1943.) 805.5895

Ake Davidsson, *Periodica technica abbreviata*. A list of initial abbreviations of technical and scientific periodicals. Stockholm, Tekniska Litteratursällskapet. 1946. (52 S.) kr 7, —.

III. Elektrotechnik.

H. H. Skilling und W. C. Brenner, *Durchschlagfestigkeit von Luft bei hohem Druck*. II. Mitt. (I. vgl. Electr. Engng. 58. Transactions Section [1939.] 161.) Es wird über Messungen der elektr. Durchschlagfestigkeit von Luft gegenüber 60 Hz-Wechselspannung bei Drucken bis zu 21 at berichtet. Die an Kugelfunknestrecken gefundenen Durchschlagspannungswerte zeigen bei höheren Drucken (von ca. 3,5 at ab) geringe Abweichungen vom linearen Anstieg mit dem Druck u. vom PASCHENSchen Gesetz. Letztere werden durch ein für Messing- u. Stahlelektroden verschiedenes großes druckabhängiges Korrekturglied berücksichtigt. — 5 Abb., 6 Literaturstellen. (Electr. Engng. 60. Transactions Section. 112—15. März 1941. Stanford Univ., Calif.) 122.5962

I. G. Trump, F. J. Safford und R. W. Cloud, *Gleichspannungsdurchschlagfestigkeit von Luft und Freon im homogenen Feld bei hohen Drucken*. (Vgl. vorst. Ref.) Die für Luft bis zu Drucken von 13 ata u. Spannungen bis zu 1000 kV u. für Freon (CCl₂F₂) (I) bis zu 9,5 ata u. Spannungen über 350 kV durchgeführten Messungen ergaben linearen Anstieg der Durchschlagspannung mit dem Elektrodenabstand. Jedoch zeigen sich mit wachsendem Druck zunehmende Abweichungen vom PASCHENSchen Gesetz. Die Gründe hierfür werden erörtert wie auch für die relativ höhere Isolationsfestigkeit von I (~ das 3fache von Luft). Trotz dieser verbietet sich eine allg. Anwendung von I wegen seiner allmählichen Zers. durch Glimmen u. Durchschläge sowie wegen der geringen Höhe des krit. Druckes (nur ~ 3,8 ata) für das Maximum der positiven Spitze-Platte-Durchschlagspannung. — 5 Abb.; 12 Literaturstellen. (Electr. Engng. 60. Transactions Section. 132—34. März 1941. Cambridge, Mass., Inst. of Technol.) 122.5962

G. A. Veszi, *Einige Messungen an Selenphotozellen*. Es werden Diagramme der Stromausbeute u. der Stromdichte sowie des optimalen Stromes u. Belastungswiderstandes u. der maximalen Leistungsabgabe in Abhängigkeit von der Größe der akt. Fläche der Photozellen angegeben, außerdem für gegebene Zellengröße solche der Abhängigkeit dieser Kenngrößen von der Beleuchtung. Ihr funktioneller Zusammenhang wird näher

besprochen. — 9 Diagramme. 1 Literaturstelle. (Electronic Engng. 15. 505—06. 2/5. 1943. Labor. of Evans Electroelenium Ltd.) 122.5990

* Westinghouse Brake & Signal Co., Ltd., übert. von: Leslie E. Thompson und Alexander Jenkins, *Wechselstromgleichrichter*. Auf einer Selenunterlage werden 2 Schichten angebracht, von denen die unterste aus Sn, Cd oder einer Legierung davon besteht u. die oberste dieselbe Zus. wie die unterste hat, jedoch mit einem Zusatz von 0,1—3,0% *Thallium*. (E. P. 577 585, ausg. 23/5. 1946.) 805.5953

* Westinghouse Brake & Signal Co., Ltd., übert. von: Leslie E. Thompson und Alexander Jenkins, *Wechselstromgleichrichter*. Auf einem Halbleiter wird eine Schicht aus einer Sn—Cd-Legierung niederschlagen u. darauf eine ebensolche, jedoch mit einem Zusatz von 0,5% Na oder K. (E. P. 577 616, ausg. 24/5. 1946.) 805.5953

Norton Co., V. St. A., *Verfahren und Vorrichtung zum Schmelzen feuerfester Stoffe*. Zum Schmelzen von Stoffen mit sehr hohen FF., d. h. um 2000°, bes. zum Schmelzen von Al₂O₃, wird ein Eisenbehälter benutzt, in dem das zu schm. Material selbst die feuerfeste Schutzschicht bildet. Dies wird so erreicht, daß der Behälter zunächst mit dem ungeschmolzenen Material gefüllt u. die elektrotherm. Erhitzung so geregelt wird, daß sich stets eine Schutzschicht aus ungeschmolzenem Material zwischen der Schmelze u. dem Eisenmantel befindet. Die dazu benutzte App. wird ausführlich beschrieben. (F. P. 913 700 vom 24/8. 1945, ausg. 17/9. 1946. A. Prior. 8/5. 1944.) 805.5969

* Westinghouse Electric International Co. und Geo. R. Shepherd, *Material für elektrische Isolierungen*. Ein geformter Isolator auf Grundlage von Asbest u. einem Bindemittel wird mit einer H₃BO₃-Lsg. behandelt. Dann wird getrocknet u. auf eine Temp. erhitzt, die über dem F. der H₃BO₃ liegt. Durch dieses Verf. werden die dielekt. Eigg. des Isolators verbessert. (E. P. 576 599, ausg. 11/4. 1946.) 809.5977

* British Thomson-Houston Co. Ltd., *Isolierende und dielektrische Masse*. Als dielekt. M. für Kondensatoren verwendet man ein Prod., das aus 3—60% hydriertem Ricinusöl u. 97—40% chloriertem Diphenylbenzol. besteht. Das letztere soll ungefähr 60% gebundenes Cl enthalten. (E. P. 576 304, ausg. 28/3. 1946.) 809.5977

* British Thomson-Houston Co. Ltd., *Elektrische Kontakte*. Die Lebensdauer eines porösen Blocks eines elektr. Leiters, der zur Herst. von Kommutatoren oder Schleifbürsten verwendet wird, läßt sich, zumal in trockener Atmosphäre, dadurch verlängern, daß man den Block mit einem Schmiermittel imprägniert, welches aus einer Lsg. eines mehrwertigen Alkohols (Glycerin, Polyalkylenglykol) oder Alkoholäthers oder einer Mischung der beiden besteht. (E. P. 576 155, ausg. 21/3. 1946.) 809.5979

* Ss. A. Bai, Ss. G. Rodionow und M. A. Frisch, *Herstellung von Kohleelektroden*. Das in die gewünschte Form gepreßte Material wird zunächst in einem Elektroofen, der mit C-haltigem Material, wie Koks, dicht vollgepackt ist, auf 1000° erhitzt, bis alle Gase daraus vertrieben sind. Dann erst wird die Temp. soweit gesteigert, daß eine Graphitierung der Elektroden eintritt. (Russ. P. 67 132, ausg. 30/9. 1946.) 805.5983

IV. Wasser. Abwasser.

P. W. West, *Chemie bei der Eisfabrikation. Auswahl und Behandlung des Wassers*. Mit Einblasen von Luft u. Beseitigung des Kernwassers liefert auch die Roheisfabrikation durchsichtige Blöcke. Die zu Beginn des Ausfrierens eintretende, von der Konz. der Salze, kaum von deren Art abhängige Trübeisbildg. kann durch verstärktes Lufteinblasen die im weiteren Verlauf zumeist durch CaCO₃-Ausfall bedingte Trübung durch Aufbereitung des W. (Zers. der Bicarbonate durch Säure oder Alaunbehandlung) behoben werden. Die durch CaCO₃-Einlagerung bedingte Brüchigkeit der Blöcke erfordert ebenfalls Enthärtung des W. oder Zusatz von Ammonchlorid. Nach neueren Erfahrungen ergibt das Einblasen von CO₂ während des Ausfrierens mechan. widerstandsfähige Blöcke. (Chem. Trade J. chem. Engr. 115. 63—64. 21/7. 1944. Baton Rouge, La., Univ.) 230.6012

August Schreiber, *Bewertung des Abflusses bei Abwasserkläranlagen*. In einem SU-Tropfkörper (Umwälztropfkörper) von 2,3 m Höhe, 4—8 mm Füllgutkorngroße u. 1 : 11 cbm/cbm/Tag Belastung wurde gegenüber einem gleichzeitig betriebenen n. Tropfkörper von 5 m Höhe, 4—6 cm Füllgutkorngroße u. nur 1 : 4,5 cbm/cbm/Tag Belastung ein etwas niedrigerer Nitratgeh., aber ein Ablauf mit ca. doppelt so hoher Durchsichtigkeit, mit 8% niedrigerem KMnO₄-Verbrauch u. 19% niedrigerem BSB₅ erzielt. (Gesundheitsing. 67. 171—72. 12/3. 1945. Berlin.) 230.6042

Walter Ortleb, *Die anaerobe Zersetzung von Klärschlamm mit besonderer Berücksichtigung der Gasmenigen*. Hinweis auf die Arbeit von TEICHGRÄBER (vgl. Beiheft zum Gesundheitsing. 1943. Reihe II, Heft 23) über die Kennzeichnung der Abbaufähigkeit von Klärschlamm verschied. Herkunft durch die Ermittlung der spez. von 1 g organ. Trockensubstanz bei vollständiger anaerober Vergasung gebildeten Gasmenge. (Gesundheitsing. 66. 231. 9/9. 1943. Gera, Weißelsterverband.) 230.6042

W. M. Franklin, *Reinigung der Luftdiffusorplatten mit Chlor*. Die auf die Hälfte zurückgegangene u. durch Reinigung mit HCl nur kurzzeitig verbesserte Durchlässigkeit der Diffusorplatten der Belebtschlamanlage wurde durch Einleiten von Cl-Gas in die Luftzuführung während des Betriebes wieder voll hergestellt. (Water Works Sewerage 87. Reference and Data Sect. 179. April 1940. Charlotte, N. C., Water and Sewage Plant.) 230.6042

Richard Pomeroy, *Sulfidbestimmungen nach verbesserten Methoden*. Zur Best. von 0,1—10,0 mg/Liter Sulfid in Entwässerungsnetzen wird die Methylenblauprobe in folgender Form verwandt: Man setzt zu 7,4 ccm Probe in einem Reagensglas 0,5 ccm Methylenblaulsg. (I) (Stammlsg. 20 g *p*-Aminodimethylanilin in konz. HCl auf 100 ccm, davon 2 ccm mit 48 ccm W. u. 50 ccm konz. H₂SO₄ auf 100 ccm verd.), dann 2 Tropfen FeCl₃-Lsg. (75 g FeCl₃·6 H₂O auf 100 ccm W.), nach 1 Min. 1,7 ccm (NH₄)₂HPO₄-Lsg. [400 g (NH₄)₂HPO₄ auf 1 Liter]. Die Färbung wird entweder mit Vgl.-I oder mit Standardlsgg. von Cu(NO₃)₂ oder besser Vanadyl-Kobaltsulfat verglichen oder durch Zusatz von I (1,24 bzw. 0,124 g je Liter entsprechend 1,0 u. 0,1 mg/Liter Sulfid) zu einer zweiten gleich behandelten, aber an Stelle von I mit 50 vol.-%ig. H₂SO₄ versetzten Probe austitriert. Bei H₂S-Geh. über 0,5 mg/Liter im Abwasser macht sich Geruch bemerkbar, dabei beginnt auch Korrosion von Beton u. Fe-Teilen; Cu-Legierungen u. Pb-Anstriche werden schon bei 0,1 mg/Liter H₂S schwarz. (Water Works Sewerage 87. Reference and Data Sect. 173—74. April 1940. Los Angeles, Calif., County Sanitation Districts.) 230.6068

L. A. Allen, *Die Bestimmung von anorganischen Sulfaten in Abwasser*. Gegenüber der gravimetr. Sulfatbest. im Abwasser nach Abscheidung von SiO₂ u. Fe ermöglicht die Benzidinmeth. eine beträchtliche Zeitersparnis u. bei Einhaltung bestimmter Bedingungen befriedigende Übereinstimmung. Die Benzidinfällung soll nach einem mäßigen, für die Einstellung von p_H 3,0 (Gelbfärbung gegen Bromphenolblau) ausreichenden HCl-Zusatz mit einer dünnen, ca. 0,125% Benzidin enthaltenden Lsg. erfolgen, so daß der feine, leicht auswaschbare u. nicht backende Nd. sich leicht suspendieren läßt u. nach dem anschließenden Kochen nur noch ein kleiner Laugenzusatz erforderlich ist. Die Ergebnisse werden durch Ggw. von Sulfit, Thiosulfat u. Sulfid nicht gestört; wenn mehr als 1 Mol Fe auf 1 Mol SO₃ zugegen ist, fallen die Werte zu niedrig aus. Arbeitsvorschrift: Man setzt zu 200 ccm bei 2000 Umdrehungen/Min. vorgeklärten u. durch SEITZ-Filter gefiltertem klarem Abwasser einige Tropfen Bromphenolblau, tropfenweise 1/n HCl bis zum Umschlag in gelb; zu einer zweiten Probe von 200 ccm setzt man die gefundene Säuremenge ohne Indicator, ferner 200 ccm Benzidinreagens, dekantiert nach 1 Stde. bis auf 50 ccm, wäscht den Nd. im GOOCH-Tiegel 4 mal mit je 10 ccm gesätt. Benzidinsulfatlsg. aus, bringt den Nd. in 100 ccm heißes W., schüttelt durch, titriert mit 0,05n NaOH aus Mikrobürette, kocht 5 Min. u. stellt schließlich auf bleibende Rotfärbung ein. Zur Fällung werden 4 g Benzidin verrieben, mit 500 ccm W. u. 5,3 ccm HCl 1,18 gelöst, auf 2 Liter aufgefällt. (J. Soc. chem. Ind. 63. 89—94. März 1944. Watford, Herts., Water Pollution Res. Labor.) 230.6068

Kenneth Cookson, England, *Trinkwasserreinigung*. W., z. B. bereits in üblicher Weise gereinigtes Trinkwasser, wird mit Silicagel (II) u. gegebenenfalls vorher oder gleichzeitig mit akt. Tonerde (III) u./oder granulierter oder pulverförmiger Aktivkohle (IV) behandelt. Um den Geh. des W. an Fluoriden, die bes. für die Zähne schädlich sind, herabzusetzen, kann man das W. zuvor noch mit Ca-Orthophosphat (I) oder Stoffen, die I enthalten, z. B. mit calcinierten Knochen, in Berührung bringen. — Z. B. gibt man 1,6 g I zu 22,7 Liter Leitungswasser, verührt, läßt 3—4 Stdn. stehen u. schickt das W. dann durch eine Säule aus II, III u. IV. (F. P. 911 564 vom 18/6. 1945, ausg. 12/7. 1946. E. Priorr. 16/12. 1943 u. 9/3. 1944.) 832.6015

David Johnson Evans, England, *Verfahren und Vorrichtung zum Reinigen von Wasser durch Zusatz von Chloramin oder anderen Sterilisierungsmitteln*, welche bei der elektrolyt. Umsetzung von NH₄-Sulfat oder -Chlorid mit NaOCl entstehen. Das NaOCl wird durch Elektrolyse von NaCl gewonnen. Diese chemischen, durch Elektrolyse gewonnenen Prodd. werden innerhalb der Wasserreinigungsanlage hergestellt u. in einer zur Reinigung von W. geeigneten Form gewonnen. — Zeichnung. (F. PP. 908 673 u. 908 674 vom 16/8. 1940, ausg. 16/4. 1946.) 808.6015

V. Anorganische Industrie.

N. Ss. Uljanow und W. M. Jesutschewskaja, *Die Flotation von Phosphoriterzen des Portlandhorizontes des Jegorjewsker Vorkommens.* Durch Anreicherung wird bei der Flotation eine Erhöhung des P_2O_5 -Geh. im Konzentrat von 21,9 auf 27,5—27,9% bei einem Rückgang des unlösl. Anteils von 17,94 auf 6,5—6,0% u. des R_2O_3 -Geh. von 9,4 auf 4,5—3,9% erreicht. Reagensverbrauch (kg/t): Carbonsäuren 2—2,5, Wasserglas 1,0, Kalk 0,8—1,0. Auch der Erzanteil unter 0,25 mm Korngröße ermöglicht noch eine lohnende Flotation, da das Prod. als Phosphoritmehl verwendet werden kann. (Труды Научного Института по Удобрениям и Инсектофунгицидам им. Самойлова [Arb. wiss. Ssamoilow-Inst. Düngemittel Insektofungicide] 1939. 96—103.) 185.6102

N. Ss. Uljanow, *Die Flotation von Phosphoriterzen des Werchnekamer Vorkommens.* Für die Verarbeitung des Erzes wird eine Flotation mit dreifacher Reinigung des Konzentrats u. einfacher Reinigung der Rückstände entwickelt. Bei einer Flotationsdauer von 13,5 Min. (Konzentratreinigung 13—16,5 Min., Rückstandreinigung 13 Min.) erhält man ein Konzentrat mit $27,5 \pm 0,5\%$ P_2O_5 u. $4,5 \pm 0,5\%$ R_2O_3 . (Труды Научного Института по Удобрениям и Инсектофунгицидам им. Самойлова [Arb. wiss. Ssamoilow-Inst. Düngemittel Insektofungicide] 1939. 103—120.) 185.6102

N. Ss. Uljanow, W. M. Widonow und W. G. Konstantinow, *Die Flotation des Werchnekamer Phosphoriterzes mit vorheriger Röstung.* (Vgl. vorst. Ref.) Durch Vorrösten wird die Konzentratausbeute bei der Flotation erhöht. Man erhält ein Konzentrat mit 30% P_2O_5 u. 4,5% R_2O_3 bei 48% Ausbeute u. 57% P_2O_5 -Ausbringen u. ein Konzentrat mit 21,1% P_2O_5 bei 52% Ausbeute. Reagenverbrauch bei Flotation (kg/t): 6—6,5 Soda, 2 Acidol, 0,6 Erdöl, 8,6 Kerosin; bei der ersten Konzentratreinigung 0,2 Wasserglas, bei der zweiten 0,15 Wasserglas; Dauer der Flotation 9 Min., der ersten Reinigung 5—5,5 Min., der zweiten 8—8,5 Min., der dritten 16—16,5 Minuten. Verhältnis fest: fl. in der Trübe ca. 1 : 4. (Труды Научного Института по Удобрениям и Инсектофунгицидам им. Самойлова [Arb. wiss. Ssamoilow-Inst. Düngemittel Insektofungicide] 1939. 120—132.) 185.6102

N. Ss. Uljanow und W. M. Jesutschewskaja, *Die Flotation des Phosphoriterzes des Schtschigrower Vorkommens.* Das Erz mit 12% P_2O_5 liefert bei einstufiger Flotation ein Konzentrat mit 25,5—26% P_2O_5 u. 4,1—3,7% R_2O_3 (Ausbringen 75—80%), bei zweistufiger Flotation ein Konzentrat mit 27—28% P_2O_5 u. 3,83—3,5% R_2O_3 (Ausbringen 43—54%) u. ein zweites Konzentrat mit 19,5—21% P_2O_5 (Ausbringen 27—38%). Das einstufige Verf. wird zur techn. Anwendung empfohlen. (Труды Научного Института по Удобрениям и Инсектофунгицидам им. Самойлова [Arb. wiss. Ssamoilow-Inst. Düngemittel Insektofungicide] 1939. 145—151.) 185.6102

N. Ss. Uljanow, *Die Gewinnung von Glaukonit und Phosphorit aus den Rückständen der Anreicherungsfabriken des Jegorjewsker und Werchnekamer Vorkommens.* Um aus den untersuchten Phosphoriten ein Maximum an P_2O_5 u. daneben als Wasserenthärter verwendbaren Glaukonit zu gewinnen, werden die Rückstände der Anreicherung verarbeitet. Man erhält aus diesen durch Verdichtung, Klassifikation, Entwässerung, Trocknen, Brechen u. Magnetscheidung ein Glaukonitkonzentrat, das bei 400° 30 Min. erhitzt u. nochmals gebrochen neben Abfall einen guten Basenaustauscher ergibt. Phosphorit wird in zwei Konzentraten gewonnen. (Труды Научного Института по Удобрениям и Инсектофунгицидам им. Самойлова [Arb. wiss. Ssamoilow-Inst. Düngemittel Insektofungicide] 1939. 152—166.) 185.6102

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: **Joseph S. Reichert und Samuel A. McNeight,** Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Behälter zum Aufbewahren von Peroxydlösungen.* Die mit Peroxydlsgg., bes. mit alkal. reagierenden Lsgg., in Berührung kommenden Teile des Behälters werden aus Mg oder Legierungen mit hohem Mg-Geh. hergestellt. Es findet dann keine Korrosion des Gefäßes u. keine Abnahme des O_2 -Geh. der Lsg. statt, nach 3 Tagen ist diese noch nicht meßbar. (A. P. 2 316 487 vom 1/7. 1940, ausg. 13/4. 1943.) 805.6083

Henry Guiot & Fils, Frankreich, *Persalze und Herstellung von Sauerstoff enthaltenden alkalischen Laugen.* Persalze, wie Percarbonat oder Perborat, werden in gekörnter Form mit einer Schutzschicht überzogen, die eine vorzeitige Zers. der Persalze verhindert u. die es ermöglicht, die Salze ohne O_2 -Verlust bis zu ihrer Verwendung zu lagern u. je nach Bedarf stets wirksame sauerstoffhaltige alkal. Laugen durch Auflösen dieser so behandelten Persalze in Alkalilaugen zu bereiten. Zur Herst. der Schutzschicht verwendet man Kunstharzlsgg., z. B. in Cyclohexylamin aufgelöste Polyvinylharze, oder einen Gummilack. (F. P. 893 115 vom 5/4. 1943, ausg. 31/5. 1944.) 813.6083

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. Main, *Reinigung von Schwefel*. Rohschwefel, der noch mineral. Verunreinigungen, wie Sand, enthält, wird geschmolzen u. durch die Wände eines porösen Zylinders aus keram. Material filtriert, in dessen Innenraum ein schwaches Vakuum aufrechterhalten wird. Der Zylinder ist drehbar u. waagrecht gelagert u. taucht zu ca. $\frac{2}{3}$ in den fl. S ein. Die Dicke des Filterkuchens wird während der gesamten Dauer der Filtration konstant gehalten, indem man den Zylinder kontinuierlich an einer Abstreifvorr. vorbeidreht. Die dabei abgeschiedenen Verunreinigungen werden durch Zentrifugieren vor anhaftenden S befreit. (F. P. 909 731 vom 14/4. 1944, ausg. 16/5. 1946. D. Prior. 5/12. 1942.) 805.6087

Egyesult Izzolampa es Villamossagi Reszvenytarsasag, Ungarn, *Extraktion von Schwefelwasserstoff aus Gasgemischen*. Die Abscheidung von H_2S aus Gemischen mit anderen Gasen wird mit Lsgg. oder Suspensionen von solchen Metallverb. durchgeführt, die in alkal., neutraler oder schwach saurer Umgebung Sulfide bilden, die unter veränderten Reaktionsbedingungen leicht wieder zers. werden können, wobei die ursprünglichen Metallverb. wiederhergestellt werden, so daß das Verf. kontinuierlich durchgeführt werden kann. Am besten eignen sich dazu *Sn-* u. *Cd-Verb.*, weil mit ihnen die Rkk. am leichtesten verlaufen. So bildet z. B. eine $CdCl_2$ -Lsg. mit einem HCl-Geh. von 3,5% bei Temp. unter 100° noch CdS, während dieses bei einem HCl-Geh. von 4,1% bei 100° schon wieder unter Abgabe von H_2S zers. wird. Die Ausfällung kann auch in einer ammoniakal. Cd-Salz-Lsg. erfolgen; hier erfolgt die Niederschlagsbdg. schneller als in saurer Lösung. Beim Arbeiten in saurer $CdCl_2$ -Lsg. bildet sich im Laufe der Rk. so viel HCl, daß eine Temperaturerhöhung auf über 100° genügt, um das erhaltene Sulfid zu zersetzen. (F. P. 893 985 vom 2/4. 1943, ausg. 11/12. 1944. Ung. Prior. 2/4. 1942.) 805.6087

Erim, S. A., Schweiz, *Reduktion von Sulfaten zu Sulfiden*. Alkali- oder Erdalkalisulfate werden mit einem KW-stoff-haltigen Material gemischt u. in einer reduzierenden Atmosphäre auf $900--1000^\circ$ erhitzt. Die quantitative Umsetzung in Sulfide findet unter diesen Bedingungen schon bei Temp. unter 1000° statt, während bei den üblichen Reduktionsverf. mit Kohlen- oder Koksstaub Temp. über 1000° angewandt werden müssen. Die Rk. wird in Retorten oder in einem ERIM-Ofen (vgl. F. P. 885 257) ausgeführt. Die reduzierende Atmosphäre wird dadurch erzeugt, daß man durch die im gekörnten Zustande befindlichen Sulfate einen Strom von partiell verbrannten KW-stoff-Gasen leitet; bei der obengenannten Temp. werden diese ge rakt u. imprägnieren die Sulfate mit feinteiltem C, der dann die Red. herbeiführt. Statt in gekörntem, können die Sulfate auch in gepreßtem Zustande angewandt werden, indem man sie z. B. mit pulverisierter Fettkohle oder Magerkohle + Teer als Bindemittel zusammenpreßt. Das Verf. kann weiterhin zur Gewinnung von H_2S ausgebaut werden, indem man das feste Reaktionsprod. fein vermahlt, in W. suspendiert u. die Verbrennungsgase des Verf. einleitet. Dadurch entsteht ein Nd. von Erdalkalicarbonaten u./oder eine Alkalicarbonatlösung. H_2S wird frei. (F. P. 908 407 vom 3/7. 1944, ausg. 9/4. 1946.) 805.6087

* **George A. Phillipon und Richard Thomas & Co. Ltd.**, *Ammonsulfatkrystalle*. Man erhält große Krystalle von NH_4 -Sulfat, wenn man H_2SO_4 in einem NH_3 -Gasstrom unmittelbar vor seiner Verteilungsstelle in dem Sättiger zerstäubt. Eine nachfolgende Neutralisierung des Prod. ist auf diese Weise unnötig geworden. Freie Säure, die an den NH_4 -Sulfat-Krystallen haftet, wird durch Waschen mit W. entfernt. (E. P. 557 924, ausg. 10/12. 1943.) 820.6087

Imperial Chemical Industries, Ltd., Großbritannien, *Herstellung von Schwefel-Stickstoff Verbindungen*. Zur Regelung der anfangs sehr heftigen Rk. zwischen Schwefelchloriden (I) u. Ammoniak (II) in organ. Lösungsmitteln bei der Herst. von S-N-Verb. gemäß E. P. 544 577, die zu starken Verdampfungsverlusten von I führt, fügt man dem Reaktionsgemisch von Anfang an 2—4% des Gewichts von I an S-N-Verb. zu, die bei vorhergehenden gleichartigen Rkk. gewonnen worden sind. Das Reaktionsgemisch besteht dann aus S-N-Verb., die als Schwefelnitride bezeichnet werden können, Schwefelimid (S_7NH)S u. NH_4Cl . Man löst z. B. 14 kg I mit einem Cl-Geh. von 69% in 80 Liter CCl_4 , das noch Reaktionsprod. einer vorangehenden Rk. zwischen I u. II enthält, löst darin 550 g eines trocknen, NH_4Cl -freien Reaktionsproduktes. Dann wird bei n. Temp. II eingeleitet, bis die Lsg. eine lachsrote Farbe angenommen hat. Aus dem Reaktionsgemisch wird mit W. NH_4Cl extrahiert u. zum Rest Gips zugesetzt. Dieser fällt aus der Lsg. die „Schwefelnitride“ aus u. soll außerdem ihre starke Neigung zur Explosivität vermindern. Der Gips kann durch Kreide, Talkum, Bentonit usw. ersetzt werden, die Menge des Zusatzes wird so gewählt, daß das Endprod. ca. 20% S-N-Verb. enthält. (F. P. 916 706 vom 31/10. 1945, ausg. 13/12. 1946. E. Prior. 25/7. 1941 u. 24/7. 1942.) 805.6087

* N. Ss. Artamonow, *Selentetrachlorid*. SeCl_4 erhält man durch Chlorieren von SeCl_2 in $\text{C}_2\text{H}_5\text{Br}$. Das feste Reaktionsprod. wird abfiltriert u. mit CS_2 gewaschen. (Russ. P. 67 256, ausg. 31/10. 1946.) 813.6093

Solvay & Cie., Belgien, *Herstellung von Chloriten*. Die Herst. wird nach der Rk. $2 \text{NaOH} + 2 \text{ClO}_2 + \text{BaO}_2 \rightarrow 2 \text{NaClO}_2 + \text{Ba(OH)}_2 + \text{O}_2$ ausgeführt u. die Reaktionsprodd. Ba(OH)_2 u. O_2 werden benutzt, um daraus wieder BaO_2 zu gewinnen, wodurch die Herst. überhaupt erst industriell durchführbar wird. Ba(OH)_2 wird aus der Lsg. durch Abkühlen auf 10° fast quantitativ ausgeschieden, durch Erhitzen auf ca. 200° entwässert u. dann in bekannter Weise mit O_2 zu BaO_2 umgesetzt. NaClO_2 , das dabei noch in Lsg. bleibt, kann erst nach erfolgter Konzentrierung derselben u. Abkühlen auf ca. 25° auskryst. werden; die Mutterlauge wird unter Zusatz von NaOH , BaO_2 u. ClO_2 wieder verwendet. An Stelle von BaO_2 können auch andere, durch O_2 leicht regenerierbare Peroxyde verwendet werden, deren Kation von dem des herzustellenden Chlorits verschieden ist. (F. P. 906 742 vom 10/8. 1944, ausg. 17/1. 1946. Belg. Prior. 24/6. 1944.) 805.6095

Appareils et Evaporateurs Kestner Soc. An., Frankreich, *Verfahren und Vorrichtung zur Entfernung und Gewinnung von CO_2 aus Koksofen- oder Wassergas zwecks Gewinnung von Wasserstoff für die Ammoniaksynth. u. von reiner CO_2 aus dem zu behandelnden Gasegemisch*. Die Gase werden in einer Washkolonne mit W. unter erhöhtem Druck behandelt, u. durch stufenweise Herabsetzung des Druckes werden zunächst die weniger lösl. Gase u. später die leicht lösl. CO_2 aus dem W. zurückgewonnen. — Dazu mehrere Zeichnungen. (F. P. 907 876 vom 17/11. 1944, ausg. 25/3. 1946.) 808.6097

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. Main, *Ammoniakverbrennung*. Bei denjenigen NH_3 -Oxydationsverff., die mit einer Katalysatorkombination aus Edelmetall-drahtnetzen u. Oxydschichten arbeiten, tritt nach einiger Zeit eine Verminderung der Wirksamkeit der ersteren ein, weil sie durch Oxydstaub verunreinigt u. außerdem chem. in ihrer Zus. verändert werden, da die meist angewandten Oxyde von Bi, Fe u. Mn bei den angewandten Temp. mit Edelmetallen reagieren. Zur Vermeidung dieses Nachteils wird zwischen den beiden Katalysatoren eine hochporöse Schicht von Quarz- oder Asbestwolle angeordnet oder eine Filterschicht aus einem anderen Stoffe, der unter den Reaktionsbedingungen der NH_3 -Verbrennung indifferent ist. Diese Schicht hat außerdem den Vorteil, daß durch sie die beim Verf. unvermeidlichen Verluste an Edelmetallen vermieden werden, da sie die losgerissenen Partikel zurückhält. (F. P. 894 220 vom 23/4. 1943, ausg. 18/12. 1944. D. Prior. 24/4. 1942.) 805.6097

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. Main, *Wasserabscheidung aus dem Gasegemisch der Ammoniakverbrennung*. Nach dem Verf. des Hauptpatents werden die Gase der NH_3 -Oxydation zuerst durch starke Abkühlung u. dann durch Einw. von mäßig konz. HNO_3 von der Hauptmenge des W. befreit. Es wurde nun gefunden, daß man sie vollständig trocknen kann, wenn man zwischen diesen beiden Prozessen noch eine Behandlung mit HNO_3 von etwas höherer Konz. bei etwas erhöhter Temp. einschaltet. Hierbei wird gleichzeitig das vorhandene NO nach der Gleichung $\text{NO} + 2 \text{HNO}_3 = 3 \text{NO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ oxydiert. Die Rk. wird begünstigt, wenn man der HNO_3 Nitrate zusetzt. Zu diesem Zwischenprozeß verwendet man z. B. eine 50%ig. HNO_3 bei 75° . Der Geh. der Gase an NO_2 wird dadurch von 11 auf 16,5 Vol.-% gesteigert. Darauf folgt gemäß dem Hauptpatent die Behandlung mit 35%ig. HNO_3 bei 30° . (F. P. 53 425 vom 27/7. 1943, ausg. 10/1. 1946. D. Prior. 30/4. 1942. Zusatz zu F. P. 896 731.) 805.6097

VI. Silicatchemie. Baustoffe.

N. Armand Di Méo, Frankreich, Seine, *Glasurartiger Überzug ohne Fugen*. Zum Zwecke der Innenglasierung von Gefäßen aller Art für Getränke (Wein, Bier, Obstwein), Öle u. chem. Erzeugnisse bestreicht man die inneren Wände mit einer fl. Mischung aus 40% Glaspulver, 15% Zement, 15% Kaliumsilicat u. 30% Wasser. Das Auftragen der M. kann von Hand oder durch mechan. oder pneumat. Vorr. erfolgen. Nach dem Trocknen wird ein emailartiger gleichmäßiger Überzug ohne jede Fugenbildg. erhalten. (F. P. 910 744 vom 12/12. 1944, ausg. 17/6. 1946.) 800.6175

* Titanium Alloy Mfg. Co., übert. von: Cecil E. Every, England, *Herstellung von Zirkondioxyd*, welches geeignet ist zum Undurchsichtigmachen von Glasemail. — ZrO_2 , welches SiO_2 enthält oder welchem 2—10% SiO_2 zugesetzt worden sind, wird gemahlen u. danach mit der 2,5—4fachen Gewichtsmenge von geschmolzenem NaOH bei 750° verrührt. Nach beendeter Rk. läßt man die M. fest werden, laugt mit W. u. Säure aus, um alle lösl. Na- u. Si-Verbb. zu entfernen, u. trocknet u. calciniert bei 600 — 800° . (E. P. 564 060, ausg. 12/9. 1944.) 808.6175

* **Norton Grinding Wheel Co. Ltd.**, England, *Siliciumcarbidschleifmittel*, enthaltend ein *Borosilicatglas* als Bindemittel, welches aus ZrO_2 , TiO_2 , Al_2O_3 , einem Erdalkalioxyd u. B_2O_3 besteht. (E. P. 563 652, ausg. 24/8. 1944.) 808.6191

* **Norton Grinding Wheel Co. Ltd.**, *Schleifstücke* aus Latex von copolymerisiertem Butadien in Ggw. von körnigem Schleifmaterial u. einem Vulkanisiermittel mit Hilfe einer mit Latex hergestellten Verb. eines Alkalimetalles (Na). Die M. wird in der entsprechend gewünschten Form vulkanisiert. (E. P. 575 865, ausg. 8/3. 1946.) 800.6191

* **Carborundum Co.**, übert. von: Arthur Abbey, V. St. A., *Herstellung von Schleifmitteln*. Die Schleifkörperteilchen werden mittels eines Bindemittels zusammengelassen, welches aus einem vulkanisierten Polymerisationsprod. in Form eines *Mischpolymerisats* (I) von Butadien mit einem oder mehreren härtenden Monomeren besteht. Das Prod. I enthält z. B. Schwefel als Vulkanisationsmittel. (E. P. 563 556, ausg. 21/8. 1944.) 808.6191

* **Norton Grinding Wheel Co. Ltd.**, *Harzartige Massen und Schleifmittel*. Zur Herst. von Schleifscheiben werden als Bindemittel für die Schleifkörner *Phenolaldehydharze* benutzt, die Hexamethylentetramin u. ein oder mehrere halogenierte Weichmachungs- u. Härtingsmittel enthalten. Geeignet sind für diesen Zweck z. B. Dichlordiäthyläther, Tri-, Tetra- oder Pentaglykoldichlorid, Dimonochloracetat des Äthylenglykols, Trimonochloracetat des Glycerins oder des Trimethylpropans, Chloracetate des Glycerin- α β - oder - α γ -dichlorhydrins sowie Di-(2-chloräthyl)-succinat, -maleat oder -phthalat. (E. P. 576 330, ausg. 29/3. 1946.) 809.6191

Corning Glass Works, V. St. A., *Feuerfestes Material*. Eine feuerfeste M., die in Formen gegossen werden kann u. chem. widerstandsfähig gegen den Angriff von Schlacken aus Elektrostahlöfen mit geringem Geh. an Erdalkalioxyden ist, besteht aus einem Gemisch der 3 *Spinelle* $\text{FeO} \cdot \text{Cr}_2\text{O}_3$, $\text{MgO} \cdot \text{Cr}_2\text{O}_3$ u. $\text{FeO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$. Die Zus. braucht nicht genau der Formel zu entsprechen, die Oxyde der 2wertigen Metalle können bis zu 20% im Überschuß gegenüber denen der 3wertigen Metalle vorhanden sein u. umgekehrt. Die Menge der Mol von $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Cr}_2\text{O}_3$ kann demnach 80–120% der Mol von $\text{FeO} + \text{MgO}$ betragen. Da FeO u. Cr_2O_3 durch C-Elektroden leichter red. werden als die anderen Oxyde, verwendet man zweckmäßig zur Herst. des Gemisches die minimal zulässigen Mengen davon. Als Ausgangsprod. werden Chromgrün, Fe_2O_3 oder Fe_3O_4 , handelsübliches MgO u. Al_2O_3 in einem Reinheitsgrade benutzt, wie er zur elektrochem. Al-Herst. nötig ist. Das Gemisch kann ohne Änderung seiner Eigg. auch bis zu 8% Si enthalten, so daß an Stelle von Chromgrün auch Cr-Mineralien mit etwas Gangart verwendet werden können. Die zulässigen Mengen der 4 Oxyde sind in einem Tetraederdiagramm angegeben. Ein Gemisch aus 54% Cr_2O_3 , 26% Fe_2O_3 , 15% Al_2O_3 u. 5% MgO ist z. B. widerstandsfähig gegen Schlacken mit 72% FeO , 16% Al_2O_3 , 4% Cr_2O_3 , 6% SiO_2 u. 2% $\text{CaO} + \text{MgO}$. (F. P. 916 921 vom 5/11. 1945, ausg. 19/12. 1946. A. Prior. 1/8. 1944.) 805.6223

* **Filtrol Corp.**, übert. von: Wright W. Gary, *Säurebehandlung von Tonen*. Um das Adsorptionsvermögen u. die katalyt. Eigg. der Tone zu erhöhen, behandelt man sie mit Säure, unterbricht die Einw., bevor die Säure verbraucht ist, filtriert das Gemisch, wäscht den Filterkuchen u. führt die abgetrennte Säure zur Behandlung neuen Tons zurück. — Eine App. zur Durchführung des Verf. wird beschrieben. (Can. P. 435 845, ausg. 16/7. 1946.) 813.6221

Portlandzementwerk Dotternhausen, Rudolf Rohrbach, K. G., *Herstellung von Mineralwolle*. Ein Gemisch mit einem F. unter 1500°, das sich gut zur Herst. von Mineralwolle eignet, hat folgende Zus.: 35–60% SiO_2 , 10–40% $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$ (dabei mindestens 10, höchstens 36% Al_2O_3), 1–45% CaO , bis zu 7% MgO , außerdem muß das Verhältnis $\frac{\text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3}{(\text{CaO} + \text{MgO})} > 1$, vorzugsweise mindestens gleich 1,2 sein. Ein natürliches Mate-

rial, das etwa diese Zus. hat, sind die Rückstände der Schieferöldest., die man unmittelbar nach beendeter Dest. unter Ausnutzung der Destillationswärme bis über ihren F. erhitzt. Wenn diese einen zu hohen Geh. an C u. S besitzen, so müssen diese Elemente durch Einleiten von Luft vor oder nach dem Schmelzen des Materials verbrannt werden. Zur weiteren Erniedrigung des F. können auch die üblichen Flußmittel angewandt werden. (F. P. 902 563 vom 10/3. 1944, ausg. 4/9. 1945. D. Prior. 4/6. 1943.) 805.6237

VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung.

C. M. Harrison und W. N. Crawford, *Beeinflussung der Saatproduktion des Glanzgrases durch Stickstoffgaben*. Als N-Quelle diente $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Es wurde in 5 Gaben gegeben: im ersten Jahre im April, Mai u. Juni, im zweiten im April u. Mai. Die beiden ersten Gaben brachten gegenüber der Kontrolle einen merklich erhöhten Saatanfall, wogegen die

Junigabe keinen Einfl. mehr auf die Saatproduktion hatte. Im zweiten Jahre ergab nur die erste Gabe eine merkliche Saatsteigerung. Merkliche Einfl. auf den Termin der Saat- reife ergaben sich bei den verschie- d. N-Raten kaum, die Menge der Futterproduktion wird am besten beeinflußt durch die Maigabe des ersten Jahres u. die Aprilgabe des zweiten Jahres. (*J. Amer. Soc. Agronom.* 33. 643—51. Juli 1941. East Lansing, Mich. Agric. Exp. Stat.) 182.6308

Imperial Chemical Industries Ltd., (Erfinder: **Ralph Parmella**) England, *Herstellung von hydrophoben Düngemitteln*. Um die Düngemittel haltbar u. lagerfähig zu machen, werden sie mit einer organ. hydrophoben Substanz, z. B. mit Mineralölen oder pflanzlichen oder tier. Ölen u. anschließend mit einem pulverförmigen Stoff, z. B. mit gebranntem Gips oder wasserfreiem CaSO_4 , denen ein oder mehrere Hydratationsbeschleuniger in Form von schwefel- oder sauren schwefel- oder Alkali- oder NH_4 -Salzen zugesetzt werden, behandelt. Weitere Zusatzmittel sind die Sulfate des Zn, Cu, Al, Fe^{II} , Fe^{III} oder ihre Doppelsulfate. Die Zusatzmengen betragen 0,3—2% Öl u. 2—6% von dem pulverförmigen Material, berechnet auf die Düngemittelmenge. — 90 (kg) gekörntes NH_4NO_3 , welches 0,08% Feuchtigkeit enthält, werden auf 80° erwärmt u. mit 0,9 Mineralöl in einem rotierenden Mischer ca. 10 Min. lang verrührt. Danach werden 4,5 Gips innerhalb von 10 Min. nachgegeben u. einige Min. gemischt. Das Prod. ist dann verpackungsfähig. (*F. P.* 913 413 vom 17/8. 1945, ausg. 10/9. 1946. *E. Priorr.* 18/8. 1944 u. 1/6. 1945.) 808.6281

Société des Engrais Magnésiens du Nord, Frankreich, *Phosphatdünger*. Thomas- schlacke, Phosphate oder Phosphorite werden in feingemahlenem Zustande oder granu- liert in einem Drehrohfen mit MgCO_3 erhitzt. Außerdem werden so viel Alkali- oder Erdalkalibarbonate oder Silicate u. Al_2O_3 zugegeben, daß das Gemisch annähernd neutral ist. Schließlich können noch C-haltige Stoffe, wie Schornsteinruß, beigemischt werden. Nach dem Glühen wird das Gemisch mit kaltem W. abgeschreckt u. zusammen mit Abfällen der Sulfitecellulosefabrikation vermahlen. Es enthält einen hohen Anteil an citronensäurelös. P_2O_5 . Zur Beschleunigung der Rk. im Drehrohfen kann CO_2 , Wasser- dampf oder ein Gemisch von beiden eingeleitet werden. (*F. P.* 908 972 vom 11/8. 1944, ausg. 24/4. 1946.) 805.6283

René Louis Emile Joseph Vagogne, Frankreich, *Mineraldüngemittel*. Zur Verbesserung P- armer einheim. Phosphate, z. B. von *Somme-Phosphaten*, die nur 7—8% P_2O_5 enthalten, werden diese fein gemahlen, mit N- u. K-haltigen Düngemitteln, z. B. *Ammonnitrat* oder *KCl*, gemischt u. mit einem Druck von 200 kg/qcm in Stücke von beliebiger Größe gepreßt. Zur Wertsteigerung können als Zusatzmittel auch *Superphosphate* verwendet werden. Auch ein Gemisch von Ammonnitrat, Superphosphat u. Kalisalzen kann zu- gesetzt werden; die Mengenverhältnisse sind in weiten Grenzen beliebig. (*F. P.* 893 950 vom 28/1. 1943, ausg. 14/11. 1944.) 805.6283

* **Christiana Spigerverk**, übert. von: **Jon Aarvik**, *Phosphatdünger. Rohphosphate* oder Flotationskonzentrate von *Apatit* werden in Ggw. von Wasserdampf mit größeren Mengen von SiO_2 u. FeO zusammengeschmolzen, um den F. zu erniedrigen. Die Mengenverhältnisse beider Zusätze werden so geregelt, daß die entstehenden Silicate den niedrigsten F. im FeO-SiO_2 -Diagramm haben. Es kann außerdem noch so viel CaO zugegeben werden, daß das erzeugte Ca-Phosphat genau die Zus. $3 \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{CaF}_2$ hat. Die Zusätze erfolgen am besten in Form von *Quarz*, *Al-Silicat-haltiger Schlacke* u. *Eisenerz*. Man mischt beispiels- weise 56 (Teile) Apatit (mit 30% P_2O_5) mit 36 Fe-Silicat (mit 37% SiO_2 u. 52% FeO) u. behandelt mit Dampf bei 1300°. (*N. P.* 66 908, ausg. 5/6. 1945.) 805.6283

Jean Boucaud und **Guy-Raymond Richard**, Frankreich, *Künstlicher Dünger aus Pflanzenmaterial*. Saubere u. unzers. Pflanzenabfälle, z. B. *Stroh*, werden einer *Fermen- tation* mit einer Lsg. unterworfen, die Nährstoffe für die im Ausgangsmaterial von Natur aus enthaltenen Bakterien u. zugleich einen Katalysator für die Rk. enthält. Zu 100 Liter Nährlsg. werden verwendet: 12,5 kg NH_4Cl , 15 kg $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ u. 6,25 kg $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$; an Stelle dieser Verb. können auch andre verwendet werden, die die gleichen Ionen im gleichen Mengenverhältnis enthalten. Als Katalysator werden der Lsg. zugesetzt: 125 g MgSO_4 , 5 g KMnO_4 , 5 g FeCl_2 u. 5 g $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{MoO}_3$. Von dieser Lsg. gibt man ca. 1 Liter zu 1 cbm Stroh mit 70% Feuchtigkeit. Wenn der pH -Wert des Gemisches auf 9,0 stehen bleibt, ist die Fermentierung beendet. Dann wird getrocknet, bis die M. nur noch 7—8% W. enthält. Hieraus gewinnt man durch Extraktion mit 1/15 mol. Dinatrium- phosphat eine Lsg., die man den folgenden Fermentationen als biol. Katalysator zusetzt (zusammen mit der obengenannten Lsg.). (*F. P.* 907 423 vom 13/4. 1944, ausg. 12/3. 1946.) 805.6295

* **Cornish Manure Ltd.**, übert. von: **Charles Townsend** und **Frederick H. Small**, *Dünger aus Torf*. Torf wird in fein verteiltem Zustande mit einer verd. Säure gerührt u. dann eine Zeit lang stehengelassen, bis die Hemicellulosen, Pentosane u. Proteine zum größten Teil hydrolysiert sind. Dann werden die in der überstehenden Fl. koll. gelösten Stoffe ausgefällt, die Fl. abgetrennt u. der Rückstand bis zur gewünschten Acidität neutralisiert. Dann wird er getrocknet u. mit Kulturen von pflanzenwuchsfördernden Bakterien geimpft. (E. P. 577 473, ausg. 20/5. 1946.) 805.6295

Norddeutsche Affinerie, Deutschland, *Zusatz von Spurenelementen zu Mineraldünger*. Bei der Herst. von Mineraldüngern durch Vermahlen von Naturprodd., wie Basalt, Phonolith, Turmalin, oder von Schlacken setzt man sogenannte Spurenelemente zu, indem man diejenigen Organe der Zerkleinerungsvorr., z. B. die Kugeln in den Kugelmühlen, die mit dem Material in Berührung kommen, nicht wie bisher aus bes. gehärteten Legierungen herstellt, sondern aus solchen Metallen, die in Spuren im Endprod. enthalten sein sollen, z. B. *Cu* u. *Mn*, oder aus Legierungen, wie *Bronze*, *Ferrochrom*, *Cu + Co*, *Cu + Mo*. Durch die beim Vermahlen eintretende natürliche Abnutzung geht, wie Verss. ergaben, soviel Metall in das Endprod. über, wie darin im allg. als Spurenelement vorhanden sein soll. In einer Kugelmühle, die 7 t Stahlkugeln enthält, verwendet man z. B. beim Vermahlen von Basalt gleichzeitig 1000 kg Kugeln aus *Cu* u. gibt stündlich 80 kg weitere *Cu*-Kugeln zu. Das Endprod. enthält dann bei einer stündlichen Produktion von 2 t 0,4% *Cu*. (F. P. 903 006 vom 24/3. 1944, ausg. 21/9. 1945. D. Prior. 2/4. 1943.) 805.6297

Léon Bercovici, Belgien, *Bodenverbesserung*. Zur Erhöhung des Ertrages von Böden die sich dauernd in Kultur befinden, z. B. Viehweiden, setzt man feingemahlene Schlacken zu, die mehr als 0,1% *Co* enthalten. Diese werden vorher einer Säurebehandlung, bes. einer solchen mit H_2SO_4 unterzogen, um die darin vorhandenen *Co*-Verbb. leicht lösl. zu machen. Beispiele für verwendbare Schlacken sind solche mit 0,44% *Co*, 11% *Fe*, 3% *MgO*, 2% *Zn*, 10% Al_2O_3 , 33% *CaO* u. 38,50% SiO_2 oder: 1,10% *Co*, 5,40% *Fe*, 4% *MgO*, 1% *Zn*, 9% Al_2O_3 , 38% *CaO* u. 38% SiO_2 . (F. P. 904 128 vom 8/5. 1944, ausg. 26/10. 1945. Belg. Prior. 10/7. 1943.) 805.6305

Léon Bercovici, Belgien, *Bodenverbesserung*. Zur Erhöhung des Ertrages von Acker-u. Weideland setzt man den Böden feingemahlene Schlacken zu, die weniger als 0,1% *Kobalt*, jedoch kein *Kupfer*, enthalten. Diese können beliebiger Herkunft sein, müssen jedoch vor ihrer Anwendung einer Säurebehandlung, bes. mit H_2SO_4 , unterworfen werden, um die darin vorhandenen *Co*-Verbb. leichter lösl. zu machen. Verwendbar sind z. B. Schlacken mit folgender Zus.: 0,05% *Co*, 12% *Fe*, 3% *MgO*, 1% *Zn*, 10% Al_2O_3 , 33% *CaO*, 39% SiO_2 , oder: *Co* in Spuren, 5% *Fe*, 2% *Zn*, 4% *MgO*, 9% Al_2O_3 , 38% *CaO*, 38% SiO_2 . (F. P. 904 129 vom 8/5. 1944, ausg. 26/10. 1945. Belg. Prior. 10/7. 1943.) 805.6305

Solvay & Co., Belgien, *Unkrautvertilgungsmittel*. Zur Vermeidung der Nachteile der Anwendung von *Na*-Chlorat, bes. seiner Feuergefährlichkeit, ersetzt man diese Verb. durch ein neu dargestelltes *bas. Calciumchlorat* (I) von der Formel $Ca(ClO_3)_2 \cdot Ca(OH)_2$. Es wird durch Ausfällung aus $Ca(ClO_3)_2$ -Lsg. mit 1,1 Mol $Ca(OH)_2$ auf 1 Mol $Ca(ClO_3)_2$ bei n. oder erhöhter Temp. hergestellt. I ist bei n. Temp. zu 50%, bei 100° zu 55% in *W.* löslich. Zur Gewinnung eines kryst., leicht filtrierbaren u. trocknenden Nd. gibt man zu einer $Ca(ClO_3)_2$ -Lsg. die berechnete Menge $Ca(OH)_2$ in Form von Kalkmilch oder als Suspension in einer $Ca(ClO_3)_2$ -Lsg., die als Filtrat von vorhergehenden Ausfällungen zurückgeblieben ist. Wenn $Ca(OH)_2$ auf einmal u. in fester Form zugesetzt wird, so erhält man einen schwer filtrierbaren Nd., der nur durch Abdampfen des *W.* u. Zusatz von etwas $Ca(OH)_2$ zum feuchten Rückstand getrocknet werden kann. Man suspendiert z. B. 7,8 kg *CaO* in 1300 Liter 55% ig. $Ca(ClO_3)_2$ -Lsg. von 100° u. gibt dazu 260 Liter einer Lsg. von 22 kg $Ca(ClO_3)_2$ in 55% ig. $Ca(ClO_3)_2$ -Lsg. von 100°. Es bildet sich dabei ein Nd. von 22 kg I, der filtriert u. abzentrifugiert wird, wobei man 1550 Liter Mutterlage erhält, die bei der nächsten Ausfällung wieder verwendet werden. (F. P. 916 676 vom 30/10. 1945, ausg. 12/12. 1946. Belg. Prior. 5/12. 1944.) 805.6313

* **Dow Chemical Co.**, übert. von: **Frank B. Smith** und **Walter E. Ripper**, *Unkraut- und Insektenvertilgungsmittel*. Eine Lsg. von *Dinitro-o-kresol* in einem organ. Lösungsm. läßt man von einem festen, inerten Stoff aufsaugen u. verdampft dann das Lösungsmittel. Die angewandten Mengenverhältnisse müssen so aufeinander abgestimmt werden, daß das Endprod. nicht mehr als 8% *Dinitro-o-kresol* enthält. Es wirkt zugleich gegen Unkraut u. gegen Insekten. (E. P. 557 695, ausg. 1/12. 1943.) 805.6313

American Cyanamid Co., V. St. A., *Herstellung von Magnesiumcyanid*. Trocknes *Mg*-Pulver wird mit wasserfreier *HCN* in fl. NH_3 zur Rk. gebracht u. aus dem entstehen-

den Komplex von $Mg(CNH)_2 \cdot 2H_3$ das NH_3 durch Erhitzen des abfiltrierten Nd. auf Temp. zwischen 150 u. 350°, vorzugsweise zwischen 130 u. 230°, wieder abgespalten. Man arbeitet dabei im Vakuum unter strengem Ausschluß von Luft u. Feuchtigkeit. Es können dazu auch Legierungen von Mg mit Zn, Cu, Al, Fe, Mn u. Si verwendet werden. Cu u. Zn bilden dabei ebenfalls Cyanide, die zum Teil lösl. sind u. aus dem Filtrat gewonnen werden können; Al, Fe u. Mn u. Si reagieren unter den obengenannten Bedingungen nicht u. bilden Verunreinigungen des Endprod., die jedoch bei seiner Verwendung als Vergasungsmittel zur *Schädlingsbekämpfung* nicht stören. Man löst z. B. in 250 (Vol.-Teilen) fl. NH_3 bei -30° 4,75 HCN ohne Kühlung u. setzt 1,93 Mg-Pulver, das durch das Sieb Nr. 30 noch hindurchgeht, zu. Nach $3\frac{1}{2}$ std. Rühren, wobei das Vol. der Mischung durch Zugabe von fl. NH_3 konstant gehalten wird, filtriert man die weißgrauen Krystalle ab, wäscht sie mit fl. NH_3 u. erhitzt sie im Vakuum 3 Stdn. auf 180° . Der hellgraue Rückstand enthält 90,7% Mg; an der Luft gibt er langsam HCN ab. (F. P. 916 691 vom 31/10. 1945, ausg. 12/12. 1946. A. Prior. 30/11. 1944.) 805.6313

VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

Robert Durrer, *Eisenschwammgewinnung nach dem Wiberg-Verfahren*. Eingehende Ausführungen über das Verf. u. die WIBERG-Anlage in Söderfors. (Stahl u. Eisen 63, 700—03. 23/9. 1943.) 112.6392

—, *Verschleißfestes Gußeisen mit hohem Mangangehalt*. Behandelt werden Herst. u. Eigg. eines Gußeisens mit 10 (%) Mn, 3 Si u. 3 C. Das Eisen wird brüchig, wenn es Temp. von über $700^\circ F$ ($370^\circ C$) ausgesetzt wird; bei Temp. über $1450^\circ F$ ($790^\circ C$) wird es wieder bzw. bleibt es duktil. Seine Haupteig. ist sein Widerstand gegen Abnutzung durch Verschleiß. (Foundry 73, Nr. 11. 151. Nov. 1945.) 112.6404

W. Montgomery, *Säurebeständigkeit und technische Überwachung in Emaillierwerken*. Nach allg. Ausführungen über die grundlegenden Unterschiede beim Emaillieren von Gußeisen u. weichem Stahl wird eingegangen auf den Einfl. des Gießverf. u. die Zus. des Gußeisens für Emaillierzwecke. Feine Graphitausldg. ist vorteilhaft; je mehr die Graphitisation vor dem Emaillieren vorgeschritten ist, umso besser ist es; hierfür wirken Si u. P günstig. Bzgl. des Einfl. eines Cu-Geh. ergaben Unterss. mit 0—6% Cu die besten Ergebnisse bei 1—2% Cu. (Foundry Trade J. 69, 329—32. 334. 22/4. 1943.) 112.6404

H. Laplanche, *Das Graphitisieren im festen Zustand und seine industrielle Anwendung, der Temperguß*. Die prim. u. sek. Graphitldg. u. ihre Beeinflussung durch besondere Wärmebehandlungen u. durch die Zus. des Eisens werden erläutert. Der P-Geh. soll unter 0,2% gehalten werden, um die Bldg. von sprödem *Steadit* zu vermeiden. S wirkt verzögernd auf die Graphitldg., dieser Einfl. kann jedoch durch einen Mn-Geh. aufgehoben werden; wenn aber der Mn-Geh. den Betrag von 0,20% plus dem 1,7fachen S-Geh. übersteigt, dann wird die sek. Graphitldg. gehemmt. Auch auf den Einfl. anderer Elemente wird kurz eingegangen. Auf die Möglichkeit, durch Wärmebehandlung graues Gußeisen so zu graphitisieren, daß sein Gefüge aus freiem Ferrit u. Graphit bei Abwesenheit von Perlit besteht, wird hingewiesen. (Materials and Methods 24, 1526—27. Dez. 1946.) 112.6406

Gabriel Joly, *Schalenbildung beim europäischen Temperguß*. Die Schalenldg. wird verursacht durch eine Oxydation an den Ferritkorn Grenzen infolge zu starker Frischwrkg. der Tempergase. Es werden Vorschläge zur Verhinderung einer derartigen Schalenldg. gemacht. (Bull. Assoc. techn. Fond. 16, 51—55. Okt./Dez. 1942.) 112.6406

Je. M. Schewandin, *Der Einfluß niedriger Temperaturen und hoher Belastungsgeschwindigkeiten auf die Eigenschaften von Metallen*. Zur vergleichenden Wertung des Einfl. der Verformungsgeschwindigkeit u. der Temp. auf die Eigg. von Metallen, bes. Stahl, wurde ein Verf. ausgearbeitet, bei dem mittels eines stat. u. dynam. Eindruckes eines Stempels mit kon. oder kugeligern Endstück auf der geschliffenen Oberfläche der Metalle Eindrücke bei verschied. Temp. (Zimmertemp. u. -196°) u. mit verschied. Belastungsgeschwindigkeiten ausgeführt wurden. Nach Erzeugung des Eindruckes wurde der um ihn erzeugte Massenandrang durch nachfolgendes Abschleifen bis zur ursprünglichen Probenoberflächenebene abgenommen. Durch Ausmessung auf dem Komparator wurde der Zonendurchmesser der Verbreiterung der plast. Verformung (Zone des Andranges) bestimmt. Die Verss. wurden an *Stählen* mit 0,16% C (im geglühten Zustande), mit 0,4% u. 0,8% C sowie an *Messing* durchgeführt. Ausführungen der stat. Belastungen bei 20° u. -196° , der dynam. bei 20° . Hierbei wurde die Variation der Versuchsbedingungen (Größe der stat. Belastungen u. Fallhöhe des Stößels) in allen Fällen durch Berechnung so ausgewählt, daß der Durchmesser der Eindrücke unverändert blieb. Bei Stahl wird bei Erniedrigung der Temp. bis -196° u. bei Erhöhung der Belastungsgeschwindigkeit

bis zum Schlag das Gebiet der Verbreitung der plast. Verformung verkleinert. Es wurde Gleichheit der Größe des verformten Gebietes um den Eindruck beim stat. Vers. bei -196° u. bei Schlagbeanspruchung bei 20° ermittelt. Auf Grund der aus den Ergebnissen gewonnenen Erkenntnisse erscheint die Prüfung von Metallen nach dem bekannten Verf. nach TAMMAN u. MCLLER nicht in allen Fällen zuverlässig. (Журнал Технической Физики [J. techn. Physics] 16. 1235—46. Leningrad, Physikal.-Techn. Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 310.6408

Fritz Eisenkolb, *Untersuchungen über die Kaltbildsamkeit und Alterungsanfälligkeit von Tiefziehblech.* An Blechstreifen, die mit einem neuen Gerät unter Anwendung einer Zugkraft kaltgewalzt werden, sind nach bestimmten Verformungsgraden Tiefungsverss. ausgeführt, die eine Beurteilung der Kaltbildsamkeit des geprüften Werkstoffes zulassen. Dabei wurde außer dem Einfl. des Stahlherstellungsverf. u. der chem. Zus. auch der Einfl. verschied. Glühverf. untersucht. THOMAS-Stähle weisen eine stärkere Kaltverfestigung auf als SIEMENS-MARTIN-Stähle, u. zwar bes. nach Normalglühung oder rekristallisierender Glühung. Es werden Alterungsverss. beschrieben, nach denen alterungsanfällige Stähle statt des üblichen Verformungsbruches einen plötzlich einsetzenden Trennungsbruch zeigen. Das Aufspringen der Einbeulung beim Tiefungsvers. an kalt verformten u. gealterten Streifen war nur bei THOMAS-Blechen festzustellen, u. zwar vorwiegend bei Normalglühung. Dabei handelte es sich hauptsächlich um solche, die außer im N-Geh. auch im P-Geh. höher lagen. Durch eine Glühbehandlung, welche mit einer langsamen Abkühlung verbunden ist, konnte diese Sprödbrechneigung beträchtlich herabgesetzt werden, ebenso durch eine der Normalglühung vorausgehende Wasserstoffglühung, durch welche größtenteils der C-Geh. u. teilweise der N-Geh. beseitigt wird. (Stahl u. Eisen 65. 137—41. 15/3. 1945.) 112.6408

M. Gensamer, E. B. Perassall und G. V. Smith, *Die mechanischen Eigenschaften der isothermischen Abbauprodukte von Austenit.* Ein unlegierter, prakt. eutektoider Stahl wurde isotherm. bei Temp. vom krit. Punkt bis zu 375° behandelt. Der interlamellare Zwischenraum des Perlits wurde bis zu 500° gemessen. Bei 475° waren Perlit u. Bainit gleichzeitig vorhanden; bei noch niedrigeren Temp. wurde kein Perlit mehr festgestellt. Für jede Reaktionstemp. wurden die Zugfestigkeitseigg., Ermüdungsfestigkeit u. Kohäsionsfestigkeit ermittelt. Die Abhängigkeit dieser Ergebnisse von der Reaktionstemp. u. dem Perlitzwischenraum wird dargelegt. Diskussion. (Trans. Amer. Soc. Metals 28. 380—98. Juni 1940. Pittsburgh, Carnegie Inst. of Technol., Metals Res. Labor.) 112.6408

Wilhelm Puzicha, *Einfluß des Kaltwalzens auf die Eigenschaften hochfester Stahlbänder.* Die Unters. wurden durchgeführt an einem unlegierten Stahl mit 0,57 (%) C, einem niedrig legierten Stahl mit 0,25 C, 0,7 Cr, 1 Mn u. 0,23 Mo u. an austenit. Stählen mit 0,05 C, 19,6 Cr u. 9,1 Ni, mit 0,06 C, 15,4 Cr, 1,4 Ni u. 14,5 Mn, mit 0,13 C, 15 Cr, 1,1 Ni u. 16,6 Mn sowie mit 0,19 C, 14,4 Cr, 18,7 Mn u. 0,22 N. Kaltgewalzt wurden 2 mm dicke Bänder bei Dickenabnahmen in 1 Stich u. in Stufen, ohne u. mit Schmierung, bei Walzanfangstemp. von -183 bis $+200^{\circ}$. Untersucht wurde der Einfl. des Walzens auf den Formänderungswiderstand, die Zugfestigkeit, 0,2-Grenze, Bruchdehnung, spezif. Sättigungsmagnetisierung, Neigung zur interkristallinen Korrosion u. das Gefüge. Bzgl. der Kaltverfestigung de austenit. Stähle wird auf den Einfl. einer Phasenumwandlung u. einer Ausscheidung verwiesen. (Stahl u. Eisen 63. 853—60. 25/11.; 880—85. 2/12. 1943.) 112.6410

W. T. Pell-Walpole, *Einfluß einer Desoxydationsbehandlung auf die Eigenschaften von Kokillenguß aus Zinnbronze, die unter einem oxydierenden Flußmittel geschmolzen wurde.* Vor oder nach vollständiger oder teilweiser Entfernung des Flußmittels wurde P oder Al zur Desoxydation von Sn-Bronze mit ca. 14% Sn zugesetzt. Es zeigte sich, daß bei der Desoxydation mit P der Zeitpunkt des Zusatzes keinen Einfl. auf die D. u. die mechan. Eigg. der Bronze hatten, sofern der Restgeh. ca. 0,02% in der Bronze betrug. Der P-Abbrand wurde durch Entfernung des Flußmittels erheblich herabgesetzt. Eine Desoxydation mit Al ergibt höhere D. bei geringerer Festigkeit (Einschluß von Oxydfilmen). Diese Erscheinung trat bes. dann auf, wenn das Desoxydationsmittel nach Entfernung des Flußmittels zugesetzt wurde. Durch gleichzeitige Desoxydation mit Al wurde keine Verbesserung erzielt. (J. Inst. Metals 71. 37—44. Jan. 1945. Birmingham, Univ.) 271.6432

A. A. Botschwar und W. W. Kusina, *Der Einfluß des Kristallisationscharakters und der Kristallisationszeit auf die Beweglichkeit einer metallischen Flüssigkeit zwischen wachsenden Kristallen.* Beim Erstarren von geschmolzenem Metall in Gießformen bleibt vielfach ein Teil der Fl. zwischen den gebildeten dendrit. Krystallen eingeschlossen. Vff. untersuchen an Cu—Al-Legierungen mit 5, 12, 33 u. 54% Cu die Zurückhaltung von Fl. in der

Kruste in Abhängigkeit von der seit Beginn des Gusses verstrichenen Zeit. Bei der eutekt. Legierung u. bei CuAl_2 ist die Fl. zwischen den Krystallen noch gut beweglich, bei den Legierungen mit 5 u. 12% Cu u. bei Al selbst ist die Beweglichkeit erheblich geringer. Es wird die Regel bestätigt, daß Legierungen vom Typ fester Lsgg. die Form durchweg schlechter ausfüllen als reine Metalle u. Eutektica. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. techn.] 1946. 1459 bis 1462. Moskau, Kalinin-Inst. für Buntmetalle u. Gold.) 185.6442

J. C. Chaston, *Über das Verhalten von Sauerstoff in Silber und einigen Silber-Legierungen.* An im Vakuum erschmolzenen Ag-Proben mit 0,01—0,02% metall. Verunreinigungen, die nach einer Kaltverarbeitung an der Luft, im Vakuum oder in H_2 bei verschied. Temp. (450, 500, 600, 800°) gegläht wurden, wird gezeigt, daß nur bei den an der Luft geglähten Proben unter der Oberfläche feinkörniges Gefüge, im Innern dagegen n. Rekristallisationsgefuge auftritt. Nach einem Glühen im Vakuum oder in H_2 war keine Zonenbildung vorhanden. Beim Glühen von unvollständig desoxydiertem Ag sonst gleicher Reinheit wurde Versprödung beobachtet. Rissige Zonen traten auf beim H_2 -Glühen von dünnen Blechen aus O_2 -freiem Ag, das vorher an der Luft gegläht wurde. Durch Vakuumbehandlung der an der Luft geglähten Bleche wird die Zonenbildung beim H_2 -Glühen vermieden. Ähnliche Erscheinungen wurden beobachtet bei Blechen, die aus sehr reinem Ag (einzige feststellbare Verunreinigungen: 0,0007% Cu, 0,0018% Fe) hergestellt waren. Die Ribbildung scheint auf der Oxydation von Nichtedelmetallen durch Diffusion zu beruhen. Beim Glühen von Ag-Al-Legierungen an der Luft trat Oberflächenhärtung auf (Höchstwert bei 0,6% Al). Ähnliche Wrkgg. wurden bei Zn-haltigen Legierungen erzielt. Beim Glühen von O_2 -haltigem Ag in Zn-Dampf wurde ebenfalls Oberflächenhärtung festgestellt. — Diskussion. (J. Inst. Metals 71. 23—35. 624—29. 1945. Wembley, Middlesex, Research Labor., Johnson, Matthey and Co., Ltd.) 271.6460

N. A. Pletenewa und P. A. Rehbinder, *Physikalisch-chemische Untersuchung des Kühlvermögens von Flüssigkeiten beim Schneiden von Metallen.* An einem erhitzten Stab aus nichtrostendem Stahl wurde die Kühlwrkg. von W., wss. Na-Oleat-Lsg. u. Solaröl bei verschied. starker Strömungsgeschwindigkeit untersucht, um ihre Geeignetheit als Schneidfl. zu ermitteln. Während W. in allen Fällen eine gute Kühlung bewirkte, ergaben die anderen Fl. geringere Kühlwrkg., Na-Oleat-Lsg. versagte bei kleinen Tropfgeschwindigkeiten infolge der Bildung von Dampf kugeln, die einen Wärmeentzug hindern, fast vollständig. Bei der Beurteilung von Schneidfl. muß daher nicht nur die Art der Fl., sondern auch ihre Zuflußgeschwindigkeit beachtet werden. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. techn.] 1946. 1823—29. Inst. für physikal. Chem. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 261.6480

Helmut Krainer, *Die Feststellung von Fehlern mit Hilfe des Zählrohres und von γ -Strahlen.* Der Vorteil des Verf. besteht darin, daß eine punktförmige Strahlenquelle nahe an den Fehlerort herangebracht werden kann; ein Nachteil ist der erforderliche Strahlenschutz. An Hand von Beispielen werden das Verf. u. seine Anwendbarkeit erläutert. (Stahl u. Eisen 63. 864—65. 25/11. 1943.) 112.6484

G. A. Homes und A. Portevin, *Über die Grenzen der radiographischen Diagnostik bei der Prüfung von Schweißungen.* Die Grenzen dieser radiograph. Verf. sind abhängig von der Art u. Stärke der Spannung, die auf der Generatorröhre der App. liegt, der Form u. Größe des Brennpunktes der Röntgenstrahlen, der Art des Röntgenfilms u. der Größe des ausgestrahlten Feldes, der Dicke u. Form des Materials u. seiner Dickeungleichheiten, der gegenseitigen Stellung von Brennpunkt, Fehlerstelle u. Film u. der Art, Form u. Lage der Fehlerstelle. — Nach Ansicht einiger Autoren ist der letzte Punkt durch die erwähnte Prüfmeth. nicht zu erfassen, auch besteht keine Beziehung zwischen dieser u. dem mechan. Verh. des Materials. Zur Klärung dieser Frage wurden die Unterss. der Verff. durchgeführt. Es ergab sich: 1. Alle Gas- oder Schlackeneinschlüsse von der Mindestgröße von 5% der durchstrahlten Dicke sind erfassbar. 2. Nur die Kombination von radiograph. u. magnet. Prüfung gestattet die weitgehende Erkennung innerer Fehlerstellen. 3. Für einige mechan. Eigg. wurde eine fast quantitative Beziehung zwischen diesem Verf. u. dem radiograph. Befund festgestellt, wenn es sich um Porosität, d. h. kleine in der M. verteilte Fehler handelte; diese ist bei flächenförmigen (2-dimensionalen) nicht mehr der Fall, im Gegensatz zu solchen Fehlern von einer gewissen Dicke (3-dimensionalen). — Beschreibung der prakt. Verss.; 6 verschied. Schweißungen mit verschied. Fehlern, genaue Besprechung der Ergebnisse. Zahlreiche Röntgenogramme, 18 Literaturzitate (vor 1939) vorwiegend von deutschen Autoren. (Rev. Métallurg. 40. 97—107. April 1943. Paris, Inst. für autogene Schweißung.) 259.6484

A. Matting, F. Gentner und R. Schnabbe, *Die Glühbehandlung lichtbogenschweißter Kesselnähte.* Die Prüfergebnisse von ungeglühten, spannungsfreigelegten u. luftvergüteten

Schweißungen an unlegierten u. leichtlegierten Kesselblechen ergeben, daß der spannungsfreige glühte Zustand in den mechan. Prüfwerten, einschließlich der Warmfestigkeit, Laugenbeständigkeit, Zugschweißfestigkeit u. des Gefüges, gegenüber dem normalisierten Zustand eine klare Überlegenheit besitzt. (Elektroschweißung 15.85—91. Juli; 106—13. Aug. 1944. Hannover u. Essen.) 112.6492

Karl Ritz, *Lichtbogenschweißgeräte und ihre Entwicklung*. Überblick. (Elektroschweißung 14. 157—68. Dez. 1943. Berlin-Siemensstadt.) 112.6506

K. A. Ringdahl, *Über Elektroden, ihr Arbeitsverhalten, Schweißigenschaften und Schweißergebnisse*. Überblick. (Svetsaren 1940. 640—52. Nov. 1941. 662—76. Jan. 707 bis 720. März.) 185.6506

S. Wernick, *Elektrolytische Verfahren zum Polieren von Metallen*. V. Mitt. *Elektrolytisches Polieren von Aluminium*. Nach Beschreibung der anod. Verff. zum Polieren von Al, wobei auf das hohe Reflexionsvermögen der bearbeiteten Oberflächen hingewiesen wird, werden folgende bes. zur Herst. von Reflektoren geeignete Arbeitsbedingungen genannt: Benutzung einer verhältnismäßig verd., ca. 10% ig. H_2SO_4 als Elektrolyt, Temp. 24—27°, Elektrolysedauer 5—10 Min. bei einer Stromdichte von ca. 1 Amp/qdm. Die Poren des Oxydfilms können durch Auskochen mit W. oder einer $K_2Cr_2O_7$ -Lsg. gedichtet werden. (Sheet Metal Ind. 20. 1913—17. Nov. 1944.) 118.6514

A. Gordet, *Praktische Überlegungen über die Feuerverzinkung*. (Vgl. C. 1945. I. 220.) Erläutert wird das Blei-Zink-Verf., bei dem eine nur dünne Zn-Schicht auf Pb schwimmt. Behandelt wird ferner die oberflächige Oxydation des Zn und die damit verbundene Zinkaschenbehandlung, sowie die Entstehung von Zn-Verlusten durch die Flußmittel (vgl. ferner C. 1943. I. 2632). (Métallurgie Construct. mécan. 74. Nr. 6. 17. Juni 1942.) 118.6522

V. Montoro, *Die Zusammensetzung der Zinküberzüge beim Feuerverzinken des Eisens*. In der untersuchten Zn-Auflage werden die drei Phasen δ , ζ u. η nachgewiesen, dagegen nicht die Γ -Phase. Die äußerste Schicht weist Nadeln der ζ -Phase auf, während die innere Schicht hauptsächlich aus δ -Phase besteht. Die Ergebnisse der mkr. u. röntgenograph. Unters. lassen darauf schließen, daß bei Feuerverzinkung sowohl eine Wanderung von Fe in festem Zustand durch die Schichten der schon gebildeten Phasen als auch eine Wanderung von fl. Zn in die Zwischenräume zwischen den Kristalliten dieser Phasen erfolgt. Die Unterschiede zwischen zwei untersuchten Proben u. ihre Ursachen werden erörtert. (Metallurgia ital. 35. 220—23. Juni 1943. Mailand, TH, Falck-Labor. für Metallographie.) 185.6522

G. W. Jernstedt, *Korrosionsschützende Überzüge*. Allg. Ausführungen über die Herst. von CuO- u. Cu_2S -Schutzschichten auf Cu u. Messing, von elektrolyt. erzeugten Oxydschichten auf Al, von Schutzschichten auf Mg u. von Chromatschichten auf Zn u. Cd u. den Legierungen dieser Metalle. (Metal Ind. [London] 68. 407—09. 25/5. 1946. Ref. nach Materials and Methods 24. 982. Okt. 1946.) 118.6528

Dorr Co., New York, N. Y., übert. von: **John D. Grothe**, Weston, Conn., V. St. A., *Behandlung lateritischer Erze*, die, wie das *Mayori-Erz* von Kuba, bes. Limonit ($Fe_2O_3 \cdot H_2O$) u. neben anderen Elementen noch die für die Stahlerzeugung unerwünschten u. daher zu trennenden Metalle Ni u. Cr enthalten. Das fein zerkleinerte Erz wird bei ca. 900° reduzierend geröstet, wobei der Limonit in den spezif. schwereren Magnetit (Fe_3O_4) übergeht, der vom Chromit ($FeCr_2O_4$) leichter zu trennen ist. Gleichzeitig werden die im Erz enthaltenen Ni-Silicate zu metall. Ni reduziert, das aus dem Röstgut mittels einer ammoniakal. $(NH_4)_2CO_3$ -Lsg. unter O_2 -Zufuhr ausgelaugt wird. Hierbei entsteht das komplexe $[Ni(NH_3)_nCO_3]$, aus dem durch Behandlung mit Dampf das zu verhüttende $NiCO_3$ gebildet wird. Der Fe- u. Cr-haltige Laugenrückstand wird gewaschen, eingedickt u. gefiltert, u. der erhaltene Filterkuchen wird als Suspension zwecks Trennung des leichteren Chromits vom Magnetit entweder flotiert oder naßmechan. aufbereitet. (A. P. 2 363 315 vom 16/5. 1942, ausg. 21/11. 1944.) 835.6361

Petrolite Corp., Ltd., Delaware, übert. von: **Louis T. Monson**, Alhambra, und **Orson Cutler Shepard**, Palo Alto, Cal f., V. St. A., *Schaumflotation von Erzen*. Sulfiderze werden flotiert mit Hilfe eines Sammlers, der aus einem Gemisch von stark oxydiertem Mais-, Sojabohnen-, Rapssamen-, vorzugsweise Ricinusöl mit einem Petrolöl u. gegebenenfalls mit einem sulfonierten Fettöl bzw. einer sulfonierten Fettsäure, deren Carboxylgruppe im wesentlichen nicht neutralisiert ist, besteht. Dieser Sammler kann zusammen (z. B. gemischt) mit den schaumbildenden Xanthaten zugegeben werden. — Die leicht herzustellenden Sammler ergeben reiche Konzentrate, bes. bei der selektiven Flotation sulfid. Pb-Zn- u. Cu-Erze. (A. P. 2 395 639 vom 20/4. 1943, ausg. 26/2. 1946.) 835.6363

Koninklijke Zwavelzuurfabrieken, voorheen Ketjen, N. V., Niederlande, *Aufschluß von Schlacken.* Zur Vermeidung von Säureverlusten durch Oxydation beim Aufschluß von Al-haltigen Schlacken mit HNO_3 werden die Schlacken vor der Säurebehandlung oxydierend geröstet. Die Röstung wird dabei so geregelt, daß möglichst alle brennbaren Stoffe, z. B. C-Reste, verbrannt u. alle Fe-Verbb. in wenig lösl. Fe_2O_3 umgewandelt werden. Diese Regelung kann z. B. durch CO_2 -Zugabe zu den Röstgasen herbeigeführt werden. Vor der Röstung werden die Schlacken so fein gemahlen, daß sie durch ein Sieb von 0,5 mm Maschenweite hindurchgehen. Die Röstung erfolgt in einem Drehofen u. erfordert bei 600—700° nur $\frac{1}{2}$ —1 Stunde. Der nachfolgende Säureaufschluß wird erleichtert, wenn man den Schlacken vor dem Rösten Erdalkaliverbb., z. B. CaO, in Mengen bis zu 7% zusetzt. (F. P. 894 714 vom 14/5. 1943, ausg. 4/1. 1945. Holl. Prior. 18/5. 1942.) 805.6381

Powder Metals and Alloys, Inc., übert. von: **Raymond L. Patterson,** New York, N. Y., V. St. A., *Reduktion von feinverteilten Oxyden,* bes. Fe-Oxyden, mit H_2 -Oxyde u. Reduktionsgas werden im Gegenstrom zueinander durch einen langgestreckten gemuffelten Ofen mit geneigter Sohle (ca. 5°) geführt. Der Ofen wird derart in Schwingungen versetzt, daß das am unteren Ofenende beschickte Oxyd zu dem am oberen Ende befindlichen Austrag wandert, wo dem reduzierten Gut frischer H_2 entgegenströmt. Es soll vermieden werden, daß der bei der Red. gebildete schwere Wasserdampf oder andere Reduktionsprod. auf das red. Gut treffen u. eine Reoxydation bewirken. (A. P. 2 326 163 vom 3/11. 1941, ausg. 10/8. 1943.) 818.6381

H. A. Brassert & Co., New York, übert. von: **Charles F. Ramseyer,** Old Greenwich, Conn., V. St. A., *Reduktion von Erzen mit hoch erhitzten reduzierenden Gasen.* Die Gase werden in der mittleren Kammer einer Anlage aus 3 übereinander angeordneten Kammern erhitzt, durch die zur Übertragung von Wärme langsam kugelförmige Körper aus keram. Stoff strömen. Aus der unteren Kammer wird ständig ein Teil der Kugeln entnommen u. der oberen Kammer wieder zugeführt. Hier werden sie durch von unten zu u. oben abgeführte Verbrennungsgase auf ca. 1500° erhitzt, so daß die Reduktionsgase, die in der gleichen Weise durch die 2. Kammer geführt werden, auf eine Temp. von ca. 1200° kommen. Die 3. Kammer durchströmt Luft, mit der die Heizgase in der 1. Kammer verbrannt werden. (A. P. 2 399 450 vom 19/10. 1943, ausg. 30/4. 1946.) 818.6381

Max Lengersdorff, Deutschland, *Herstellung von Gußformmassen, Quarz- und Schotmottesoffen zum Auskleiden von Öfen, Zinkmuffeln oder quarzhaltigen Calciniergefäßen.* Zum Schutz ihrer keram. Bestandteile gegen chem. Wrkkg. der in der Metallschmelze enthaltenen Oxyde werden der M. an Stelle des üblichen Steinkohlen- oder Koks pulvers roher oder entschweifelter Torf zugesetzt. Dieser verbessert die Porosität u. Bildsamkeit der Formmassen. (F. P. 901 535 vom 26/1. 1944, ausg. 30/7. 1945. D. Prior. 8/4. 1943.) 835.6383

Victor Krost, Mülheim-Ruhr, Deutschland, *Herstellung von Gußformen* für hochschmelzende Metalle u. Legierungen. Die ganz oder überwiegend aus α -Quarz gefertigte Form wird derart erhitzt, daß der α -Quarz in α -Tridymit oder β -Cristobalit übergeht. Eine schnelle Umwandlung wird erreicht mit einer α -Quarz-M. aus 90% Quarzitpulver u. 10% kolloidalem Quarzit. Die angefeuchtete u. durch Trocknung verfestigte M. wird ca. 1 Stde. bei 1300° erhitzt, wobei sie eine durch die Quarzumwandlung bedingte Volumenzunahme von 1,9% erfährt. Die Verfestigung der Quarz-M. durch Trocknung kann durch Stärke- oder Dextrinzusätze erhöht werden, die wasserlösl. sind u. bei hohen Tempp. verbrennen, oder auch durch organ. gelöste Bindemittel, wie Mastix, Kolophonium, CCl_4 oder dgl. Die Quarzumwandlung kann durch Zusatz von Katalysatoren, bes. Wasserglas, beschleunigt werden, während die Geschwindigkeit der Umwandlung u. das Maß der Volumenzunahme ebenfalls durch Katalysatoren zu beeinflussen sind, z. B. in positivem Sinne durch einen 1%ig. Na-Wolframat-Zusatz. — Quarzformen dieser Art sind hitze- u. maßbeständig u. eignen sich bes. zur Herst. kompliziert gestalteter Gußstücke. (A. P. 2 211 133 vom 21/5. 1936, ausg. 13/8. 1940. D. Prior. 25/5. 1935.) 835.6383

Libbey-Owens-Ford Glass Co., übert. von: **William C. Dearing** und **Leonard S. Meyer,** Toledo, O., V. St. A., *Herstellung von Sandkernen.* Um das Haften von aus grünem Sand mit wasserlösl. Bindemittel hergestellten Kernen in den metall. Kernkästen zu verhüten, wird eine in einer organ. Fl. gelöste Fettsäure entweder auf die Kernkasteninnenwandung aufgebracht oder der Kernmasse zugesetzt. Es können sowohl ungesätt., z. B. Ricinusöl-säure, als auch gesätt. Fettsäuren, z. B. Capron- oder Laurinsäure, bis zu ca. $\frac{1}{2}$ Gew.-% des trockenen Sandes verwendet werden. Dieser wird mit ca. 5% W. u. 1% eines aus Getreidemehl u. einem warmfesten Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprod. bestehen-

den Bindemittel zu einer Kernmasse verarbeitet. Als Lösungsm. für die Fettsäure kommen z. B. KW-stoffe u. wasserunlös. Alkohole in Betracht, die, ebenso wie die Fettsäuren, beim Trocknen der Kerne verdampfen. (A. P. 2 358 002 vom 5/11. 1942, ausg. 12/9. 1944.) 835.6383

Vereinigte Deutsche Metallwerke Aktiengesellschaft, Deutschland, *Bindemittel aus synthetischem Harz für Form- und Kernsande* zur Herst. von Gießformen u. -kernen hoher Festigkeit besteht aus synthet. Harnstoffharzen u. Rückständen aus der Stärkefabrikation; ferner kann ein tonhaltiger Formsand u./oder 0,3—2, vorzugsweise 0,3—0,7(%) Melasse vorhanden sein. Als Beispiel ist angegeben ein Sand aus 0,05—3 Kartoffelmehl, 0,3—0,7 Melasse, 0,5—3 W., 2 Harnstoffharz oder einem Deriv., 5—10 feinkörnigem, tonhaltigem Formsand, Rest feinkörniger, trockener Quarzsand. (F. P. 906 076 vom 26/7. 1944, ausg. 21/12. 1945. D. Priorr. 12/12. 1942 u. 4/2. 1943.) 801.6383

„**Deback**“ **Deutsche Backmittel-Gesellschaft Quaschnig & Co.**, Deutschland, *Bindemittel für Gußkerne*. Ein Bindemittel mit großer Klebkraft besteht aus therm. zersetzbaren, natürlichen Stoffen, die Stärke mit über 10% Sacchariden oder Oligosacchariden enthalten, z. B. Kastanien- u./oder Eichelmehl. — Die Kerne besitzen große Gasdurchlässigkeit u. leichte Zerkleinerungsfähigkeit nach dem Guß. (F. P. 894 215 vom 23/4. 1943, ausg. 18/12. 1944. D. Prior. 16/7. 1942.) 801.6383

Hercules Powder Co., übert. von: **Philip A. Ray**, Wilmington, Del., V. St. A., *Schlichte für Gußformen oder -kerne aus Sand*. Die Schlichte setzt sich zusammen aus 25—50 (Gewichts-%) eines pulverförmigen hitzebeständigen Stoffes, 1—10 eines benzinunlös. Kiefernharzpulvers u. 25—60 eines flüchtigen, gegebenenfalls brennbaren Suspensionsmittels. Als hitzebeständige Stoffe kommen Graphit-, Silica-, Speckstein-, Zirkondioxydpulver oder dgl. in Betracht, als Suspensionsmittel entweder W. oder eine alkohol. Fl. aus z. B. 90 (Teilen) Äthylalkohol, 5 Methylalkohol, 5 Äthylacetat u. 1 Flugbenzin. Als Mittel zum Stabilisieren der Dispersion können 0,5—5 Gewichts-% Bentonit zugesetzt werden. Das Kiefernharzpulver dient nach der Trocknung als Bindemittel für die hitzebeständigen Bestandteile, die einen glatten, glasartigen Form- bzw. Kernüberzug bilden als Schutz gegen die erodierende u. schmelzende Wrkg. des zu vergießenden Metalles. (A. P. 2 270 770 vom 10/11. 1939, ausg. 20/1. 1942.) 835.6383

Soc. An. Française du Ferodo, Frankreich, *Formpuder* soll hydrophob sein. — Keine nachteiligen Schrumpfwirkungen, Verkürzung der Formzeit. (F. P. 908 149 vom 7/6. 1944, ausg. 1/4. 1946.) 801.6383

Kjell Magnus Tigerschiöld, Djursholm, Schweden, *Entschwefelung* von Roheisen, das aus S-haltigen Erzen, zweckmäßig mit saurer Schlacke erblasen wurde, erfolgt in einem mit neutralem bis bas. Futter ausgekleideten Behälter. Darauf wird in dem Eisenbade eine bas., aus CaO oder Ca-Verbb. u./oder Alkaliverbb. u. Flußspat bestehende Schlacke mit Hilfe von Wechselstrom niedriger Frequenz einige Min. emulgiert. Nach Zusatz einer geringen Menge Na_2CO_3 zu dem Bade wird die Durchwirbelung nochmals einige Min. fortgesetzt u. dann die S-haltige Schlacke von dem entschwefelten Eisen getrennt. (A. P. 2 243 514 vom 27/12. 1938, ausg. 27/5. 1941. Schwed. Prior. 24/1. 1938.) 802.6401

Eugen Piwowsky, Deutschland, *Kupolofenbetrieb mit Heißwind* von über 300, vorzugsweise 400—700° C. Durch Verringerung der Wind- u./oder mäßige Erhöhung der Schmelzkoksmenge wird die Temp. der Schmelzzone gesenkt. Das Rinneneisen wird mit einem Öl- Gas- oder Kohlenstaubbrenner in einem Vorherd oder Mischer hinter dem Schmelzofen auf Temp. von 1500—1650° C überhitzt, wobei als Verbrennungsluft eine entsprechende Menge des Kupolofenheißwindes benutzt wird. Bei 10—12% Koksverbrauch kann das abziehende Gichtgas in dem Vorherd verbrannt werden. Bei Schonung des Ofenmauerwerks erhält man ein gleichmäßiges Eisen von hoher Qualität. (F. P. 898 261 vom 26/6. 1944, ausg. 18/4. 1945. D. Prior. 23/7. 1941.) 802.6403

Alfred Gordon Evans Robiette und **Peter Francis Hancock**, Erdington, England, *Wärmebehandlung von Gußeisen*. Werkstücke aus weißem Gußeisen mit 2—4% C werden in einer H_2 , H_2O , CO_2 , CO u. N_2 enthaltenden Atmosphäre auf über 1000° so lange (z. B. 50 Stdn.) geglüht, bis der C-Geh. von der Oberfläche zum Kern hin gleichmäßig zunimmt, im Kern aber geringer ist als der ursprüngliche. Dieser Entkohlungsbehandlung folgt eine Aufkohlung der Gußstücke durch z. B. 10std. Glühen bei etwa 1000° in einem aus aufkohlenden KW-stoffen u. neutralen Gasen bestehenden Gemisch, um den C-Geh. der Oberflächenschicht demjenigen des Kernes anzugleichen. Danach wird die Glühung in einer neutralen Atmosphäre fortgesetzt bis zur gleichmäßigen Verteilung des C-Geh. zwischen Oberfläche u. Kern. Nach langsamer Abkühlung in dieser Atmosphäre werden die Gußstücke schließlich einer Oberflächenhärtung unterzogen. — Ihre physikal. Eigg.

entsprechen etwa denen des Stahlgusses. Das Verf. ist bes. geeignet für austenit. Mn-Guß-eisen, deren Kern-C-Geh. auf 0,9—1,8% red. wird. (A. P. 2 384 261 vom 8/7. 1942, ausg. 4/9. 1945. E. Prior. 11/6. 1941.) 835.6403

International Nickel Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: **Donald James Reese**, Elisabeth, N. J., und **Richard Aloysius Flinn jr.**, Cambridge, Mass., V. St. A., *Edelgußeisen*. Ein teilweise austenit. Graugußeisen wird erzielt durch folgende Zus.: 1,5—3,4 (%) Gesamt-C, 0,4—1 gebundener C, 0,5—3 Graphit, 1—4,75 Si, 1—6 Ni, 0,2—1,5 Mo, Rest Fe. Die C- u. Si-Gehh. ändern sich je nach der Querschnittsform des Gußstückes; bei dicken Querschnitten liegen sie an den unteren Grenzen. Die Gußstücke werden ca. 1—100 Stdn. auf ca. 800—350° F erhitzt, wobei der Austenit in einen nadelförmigen Bestandteil übergeht. Das Gießen erfolgt bei mindestens 2575—2800° F (1415—1540° C). Das Material dient zur Herst. von Walzen für Papier, Getreide u. Korn, von Druckpressen, Werkzeugmaschinenrahmen, Preßköpfen, Drahtziehingen, Zylindern u. Überhitzern, Hochdruckpumpen u. Ventilen. (A. P. 2 342 322 vom 17/6. 1940, ausg. 13/7. 1943.) 802.6405

Horace John Young, Bradford, England, *Perlitisches Graugußeisen*. Ein vollständig perlit. Gefüge ohne freien Ferrit bei einem Si-Geh. von 2,5—7 (%) wird erzielt durch Zusatz eines Elements, das die Bldg. von freiem Ferrit hindert u. dagegen die Entstehung von Zementit begünstigt, z. B. von 0,75 Cr. Die Höhe des Zusatzes richtet sich nach dem Querschnitt des Gußstückes. Beispiel: Einem Gußeisen mit 3,4 C, 2,9 Si, 0,8 P, 0,075 S u. 1 Mn wurden für Gußstücke mit 10 mm Durchschnittswandstärken 1,32 Cr zugesetzt, bei 25 mm 1,63 Cr, bei 40 mm 1,95 Cr u. bei 50 mm 2,25 Cr. Durch Vorwärmung der Gußform kann die Abkühlung verzögert werden. Als zementitbildendes Element an Stelle von Cr kann auch Mn, Mo oder S verwendet werden. (A. P. 2 287 850 vom 22/11. 1937, ausg. 30/6. 1942. E. Prior. 10/2. 1937.) 802.6405

General Motors Corp., übert. von: **Alfred L. Boegehold**, Detroit, Mich., V. St. A., *Stickstoffhaltiges Gußeisen* von großer Widerstandsfähigkeit gegenüber hohen Temp. wird hergestellt durch Behandlung des fl. Eisens mit N-haltigen Verb., z. B. durch Zusatz von N-haltigem Fe-Pulver oder von (NH₄)₂CO₃ u. NH₄Cl oder durch Einleiten von NH₃-Gas. Beispiel: Einem Eisen mit 2,68 (%) C, 1,07 Si, 0,37 Mn, wenig S u. P wurde 0,5 Fe₂N-Pulver zugesetzt. Nach dem Gießen u. Erkalten wurde ein Stab 10 Stdn. auf 1700° F (ca. 925° C) erhitzt, ohne daß prakt. eine Zers. des Fe-Carbids eintrat. Auch die Tiefe der Schreckschicht bei Hartguß wird erhöht. Graugußgegenstände mit Härteschicht enthalten: 3—3,75 C, 0,5—2,5 Si, 0,3—1 Mn, bis 0,15 S, 0,1—0,5 P u. N nach Zugabe von 0,5—1 N-haltigem Fe-Pulver. (A. P. 2 339 673 vom 25/8. 1941, ausg. 18/1. 1944.) 802.6405

Charles A. Stemme, Large, Pa., V. St. A., *Herdofenbetrieb*. Nach Entfernung der ersten Schlacke bei der Erzeugung von bas. Herdofenstahl bildet sich auf der Badoberfläche vielfach ein Schaum, der gegenüber den Heizgasen isolierend wirkt. Durch Anwendung von Feuchtigkeit, bes. in Form von Dampfstrahlen, kann dieser Schaum schnell u. wirkungsvoll entfernt werden. (A. P. 2 313 900 vom 12/8. 1941, ausg. 16/3. 1943.) 802.6409

Deutsche Eisenwerke A. G., Deutschland, *Hochofenschmelzverfahren*. Ein S-armes Gußeisen, das keiner nachträglichen Entschwefelung bedarf, wird im Hochofen selbst bei saurer Schlackenführung dadurch erblasen, daß dem Möller eine CaCO₃ enthaltende Fritte zugesetzt wird, die eine Schlacke ergibt mit einem Verhältnis CaO : SiO₂ = ca 1, jedenfalls niedriger als 1,3. Diese Fritte erhält man aus einer Mischung armer, deutscher Fe-Erze, Gichtstaub, schwed. Konzentrate u. Kalk. Sie rückt die Bldg. der Schlacke im Ofen nach oben u. bewirkt dadurch die Entschwefelung. Dabei sinkt der Koksverbrauch. Bes. günstig gestaltet sich der Betrieb, wenn der Gebläsewind mit O₂ angereichert oder wenn getrennt von dem Gebläsewind reiner O₂ unter erhöhtem Druck von 1,5—2,5 at eingeblassen wird. (F. P. 894 117 vom 20/4. 1943, ausg. 14/12. 1944. D. Prior. 27/10. 1941.) 802.6409

Deutsche Brassertgesellschaft m. b. H., Deutschland, *Windfrischverfahren*. Um durch Windfrischen einen Stahl mit ebenso niedrigem N-Geh. wie den SIEMENS-MARTIN-Stahl zu erzeugen, wird mit einer Mischung von O₂ u. N₂ geblasen, deren N₂-Geh. 10—30% beträgt u. die keinen Wasserdampf enthält. Man erhält einen Stahl mit 0,005—0,007% N. (F. P. 897 505 vom 25/8. 1943, ausg. 23/3. 1945. D. Prior. 16/10. 1942.) 802.6409

National Tube Co., übert. von: **Peer D. Nielsen**, Lorain, O., V. St. A., *Bessemerstahl für nahtlose Röhre* wird hergestellt durch Verblasen des Roheisens im Konverter, bis der C-Geh. 0,04% erreicht hat. Dann wird der größere Teil der Charge in eine Pfanne gegossen, u. gleichzeitig werden Koks, vorzugsweise Petrolkoks, u. Ferromangan, Ferrosilicium u. Al zum Aufkohlen u. Desoxydieren zugesetzt. Der Gesamt-C-Geh. darf aber 0,5% nicht

übersteigen. Wenn die Pfanne zu $\frac{2}{3}$ voll geworden ist, wird das Ausgießen unterbrochen, u. der Stahl wird mit langen Stangen durchgerührt, um eine vollständige Mischung der Zusätze mit dem Stahl herbeizuführen. Zum Schluß wird der Rest des Stahls aus dem Konverter eingegossen u. mit dem Inhalt der Pfanne vermischt. Der fertige Stahl enthält: 0,1—0,5 (%) C, 0,18—0,23 Si, bis 0,07 P u. 0,45—0,65 Mn. (A. P. 2 275 088 vom 8/4. 1941, ausg. 3/3. 1942.) 802.6409

Reichswerke A. G. für Erzbergbau und Eisenhütten „Hermann Göring“, Deutschland, *Thomasverfahren*. Das Verfahren arbeitet in 2 Stufen. Zunächst wird der gesamte oder ein großer Teil des Kalks u. ein großer Teil des Roheisens bis zu mittleren P-Gehh. verblasen, dann wird der Rest des Roheisens u. gegebenenfalls des Kalks, sowie Schrott u. Erz zugefügt u. bis zur vollständigen Entphosphorung geblasen. Beispiel: 40 t THOMAS-Roheisen werden in 9 Min. auf 0,6—1% P verblasen; dann werden die restlichen 20 t Roheisen zugesetzt u. $3\frac{1}{2}$ Min. weitergeblasen. Dadurch wird die Blasezeit verkürzt, Auswurf u. Fe-Geh der Schlacke sind geringer u. der P-Geh. ist niedriger. Vor allem aber ist der Stahl weniger gasaltig u. dadurch gut kalt bearbeitbar, wie SIEMENS-MARTIN-Stahl. (F. P. 906 186 vom 31/7. 1944, ausg. 26/12. 1945. D. Prior. 30/7. 1943.) 802.6409

Edwin L. Ramsey und Leslie G. Graper, Chicago, Ill., V. St. A., *Verbesserung der Bearbeitbarkeit von Stahl*. Der geschmolzenen Stahlmasse wird Na-Sulfid oder Na-Bisulfid zugesetzt. Dabei zers. sich die Sulfite in Na_2O u. SO_2 u. bilden mit den im Stahl fein verteilten Silicaten u. Aluminaten leichtfl. Schlacken, die sich an der Oberfläche abcheiden. Außerdem wird der S-Geh. des Stahls erhöht. Beispiel: Einem Stahl mit 0,55 (%) C, 0,75 Mn, 0,016 P, 0,02 S, 0,019 Si werden 3 lbs. (ca. 1,35 kg) Na-Bisulfid je t Stahl unmittelbar vor dem Abstich zugesetzt u. dadurch der S-Geh. auf 0,046 erhöht. Die gebildete Schlacke enthielt hauptsächlich SiO_2 , Al_2O_3 u. Na_2O . Der so behandelte Stahl hat bessere physikal. Eig., läßt sich besser walzen u. zeigt keinen Rotbruch; die daraus hergestellten Werkzeuge hatten eine wesentlich längere Lebensdauer als Werkzeuge aus nicht mit einer S-Verb. behandeltem Stahl sonst gleicher Zusammensetzung. (A. P. 2 272 277 vom 25/4. 1941, ausg. 10/2. 1942.) 802.6409

Bochumer Verein für Gußstahlfabrikation A.-G., Deutschland, *Herstellung federner Stahlgegenstände*. Warmgewalzte, bes. zur Herst. für Ventillfedern für Brennkraftmaschinen bestimmter Stahldraht wird abwechselnd mehrmals kalt gezogen u. erhitzt, so daß er ein Gefüge erhält, in dem Zementitkörner gleichmäßig verteilt sind. Der Draht wird anschließend abgeschreckt u. angelassen derart, daß ein Teil der Zementitkörner erhalten bleibt. (F. P. 893 731 vom 6/5. 1943, ausg. 24/10. 1944.) 835.6409

Oberhütten Vereinigte Oberschlesische Hüttenwerke Aktiengesellschaft, Deutschland, *Stahlteile für Automobile, Schiffe, hochbeanspruchte Bauteile der chem. Großindustrie u. dgl. werden hergestellt aus unlegierten oder legierten Baustählen mit 0,08—0,22% C u. dann nur abgeschreckt u. nicht angelassen*. Vorzugsweise wird das Abschrecken direkt aus der Endverformungshitze vorgenommen. — Höhere Zähigkeitseigg. gegenüber verüteten Stählen mit 0,25—0,6% C. (F. P. 896 831 vom 29/7. 1943, ausg. 5/3. 1945. D. Prior. 11/8. 1942.) 801.6409

Kohle- und Eisenforschung G. m. b. H. und Deutsche Edelstahlwerke A. G., Deutschland, *Schwefelhaltige Stähle*. Legierte u. nichtlegierte Stähle mit S-Gehh. von über 0,08 u. bis 0,35 (%) besitzen auch bei niederen Temp. bis -70° gute Zähigkeit u. faseriges Bruchgefüge. Dieser Vorteil macht sich bes. geltend, wenn die Stähle warm geschmiedet oder gewalzt sind. Der P-Geh. darf 0,04% nicht übersteigen. (F. P. 899 062 vom 22/10. 1943, ausg. 18/5. 1945. D. Prior. 2/6. 1942.) 802.6411

Marvin J. Udy, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Herstellung von chromhaltigen Legierungen*. Ca-Chromat wird auf eine Temp. erhitzt, bei der ein Teil des Chromats in Chromit übergeht, u. dem Erzeugnis ein nicht C-haltiges Reduktionsmittel zugesetzt. Durch die Entfernung eines Teils des O wird die Reaktionstemp. bei Aufgabe der Mischung auf das Metallbad, in das das Cr einlegiert werden soll, gemildert. In gewissen Fällen ist es auch möglich, eine Herabsetzung der Temp. durch Zusatz weiterer Legierungselemente zu erreichen, z. B. von Ferrolegerungen von Cr, V, W, Mn oder Mo oder durch Ni- oder Cu-Zusätze. Beispiel: Zu einer Herd- oder Elektrofencharge aus 1750 lbs. (ca. 800 kg) Stahlschrott u. Roheisen wurden nach Entkohlung des Bades mit Walzenzunder oder Fe-Erz bis auf $< 0,1\%$ C 790 lbs. (ca. 360 kg) einer feinverteilten innigen Mischung aus Ca-Chromat u. -Chromit (ca. 50:50) u. Si-haltiges Ferrochrom zugesetzt. Die Mischung enthielt 33,8% Cr. Bei 90%ig. Cr-Ausbringen wurde ein Stahl mit ca. 12% Cr u. $< 0,1\%$ C erhalten. Die Herst. des Ca-Chromats ist eingehend beschrieben. (A. P. 2 332 415 vom 15/8. 1940, ausg. 19/10. 1943.) 818.6411

Natural Products Refining Co., Jersey City, übert. von: **Joseph J. Vetter**, Hackensack, N. J., V. St. A., *Chrom-Eisen-Legierung* enthält 15—25 (%) Cr, 1—3 Si u. 1—6 C sowie bis 0,5 Mo, W u. Mn. Enthält die Legierung 2 oder mehr C, bes. 5—6 C, so ist sie außerordentlich hart u. kann nur mit einer Diamantschleifscheibe geschliffen werden. Verwendung z. B. für Spiralschraubenfördermittel für scharfkantiges Gut, Zapfenlager, Wellen u. andere Gegenstände, die auf Verschleiß beansprucht werden. Die Legierungen haben bei hohen Temp., z. B. bis zu 1500° F (816° C) oder höher eine ungewöhnliche Steifigkeit. Ist der C-Geh. geringer als 5, aber über 1, so wird die Legierung mehr dehnbar, kann aber weder gesägt noch geschmiedet werden. Zur Herst. von Werkzeugen, Hämmern, Meißeln u. Messern mit erhöhter Zähigkeit können 10—90% der Legierung einem weichen Stahl mit 0,1 C, z. B. beim Schmelzen, zugesetzt werden. (A. P. 2 340 238 vom 5/3. 1942, ausg. 20/1. 1944.) 802.6411

Société Industrielle & Commerciale des Aciers, Frankreich, *Eisen-Aluminium-Legierungen*. Zur Erhöhung der Kaltverformbarkeit von Al-haltigen Fe-Legierungen wird ihnen 0,1—0,5%, vorzugsweise 0,3% S, zugesetzt. Diese Legierungen werden verwendet für elektr. Widerstände in Form gewalzter oder gezogener Bänder oder Drähte. (F. P. 895 589 vom 13/6. 1943, ausg. 29/1. 1945. D. Prior. 24/6. 1942.) 802.6411

Charles J. Schafer, Baltimore, Md., V. St. A., *Korrosionsbeständige Legierung mit hoher Zugfestigkeit* enthält 20—40 (%) Zr, 10—20 Ni, 5—20 Cr, < 1 C, < 1 Si, Rest Fe. Eine für Schiffsbleche für Handelsschiffe bes. geeignete Legierung enthält 10—15 Zr, 12 Ni, 6 Cr, 0,4 C, 0,05 Si, Rest Fe. Panzerplatten werden aus folgender Legierung hergestellt: 20—25 Zr, 10—15 Ni, 10—12 Cr, 0,018 C, 0,004 Si, Rest Fe. Für schwere Platten dient folgende Legierung: 30—40 Zr, 12—18 Ni, 10—20 Cr, 0,2 C u. Rest Fe. (A. P. 2 360 797 vom 13/5. 1941, ausg. 17/10. 1944.) 802.6411

D. Byramji Saklatwalla, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Stahllegierung* enthält 0,01 bis < 0,14 (%) C, < 0,18 Si, < 0,5 Mn, 0,25—1,5 Cr, 0,25—1,5 Ni, 0,18—0,75 Cu, 0,07 bis 0,6 Mo u. 0,7—0,18 P. Vorzugsweise enthält der Stahl 0,06—0,12 C, 0,03—0,1 Si, 0,2—0,4 Mn, 0,4—0,85 Cr, 0,4—0,75 Ni, 0,3—0,6 Cu, 0,1—0,3 Mo u. 0,08—0,13 P. — Hohe Festigkeits- u. Zähigkeitseigg. u. guter Korrosionswiderstand im Walzzustand. (A. P. 2 378 437 vom 19/1. 1943, ausg. 19/6. 1945.) 801.6411

Robert Bosch Gesellschaft mit beschränkter Haftung, übert. von: **Paul Brauburger**, Stuttgart, *Herstellung von Dauermagneten*. Magnete mit im wesentlichen nach einer Richtung orientierten magnet. Eigg. werden aus einer Fe—Ni—Al-Legierung gegossen. Das Gußstück wird auf über 600° C erhitzt u. abgekühlt. Noch im heißen Zustand wird es während der Abkühlung magnetisiert u. gleichzeitig einem starken Preßdruck ausgesetzt. (A. P. 2 293 240 vom 9/3. 1940, ausg. 18/8. 1942. D. Prior. 12/4. 1939.) 835.6411

Western Electric Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: **David R. Howerton**, Riverside, Ill., V. St. A., *Dauermagnetstahl* enthält bis 0,04 (%) C, bis 0,1 Si, 0,2—0,5 Mn, 11—13 Co, 16—18 Mo, 0,5—1 W u. 0,05—0,5 Cr. Bes. geeignet ist folgende Zus.: 0,03 C, 0,08 Si, 0,35 Mn, 11,84 Co, 16,08 Mo, 0,58 W u. 0,07 Cr. Der Stahl läßt sich auch leicht warm bearbeiten. (A. P. 2 383 969 vom 23/12. 1941, ausg. 4/9. 1945.) 802.6411

Electro Metallurgical Co., übert. von: **James H. Critchett**, Douglaston, und **Walter Crafts**, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Stahl mit erhöhter Schlagfestigkeit*, der sehr feinkörnig u. frei ist von schädlichen Gas- u. nichtmetall. Einschlüssen wird nach A. P. 2 280 284 dadurch erzeugt, daß dem fl. fertigen Stahl in der Pfanne kurz vor dem Gießen weniger als 1% einer Legierung zugegeben wird, die aus 25—85 (%) Si (vorzugsweise 35—55), mindestens einem Metall der Gruppe Be, Mg, Ca, Ba, Sr u. B in Mengen von 1—15, mindestens einem Metall der Gruppe Ti, Zr, Ce, Hf u. Th in Mengen von 3—18 u. Rest Fe besteht. Der Fe-Geh. soll 65 nicht übersteigen. Nach dem A. P. 2 280 285 besteht die Zusatzlegierung aus 25—85 Si (vorzugsweise 35—55), 3—20 Al, mindestens einem Metall der Gruppe Be u. B in Mengen von 0,1—5, mindestens einem Metall der Gruppe Ti, Zr, Ce, Hf u. Th in Mengen von 3—20 u. Rest Fe. Nach A. P. 2 280 286 besteht die Zusatzlegierung aus 25—85 Si, 3—20 Al, mindestens einem Element der Gruppe Be u. B in Mengen von 0,1—5, mindestens einem Element der Gruppe Mg, Ca, Ba u. Sr in Mengen von 1—15 u. mindestens einem Element der Gruppe Ti, Zr, Ce, Hf u. Th in Mengen von 3—20 u. Rest Fe. (A. PP. 2 280 284, 2 280 285 u. 2 280 286 vom 2/10. 1940, ausg. 21/4. 1942.) 802.6411

Gorham Tool Co., übert. von: **James H. Taylor**, Detroit, Mich., V. St. A., *Werkzeugstahl* enthält 0,5—0,85 (%) C, ca. 8,5 Mo, ca. 4 Cr u. 0,3—0,5 B. Er ist bes. geeignet als Drehstahl. Durch den B-Geh. ist die Neigung zur Entkohlung wesentlich verringert, dagegen der Widerstand gegen Oxydation erhöht. Schmied- u. Bearbeitbarkeit sind ausreichend. (A. P. 2 270 979 vom 24/1. 1935, ausg. 27/1. 1942.) 802.6411

Charles J. Schafer, Baltimore, Md., V. St. A. *Schnelldrehstähle* enthalten 5—40 (0/0) Zr, 1—20 Nb, 1—8 Ta, 0—15 Ti u. 0—25 W, besitzen große Härte, Festigkeit u. Haltbarkeit u. sind auch geeignet für feine Schneidinstrumente u. Messer verschied. Art. Ein Drehstahl mit Rockwell-C 75 enthält 30 Zr, 12 Nb, 2,5 Ta, 7,5 Ti, Rest Fe. Genügt Rockwell-C 65, so sind die Gehh. 35 Zr, 14 Nb, 3 Ta, Rest Fe. Höhere Härte wird durch Erhöhung des Ti-Geh. auf 15 erzielt. Für Zieh- u. Schneidwerkzeuge wird ein Stahl verwendet mit 30 Zr, 15 Nb, 4 Ta, 8 W u. 43 Fe oder 30 Zr, 8 Nb, 2 Ta, 5 Ti u. 55 Fe. Für chirurg. u. zahnärztliche Instrumente enthält der Stahl 40 Zr, 14 Nb, 4 Ta, 7 Ti u. 35 Fe oder 40 Zr, 20 Nb, 5 Ta, 10 Ti u. 25 Fe oder 20 Zr, 10 Nb, 2 Ta, 7 Ti u. 61 Fe. Die Stähle können auch noch Al u. Y enthalten, z. B. enthält ein magnet. Stahl 25 Zr, 6 Nb, 1 Ta, 15 Al, 53 Fe, ein nichtmagnet. Stahl 15 Zr, 6 Nb, 1 Ta, 5—10 Y, Rest Fe. Wegen seiner Korrosionsbeständigkeit kann der Stahl im Schiffbau in Form v. Blechen zu Schiffsrumpfen u. Deckbauten verwendet werden in folgender Zus.: 20—30 Zr, 4—14 Nb, 0,5—3 Ta, 74,5—53 Fe. (A. P. 2 307 960 vom 23/5. 1941, ausg. 12/1. 1943.) 802.6411

Carpenter Steel Co., Reading, übert. von: **George V. Luerssen**, Reading, und **Walter A. Schlegel**, Bernharts, Pa., V. St. A., *Schnelldrehstähle* enthalten 0,3—1 (0/0) C, 3—5 Cr, 3—10 Mo, weniger als 8 W, 0,5—2,5 V u. 0,15—3 Nb, Ta, Ti, Zr, Ce oder U. Als Beispiele sind Stähle angegeben mit 0,15—3 der letztgenannten Elemente u. ferner mit 0,7 C, 0,15 Mn, 0,15 Si, 4 Cr, 4 Mo, 5,25 W u. 1,25 V oder mit 0,7 C, 0,15 Mn, 0,15 Si, 3,75 Cr, 8 Mo, 1,25 W u. 0,9 V oder mit 0,7 C, 0,15 Mn, 0,15 Si, 3,75 Cr, 8,50 W u. 1,8 V. Durch die Gehh. an Nb u. den ähnlich wirkenden Elementen wird die Entkühlung bei der Warmbehandlung verhindert. Die Stähle werden auf 2200—2300° F (1205—1260° C) erhitzt, gehärtet u. anschließend bei 1400° F (760° C) im Pb-Bad angelassen. (A. P. 2 343 069 vom 27/2. 1942, ausg. 29/2. 1944.) 802.6411

Bell Telephone Laboratories Inc., New York, N. Y., übert. von: **James E. Harris**, Newark, N. J., V. St. A., *Legierung für Schwingungselemente* enthält 32—42 (0/0) Ni, 13—18 Mo, 0—3 Mn, 0—0,9 C, Rest Fe. Bes. geeignet ist folgende Zus.: 45,8 Fe, 34,8 Ni, 15,7 Mo, 2,2 Mn, 1,2 Co u. 0,3 C. Die Bestandteile der Legierungen müssen so aufeinander abgestimmt sein, daß ein Elastizitätskoeff. entsteht, der den Ausdehnungskoeff. ausgleicht, so daß der Schwingungskoeff. bei der gewünschten Betriebstemp. im wesentlichen null ist. Um eine Oxydation oder andere Rkk. zu verhüten, werden die Legierungsbestandteile in einer inerten Atmosphäre, z. B. in gereinigtem He, geschmolzen. Nach dem Gießen u. Warmwalzen wird der Werkstoff bei etwa 950° gegläht u. im Ofen abgekühlt. Dann wird das Werkstück in die endgültige Form gebracht u. daraufhin nochmals bei 950° gegläht u. wieder im Ofen abgekühlt, um Reckspannungen, die beim Bearbeiten entstanden, zu beseitigen. Die Legierungen werden zur Herst. v. Federn u. Stimmgabeln verwendet. (A. P. 2 251 356 vom 27/8. 1938, ausg. 5/8. 1941.) 802.6411

William A. Ogg, Huntington, W. Va., V. St. A., *Gewinnung von Zink* durch Destillation. Zur Steigerung der Wärmeleitfähigkeit der Muffelbeschickung beschränkt man den Reduktionskoks auf eine Menge, die nur wenig größer ist als die theoret. zur Red. des ZnO erforderliche u. setzt einen die Wärme gut leitenden indifferenten Stoff, z. B. SiC, zu. Beispiel: Alte Beschickung einer belg. Retorte: 84 (lbs.) gesintertes Zn-Erz, 34 Koksgrus. Neue Beschickung: 84 Zn-Erz, 15 Koksgrus, 95 SiC. Die Leitfähigkeit der neuen Beschickung war um > 100% größer als die der alten. Die Chargendauer wurde hierdurch so weit abgekürzt, daß man von einem 24 Stdn.-Turnus auf einen 12 Stdn.-Turnus übergehen konnte. Die Rückgewinnung des SiC war leicht möglich durch Absieben der feineren Erzurückstände. An Stelle von SiC kann man auch Stahlschrott (leichte magnet. Rückgewinnung aus den Rückständen) oder geschmolzene Tonerde verwenden. (A. P. 2 341 805 vom 22/12. 1941, ausg. 15/2. 1944.) 818.6427

Arturo Amenabar, Santiago, Chile, *Auslaugen von Kupfererzen mit Schwefelsäure*. Die erhaltene CuSO₄-Lsg. wird mit SO₂ u. Halogenwasserstoffsäuren oder Halogeniden, vorzugsweise HJ, behandelt, um Cu als Cuprohalogenid zu fällen. Während die verbleibende H₂SO₄-haltige Lsg. zum Laugen frischer Erze benutzt wird, behandelt man den abgetrennten Nd. in wss. Suspension mit H₂S zur Regenerierung von HJ oder dgl. u. Bldg. von Cu₂S, das geröstet wird. Die Röstgase gehen in den Prozeß zurück. Zweckmäßig läßt man auf die in Haufen aufgeschichteten groben Erze eine Lsg., die H₂SO₄, HNO₃, HCl u. 1—2% Ferro- u. Ferrisulfat enthält, 10—12 Tage einwirken, worauf man das gebildete CuSO₄ auslaugt. (A. P. 2 357 990 vom 27/2. 1941, ausg. 12/9. 1944.) 818 6433

American Smelting & Refining Co., New York, N. Y., übert. von: **Edward P. Fleming**, Los Angeles, Calif., und **Donald H. McIntosh**, Corpus Christi, Tex., V. St. A., *Aufarbeiten von Kupfer und Blei enthaltenden Krätzen*, Cu-Pb-Stein u. dgl. Die > 2—5(0/0) Fe als Magnetit enthaltenden u. daher nach bekannten Methoden nur schwer zu verarbeitenden

Stoffe (z. B. Krätzen mit 18—20 Cu u. 50—65 Pb) werden in einem Flammofen in Ggw. von Na₂CO₃ (2—6), Bleiglätte (0,1—3,5) u. Reduktionsmittel (0,75—2,5 Koks-pulver) bei 800—1000° auf eine, den Fe- u. SiO₂-Geh. aufnehmende Schlacke, ferner ein Werkblei mit < 1 Cu u. eine Speise verschmolzen, in der das Verhältnis von Cu:Pb mindestens 5:1 beträgt. Nach A. P. 2343761 werden an Stelle von Na₂CO₃ Na₂S bildende Stoffe, z. B. Na₂SO₄, zugesetzt. Krätzen der vorst. Zus. werden z. B. mit 2—6 Na₂SO₄ u. 0,75 bis 5 Koks-pulver bei unter 1000° auf einen das Fe aufnehmenden Na₂S-Stein mit einem Cu-Pb-Verhältnis von > 5:1, eine Speise mit > 50 Cu u. einem Cu:Pb-Verhältnis von > 5:1 sowie ein Werkblei mit < 1 Cu verschmolzen. (A. P. 2343760 vom 3/7. 1942 u. 2343761 vom 21/8. 1943, beide ausg. 7/3. 1944.) 818.6433

Chase Brass & Copper Co., Inc., übert. von: **Henry L. Burghoff**, Waterbury, und **Donald C. Crampton**, Marion, Conn., V. St. A., *Aushärtbare Kupferlegierung* mit > 67 (%) Cu, 0,5—20 Mn u. 0,1—5 As. Die die Vergütung bewirkenden Gehh. an As u. Mn stehen in einem bestimmten Verhältnis, das vom Gesamtgeh. dieser Zusätze abhängig ist. Außerdem kann die Legierung noch bis zu 5 Pb enthalten. In Knetlegierungen darf der Pb-Geh. 2,5 nicht überschreiten. Höhere Gehh. an Sb, Bi, P, Si, Se, Te sind wegen der damit verbundenen Sprödigkeit zu vermeiden. Die Höchstgeh. betragen für Cr u. Fe je 2, für Co 4, für Ti u. Zr je 1. Zn, Sn, Al u. Cd, die vom Cu in fester Lsg. aufgenommen werden, können bis zu 30 vorhanden sein. Die Vergütungsbehandlung besteht in einem Abschrecken von einer Temp. zwischen 650 u. dem F. der Legierung u. Anlassen bei 370—650°, vorzugsweise 370—540°. Nach dem Abschrecken können die Legierungen kalt verarbeitet werden. Durch das Anlassen steigen therm. u. elektr. Leitfähigkeit. (A. P. 2338756 vom 22/8. 1942, ausg. 11/1. 1944.) 818.6433

Revere Copper and Brass Inc., übert. von: **Richard A. Wilkins**, Rome, N. Y., V. St. A., *Sondermessing*, bes. für geschmiedete Rohre, besteht aus 0,02—0,2 (%) As, 0,01—0,1 Sb, mit der Maßgabe, daß Sb nicht mehr als 50% des As-Geh. beträgt, 57—85 Cu, Rest Zn. Bei Berührung mit korrodierenden Fl. (Salz- u. Brackwasser, ferner W. für industrielle zu Trinkzwecke) bildet sich auf dem Messing ein festhaftender undurchlässiger glasartiger Film, der eine Entzinkung oder sonstige Korrosion verhindert. (A. P. 2369813 vom 3/6. 1941, ausg. 20/2. 1945.) 818.6433

Electro Manganese Corp., Minneapolis, Minn., übert. von: **Elmer M. Wanamaker** und **William D. Morgan jr.**, Knoxville, Tenn., V. St. A., *Elektrolytische Mangangewinnung*. Das Mn-Erz wird in bekannter Weise mit Anolyt gelaugt, aus der Lauge zunächst Fe entfernt u. hierauf Ni u. Co als Sulfide mit einem erheblichen Überschuß an (NH₄)₂S gefällt, wonach die Lauge nach Abtrennung des Nd. als Katholyt benutzt wird. Bei der Ni-Co-Fällung wird schlammförmiger Nd. von früheren Fällungen zugesetzt. Hierdurch wird einmal eine Entarmung des ca. 5% Mn enthaltenden Nd. erreicht. Außerdem wird bei der Elektrolyse der in der angegebenen Weise gereinigten Lauge ein Abfallen von Mn von der Kathode vermieden, was darauf zurückgeführt wird, daß bei dem neuen Verf. auch koll. Silicate u. Mn-, Co- u. Ni-Verbb. abgeschieden werden, die andernfalls durch die Filter gehen u. die Bldg. eines zusammenhängenden Mn-Nd. verhindern. (A. P. 2325723 vom 27/2. 1942, ausg. 3/8. 1943.) 818.6437

Aluminum Co. of America, Pittsburgh, Pa., übert. von: **Louis W. Kempf** und **Walter A. Dean**, Lakewood, O., V. St. A., *Aluminiumlegierung* besteht aus 15—50 (%) Be, 5—20 Ag, Rest Al. Sie zeichnet sich aus durch hohe Zugfestigkeit bei höheren Temp., verbunden mit hoher Wärmeleitfähigkeit u. hohem Elastizitätsmodul. Verwendung: Kolben u. Ventiltteile von Flugmotoren. (A. P. 2369354 vom 6/6. 1942, ausg. 13/2. 1945.) 818.6443

* **Horace C. Hall** und **Tennyson F. Bradbury**, *Aluminium-Legierungen* für Gußteile von Verbrennungskraftmaschinen haben folgende Zus.: 0—1,6 (%) Cu, 0,6—1,25 Ni, 2—3 Si, 0,7—1,3 Fe, 0,1—0,2 Mg, 0,05—0,22 Ti, 0,015—0,17 Zr, 0—0,2 Mn, 0—0,25 Ag, 0—0,5 Zn u. Rest Al. (E. P. 576220, ausg. 25/3. 1946.) 802.6443

John A. Toleik, Berwyn, Ill., V. St. A., *Aluminiumlegierung* besteht aus 0,44 bis 0,65 (%) Cu, 0,31 Co, 0,31 Ni, 0,25 Mo, 0,25 Mg, 0,19 Ag, 0,06 V, 0,06 W, 0,06 Cr, 0,25 Cd, Rest Al. Infolge ihres Geh. an einer Vielzahl von Einzelementen zeichnet sich die Legierung aus durch bes. hohe Geschmeidigkeit u. Korrosionsbeständigkeit. Der für viele Zwecke brauchbare Werkstoff ist vor allem geeignet für Flugzeugteile, Brennstofftanks, geschweißte Behälter u. Küchengeräte. (A. P. 2383026 vom 15/8. 1940, ausg. 21/8. 1945.) 818.6443

General Electric Co., übert. von: **Richards H. Harrington**, Schenectady, N. Y., V. St. A., *Vergütbare Aluminiumlegierung* besteht aus 2—6 (%) Cu, 0,1—1 Be, 0,65 bis 6,5 Co, Rest Al. Der Geh. an Co soll sich zu dem an Be wie 6,5:1 verhalten. Die Le-

gierungen werden durch Glühen bei 520—550°, Abschrecken u. Anlassen bei 100—250° vergütet. Vor dem Anlassen wird zweckmäßig eine Kaltverformung eingeschaltet. Im Gegensatz zu anderen vergütbaren Al-Legierungen behalten die Werkstoffe ihre hohe Härte auch bei höheren Temp. bei. (A. P. 2 373 678 vom 28/3. 1942, ausg. 17/4. 1945.) 818.6443

Dominion Magnesium Ltd., Toronto, übert. von: **Lloyd Montgomery Pidgeon**, Rockcliffe, Ontario, Canada, *Gewinnung von Magnesium*, bes. durch Red. von Mg-haltigem Gut mit Ferrosilicium. Zur Verringerung der Empfindlichkeit des abgeschiedenen Mg gegen Selbstentzündung durch gleichzeitig kondensiertes Na hält man die Temp. im Kondensator durch gegebenenfalls verstellbare Kühlelemente so, daß Mg u. Na an verschied. Stellen kondensiert werden. Um ein möglichst grobkörniges Mg zu erzielen, arbeitet man bei 200—400° u. einem Druck von ca. 0,1 mm Hg-Säule. Das Mg scheidet sich in einer nach der Retorte zu gelegenen Zone, das Na in einer am äußeren Retortenende gelegenen Zone ab. Die Zonen sind durch Prallplatten getrennt. Der Kondensator ist so eingerichtet, daß jedes Metall für sich herausgenommen werden kann. Die Arbeitsweise eignet sich auch zur Gewinnung anderer flüchtiger Metalle, wie Zn oder Cd, u. bes. zur Gewinnung von Na-freiem Ca. (A. PP. 2 330 142 vom 3/11. 1941 u. 2 330 143 vom 11/2. 1942, beide ausg. 21/9. 1943. Can. Prior. 22/10. 1941.) 818.6445

Dow Chemical Co., übert. von: **William Clifford Newhams**, Midland, Mich., V. St. A., *Gewinnung von Magnesium* aus Alkali- oder Erdalkalihalogenide enthaltenden Flußmitteln von der Behandlung von Metallschmelzen, in denen das Metall in Form kleiner Kügelchen eingeschlossen vorliegt. Das geschmolzene Flußmittel wird in kleinen Mengen auf eine Mg- oder Mg-Legierungsschmelze gegossen. Zweckmäßig läßt man die Flußmittelschmelze durch ein Sieb oder eine durchlochte Platte in einzelnen Strahlen auf die Metallschmelze fließen, das die feinen Metallkügelchen aufnimmt. Zur Aufnahme von 150—200 lbs. (68—90 kg) fein verteiltem Metall genügen ca. 50 lbs. (22,7 kg) Metallschmelze. Beispiel: 100 lbs. Flußmittel mit 45 (%) KCl, 20 MgCl₂, 15 MgO, 20 Mg-Legierung wurden bei ca. 700° geschmolzen u. durch ein 4-Maschen-Sieb in eine auf ca. 760° erhitze Schmelze aus 30 lbs. Elektrolyt-Mg gegossen. Es wurden 45 lbs. Metall erhalten, d. h. nahezu das gesamte Metall aus dem Flußmittel wurde wieder gewonnen. Das Gießen nahm ca. 5 Min. in Anspruch. (A. P. 2 330 137 vom 2/7. 1942, ausg. 21/9. 1943.) 818.6445

Aluminum Co. of America, Pittsburgh, Pa., übert. von: **Charles B. Willmore**, New Kensington, Pa., und **Frank D. Chew**, Detroit, Mich., V. St. A., *Herstellung von berylliumhaltigem Magnesium*. Dampfförmiges Mg u. BeF₂ werden gemeinsam kondensiert, worauf die Mischung geschmolzen wird. Ein Teil des Mg setzt sich mit dem BeF₂ zu metall. Be um, das von der restlichen Mg-Schmelze aufgenommen wird. Man kann das Dampfgemisch bei der Red. von Mg-haltigen Stoffen dadurch erzeugen, daß man der Beschickung Stoffe zusetzt, die unter Bldg. von BeF₂ miteinander reagieren, z. B. Al, Mg- oder Cu-Fluoride u. BeO oder BeO-haltige Stoffe, wie Beryll. Ein Zusatz von Al zu Mg steigert dessen Aufnahmefähigkeit für Be. (A. P. 2 383 281 vom 8/1. 1944, ausg. 21/8. 1945.) 818.6445

Aluminum Co. of America, Pittsburgh, übert. von: **Philip T. Stroup**, New Kensington, Pa., V. St. A., *Wärmebehandlung von Magnesiumlegierungen mit >70% Magnesium*. Um eine Verschlechterung der Eigg. der Legierung (mechan. Eigg., Korrosionsverh.) bei der Wärmebehandlung zu verhüten, sorgt man für die Anwesenheit einer F-Verb. in der vorzugsweise CO₂-haltigen Ofenatmosphäre. Bes. wirksam ist die Behandlung von Mg-Legierungen mit 0,005—0,2% Be oder 0,01—1% Ca. Bei Legierungen, bei denen Grobkorn keine Rolle spielt, kann man den Be-Geh. bis auf 2% steigern. Die Menge an F-Verb. (HF, B-Fluoride, organ. Fluoride) beträgt ca. 1,83 g/Liter. (A. P. 2 380 202 vom 31/8. 1942, ausg. 10/7. 1945.) 818.6445

Glidden Co., Cleveland, O., übert. von: **Joseph E. Drapeau jr.**, Calumet City, Ill., V. St. A. *Herstellung eines stark zusammendrückbaren Eisenpulvers*. Das aus der Red. von Fe₂O₃ bei geringer Temp. gewonnene poröse u. polykrystalline Feineisen wird in einer Schlagmühle zu einem sehr feinen Pulver aus annähernd kugelförmigen Teilchen zerkleinert. Dieses polykrystalline Pulver wird dann in reduzierender Atmosphäre bei 900 bis 1650° F (482—900°) gegläht, so daß ein morokristallines Pulver entsteht, das einer anschließenden kurzen Oberflächenoxydation mittels Luft oder eines Dampf-Luft-Gemisches unterworfen wird, wobei sich ein schwacher Oxydfilm auf den Pulverteilchen bildet, der sich durch eine dunkelgraue oder rötliche Färbung des Pulvers bemerkbar macht. Danach wird das Pulver kurzzeitig u. unterhalb Sintertemp., bei ca. 600° C, mit H₂, CO oder einem anderen Gas red. u. schließlich in nichtoxydierender Atmosphäre abgekühlt u. gesiebt. — Durch die Umwandlung des an der Oberfläche der Pulverteilchen ursprünglich vorhandenen Zementits in Perlit entsteht eine poröse Oberfläche u. damit

eine wesentliche Verbesserung des inneren Zusammenhaltes u. der Sintereigg. des gepreßten Pulvers. (A. P. 2 381 440 vom 6/2. 1943, ausg. 7/8. 1945.) 835.6475

P. R. Mallory & Co., Inc., übert. von: **Franz R. Hensel** und **Earl J. Larsen**, Indianapolis, Ind., V. St. A., *Sinterlegierung für Lager*. Ag-Pulver aus kugelförmigen Teilchen mit 0,058—0,177 mm Durchmesser wird bei 600—900° gesintert oder bei 250—600° heiß gepreßt u. dann mit Pb oder Tl oder einer eutekt. Ag—Pb- oder Ag—Tl-Legierung mit 97,5 Pb u. 2,5 (%) Ag bzw. 98,7 Pb u. 1,3 Ag getränkt. Durch Verwendung des verhältnismäßig grobkörnigen Pulvers wird beim Tränken die Bldg. größerer Mengen von leichtfl. eutekt. Legierungen des Ag mit dem Tränkungsmetall vermieden u. damit eine rasche Verstopfung der Poren verhütet. Die Porigkeit des Ag-Körpers kann durch Zusatz von Paraffin, Glyptal, Stearinsäure oder anderen flüchtigen Bindemitteln gesteigert werden. Für Lager mit bes. hoher Härte u. Festigkeit kann man unter Verzicht auf zu hohe Anforderungen an die Gleiteigg. von Sinterkörpern aus vergütbaren Ag-Legierungen mit 2—10 Cu ausgehen. Das Ag-Pulver kann unmittelbar in den aus Stahl oder dergleichen bestehenden Tragkörper des Lagers eingepreßt u. hier gesintert u. getränkt werden. Zur Verbesserung der Haftung der Lagermetallauskleidung überzieht man den Tragkörper mit Ag, Ni oder Cu. (A. P. 2 377 882 vom 11/8. 1942, ausg. 12/6. 1945.) 818.6475

P. R. Mallory & Co., Inc., übert. von: **Franz R. Hensel**, **Earl I. Larsen** und **Earl F. Swazy**, Indianapolis, Ind., V. St. A., *Sinterlegierung für elektr. Kontakte* besteht aus einem Carbid der Metalle Ti, Cr, V, Nb, Ta, Mo oder W in einer Menge von 35—70(%), ferner 0,25—15 Co u. 25—64 Ag. Für Kontakte, die eine bes. hohe elektr. Leitfähigkeit besitzen müssen, verwendet man Legierungen der folgenden Zus.: 35—49 Carbid, 0,25 bis 15 Co, 50—64 Ag. Legierungen für Kontakte, bei denen es darauf ankommt, daß sie bei hohen Belastungen nicht kleben, bestehen aus 50—70 Carbid, 0,25—15 Co, 25—49 Ag. Zur Herst. der Legierungen wird Carbid- u. Co-Pulver mit ca. 1% Harz vermischt, die Mischung gepreßt u. bei 1100—1400° gesintert. Der poröse Sinterkörper wird dann mit Ag getränkt. Man kann auch die gesamte Pulvermischung bei gewöhnlicher oder erhöhter Temp. pressen u. den Preßkörper gegebenenfalls bei ca. 960° sintern. Zur Verfestigung können die Sinterkörper kalt verformt werden. Man kann sie auch hämmern, walzen, schmieden oder ziehen. (A. P. 2 313 070 vom 22/6. 1940, ausg. 9/3. 1943.) 818.6475

Chapman Valve Mfg. Co., übert. von: **Vincent T. Malcolm**, Indian Orchard, Mass., V. St. A., *Blankglühen von Stahlgegenständen*. Die zu behandelnden Werkstücke werden in einen zunächst noch kalten Ofen eingebracht, in den ein in einer Reinigungs- u. Crackanlage in seine Wasserstoff- u. Stickstoffkomponenten dissoziiertes, auf ca. 1200° F (650° C) vorgewärmtes Ammoniakgas eingeleitet wird. Sobald dieses die Luft aus dem Ofenraum verdrängt hat, werden die Werkstücke auf über Ac₃ erhitzt, dann schnell aus dem Ofen herausgenommen u. abgeschreckt. (A. P. 2 298 397 vom 18/10. 1939, ausg. 13/10. 1942.) 835.6493

Deutsche Waffen- und Munitionsfabriken A.-G., Deutschland, *Wärmebehandlung kalt zu walzender Stahlwerkstücke*. Diese werden in einer C-abscheidenden Ofenatmosphäre bei 650—700° geglüht, z. B. in dem Verbrennungsgas eines Gemisches aus 1 Teil Leuchtgas u. 2,4 Teilen Luft, wobei sich auf der zunderfreien Werkstückoberfläche eine gut haftende, poröse C-Schicht bildet, die als Trägerschicht für das zum Kaltwalzen erforderliche Schmiermittel (z. B. Seifenlsg.) dient. — Die während der Kaltverformung üblichen Zwischenglühungen u. die Erneuerung der Schmiermitteltragschicht werden hierdurch vermieden. (F. P. 898 593 vom 5/10. 1943, ausg. 26/4. 1945. D. Prior. 2/12. 1941.) 835.6493

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vormals Roessler, Deutschland, *Abschrecken von Metallen in Alkalinitrat oder Alkalinitrit enthaltenden Schmelzen*. Den Schmelzen werden alkal. wirkende Verbb., z. B. Alkali- oder Erdalkalihydroxyde, -oxyde oder -carbonate, in solchen Mengen zugesetzt, daß keine nitrosen Dämpfe beim Abschrecken entstehen. Z. B. sind die Abschreckbäder zusammengesetzt aus gleichen Teilen K-Nitrat, Na-Nitrit u. Na-Hydroxyd. Die Abschreckbäder sind bes. geeignet für Stahlteile, die vorher in Erdalkalichloridbädern erhitzt waren. (F. P. 903 204 vom 5/4. 1944, ausg. 27/9. 1945. D. Prior. 7/5. 1943.) 801.6493

Leslie Delancey, Ellenville, N. Y., V. St. A., *Abschreckbad zum Härten nichtaustenitischer Stähle*. Das Bad besteht aus einer Emulsion von 2gal. (7,57 Liter) mindestens 4%ig. Cideressig (Weinessig), 2 lbs. (0,9 kg) Holzäsche (vorzugsweise von Roteiche oder einem anderen Hartholz) u. 2—3 fl.qts. (1,9—2,8 Liter) Mineralöl. Gegebenenfalls kann ein Emulsionsbildner, z. B. 0,5 oz. (0,014 Liter) Oleinsäure, zugesetzt werden. Bei zu hohem Essigsäuregeh. des Cideressigs (z. B. 8%) wird die Acidität durch einen kleinen NaOH-Zusatz abgeschwächt. (A. P. 2 301 932 vom 24/10. 1941, ausg. 17/11. 1942.) 835.6493

National Steel Corp., Del., übert. von: **Steve J. Dishanzi, W. Va., V. St. A., Kontinuierliches Beizen von Metallstreifen.** Für das Beizen werden mehrere hintereinander angeordnete Beizbäder verwendet. In den beiden ersten Behältern wird eine Säurekonz. von 25—30% aufrechterhalten. In den nächsten Behältern ist die Säurekonz. etwas geringer. Wenn in dem ersten Behälter die FeSO_4 -Konz. auf 30% angestiegen ist, wird keine H_2SO_4 mehr zugesetzt. Bei 35% FeSO_4 wird der Behälter entleert u. mit der Beizfl. des nächsten Behälters gefüllt, der dann mit frischer Beizlg. gefüllt wird. In den folgenden Behältern erreicht die FeSO_4 -Konz. höchstens 10—20%. Die Geschwindigkeit des Metallstreifens beträgt je nach der Konz. 350—400 ft./min. (107—122 m/min) bis 250 ft./min. (76 m/min). (A. P. 2 381 652 vom 24/7. 1941, ausg. 7/8. 1945.) 804.6513

American Steel and Wire Co., N. J., übert. von: **Frank Forsberg, Worcester, Mass., V. St. A., Entfernen von Oxydschichten auf Stahl.** Die Werkstücke, wie Drähte oder Bleche, werden kathod. in einer Schmelze von NaNO_3 oder von $\text{NaNO}_3 + \text{KNO}_3$ behandelt, wobei der Eisenbehälter als Anode dient. Geeignet ist z. B. eine Schmelze aus 80% NaNO_3 u. 20% KNO_3 . Temp. 700—1000° F (371—538° C), Behandlungsdauer 30—90 Sek., Spannung 6—12 Volt. Die an dem Eisenbehälter freierwährenden Stickoxyde verhindern das Festsetzen von Schlamm. Auf den Werkstücken scheidet sich Na ab, das sich mit den Oxyden zu Na_2O_2 umsetzt. Dieses wird mit kalter verd. Säure entfernt, so daß die H_2 -Aufnahme u. damit Beizsprödigkeit vermieden wird. (A. P. 2 378 761 vom 17/10. 1941, ausg. 19/6. 1945.) 804.6515

Askaniawerke, A. G., Deutschland, Herstellung porenfreier Überzüge. Zur Gewinnung absol. porenfreier Überzüge, bes. auch Metallüberzüge, für opt. Zwecke muß der Überzug in mehreren Schichten aufgetragen u. jede Schicht poliert werden, da auch das mehrfache Auftragen auf porösen Untergrund immer nur wieder poröse Schichten gibt. Nach diesem Verf. werden bes. porenfreie Überzüge aus *Ag, Au, PbS u. ZnS* hergestellt. (F. P. 904 782 vom 30/5. 1944, ausg. 15/11. 1945. D. Prior. 21/12. 1942.) 805.6517

Georg M. Black, Cleveland Heights, O., V. St. A., Schutzüberzug für Metalle. Die zum Überziehen verwendete M. besteht aus 8—60% Chromseife u. einem Lösungsm. für die Seife nebst einer Mischung von Harz- u. höheren Fettsäuren, die in ausreichender Menge zur Lsg. der Seife vorhanden sind. Die Fettsäuren sind solche, die in Fetten vorhanden sind oder aus Fetten, pflanzlichen Ölen oder Holz abgeleitet werden. Die M. ist frei von entzündbaren, bei n. Temp. flüchtigen Bestandteilen, die Reißbildg. des gebildeten Films bewirken. Zum Überziehen von Eisen wird z. B. eine M. verwendet, die aus 10 (%) Chromoleat, 20 Mineralöl, 20 Tallöl u. 48 Keros. n. besteht. Nach dem Eintauchen wird der Überzug 30 Min. bei 300—600° F (149—316° C) getrocknet, wodurch ein festhaftender, rostschtützend, elast. Überzug entsteht. Auf diesen Überzug können noch Anstriche u. Lacke aufgebracht werden. (A. P. 2 326 120 vom 21/3. 1940, ausg. 10/8. 1943.) 804.6529

IX. Organische Industrie.

Siegfried Zipser, Böhmen-Mähren, Verfahren und Vorrichtung zur ununterbrochenen Destillation von flüchtigen Stoffen, bes. von Fettsäuren, mittels Wasserdampf. Die Ausgangsstoffe, z. B. Fettsäuren oder Glycerin, werden zunächst einer Vordest. unterworfen, wobei der größte Teil der destillierbaren Stoffe abgetrennt wird. Der dabei verbleibende Rctst wird einer weiteren Dest. unterworfen, wobei mit dem Wasserdampf die noch destillierbaren Anteile übergehen. Dabei ist vorgesehen, daß die Dämpfe, welche die flüchtigen Anteile mitreißen sollen, in möglichst feiner Verteilung in die zu behandelnde Fl. eingeleitet werden. Bei der zweiten Dest. wird die Beheizung durch den eingeleiteten Wasserdampf noch unterstützt durch zusätzliche Beheizung, z. B. mittels Dampfschlangen, Oberflächenbeheizung oder dergleichen. Die zweite Dest. wird in mehreren Stufen durchgeführt, deren letzte mit Wasserdampf u. die übrigen mit den Dämpfen der vorhergehenden Stufe an Stelle von Wasserdampf arbeiten. — Zeichnung. (F. P. 893 995 vom 9/4. 1943, ausg. 11/12. 1944. D. Prior. 1/3. 1939.) 808.6561

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Kontinuierliche Sulfohalogenierung von aliphatischen und hydroaromatischen Kohlenwasserstoffen. Bei der kontinuierlichen Sulfohalogenierung durch Behandeln der KW-stoffe mittels SO_2 u. Cl_2 unter der Einw. ultravioletter Lichtstrahlen führt man die Rk. nicht in einem, sondern in mindestens zwei hintereinander geschalteten Reaktionsgefäßen, die mit Kühl- u. Rührvorr. versehen sind, durch. Man erhält dadurch bessere Ausbeuten u. reinere Prodd., denn die Arbeitsbedingungen können so eingestellt werden, daß neben frischem KW-stoff fertig gebildetes Sulfochlorid nicht unnötig lange der weiteren Einw. von SO_2 u. Cl_2 unterliegt u. somit die Gefahr der Entstehung von Disulfochlorid weitestgehend ausgeschaltet wird. — Die App.

wird durch eine Zeichnung erläutert. (F. P. 892 099 vom 30/3. 1943, ausg. 25/5. 1944. D. Prior. 13/12. 1940.) 813.411

Standard Oil Development Co., Donald L. Campbell und Frank T. Barr, V. St. A., Hydrierung von Oxyden des Kohlenstoffs zu Methanol u. a. Alkoholen, „Synthol“, analogen Gemischen von fl. KW-stoffen u. organ. Oxyverbb. u. bes. zu Verbb., die mehr als 1 C-Atom im Mol. enthalten. Man leitet die Gase zusammen mit einem staubförmigen Katalysator durch eine verhältnismäßig lange u. schmale Reaktionszone, z. B. durch Röhren mit einem Durchmesser von 12,7—203 mm, unter geeigneten Drucken u. Temp. (188—210°) u. führt die exotherm. Reaktionswärme unmittelbar in dem Maße, in dem sie längs des Weges, den die Gase zurücklegen, auftritt, ab, u. zwar dadurch, daß man eine Kühlfl. um die Außenwände der Reaktionszone strömen läßt. Z. B. soll die Anfangstemp. an keiner Stelle der Zone um mehr als 5,5°, vorzugsweise 3°, überschritten werden. Als Katalysatoren eignen sich Ce, Cr, Co, Mn, Os, Pd, Ti, Zn, Fe sowie Oxyde u. a. Verbb. dieser Metalle; auch kann man Gemische dieser Katalysatoren verwenden oder sie mit Aktivierungsmitteln imprägnieren. — Vorrichtung. (F. P. 915 583 vom 8/10. 1945, ausg. 12/11. 1946. A. Prior. 17/12. 1940.) 832.443

Standard Oil Co., Rudolph J. Ozol u. Christopher R. Masterson, V. St. A., Stabilisieren und Desodorieren von aliphatischen, durch Hydratation von Olefinen mittels H₂SO₄ gewonnenen Alkoholen, wie Äthyl-, Isopropyl-, Butyl-, Amylalkohol, durch Behandlung mit einer kleinen Menge, z. B. 0,5%, CuCl u. 5% wss. NaOH (50%ig.). — Z. B. verrührt man 49,1 cbm 91%ig. Isopropylalkohol mit 1892,5 Liter 50%ig. NaOH, trennt NaOH ab, rührt den Alkohol 30 Min. mit 4,5 kg CuCl u. dest. ihn. (F. P. 914 602 vom 18/9. 1945, ausg. 14/10. 1946. A. Prior. 28/5. 1941.) 832.444

Ges. für Chemische Industrie in Basel, Schweiz, Herstellung von Alkoholen durch Reduktion von Aldehyden und Ketonen. Bei der Red. von Aldehyden u. Ketonen mittels H₂ dient als Rk.-Beschleuniger ein aus SiO₂, Me-Oxyden (Me = Li, Na, K, Ca, Rb, NH₄) u. Kupfersalzen aufgebauter Stoff, der erhalten wird, indem man die Kupfersalze mit einem Agens fällt, in welchem das Verhältnis von SiO₂ zu Me₂O nicht über 1,5 liegt. Die Fällung kann mit Alkalisilicatlsgg. gemacht werden, denen man 1—3 Teile anorgan. Basen, wie NH₃, Alkalicarbonate u. -hydroxyde, zugefügt hat; es können außerdem noch Ammoniumsalze, z. B. NH₄NO₃, zugegen sein. Die gefällten Ndd. werden filtriert, gewaschen, getrocknet u. granuliert. Dieses Prod. besitzt eine ausgezeichnete katalyt. Wrkg., die bereits bei ca 150° einsetzt u. sich über einen Temp.-Bereich von 110° erstreckt (150—260°). A. aus Acetaldehyd, Isopropyläther aus Aceton. (F. P. 896 762 vom 26/7. 1943, ausg. 2/3. 1945. Schwz.-Prior. 5/8. 1942 u. 4/5. 1943.) 819.446

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung von Alkoholen, dad. gek., daß die wenig flüchtigen, bei der Gewinnung von Crotonaldehyd aus Acetaldol anfallenden Rückstände oder Fraktionen derselben hydriert werden. Die Hydrierungsprodd. bestehen in ihren am meisten flüchtigen Anteilen aus *n*-Butanol, *n*-Hexanol u. *n*-Octanol; die mittleren Fraktionen setzen sich hauptsächlich aus mehrwertigen Alkoholen, wie Octandiol u. Dodecandiol, zusammen; die am wenigsten flüchtigen Anteile haben die Beschaffenheit von weichen Wachsen. — Beispiele für die Hydrierung in Ggw. von RANEY-Ni. — Lösungs-, Weichmachungsmittel, Ausgangsstoffe für andere Reaktionen. (F. P. 906 210 vom 1/8. 1944, ausg. 27/12. 1945. D. Prior. 6/4. 1943.) 832.446

* **Shell Development Co.,** übert. von Lewis F. Hatch und Theodore W. Evans, *Acetylenische Alkohole.* Aus ungesätt. Halogenhydrinen (2-Chlor-, 3-Chlor-, 1-Methyl-2-chlor-, 1-Methyl-3-chlor-, 1,1-Dimethyl-2-chlor-, 1,1-Dimethyl-3-chlor-, 3-Methyl-3-chlor-, 1,3-Dimethyl-2-chlor-, 1,3-Dimethyl-3-chlor-, 1,1,3-Trimethyl-2-chlor- u. 1,1,3-Trimethyl-3-chlorallylalkohol) wird durch Lsgg. von Alkali- oder Erdalkalihydroxyden, deren Konz. weniger als 50% beträgt, HCl abgespalten. Z. B. erhitzt man 14 Mol 3-Chlorallylalkohol mit 14 Mol einer 20%ig. NaOH-Lsg. 2 Stdn. auf 95—100°. Beim Aufarbeiten (Extraktion mit Isopropyläther) erhält man Propargylalkohol, der zum Teil in polymerer Form vorliegt, in 43%ig. Ausbeute. Bei 3std. Erhitzen mit 10%ig. NaOH steigt die Ausbeute auf 50,3%, bei 1std. Erhitzen mit 50%ig. NaOH sinkt sie auf 35,5%. (E. P. 582 764, ausg. 27/11. 1946.) 809.463

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung von Alkoholen der Acetylenreihe. Man behandelt höhere Acetylen-KW-stoffe oder ihre mindestens ein an ein Acetylen-C-Atom gebundenes H-Atom tragenden Derivv. in Ggw. von wss. Ätzalkalislgg. bei höchstens 50° mit gesätt. Aldehyden, die unter den Reaktionsbedingungen hinreichend stabil sind, d. h. nicht oder nur in geringem Ausmaß mit sich selbst reagieren. Solche Aldehyde sind bes. die nicht arom. Aldehyde, die kein oder höchstens ein freies H-Atom in a-

Stellung zur Aldehydgruppe tragen, z. B. *Isobutyraldehyd* (II) u. Homologe, α -*Äthylhexyl-*, *Hexahydrobenzaldehyd*, *Tetrahydrofurfural* usw. An Acetylenverb. sind genannt: *Diacetylen* (I), *Pentadiin-(1.4)*, *Vinylacetylen* (IV), *Acetylenmische*, wie sie im *Acetylen* (III) des elektr. Bogens auftreten; *Pentadiin-2.4-ol-(1)* (V), *2-Methylhexadiin-3.5-ol-(2)*, *1-Diäthylaminopentadiin-(2.4)* (V). *Alkoxyvinylacetylene* usw. Ausgangsstoffe, die 2 an Acetylen-C-Atome gebundene H-Atome aufweisen, können bei der Umsetzung mit 1 bzw. 2 Moll. Aldehyd einwertige Alkohole bzw. Glykole bilden. — Z. B. leitet man in einen 300 ccm 50%ig. KOH enthaltenden Rührbehälter in 1 Stde. ein Gemisch von 25 g I u. 72 g II ein, filtriert das sich als weißer Nd. abscheidende *Diacetylen glykol-K-Alkohol* ab, verrührt es mit der doppelten Gewichtsmenge W., neutralisiert es mit Säure, filtriert u. wäscht das 2.9-Dimethyldodecadiin-4.6-diol-(3.8), F. 75°. Geht man anstatt von I von einem I-haltigen Acetylenmisch aus III aus, so reagiert das gleichfalls vorhandene IV in begrenztem Ausmaße zu 2-Methylheptin-4-en-6-ol-(3). Dest. man das Rohprod., so fällt ein geringer Vorlauf (Kp.₄ 100—140°) an, der wahrscheinlich aus 2-Methylheptin-4.6-ol-(3) (aus 1 Mol. I u. 1 Mol. II) besteht. — Aus einem Gemisch von I u. IV bei der Umsetzung mit *Isovaleraldehyd* (α -Methylbutanal) als Vorlauf ein Gemisch von 3-Methyloctadiin-5.7-ol-(4) u. 3-Methylocten-7-in-5-ol-(4) u. als Hauptfraktion (Kp.₃ 170—180°) 3.10-Dimethyldodecadiin-5.7-diol-(4.9), F. 42°, das wahrscheinlich ein Gemisch von Stereoisomeren ist. Durch Hydrierung mit RANEY-Ni in Methanol bei n. Temp. u. 200 at 3.10-Dimethyldodecandiol-(4.9), F. 88—94°. In analoger Weise aus *Isohexylaldehyd* (α -Methylpentanal) 4.11-Dimethyltridecadiin-6.8-diol-(5.10), Kp.₁ 174—178°. — Aus V u. II 1-Diäthylamino-7-methyloctadiin-2.4-ol-(6), Kp._{2,7} 146°, F. 56°; hieraus durch Hydrierung 1-Diäthylamino-7-methyloctanol-(6), Kp.₂ 116—118°. — Aus 2-Äthylbutanal u. I 3.10-Diäthylododecadiin-5.7-diol-(4.9), undestillierbares Öl, das zum entsprechenden, gesätt. Glykol hydriert werden kann. — Aus I (50 g) u. *Formisobutyraldol* (α - α -Dimethyl- β -oxypropionaldehyd) (204 g) in KOH eine K-Verb., die beim Neutralisieren 2.2.9.9-Tetramethyldodecadiin-4.6-tetrol-(1.3.8.10), F. 195°, liefert. (F. P. 906 115 vom 27/7. 1944, ausg. 24/12. 1945. D. Prior. 17/6. 1942.) 832.471

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Entfernung von Salzen aus Flüssigkeiten, die bei der Umwandlung von Acetaldehyd* (I) in *Aldol* (II) anfallen u. außer II u. gegebenenfalls I kleine Mengen an anderen organ. Verb., ferner W. u. Salze enthalten, dad. gek., daß man die Flüssigkeiten mit Anionen- u. Kationenaustauschern, vorzugsweise solchen, die auf Harzgrundlage beruhen, behandelt. — Z. B. leitet man die Fl., die bei der Einw. von wss. NaOH auf I entsteht u. ca. 5% W. enthält, durch einen mit einem organ. Anionenaustauscher gefüllten Turm mit einer stündlichen Geschwindigkeit, die dem 6—10fachen Vol. des Austauschers entspricht. Hierbei wird die Essigsäure aus dem vorhandenen Alkaliacetat freigesetzt. Dann leitet man die Fl. durch einen Turm, der einen organ. Kationenaustauscher enthält. Die Essigsäure wird dort gebunden; die den Turm verlassende Fl. hat ein pH von ca. 5,8, ist prakt. frei von Salzen u. kann durch Vertreibung von unverändertem I auf reines II verarbeitet werden. Hieraus durch Hydrierung 1.3-Butylenglykol. (F. P. 901 844 vom 9/2. 1944, ausg. 7/8. 1945. D. Prior. 6/1. 1943.) 832.475

* Imperial Chemical Industries Ltd., John G. M. Bremner, Robert H. Stanley, Arthur W. C. Taylor und Dennis A. Dowden, 1.5-Pentandiol. δ -Oxyvaleraldehyd wird durch katalyt. Hydrierung zu 1.5-Pentandiol reduziert. Zweckmäßig arbeitet man in fl. Phase bei Temp. von 50—100° u. Drücken von höchstens 50 at in Ggw. von metall. Ni (E. P. 576 057, ausg. 19/3. 1946.) 809.481

Soc. d'Innovations Chimiques, S. A., genannt: *Sinnova* oder *Sadie* (Erfinder: *Leonce Bert* und *Michel Procoffeff*), Frankreich (Seine-et-Marne), *Herstellung von sauren Alkylschwefelsäureestern* Ameisensäureester werden in einem indifferenten Lösungsm. u. zweckmäßig in der Wärme mit Cl-SO₃H behandelt. Hierbei bilden sich zunächst sulfonierte Ameisensäureester, die dann unter CO-Abspaltung saure Alkylsulfate liefern; a) HCOOR + SO₃HCl = SO₃H·COOR + HCl; b) SO₃H·COOR = R·SO₃H + CO. — Z. B. wird 1 Mol. Ameisensäurealkylester (Amyl-, Octyl-, Lauryl-, Myristylester usw.) in der 10fachen Gewichtsmenge CCl₄ gelöst, mit 1,1 Mol. Cl-SO₃H am Rückfluß bis zur Beendigung der HCl-Entw. erhitzt, das Lösungsm. verjagt. Die rohen Alkylsulfate können in Na-, NH₄-Salze usw. übergeführt werden. (F. P. 903 716 vom 18/11. 1943, ausg. 12/10. 1945.) 832.503

* Nicholas Proprietary Ltd., *Dialkylsulfate*. Man leitet 1 Mol H₂SO₄ u. 2 Mol eines Alkohols von 1—4 C-Atomen kontinuierlich in ein Reaktionsgefäß, das für Methanol u. A. auf 100—105°, für Propyl- u. Butylalkohol auf 90—95° erhitzt wird, bläst ununterbrochen einen Strom eines inerten Gases durch die Reaktionsmischung, damit die Alkylsulfate

u. das W. in die Dampfphase übergehen, kondensiert beide in einem Kondensator, trennt das Dialkylsulfat ab u. führt die nichtkondensierten Gase in den Arbeitsgang zurück. Der Umsatz an Alkoholen beträgt 97–98%, die Ausbeute an *Dimethylsulfat* 85% u. die an *Diäthylsulfat* 90%. (E. P. 581 115, ausg. 1/10. 1946.) 809.503

* **Carbide and Carbon Chemicals Corp.**, übert. von: **Alexander L. Wilson**, *Monoamino-äthylschwefelsäureester* (I). Die Umsetzung von äquimol. Mengen Aminoäthanol mit 77–95%ig. H₂SO₄ erfolgt in Ggw. von pulverförmigem I unter solchen Bedingungen der Temp. (135–250° bei 40 mm Hg-Druck) u. der Entfernung von W., daß der Ester nicht gelöst wird, sondern in der festen Phase verbleibt. Die Ausbeute an I beträgt bei diesem Verf. über 90% bei einem Reinheitsgrad von 99,2%. (E. P. 581 539, ausg. 16/10. 1946.) 809.503

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von tertiären Aminen*, die *mindestens eine Alkylolgruppe enthalten*. Man läßt auf NH₃, prim. oder sek. Amine Alkylendioxyde in Ggw. von W. u. schwachen Säuren, deren Aminalsalze sich beim Erhitzen in Amin u. Säure spalten, einwirken u. verwendet dabei für jede einzuführende Alkylolgruppe 0,6–1 Mol Alkylendioxyd. Als Säuren eignen sich z. B. Kohlensäure u. schweflige Säure. Die Rk. kann bei Temp. bis zu 100°, zweckmäßig bei 30–60°, erfolgen. — Z. B. wird bei 30–40° in eine Lsg. von 95 (Teilen) NH₄HCO₃ in 245 NH₄OH (25%ig.) gasförmiges Äthylendioxyd (528 Teile) eingeleitet. Das entwässerte Reaktionsgemisch setzt sich aus 5,5% *Diäthanolamin*, 92% *Triäthanolamin*, 0,3% *Triäthanololyalkyläther* u. 1,7% undestillierbarem Rückstand zusammen u. kann durch Fraktionierung zerlegt werden. (F. P. 894 116 vom 20/4. 1943, ausg. 14/12. 1944. D. Prior. 27/5. 1942.) 832.528

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Acylierte Methylendiamine* erhält man durch Erhitzen von Carbonsäureamiden mit tert. N-Methylaminen. — Die erhaltenen Verbb. dienen zur Herst. von *Heilmitteln* oder *Farbstoffen*. Bes. die acylierten Diamine mit hochmol. Resten sind leicht lösl. u. können unmittelbar als *Textil- u. Färbereihilfsmittel* verwendet werden. — Man erhitzt 3 Stdn. bei 90–100° 50 (Gewichtsteile) des Fettsäureamids des Kopaßls mit 19 Dimethylmethylolamin (I) (erhältlich aus Dimethylamin u. Formaldehyd) u. versetzt dann mit 15 Eisessig. Man erhält das mit W. klare Lsgg. gebende Acetat des N-Dimethylmethylendiamins, das an seiner prim. Aminogruppe mit dem Fettsäurerest des Kopaßls monoacyliert ist. — In ähnlicher Weise erhält man aus I u. dem Stearinsäureamid (II) das in Säuren klar lösl. wachsartige *Monostearoyl-N-dimethylmethylendiamin*, C₁₇H₃₅·CO·NH·CH₂·N(CH₃)₂. — Aus 25 II u. 9 Methylolpyrrolidin erhält man durch 3std. Verschmelzen bei 150° in 90%ig. Ausbeute die *Monostearoylverb. von Aminomethylenpyrrolidin*, wachsartige M., F. 76°, gibt mit verd. Säuren, z. B. Essigsäure, klare, schaumbildende Lösungen. In ähnlicher Weise erhält man aus einem Gemisch von Methylolmethylamin u. Dimethylolmethylamin mit II *Stearoylamidomethylolmethylamin*, wachsartige M., F. 76°, lösl. in verd. Essigsäure. (F. P. 899 461 vom 6/11. 1943, ausg. 31/5. 1945. D. Prior. 16/12. 1938.) 813.548

* **E. I. du Pont de Nemours & Co.**, *Tetramethylendiamin*. Bernsteinsäuredinitril wird bei Temp. von 25–250° u. Drucken über 200 at in Ggw. von NH₃ katalyt. hydriert. Z. B. erhitzt man 15 (Teile) des Nitrils in Ggw. von 40 Co-Katalysator u. 119 NH₃ in einem Syst. von mit Ag verkleideten Schüttelrohren unter 700 at H₂-Druck 1 Stde. auf 80°. Die Ausbeute an *Tetramethylendiamin* beträgt 69,7%. (E. P. 576 015, ausg. 14/3. 1946.) 809.548

* **Imperial Chemical Industries Ltd.**, *Fluoressigsäuren und ihre Alkalimetallsalze*. Behandelt man Fluoräthylenverb. der Zus. CF₂XCY·CZY, worin Y u. Z H oder Cl u. X H, F oder Cl bedeuten, mit einem Alkalipermanganat in alkal. Medium, so erhält man eine Lsg. der Alkalimetallsalze von Fluoressigsäuren. Dieses Reaktionsgemisch neutralisiert man mit Säure, filtriert, verdampft die Lsg. zur Trockne, extrahiert den so erhaltenen Rückstand mit A., treibt den A. ab, behandelt den Rückstand mit H₂SO₄ u. trennt die Fluoressigsäure durch Dest. ab. CF₂CO₂H (I) erhält man so in 75%ig. Ausbeute durch Behandlung von CF₃CCl:CCl₂ mit KMnO₄. In ähnlicher Weise erhält man CClF₂CO₂H aus CClF₂CCl:CCl₂. I kann man auch aus CF₃CH:CH₂ herstellen. CHF₂CCl:CHCl ergibt mit KMnO₄ u. KOH in 85%ig. Ausbeute CHF₂CO₂H, eine klare, farblose, scharf riechende Fl., die an feuchter Luft raucht. (E. P. 577 481, ausg. 20/5. 1946.) 813.644

Reinhard Staeger, Schweiz, *Herstellung dimerer Ester von Crotonsäure* durch Behandlung der monomeren Ester mit katalyt. wirksamen Mengen an Alkalialkoholen bei erhöhter Temp. (80–250°). Die dimeren Verbb. sind Ester einer zweibas., ungesätt. Säure; sie können als solche oder nach Sättigung der Doppelbindung als *Weichmacher*, als *Ausgangsstoffe für Mischpolymerisate* (an Stelle von Maleinsäureestern) oder *Harze* (durch Veresterung mit Glycerin, Pentaerythrit usw.) oder (als Säure) für die *Herst. von kondensierten*

sationsfähigen Polymethylen-diaminen verwendet werden. — Z. B. gibt man zu 50 (Gewichtsteilen) Crotonsäuremethylester 0,5 Na u. 5 Methanol (I), dest. I am Rückfluß ab, hält die Fl., deren Temp. rasch von 105 auf 200° steigt, 10 Min. bei dieser Temp., kühlt ab, säuert an, wäscht mit W. u. fraktioniert. Dimerer Crotonsäuremethylester, Kp.₁₁ 124 bis 127°. — In analoger Weise der dimere Äthylester, Kp.₁₃ 140—150°; n-Butylester, Kp.₃ 158—165°; β-Äthyl-n-hexylester, Kp.₃ 195—205°. (F. P. 911 551 vom 8/6. 1945, ausg. 12/7. 1946.) 832.658

* Dow Chemical Co., übert. von: Edgar C. Britton, Howard S. Nutting und Myron E. Huscher, Alkenylcyanide. Bei der Herst. von Alkenylcyaniden durch Dest. von β-Oxalkylcyaniden, gemischt mit einem dehydratisierenden Katalysator, erhöht die Zugabe von 1—5% einer Säure zum dest. Cyanid die Ausbeute auf Grund der Neutralisation des als Nebenprod. entstandenen NH₃. (A. P. 2 389 607, ausg. 27/11. 1945.) 813.665

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung von Estern. Die neutralen, Oxverbb. enthaltenden Gemische, die bei der Oxydation von höheren, nichtaromat. KW-stoffen anfallen u. bei n. Druck unterhalb 300° sd., werden mit Dicarbonsäuren in im wesentlichen neutrale Ester übergeführt u. diese von den Halbestern u. unveresterten Anteilen befreit. Oft ist es zweckmäßig, die Ausgangsstoffe vor der Veresterung zu hydrieren u. dadurch die anwesenden Oxoverbb. in Alkohole umzuwandeln. — Die Prodd. sind klare, ölige Fll., die als Weichmacher für Lacke u. Kunstharze, als Schmiermittel für Uhrwerke, als Bremsflüssigkeiten usw. verwendet werden. — Aus einem durch Oxydation eines Lignitparaffins, F. 50—52°, mit Luft gewonnenen Prod. werden nach Verseifung mit wss. NaOH die unverseifbaren Bestandteile mit Bzl. extrahiert; das Bzl. wird verjagt, die unverseifbare Fraktion bei 1 mm Hg dest. u. die bei etwa 70° sd. Bestandteile werden aufgefangan. 100 (Teile) derselben werden mit 35 Phthalsäureanhydrid verestert, das Gemisch mit Na₂CO₃-Lsg. von Halbestern befreit u. mit W.-Dampf behandelt. Als Rückstand 85 Teile eines gelblichen Öls; Weichmacher für Nitrocelluloselacke. — Ein weiteres Beispiel für Hydrierung u. dann Veresterung eines aus der CO-Hydrierung stammenden Prod. mit Bernsteinsäure oder Methyladipinsäure. (F. P. 903 686 vom 26/4. 1944, ausg. 11/10. 1945. D. Prior. 27/11. 1942.) 832.695

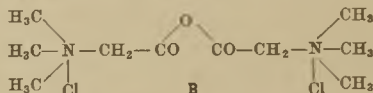
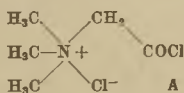
I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Kontinuierliche Herstellung von Carbonsäureestern durch Umesterung von Carbonsäureestern mittels Alkoholen, die höhermol. als diejenigen, die zur Veresterung dienen, sind, zweckmäßig in Ggw. von Katalysatoren, dad. gek., daß man in den oberen Teil einer Destillierkolonne ein Gemisch des Esters u. des Alkohols oder ein bereits bis höchstens zum Gleichgewicht umgeestertes Gemisch einführt u. die Kolonne derart erhitzt, daß der sich bildende Alkohol aus der Reaktionszone entfernt wird u. der entstehende Ester in fl. Zustand unten aus der Kolonne abgezogen werden kann. Das Verf. eignet sich für die Umesterung der Ester von ein- u. mehrbas. Säuren; als Alkohole kommen sowohl für die ursprünglichen Ester als auch für die Umesterung ein- u. mehrwertige Alkohole in Betracht. Das Gemisch aus Ester u. Alkohol wird zweckmäßig in äquimol. Mengen eingeführt u. vorgeheizt. Die Kolonne kann mit Stücken von Silicagel, B-Phosphat u. dgl. angefüllt sein, mehrere durchlöcherter Böden u. spezielle Heizvorr. aufweisen. Die Umesterung bis zum Gleichgewicht kann in einem besonderen, von der Kolonne abzweigenden Behälter vorgenommen werden. — Beispiele für die Umesterung von Adipinsäuredimethylester zu -decylester; von Phthalsäuredimethylester zum Hexamethylenglykolester. (F. P. 901 973 vom 15/2. 1944, ausg. 14/8. 1945. D. Prior. 23/1. 1943.) 832.698

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Adipinsäurediamid (I) erhält man durch Behandlung von Adipinsäure (II) mit überschüssigem NH₃ (III) bei erhöhten Temp. dadurch in reinem farblosen Zustand, daß man das Erhitzen bei Temp. unterhalb 180°, zweckmäßig zwischen 160 u. 170°, so lange durchführt, bis sich das Amid aus der geschmolzenen M. abzuschcheiden beginnt, worauf das Amid abgetrennt wird u. das nicht umgesetzte Ammoniumadipat erneut mit III umgesetzt werden kann. — Man erhitzt unter sorgfältigem Rühren u. unter Einleiten von III-Gas ein Gemisch von 292 (Gewichtsteilen) II u. 150 einer konz. wss. III-Lsg., bis nach ca. 4 Stdn. Krystalle auszufallen beginnen. Man versetzt nun mit 400 W., läßt aufkochen, kühlt auf 50°, saugt die entstandenen Krystalle ab, wäscht zweimal mit je 50 W. u. trocknet. Man erhält 153 prakt. reines I. Vereinigt man die Waschwässer u. Mutterlaugen mit neuer II u. führt das Verf. wie beschrieben erneut durch, so kann schließlich I in 95,2%ig. Ausbeute erhalten werden. (F. P. 899 099 vom 25/10. 1943, ausg. 18/5. 1945. D. Prior. 14/11. 1942.) 813.698

* N. W. Mlodsejewska, Elektrolytische Darstellung von Glyoxylsäure. Oxalsäure wird durch Na-Amalgam an einer Hg-Kathode zu Glyoxylsäure red., wenn dem Bad kontinuierlich frische Oxalsäurelsg. mit Zusatz einer Mineralsäure zugeführt u. die entstehende

Glyoxylsäure laufend aus dem Elektrolyten entfernt wird. (Russ. P. 67 140, ausg. 30/9. 1946.) 805.781

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, Herstellung neuer Betainderivate. Betaine, wie *Trimethyllessigsäure-, Trialkyl-β-propionsäure-, Trialkyl-γ-buttersäure-, Cyclopentamethylenalkylessigsäurebetain, Trimethylbetain von p-Aminoazimtsäure, ihre Salze oder Ester* werden mit Mitteln behandelt, die die Carbonsäuren in die entsprechenden Halogenide oder Anhydride umzuwandeln gestatten, also z. B. mit Halogeniden von P, S usw.; SOCl₂, SO₂Cl₂, ClSO₃H, COCl₂. Man kann in Ggw. von Lösungs- oder Verdünnungsmitteln, wie Bzl., Chlf., Dioxan, Acetyl-, Benzoylchlorid, POCl₃, u. von Katalysatoren, wie Metallhalogeniden, arbeiten u. die Reaktionsprodd. laufend abtrennen. Die neuen Verb. sind *Halogenide oder Anhydride von Betainsalzen* u. ermöglichen die Einführung von Betainresten in Verb. mit reaktionsfähigem H. — Man erhitzt z. B. 12,6 (Teile) *Betainhydrochlorid* (I) u. 18,7 PCl₅ in 60 Acetylchlorid 3 Stdn. unter Rückfluß zum Sieden, wobei sich reichlich HCl-Gas entwickelt. Das kristalline Prod. wird unter Feuchtigkeitsausschluß filtriert, mit Acetylchlorid gewaschen u. getrocknet. Verb. A, F. 100°. Anstatt von I kann man von der entsprechenden Menge *freiem Betain* ausgehen. — Aus I u. POCl₃ entsteht gleichfalls A. Verwendet man eine größere Menge PCl₅, so bildet sich auch das *Betainhydrochlorid-anhydrid* B. — Aus *Trimethyl-α-propionsäurebetainhydro-*



chlorid u. POCl₃ u. PCl₅ ein *Säurechlorid des Propiobetainhydrochlorids*. — Aus *Trimethyl-β-propionsäurebetainhydrochlorid*, POCl₃ u. PCl₅ ein *krystallines Säurechlorid*. (F. P. 901 980 vom 15/2. 1944, ausg. 14/8. 1945. Schwz. Priorr. 26/2. u. 13/10. 1943.) 832.826

Société des Usines Chimiques Rhône-Poulenc (Erfinder: Igor Scriabine), Frankreich, *Herstellung von racemischem Asparagin*. Läßt man wss. Ammoniak (Ia) in der Wärme u. unter Druck auf das Ammoniumsalz (I) von Maleinsäuremonoamid (II) (erhältlich durch Behandeln von Maleinsäureanhydridlsgg. in Ae. oder Bzl. mit trockenem NH₃) einwirken, so erhält man rac. Asparagin (III) in 50% überschreitenden Ausbeuten. — In einem Stahlautoklav erhitzt man eine Lsg. von 200 (Teilen) I von II in 878 Ia (D.¹⁵ = 0,878) 6 Stdn. bei 100°, dest. das überschüssige Ia ab, konz. unter vermindertem Druck bei 60° nicht überschreitender Temp. bis 380 eines Sirups erhalten worden sind, versetzt mit 180 A. u. läßt in der Kälte krystallisieren. Die erhaltenen 144 an rohem III wäscht man mit 50%ig. A., kryst. aus W. um u. erhält 126 reines III (Ausbeute 55,7% der Theorie). In ähnlicher Weise erhält man aus: 5 I von II u. 44 Ia 67,7% III; 5 I von II u. 23 Ia (D.¹⁵ = 0,923) 47,7% III; 5 I von II u. 22 Ia (D.¹⁵ = 0,878) u. 2std. Erhitzen bei 125° 56,5% III. (F. P. 913 950 vom 5/2. 1943, ausg. 24/9. 1946.) 813.846

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Kontinuierliche Herstellung von Isoocyanaten. Man läßt die Dämpfe von prim. Aminen u. COCl₂ bei erhöhten Temp., z. B. bei 160–200°, aufeinander einwirken. Das Amin kann mit einem Trägervgas oder einem inerten Lösungsm., wie Bzl., Dekahydronaphthalin, Chlornaphthalin, verdampft werden. Der aus Glas, Porzellan, Stahlegierungen oder dgl. bestehende Reaktionsraum kann mit Glasringen usw. angefüllt sein. COCl₂ soll in mäßigem Überschuß eingesetzt werden. HCl absaltende Katalysatoren, z. B. Salze von Zn, Cd, Ni, begünstigen die Umsetzung. Ein Teil der den Reaktionsraum verlassenden u. sich aus HCl, COCl₂ u. N₂ zusammensetzenden Gase kann mittels eines Kompressors in den Reaktionsraum zurückgeleitet werden. Häufig entstehen Additionsprodd. von HCl oder COCl₂ an Isoocyanat, aus denen freies Isoocyanat durch Dest. oder dgl. isoliert wird. — Z. B. bel d man einen N₂-Strom von 60 Vol.-Teilen/Stde. derart mit Dämpfen von *n* Butylamin, daß er hiervon etwa 400 g/cbm enthält, leitet durch einen aus Glas bestehenden Reaktionsbehälter von 0,5 (Vol.-Teilen) Inhalt bei 200° pro Stde. 60 des Gemisches u. 20 COCl₂, kühlt die abziehenden Gase u. dest. die sich dabei abscheidende Fl., wobei als Hauptfraktion *Butylisocyanat*, Kp.₄₀ 59–60°, gewonnen wird. Außerdem geringe Mengen eines krystallin. Polymeren. — Weitere Beispiele für die Herst. von *Phenylisocyanat* aus *Anilin*; aus *Hexamethylen-diisocyanat* aus *Hexamethylen-diamin*; von *Cyclohexylisocyanat* aus *Cyclohexylamin*; von *Dekahydro-α-naphthylisocyanat*, Kp.₂₂₋₂₆ 130–135°, aus *Dekahydro-α-naphthylamin*; von *o-Methoxyphenylisocyanat*, Kp.₄ 110°, aus *o-Anisidin*; von *o-Chlorphenylisocyanat*, Kp.₃₋₅ 74–76°; von *Tolylisocyanat*, Kp.₁₃₋₁₅ 71–74°, aus einem *techn. Toluidinbasengemisch*. (F. P. 903 257 vom 7/4. 1944, ausg. 28/9. 1945. D. Priorr. 2/7. u. 6/8. 1941.) 832.1010

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung von Carbaminsäureestern aus Harnstoff (I) u. einwertigen Alkoholen, dad. gek., daß die Rk. bei erhöhter Temp. in Ggw. von Metallen oder ihren Verb. als Katalysatoren u. gegebenenfalls von Lösungs- u. Verdünnungsmitteln ausgeführt wird. Die Reaktionsdauer wird dadurch abgekürzt, der erforderliche Überschuß an A. vermindert u. die Bldg. von Nebenprod., bes. von Cyanursäure, weitgehend unterdrückt. An Katalysatoren eignen sich z. B. Zn-Staub, ZnCl₂, organ. Zn-Salze, SnCl₂, SnCl₄ u. a. m.; brauchbare Alkohole sind n-Butanol (II), Isobutanol, sek. Butanol, n-Propanol, Methoxybutanol, höhere aliph. Alkohole, Benzylalkohol, Cyclohexanol, Methylcyclohexanole, Decanole usw. — Die Verfahrensprod. werden bei der *Herst. von Lösungs- u. Plastifizierungsmitteln u. von plast. MM.* verwendet. — Z. B. werden 120 (Gewichtsteile) I, 296 II u. 6 kryst. Zn-Acetat unter Rühren am aufsteigenden Kühler zum Sieden erhitzt, wobei sich NH₃ entwickelt. Die Temp. steigt in 21—23 Std. n. von 117 auf 134°. Durch Vakuumdest. wird *Carbaminsäuren-butylester* in 85—95% ig. Ausbeute gewonnen. — Weitere Beispiele für die *Herst. von Carbaminsäureisobutylester*, *-3-methoxybutanol-(1)-ester*, Kp._{3,5} 112—114°, *-2-äthylhexanol-(1)-ester*, Kp.₁₁ 135—140°, *-cyclohexanolester*, F. 114—115°, *-o-methylcyclohexanolester*, F. 127—129°, *-p-methylcyclohexanolester*, F. 141—143°, *-β-phenylaminoäthylester*, F. 79° (*Hydrochlorid*, F. 194—195° unter Zers.), *-methylester*. (F. P. 896 223 vom 7/7. 1943, ausg. 15/2. 1945. D. Prior. 27/9. 1940.) 832.1051

American Cyanamid Co., V. St. A., Gewinnung von feinkristallisiertem Nitroguanidin. 4—8% ig. Lsgg. von *Nitroguanidin* in einem Lösungsm. oder Lösungsmittelgemisch, in dem diese Konz. nahe der Sättigung liegt, werden bei 85—100° in einem geschlossenen Gefäß versprüht u. der Flüssigkeitsnebel in spiralförmige Bewegung versetzt. Gleichzeitig wird ein Gasstrom mit genau entgegengesetzter Richtung eingeleitet, so daß eine turbulente Bewegung der Tröpfchen herbeigeführt wird. Dabei wird durch Verdampfung oder Abkühlung eine Übersättigung der Lsg. herbeigeführt, so daß feine Krystalle entstehen, die durch entsprechende Vorr. dauernd aus dem Raum entfernt werden. (F. P. 917 077 vom 7/11. 1945, ausg. 24/12. 1946. A. Prior. 1/6. 1941 u. 27/6. 1941.) 805.1061

* **American Cyanamid Co., Krystallisierung von Nitroguanidin.** Sehr feinkörnige Krystalle von *Nitroguanidin* können dadurch gewonnen werden, daß man eine konz. Lsg. davon versprüht u. den Flüssigkeitsnebel durch einen entgegenkommenden Luftstrom auf eine feste Oberfläche aufprallen läßt. Hier sammeln sich dann feine Krystalle an, die man von Zeit zu Zeit mit möglichst wenig W. abspült. Der Krystallbrei wird dann filtriert u. getrocknet. (E. P. 576 505, ausg. 8/4. 1946.) 805.1061

* **American Cyanamid Co.,** übert. von: **Charles E. Funk jr., Reinigung von Guanidinnitrat.** Die durch Schmelzen von NH₄NO₃ u. Dicyandiamid erhaltene M. wird mit W. extrahiert u. das Eisen mit NH₄OH gefällt. Das gefällte Eisen u. a. Verunreinigungen werden abgetrennt, das Guanidinnitrat wird aus der Lsg. auskryst. u. schließlich der p-Wert der Mutterlauge mit HNO₃ auf nicht über 3,6 eingestellt, um Melaminnitrat auszufällen. Die Restlauge wird dann zum Extrahieren weiterer Mengen Schmelze verwendet oder zur Trockne eingedampft u. das erhaltene Prod. als rohes NH₄NO₃ in den Prozeß zurückgeführt. (Can. P. 427 508, ausg. 15/5. 1945.) 813.1061

* **Aktieselskabet „Ferosan“, Substituierte Aminomethylsulfone.** Salze von (Acylaminomethyl)-benzolsulfonsäuren behandelt man mit substituierten oder unsubstituierten Alkyl-, Aryl- oder heterocycl. Halogeniden u. spaltet die Acylgruppe dann durch Hydrolyse ab. — Man löst p-(Acetamidomethyl)-benzolsulfonsäure in wss. NaOH u. erhitzt unter Rückfluß mit CH₃J. Beim Abkühlen scheiden sich Krystalle von p-(Acetamidomethyl)-phenylmethylsulfon, F. 120°, ab. Mit HCl erhält man daraus p-(Aminomethyl)-phenylmethylsulfon-HCl, Krystalle aus 4n HCl, F. 265°. Ferner können erhalten werden: p-(Acetamidomethyl)-phenylbenzylsulfon, F. 194—195°, u. das HCl-Salz von p-(Aminomethyl)-phenylbenzylsulfon; p-(Acetamidomethyl)-phenylsulfonacetamid, Krystalle aus W., F. 200°; p-(Acetamidomethyl)-phenylsulfonessigsäure, Krystalle aus W., F. 160°, u. p-(Aminomethyl)-phenylsulfonessigsäure, Krystalle aus W., F. 190—191° Zers.; u. p-(Acetamidomethyl)-phenyl-2,4-dinitrophenylsulfon. (Dän. P. 63 478, ausg. 14/5. 1945.) 813.1232

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Reinigen von Rohphenolen aus Braunkohlentereen oder Braunkohlen oder Umwandlungsprod. davon, welche im allg. 6% an nichtphenol. Stoffen, bes. KW-stoffen, enthalten, durch Dest. im Gemisch mit W. u. einem wasserlöslichmachenden Mittel, z. B. einer Aryl- oder Alkylsulfonsäure oder Oxy-sulfonsäure, mit carbon-sauren Salzen oder freien höhermol. Carbonsäuren. — Im allg. werden dem Rohphenol 50 Gewichts-% W. u. 0,1% z. B. des Na-Salzes der Benzolsulfonsäure als Lösungsvermittler zugesetzt. Bei Zugabe von 0,3% des K-Salzes der Phenol-

sulfonsäure genügen 40% W. zur Reinigung der Phenole durch Destillation. (F. P. 898 258 vom 23/9. 1943, ausg. 18/4. 1945. D. Prior. 5/8. 1942.) 808.1258

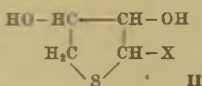
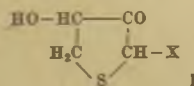
Howards & Sons Ltd., England, Herstellung von Thymol (I). Ein Gemisch (IV) von m-Kresolmono- u. -disulfonsäuren, in dem die Menge an 6-Monosulfonsäure (V) wesentlich höher als die an 4-Monosulfonsäure ist, wird mit Propylen (II) oder einer II absplattend. Verb., wie Iso- oder n-Propanol, in solchen Mengen, daß die Monoisopropylierung prakt. nur die Monosulfonsäuren erfaßt, behandelt; dann werden die Sulfonsäuren des Gemisches zu m-Kresol (III) hydrolysiert u. I nach Abtrennung des III von den isomeren isopropylierten m-Kresolen isoliert. Diese werden in das Verf. zurückgeleitet, wo sie einen Teil an III u. Isopropylierungsmittel liefern können. Ein Gemisch IV, in dem z. B. mindestens 70% der Monosulfonsäuren aus V bestehen, gewinnt man durch mäßige Sulfonierung von III, z. B. mit 3 Mol H_2SO_4 (98%ig.) bei 100–120°. Die Isopropylierung mit Isopropanol (VI) wird bei ca. 100–120° durchgeführt. — Z. B. gibt man unter Rühren zu 432 (Teilen) III langsam 1200 H_2SO_4 bei 50–55°, erhitzt das Gemisch auf 120°, versetzt es bei 80° mit 120 VI, erhitzt es auf 120°, gießt es in 1200 W., behandelt es mit Wasserdampf, dest. das ölige Destillat. Neben 220 III wird ein Gemisch (249 Teile) monoisopropylierter m-Kresole gewonnen, das 195 I enthält. (F. P. 911 571 vom 18/6. 1945, ausg. 12/7. 1946. E. Prior. 25/1. 1944.) 832.1272

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Isolierung von aromatischen 1.2-Dioxyverbindungen, bes. von Brenzcatechin u. seinen Homologen, aus Gemischen, die solche Verbb. enthalten, vor allem aus Phenolgemischen, in denen einwertige Alkylphenole vorhanden sind. Die 1.2-Dioxyverb. können aus solchen Mischungen, hauptsächlich aus wss. Extrakten, die aus der Verkokung von Kohle, Ölschiefer u. dgl. sowie aus der Hydrierung von Öl oder Kohle herrühren, leicht als Ca-Salze abgeschieden werden, wenn in Ggw. eines organ. Lösungsm., das ein gutes Lösungsvermögen für die in W. schwer lösl. Verunreinigungen hat, gearbeitet wird. Auf diese Weise hält man die Homologen von Resorcin u. Hydrochinon sowie die höheren Alkylphenole in Lsg. u. kann die z. B. mittels $CaCl_2$ -Lsg. u. NH_4OH ausgefällten Ca-Salze der 1.2-Dioxyverb. leicht abfiltrieren oder abzentrifugieren. Die Wiedergewinnung u. Entphenolierung von NH_4OH läßt sich dabei umgehen, wenn die Fällung mit CaO oder $Ca(OH)_2$, z. B. Kalkmilch, bewirkt wird. Man kann auch eine fraktionierte Fällung zunächst der Brenzcatechine u. dann durch Zugabe größerer Mengen an Ca-Verbb. auch der höheren Homologen vornehmen. Die Ca-Verbb. der 1.2-Dioxybenzole werden mit Säuren, zweckmäßig mit CO_2 , zu den freien Phenolen zerlegt; hierbei soll ein organ. Lösungsm. anwesend sein, das die Trennung von $CaCO_3$ u. Phenolen erleichtert (Dipropyläther). — Beispiel. (F. P. 902 001 vom 16/2. 1944, ausg. 16/8. 1945. D. Prior. 13/2. 1943.) 832.1282

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Isolierung von aromatischen 1.2-Dioxyverbindungen, besonders von monocyclischen Verbindungen, wie Brenzcatechin (I) und seinen Homologen, aus ihren Gemischen mit anderen Substanzen. Man führt sie in alkal. oder ammoniakal. Medium in ihre Alkali- oder NH_4 -Salze der komplexen Borsäureverb. über u. zers. diese nach Isolierung mit verd., starker Säure, wie H_2SO_4 , zweckmäßig in Ggw. eines Lösungsm., wie Dipropyläther (II). — Z. B. verd. man mit 250 (Teilen) Methanol 1000 eines Phenolrückstandes, der außer höheren Alkylmonooxybenzolen, Resorcin, Hydrochinon u. ihren Homologen 23,5% I u. Homologe enthält, gibt unter Rühren allmählich eine Lsg. von 60 Borsäure u. 20 NH_3 in 300 Methanol zu, versetzt das Gemisch nach Abscheidung der Komplexverb. mit 1000 Chlorbenzol, verjagt Methanol u. W., trennt die Krystalle ab, zers. sie mit 33%ig. H_2SO_4 in Ggw. von II, filtriert u. isoliert aus dem Filtrat I u. seine Homologen. (F. P. 901 910 vom 11/2. 1944, ausg. 9/8. 1945. D. Prior. 18/1. 1943.) 832.1282

Gignoux & Cie. (Erfinder: Anatole Vesterman), Frankreich, Gewinnung von Vanillin (I) aus Lignin, Lignosulfid oder anderen ligninhaltigen Stoffen. Lsgg. von NaOH u. ligninhaltigen Restlaugen oder dgl. werden ohne Anwendung von Druck unter kräftigem Rühren stark erhitzt. Die dabei zunächst an den Behälterwänden auftretende Überhitzung teilt sich allmählich der ganzen Flüssigkeitsmenge mit u. bewirkt, daß sie unter n. Druck bei einer oberhalb des n. Kp. liegenden Temp. siedet. Durch Zugabe von wasserlös. Stoffen, wie KOH, K_2CO_3 , $MgCl_2$, Glykolen, Zuckern, Glycerin usw., kann man diesen Effekt verstärken u. den Kp. bis auf 130° erhöhen. Gleichzeitig können Oxydationsmittel, wie Nitrobenzol oder O_2 , angewendet werden. I wird anschließend z. B. durch Extraktion mit Alkoholen oder nach Neutralisierung mit CO_2 durch Extrahierung mit Ae., Bzl. usw. isoliert. — Vorrichtung. (F. P. 904 057 vom 13/12. 1943, ausg. 25/10. 1945.) 832.1549

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Schweiz, Herstellung von Derivaten des 3.4-Dioxythiophans. Deriv. von 3-Keto-4-oxythiophan der allg. Formel I, in der X eine aliph. Gruppe, wie $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{COOC}_2\text{H}_5$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OCH}_3$, $-(\text{CH}_2)_4-\text{OCH}_3$, $-(\text{CH}_2)_4-\text{CN}$, bedeutet, u. ihre Dioxime u. Osazone werden durch Halogenierung von in 2-Stellung entsprechend substituierten Thiophan-3-onverb., Hydrolyse der entstehenden Halogenketone u. gegebenenfalls Überführung der 3-Keto-4-oxythiophane in ihre Dioxime u. Osazone gewonnen. Diese Verb. können nun, wie gefunden wurde, durch Behandlung mit geeigneten Reduktionsmitteln in die entsprechenden 3.4-Dioxythiophanderiv. der Zus. II übergeführt werden. — Z. B. werden 4,5 (Teile) 2-(δ -Carbomethoxybutyl)-4-oxythiophan-3-on in 150 Isopropylalkohol (III) u. 80 Bzl. gelöst, mit 60 Al-Isopropylat 16 Stdn. im N₂-Strom zum Sieden erhitzt, wobei man, um die Veresterung zu vervollständigen, nach 10 Stdn. 35 III nachfügt. Man verjagt das Lösungsm. im Vakuum, versetzt den Rückstand mit W. u. 20%ig. H₂SO₄, die entstehende Lsg. mit NaCl, extrahiert sie mit Ae., arbeitet die äther. Lsg. auf. 2-(δ -Carboisopropoxybutyl)-3.4-dioxythiophan, F. 96°. Di-p-nitrobenzoesäureester, F. 131—133°; Di-p-toluolsulfonsäureester. Freie Säure durch vorsichtige Verseifung der Isopropylestergruppe, F. 142—143°. — Aus 2-(β -Carbomethoxyäthyl)-4-oxythiophan-3-on [das durch Behandlung von 2-(β -Carboxyäthyl)-4-oxythiophan-3-on mit Diazomethan erhalten wird] in analoger Weise 2-(β -Carboisopropoxyäthyl)-3.4-dioxythiophan, F. 97°. (F. P. 906 071 vom 26/7. 1944, ausg. 21/12. 1945. Schwz. Prior. 23/12. 1943.) 832.2910



X. Färberei. Organische Farbstoffe.

A. E. Cabell, Gefärbtes und regenfestes Lamahaargeewebe. Behandelt werden ein velvet- u. plüschartiges Gewebe aus lamawollähnlicher Schafwolle sowie dessen Vorbehandlung u. Färbung. Das Regenfestmachen des Gewebes erfolgt durch $\frac{1}{2}$ std. Behandeln in einem kalten Bad, das eine bestimmte Menge einer Wachseulsion (Soloprufe) enthält. (Text. Colorist 62. 559—62. Aug. 1940.) 140.7020

—, **Chromechtgelb GD und Chromechtgelb 5 GD für Druckzwecke.** Die von der GENERAL DYESTUFF CORP. hergestellten beiden Beizenfarbstoffe sind für den direkten u. Bunt-ätzdruck auf pflanzliche, tier. u. künstliche Fasern geeignet. Die beiden Farbstoffe geben grüngelbe Töne auf Baumwolle (A), Kunstseide (D), Wolle u. Naturseide (C), wobei der 5 GD-Farbstoff etwas grünstichiger im Ton ist als der GD-Farbstoff. Die Drucke auf A und D sind ausgezeichnet lichtecht, u. wegen ihres klaren Tones geben die neuen Farbstoffe zusammen mit anderen grünen oder blauen Farbstoffen, wie Galloviridine- oder Gallophenine-Farbstoffsorten, sehr klare grüne Drucke. Schöne Drucke u. ein weicher Griff werden auch auf D u. C erhalten. Gedruckt werden die Farbstoffe mit Chrombeize GV. Viele Beispiele erläutern die verschied. Druckverfahren. (Text. Colorist 62. 125—27. Febr. 1940.) 140.7020

—, **Behandeln von Färbereiabfällen.** Behandelt wird die Unters. von Abfallsgg. aus Färbereien u. dgl. Die Prüfung erstreckt sich auf die Ermittlung der Gesamtfeststoffe, der organ. Feststoffe, der anorgan. Feststoffe, des verbrauchten Sauerstoffes und der Farbe. Einzelheiten hinsichtlich der Arbeitsweise, der erforderlichen App. u. der Kosten werden beschrieben. Die Ergebnisse sind in Tabellen zusammengestellt. (Silk and Rayon 17. 580—81. Sept. 1943.) 138.7086

* **I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Fixieren von Pigmentfarbstoffen auf Cellulosefasern.** Man behandelt die Faser mit CH₂O u. gewünschtenfalls mit Säuren oder Verb., die CH₂O abgeben, vor oder während der Anwendung der Pigmentfarbstoffe u. Bindemittel (verschied. Polymerisationsprodukte). (Belg. P. 448 649, ausg. Febr. 1943.) 812.7021

* **I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Herstellung von Mustern auf Textilstoffen.** Man vermischt ein neutrales oder alkal. entfernbares Prod. von reduzierender Wrkg. mit Natriumformaldehydsulfoxylat u. gewünschtenfalls mit einem nicht entfernbar. Farbstoff. Mit Bindemitteln u. nicht entfernbar. Pigmentfarbstoffen gefärbte Textilstoffe bedruckt man mit den im einzelnen angegebenen Bestandteilen u. dämpft sie anschließend. (Belg. P. 448 702, ausg. Febr. 1943.) 812.7021

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Verbesserung der Lichtechtheit von Färbungen. Die Verbesserung der Lichtechtheit durch Behandlung der Färbungen mit Lsgg. von Polyhalogenpolyoxytriphenylmethansulfonsäuren (I) kann auf alle mit wasserlösl. Farbstoffen gefärbten Faserarten angewendet werden, die vor, während oder nach dem

Färben mit bas. Substanzen oder den daraus entstehenden Kunsthharzen oder geeigneten Prodd., die solche Harze zu bilden vermögen, imprägniert worden sind. Durch Behandlung der Fasern mit den bas. Kunsthharze bildenden Lsgg. werden die Naßecktheiten der oben genannten Färbungen wohl verbessert, doch leidet dabei die Lichtecktheit beträchtlich. Die Zugabe geringer Mengen an I zum Spülbad in Ggw. einer Säure, z. B. Essigsäure, genügt, oft schon bei gewöhnlicher Temp., um eine Verschlechterung der Lichtecktheit zu vermeiden. (F. P. 52 777 vom 1/3. 1943, ausg. 1/6. 1945. D. Prior. 13/3. 1942. Zusatz zu F. P. 852 030; C. 1940. II. 2090.) 813.7023

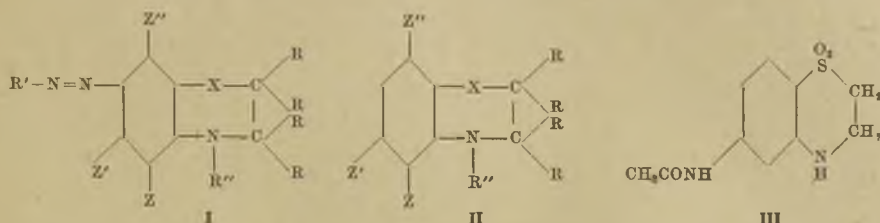
* **British Celanese Ltd., Behandeln von Textilstoffen.** Die Echtheit von Färbungen auf Celluloseacetattextilstoffen gegenüber Verbrennungsprodd. von Steinkohlengas läßt sich verbessern durch Imprägnieren der gefärbten Stoffe mit einer wss. Lsg. von *Trioxäthylamin*, die ein organ. Quellungsmitel für das Celluloseacetat enthält, u. anschließendes Trocknen. Man imprägniert derart, daß 1—5% *Trioxäthylamin* im Stoff zurückbleiben. Das Verf. ist bes. geeignet zum Verbessern der Echtheit von blauen Färbungen, die mit Hilfe von Anthrachinonfarbstoffen auf Celluloseacetattextilstoffen erhältlich sind. (E. P. 571 677, ausg. 4/9. 1945.) 812.7023

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Azofarbstoffe. An Stelle der im Hauptpatent F. P. 873 314 verwendeten 1-Arylamino-5-naphthol-7-sulfonsäuren kuppelt man mit 1-Alkylamino-, 1-Aralkylamino- oder 1-Cycloalkylamino-5-naphthol-7-sulfonsäuren. — Man erhält ebenfalls nach der Behandlung mit metallabgebenden Mitteln in grauen Tönen färbende Farbstoffe von guter Lichtecktheit. — Die Herst. der folgenden Farbstoffe ist beschrieben: 4,4'-*Diaminodiphenyl-3,3'-dioxyessigsäure* (I) \rightarrow 2 Mol 1-Cyclohexylamino-5-naphthol-7-sulfonsäure (II), dunkles Pulver, in konz. H₂SO₄ grünstichig blau u. in W. blau lösl., färbt Baumwolle (A) in rotstichig blauen u. nach der Behandlung mit Cu-Salzen in neutralen grauen wasch- u. lichteckten Tönen; I \rightarrow 2 Mol 1-Benzylamino-5-naphthol-7-sulfonsäure (III), färbt A graublau, nach der CuSO₄-Behandlung (a) silbergrau; I \rightarrow 2 Mol 1-Methylamino-5-naphthol-7-sulfonsäure (IV), färbt A blau, nach der a blaugrau; I \rightarrow 2 Mol 1-n-Butylamino-5-naphthol-7-sulfonsäure (V), färbt A rotstichig blau, nach der a neutralgrau; I \rightarrow 2 Mol 1-Isobutylamino-5-naphthol-7-sulfonsäure (VI), färbt A rotstichig blau, nach der a neutralgrau; 2-Amir-o-8-naphthol-6-sulfonsäure \leftarrow I \rightarrow II, III, IV, V oder VI, rotstichig graue Färbungen: 1-Amino-4-oxybenzol-2-carbonsäure \rightarrow 1-Aminonaphthalin-7-sulfonsäure \rightarrow 1-Amino-2,5-dimethoxybenzol \rightarrow IV, dunkles Pulver, in W. violett u. in konz. H₂SO₄ blauschwarz lösl., färbt A lichteck in blaustichig grauen Tönen, die nach der a rotstichiger u. waschechter werden u. nach der Behandlung mit Chromsalzen ohne Farbtonänderung in ihrer Waschecktheit verbessert werden. (F. P. 53 534 vom 20/3. 1944, ausg. 4/3. 1946. D. Prior. 3/3. 1943. Zusatz zu F. P. 873 314; C. 1943. I. 452.) 813.7053

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Neue Naphtholsulfonsäuren und aus diesen Säuren erhältliche Azofarbstoffe. Man erhält in bes. dunklen olivbraunen bis olivgrünen Tönen färbende Farbstoffe, wenn man als Kupplungskomponente 1-Arylamino-7-naphtholdisulfonsäuren (I) verwendet. I kann man durch Sulfonieren von 1-Amino-7-naphtholmonosulfonsäuren, z. B. der 3-Sulfonsäure, bei Temp. über 20° erhalten, wobei die zweite Sulfonsäuregruppe wahrscheinlich in die 5-Stellung eintritt, oder man kann unmittelbar vom 1-Amino-7-naphthol ausgehen, dieses Prod. bei 80—100° mit Schwefelsäuremonohydrat behandeln u. die erhaltene 1-Amino-7-naphtholdisulfonsäure in an sich bekannter Weise durch Erhitzen mit arom. Aminen, wie Anilin, die Toluidine oder p-Anisidin, in die entsprechenden I überführen. — Durch Vereinigung dieser I mit diazotierten Verb. in alkal. Medium erhält man die folgenden Farbstoffe: 1-Aminobenzol-4-sulfonsäureamid (II) \rightarrow 1-Phenylamino-7-naphtholdisulfonsäure (III), dunkles Pulver, in W. olivgrün u. in konz. H₂SO₄ ziegelrot lösl., färbt Wolle (B) licht- u. schweißecht olivgrün; II \rightarrow 1-(4'-Methyl- oder 4'-Methoxyphenylamino)-7-naphtholdisulfonsäure, olivgrün; 1-Amino-4-methylbenzol-3-sulfonsäureamid \rightarrow III oder 1-Amino-3-acetylamino-benzol \rightarrow III, färben B in lichteckten olivbraunen Tönen; 1-Amino-2-phenoxybenzol \rightarrow III, dunkles Pulver, in W. olivschwarz u. in konz. H₂SO₄ rotstichig violett lösl., färbt B oder Seide in licht- u. schweißechten olivgrauen Tönen; N-Äthyl-N-1-naphthylamid der 1-Aminobenzol-4-carbonsäure \rightarrow III, färbt B olivgrün. (F. P. 52 483 vom 22/9. 1942, ausg. 16/4. 1945. D. Prior. 22/9. 1941. Zusatz zu F. P. 855 945; C. 1940. II. 2685.) 813.7053

* **Kodak Ltd., Azofarbstoffe** der allg. Zus. I, worin R' einen substituierten oder unsubstituierten Benzol- oder Naphthalinkern, R'' H, eine Alkylgruppe, eine KW-stoff-Gruppe mit einer Kette von nicht mehr als 5 C-Atomen, eine Furfuryl- oder Phenylgruppe, X O, S eine >SO oder eine >SO₂-Gruppe, R H, eine Alkyl- oder Phenylgruppe u. Z, Z' u. Z'' H, eine Oxy-, Alkoxy-, veresterte Oxy-, Alkyl- oder Acylaminogruppe bedeuten,

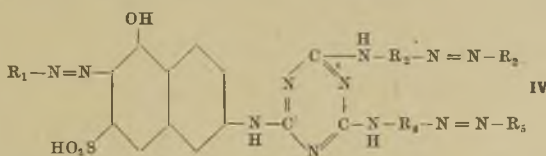
wobei mindestens ein Z, Z' oder Z'' eine $\text{—N} \begin{cases} \text{Y} \\ \text{Acyl-Gruppe} \end{cases}$ (Y = H, Alkyl oder Phenyl) sein muß, erhält man durch Diazotieren von R'NH₂ u. Kuppeln mit einer Verb. der



Zus. II. — Man diazotiert 5-Nitro-2-aminobenzolsulfonsäure u. kuppelt die erhaltene Diazoniumverb. mit der Verb. der Zus. III. Die Kupplung kann in kalter verd. HCl-Lsg. durchgeführt werden. Der erhaltene Farbstoff färbt Seide u. Wolle in rubinroten Tönen. (E. P. 570 561, ausg. 12/7. 1945.) 813.7053

* I. R. Geigy A.-G., *Saure Disazofarbstoffe* werden hergestellt durch Tetrazotieren eines von Sulfonsäure- u. Carbonsäuregruppen freien Diamins der allg. Formel $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_n$ $\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$, in der n entweder 1 oder 2 ist u. die beiden C_6H_4 -Kerne weiter substituiert sein können, worauf die so erhaltene Tetrazoverb. in saurer Lsg. mit 2 Mol 2-Amino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäure gekuppelt wird. (E. P. 558 219, ausg. 24/12. 1943.) 820.7055

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Schweiz, Polyazofarbstoffe. Man setzt 1 Mol einer diazotierten nichtsulfonylierten o-Aminobenzoesäure, 1 Mol 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure (I), 1 Mol Cyanurchlorid (II) (oder Cyanurbromid) u. 2 Mol einer nicht sulfonylierten 4-Amino-4'-oxy-1.1'-azobenzol-3'-carbonsäure (III) in der Weise um, daß die diazotierte Verb. in 6-Stellung mit I kuppelt, daß ein Halogenatom des II mit der Aminogruppe der I reagiert u. jedes der beiden anderen Halogenatome des II mit je einer Aminogruppe von 2 Mol III reagiert. Man kann dieselben Farbstoffe erhalten, wenn man mindestens 1 Mol III durch 1 Mol einer Aminoverb. der Benzolreihe ersetzt, die in 4-Stellung zur Aminogruppe eine zweite Aminogruppe oder eine in eine Aminogruppe überführbare Gruppe enthält, dann nach der Umsetzung mit II u. gegebenenfalls nach Umwandlung der in eine Aminogruppe überführbaren Gruppe in die Aminogruppe das Kondensationsprod. diazotiert oder tetrazotiert u. mit 1 oder 2 Mol einer mit Diazoverbb. in 4-Stellung zur OH-Gruppe kupplungsfähigen o-Oxycarbonsäure der Benzolreihe kuppelt. — Die erhaltenen Farbstoffe der allg. Zus. IV, worin R₁, R₂, R₃, R₄ u. R₅ nichtsulfonylierte Benzolkerne darstellen, R₁ eine Carbonsäuregruppe in o-Stellung zur Azogruppe enthält, in R₂ u. R₄ die NH- u. Azogruppe in 1- u. 4-Stellung zueinander stehen u. R₃ u. R₅ eine OH-Gruppe in 4-Stellung zur Azogruppe u. eine Carbonsäuregruppe in o-Stellung zu dieser OH-Gruppe enthalten, färben celluloselhaltige u. tier. Fasern in gelbstichigen bis rotstichigen orangebraunen Tönen, die durch anschließende Behandlung mit kupferabgebenden Mitteln dunkler, licht- u. wasserechter werden. — Man diazotiert 27,4 (Gewichtsteile) 1-Aminobenzol-2-carbonsäure (V) u. kuppelt die klare Diazolsg. mit 174,4 des in bekannter Weise hergestellten tern. Kondensationsprod. aus 1 Mol II, 1 Mol I, 1 Mol 4-Amino-3-methoxy-5-methyl-4'-oxy-1.1'-azobenzol-3'-carbonsäure (VI) u. 1 Mol 4-Amino-4'-oxy-1.1'-azobenzol-3'-carbonsäure oder man kuppelt diazotierte V mit I u. setzt den erhaltenen Monoaminoazofarbstoff mit dem Kondensationsprod. aus 1 Mol II, 1 Mol VI u. 1 Mol 4-Amino-4'-oxy-1.1'-azobenzol-3'-carbonsäure um; oder man stellt zuerst ein tern. Kondensationsprod. aus 1 Mol II, 1 Mol des Azofarbstoffs V → I u. 2 Mol 1-Amino-4-acetylaminobenzol her, spaltet die Acetylgruppen durch Verseifen ab, tetrazotiert die entstandene Diaminoverb. u. kuppelt sie mit 2 Mol 1-Oxybenzol-2-carbonsäure. Man erhält in allen drei Fällen denselben Farbstoff (VII) in Form eines gelbbraunen Pulvers, der Baumwolle aus schwach alkal. Bade in schwach braunstichigen orangefarbenen Tönen färbt. Versetzt man das Färbebad mit der Lsg. eines Cu-Salzes, das man aus Cu-Sulfat u. Na-Tartrat erhält, so werden wasch- u. lichtechte orangebraune Färbungen erhalten. Man erhält einen in ähnlichen Tönen färbenden Farbstoff, wenn man beim Aufbau des



Farbstoffs VII an Stelle von 1 Mol VI ein zweites Mol 4-Amino-4'-oxy-1.1'-azobenzol-3'-carbonsäure verwendet. — Ein Färbebeispiel. (F. P. 904 283 vom 15/5. 1944, ausg. 31/10. 1945. Schwz. Priorr. 25/6. 1943 u. 7/3. 1944.) 813.7055

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Küpfenfarbstoffe*. Zu D. R. P. 743 028 (C. 1944. II. 168) ist nachzutragen: Die Farbstoffe, die man dadurch erhält, daß man 6. Bz1-Di- α -anthrachinonylaminobenzanthrone, in denen das H-Atom mindestens einer NH-Gruppe durch einen niedrigmol. Alkylrest ersetzt ist u. bzw. oder mindestens ein Anthrachinonylrest eine nicht mit Stickstoff an den Anthrachinonkern gebundene, niedrigmol. Atomgruppe trägt u. der in Bz1-Stellung des Benzanthrone haftende α -Anthrachinonylaminorest in Nachbarstellung zum Stickstoff keinen den Ringschluß hindern- den Substituenten enthält, mit alkal. Kondensationsmitteln behandelt, können noch mit Gemischen von wasserfreiem AlCl₃ (a) u. Thionylchlorid (b), gegebenenfalls in Ggw. von schmelzpunktserniedrigenden Salzen behandelt werden. — In ein geschmolzenes Gemisch von 90 (Teilen) a u. 20 b trägt man bei 85—90° 10 des Farbstoffes ein, den man durch alkal. Kondensation des Umsetzungserzeugnisses von 6 Bz1-Dibrombenzanthron mit 1 Mol 1-Aminoanthrachinon u. dann mit 1 Mol 1-Amino-2-methylantrachinon erhält. Man rührt das Gemisch ca. 1 Stde. bei 90—92° weiter, zers. mit Eiswasser u. arbeitet in üblicher Weise auf. Der erhaltene Farbstoff färbt Baumwolle aus der Küpe in kräftigen, gut egalisierenden, chlor-, wasch- u. lichtechten, gelbstichig olivgrünen Tönen. (F. P. 894 610 vom 12/5. 1943, ausg. 29/12. 1944. D. Priorr. 21/2. u. 30/12. 1941.) 813.7059

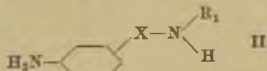
I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Schwefelfarbstoffe*. Man behandelt ein 7-Aminophenoxazon-2, das einen höheren Alkylrest im Benzolkern, der die Aminogruppe trägt, enthält, oder Deriv., deren Aminogruppe mit Alkylresten substituiert ist, oder eine Gruppe enthalten, die bei der Sulfurierung in eine Aminogruppe umgewandelt werden kann, in üblicher Weise mit sulfurierenden Mitteln. — Man erhält Farbstoffe von großer Klarheit u. Reinheit. — 20 (Teile) 1.3.4-Trichlor-6-tert.-butyl-7-aminophenoxazon-2, blaustichig schwarzes Pulver (erhältlich durch Red. des Kondensationsprod. von Chloranil u. 2-Amino-4-tert.-butyl-5-nitrophenol), behandelt man unter Sieden mehrere Stdn. mit einer Lsg. von 20 Na-Sulfid u. 32 S in ca. 300 A., dest. den A. ab u. arbeitet in üblicher Weise auf. Man erhält ein dunkelblaues Pulver, das die pflanzliche Faser aus dem Na-Sulfid-Bad in rotstichig blauen Tönen von bemerkenswerter Klarheit färbt. (F. P. 897 367 vom 19/8. 1943, ausg. 20/3. 1945. D. Prior. 2/9. 1942.) 813.7071

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Saure Wollfarbstoffe*. Man kondensiert 1-Amino-2-halogen-2-sulfonsäuren (I) mit Aminen der allg. Zus. II, worin X einen Alkyl-, O-Alkyl-, S-Alkyl-, SO-Alkyl- oder SO₂-Alkylrest u. R₁ eine gegebenenfalls substituierte aliph., cycloaliph., araliph. oder arom. Gruppe bedeutet, u. behandelt die erhaltenen Kondensationsprod.

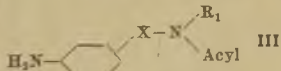
gegebenenfalls mit sulfonierenden Mitteln. An Stelle von I kann man 1-Amino-2.4-dihalogenanthrachinone zur Kondensation verwenden u. dann das in 2-Stellung befindliche Halogenatom gegen die Sulfonsäuregruppe austauschen. Schließlich kann man die Umsetzung mit Aminen der Zus. III durchführen u. die erhaltenen Kondensationsprod. vor

oder während der Sulfonierung mit verseifenden Mitteln behandeln. — Die erhaltenen Farbstoffe, die ein gutes Egalisierungsvermögen besitzen, färben die pflanzliche Faser aus saurem Bade in blauen Tönen von

guter Lichtechtheit u. guten Naßeinheiten. — Man löst 50 (Teile) 1-Amino-4-bromanthrachinon-2-sulfonsäure (IV) in Ggw. von 50 Na-Bicarbonat in ca. 750 W., versetzt mit einer Lsg. von 21 4-Aminobenzylmethylamin (V) in ca. 250 A., erhitzt die Reaktionsmasse nach Zugabe von 5 CuCl₂ einige Stdn. zum Sieden, trennt das Reaktionsprod. durch Ansäuern ab, saugt ab u. wäscht mit geringe Mengen Kochsalz enthaltendem Wasser. 10 des erhaltenen Prod. löst man in einem Gemisch von 50 Schwefelsäuremonohydrat u. 10 20%ig. rauchender Schwefelsäure, erhitzt einige Stdn. auf 40—45°, gießt auf Eis, neutralisiert die Farbstofflsg. mit 33%ig. NaOH u. salzt den Farbstoff mit Kochsalz aus. Er färbt Wolle in sehr egal., rotstichig blauen Tönen von guter Lichtechtheit. — Ähnliche Farbstoffe erhält man, wenn man V ersetzt durch: 4-Aminobenzyltaurin (hier ist eine zusätzliche Sulfonierung nicht erforderlich); 3-Aminobenzyläthylamin; 3-Aminobenzylcyclohexylamin; 2.4-Dimethyl-3-aminobenzylmethylamin; 3-Amino-4-methoxybenzyläthylamin; 3-Amino-6-methoxybenzylmethylamin; 2.4-Dimethyl-5-aminobenzylmethylamin; 4-Aminophenetidylmethylamin; 4-Aminophenetidyltaurin (anschließende Sulfonierung nicht unbedingt erforderlich); 4-Aminothiophenetidyläthylamin. Verwendet man an Stelle von IV 1-Amino-4-jodanthrachinon-2.6-disulfonsäure, so erhält man Farbstoffe, bei denen eine anschließende Sulfonierung nicht unbedingt erforderlich ist. — Durch Kondensieren



II



III

u. Sulfonieren erhält man ferner ähnliche Farbstoffe aus: **IV** u. 3-Aminodibenzylamin, 3-Aminobenzylanilin, 3-Amino-4-methoxybenzylanilin oder 4-Aminophenetidylbenzylamin. (F. P. 52 812 vom 26/3. 1943, ausg. 10/8. 1945. D. Prior. 17/4. 1942. Zusatz zu F. P. 876 925. C. 1943. I. 1420.) 813.7073

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

N. P. Kirjalow, Über die kristallisierten Produkte der thermischen Zersetzung des Harzes von *Ferula pyramidata* (Kar. et Kir.) Eug. Kor. Das Harz wurde durch Extrahieren der zerkleinerten Wurzeln mit 2%ig. KOH u. Ansäuern der Lsg. mit 10%ig. H₂SO₄ gewonnen; dunkle M., leicht lösl. in Ae. u. Aceton, teilweise in Wasser. Bei der trockenen Dest. des Harzes bei 170—400° wurden außer gasförmigen u. fl. Prodd. auch feste erhalten, aus denen Verb. der Zus. C₆H₆O₂, C₈H₈O₃ u. C₉H₁₀O₃ isoliert wurden. C₆H₆O₂ wurde als Resorcin erkannt, F. 107—109°; Bromid, F. 110°. — C₈H₈O₃ ist zweifellos Resacetophenon, F. 145—146°; sein Oxim schm. bei 202—203°, das Phenylhydrazon bei 156—158°. Das Semicarbazon schm. beim raschen Erhitzen bei 224—228° u. zers. sich bei 256—258°; beim langsamen Erhitzen konnte nur die Zersetzungstemp. bestimmt werden. Bei der Oxydation des Resacetophenons mit KMnO₄ in alkal. Lsg. wurde Ameisen-, Essig- u. Oxalsäure erhalten. Beim Behandeln des Ag-Salzes mit CH₃J entsteht Resacetophenon-4-methyläther (Päonol), F. 49°, ident. mit der Verb. C₉H₁₀O₃, die bei der Dest. des Harzes erhalten wurde; Semicarbazon, F. 206—208°. Der analog erhaltene 4-Äthyläther, C₁₀H₁₂O₃, schm. bei 49—50°, gibt ein Semicarbazon vom F. 202° u. ein Bromid, weiße Nadeln, F. 109 bis 110°, aus 70%ig. Alkohol. Das durch Benzoylieren von Resacetophenon erhaltene 4-Benzoylderiv., F. 105—106°, lieferte ein Semicarbazon, C₁₆H₁₅O₄N₃, gelbes Pulver, F. 232—234° (Zers.). Beim Schmelzen von Resacetophenon mit KOH bei 290—300° wurden Resorcin u. Essigsäure gebildet. — Die Verb. C₆H₁₀O₃, die als Päonol erkannt wurde, hatte folgende Eigg.: F. 49°; Kp.₃ 135—137°; D.₄₀²⁰ 1,1604; n_D(²⁰)¹⁵ = 1,5745; Semicarbazon, gelbliches Pulver, F. 206—208°, zeigte manchmal einen zweiten F. 218 bis 220°. Sie lieferte ein Bromid, Nadeln, F. 168—170°, u. ein Acetylderiv., dessen Semicarbazon, C₁₅H₁₅O₄N₃, Nadeln vom F. 188—189° bildete. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 16 (78.). 1527—34. 1946. Botan. Komarow-Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR., Chem. Labor., Abtlg. für Pflanzen.) 119.7164

D. K. Rider und **J. K. Sumner**, Ofen zur Bestimmung der Flüchtigkeit von Weichmachern in Polyvinylchlorid und Chlorid-Acetat-Mischpolymerisaten. Ein mit Wechselstrom beheizter Trockenschrank wird für die spezif. Zwecke der Best. von Weichmachern in Polyvinylchlorid sowie Vinylchlorid-Acetat-Mischpolymerisaten mit aus Glasfasern bestehenden auswechselbaren Filtern zur Reinigung der durchströmenden Luft, geeigneten Prallblechen für die Luftzirkulation (maximal 600 cem/minimal über die Proben) sowie einem rotierenden Drahtkäfig versehen, in dem die Proben so aufgehängt werden, daß sie stets senkrecht hängen; wesentlich ist eine parallele Anordnung der Probeblättchen. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 17. 730—33. Nov. 1945. Philadelphia.) 116.7214

Établissements Julien und **Louis Marion**, Frankreich (Bouches-du-Rhone), Herstellung von fein verteilten, aus metallischem Pb bestehenden Pigmenten für Farben, Überzüge, Kitle und besonders Rostschutzanstrichmittel. Man verhindert die Krystallisierung oder Agglomeration des Pb dadurch, daß ein feinpulveriges Pb-Oxyd mit einem Pigment gemischt wird, das die einzelnen Teilchen voneinander trennt, wie Zinkweiß (I), Ti-, Fe-Oxyd, BaSO₄, worauf mit H₂ zu metall. Pb red. wird. — Z. B. mischt man 100 (Teile) PbO u. 80 I trocken oder mit W. angerührt u. red. unter ständigem Rühren mit H₂ bei 360 bis 400°. Man erhält ein feines, graues Pigment, das aus einem innigen Gemisch von 92 Pb u. 80 I besteht. (F. P. 911 105 vom 30/12. 1944, ausg. 28/6. 1946.) 832.7091

Klint Bernhard & Co., Schweden, Herstellung von Farbenemulsionen von dem Typus der Wasser-in-Ölemulsionen aus Tallöl oder aus einem oder mehreren Bestandteilen desselben, gegebenenfalls zusammen mit einem Alkydharz u. mindestens 20 Gew.-% eines trocknenden Öles, z. B. Leinöl, Holzöl oder veresterte Tallölfettsäuren. — 200—500 (Gewichtsteile) eines Alkydharzes aus Phthalsäure u. Glycerin, 50—250 eines organ. Verdünnungsmittels, z. B. Terpentinöl, u. 50—250 Tallöl werden bei 100° mit 50—500 W. in einer Kolloidmühle zu einer Emulsion verrührt. Dazu wird ein Pigment, z. B. Lithopone, eingebracht. Man erhält ein Anstrichmittel. — Nach einem weiteren Beispiel werden verwendet: 100—250 (Gewichtsteile) Alkydharz, 100—500 Leinöl oder Holzöl, 50 bis 100 Tallöl, 50—300 organ. Verdünnungsmittel u. 500—3000 Lithopone. (F. P. 900 448 vom 8/12. 1943, ausg. 28/6. 1945. Schwed. Prior. 12/12. 1942.) 808.7093

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von Zn-Sulfid enthaltenden stabilen Farbenemulsionen durch Zusatz eines wasserlösl. Salzes der Meta-, Hexameta-

oder Pyrophosphorsäure u. einer geringen Menge eines koll. lösl. u. stark bas. Salzes von Metallen der 3. u. 4. Gruppe des Period. Syst. in Form einer wss. Paste. Diese besitzt die Eig., die Ausgangslsg. für Lacke, z. B. Nitrocelluloselsg., zu emulgieren. An Stelle von Schwefelzink kann man auch Farbenemulsionen mit Zinkweiß, Antimonweiß, Cadmiumrot oder Cadmiumgelb u. a. herstellen. Im allg. beträgt die Phosphatzusatzmenge 0,1—5%, bes. 0,1—2%. — 800 (Gewichtsteile) Lithopone-Rotsiegel werden mit 1,6 Na-Metaphosphat u. 3,5 ZrOCl₂ gemahlen u. mit 200 W. zu einer Paste verarbeitet, welche mit 270 Nitrocelluloselack gemischt wird. (F. P. 901 029 vom 7/1. 1944, ausg. 16/7. 1945. D. Priorr. 24/10. u. 7/11. 1942.) 808.7093

Etienne Biglia, Frankreich, *Granito-Anstrich*. Der Anstrich wird in 2 getrennten Ansätzen I u. II hergestellt, die man erst unmittelbar vorm Gebrauch mischt. I besteht aus 100 kg Blanc-de-Meudon-Kreide, 8 kg Leim u. 50 Liter W., sowie den nötigen Farbstoffen; die Bestandteile werden maschinell gut gemischt u. mehrmals durch ein Sieb getrieben. II enthält 25—30 (Gewichtsteile) Stuckgips u. 100 feinkörnigen Sand oder Marmorpulver. Vorm Gebrauch mischt man 3 kg I mit 1 kg II u. trägt mit einem Spritzapp. auf, gegebenenfalls mehrere Male, nachdem die vorangehende Schicht gut getrocknet ist. (F. P. 907 320 vom 12/10. 1944, ausg. 8/3. 1946.) 805.7093

Soc. Civile des Procédés Techniques, Frankreich, *Feuerschutzanstrich*. In einer Lsg. von Kali- oder Natronwasserglas werden Asbest, koll. Ton u. ein Resinat suspendiert, außerdem kann noch ein Farbpigment zugesetzt werden. Die festen Bestandteile des Gemisches müssen vorher möglichst fein, am besten in einer Kolloidmühle, gemahlen werden. Man mischt z. B. 25 (Teile) Kali- oder Natronwasserglas von 36° Bé, 20 Asbestpulver, 20 Ton, 5 Na-Resinat, 10 Farbpigment u. 20 Wasser. Das Gemisch kann sowohl mit dem Pinsel als auch mit einer Spritzvorr. aufgetragen werden. Es eignet sich bes. zur Anwendung in Schiffen. (F. P. 914 318 vom 12/4. 1945, ausg. 4/10. 1945.) 805.7093

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Kitten und Spachtelmassen*. Man mischt in Ggw. von W. innig wasserlösl. Kondensationsprod. von Formalddehyd (I) u. von mit ihm Aminoplaste bildenden Stoffen, wie Harnstoff (II), Thioharnstoff oder Melamin, zusammen mit mehrkernigen alkylierten oder aralkylierten arom. KW-stoffen, oxydativ trocknenden Stoffen u. Füllmitteln. Als arom. KW-stoffe eignen sich Diisopropylnaphthalin (III), die rohen, gegebenenfalls in Ggw. von FRIEDEL-CRAFTS-Katalysatoren entstehenden Kondensationsprod. von Naphthalin, Anthracen, Phenanthren oder Diphenyl mit Propylen, Butylen, Hexylen, Benzylchlorid oder halogenierten Benzylchloriden; als trocknende Bestandteile verwendet man natürliche oder künstliche trocknende Öle, z. B. Holzöl, trocknende, durch Fettsäuren modifizierte Alkydharze, Vinylester von Tallöl, Rückstände der Fettsäuredest., gegebenenfalls unter Zusatz von Polyvinyläthern. — Z. B. mischt man 60 (Teile) eines nach F. P. 839 152; C. 1939, II. 4374 aus Butadien u. aus von der Paraffinspaltung herrührenden Olefinen gewonnenen trocknenden Öls, 100 III u. 280 einer 65%ig., wss. Lsg. eines I-II-Kondensationsprod., gibt zu der koll. M. 830 Kreide u. 300 TiO₂ u. homogenisiert sie. Glaserkitt. — Weitere Beispiele. (F. P. 897 722 vom 31/8. 1943, ausg. 29/3. 1945. D. Priorr. 28/4., 3/9., 16/10. u. 9/11. 1942.) 832.7097

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Senkung der Viskosität organischer Celluloseester*. Man imprägniert oder befeuchtet organ. Celluloseester, wie Celluloseacetat, mit H₂O₂ u. trocknet durch Erwärmung (60°). Solche Ester sind wertvolle Grundstoffe für die Lackindustrie. (F. P. 900 970 vom 5/1. 1944, ausg. 13/7. 1945. D. Prior. 31/10. 1942.) 819.7117

Rubber-Stichting, Holland, *Herstellung von Kautschukderivaten*. Man erhitzt Natur- oder Kunstkautschuk, Guttapercha oder Balata mit Verbb. mit der Gruppe C⁺:C oder C:C in Konjugation mit der CO-Gruppe (z. B. Maleinsäureanhydrid, α , β -ungesätt. Aldehyde, Ketone, Säuren, Acetylendicarbonsäureester) auf ca. 110—220°. Die erhaltenen Deriv. können als Lacke dienen, vulkanisiert oder mit W., Alkohol, NH₃, Aminen weiter umgesetzt werden. — Man erhitzt 35 g klein geschnittenen, proteinarmen Kautschuk mit 98 g Maleinsäureanhydrid unter N₂ 4 Stdn. auf 170°. Das Reaktionsprod. enthält 1 Mol Maleinsäureanhydrid pro Mol Kautschukbasis. Ähnlich kann man mit Acetylendicarbonsäuredimethylester oder Acrolein erhitzen. (F. P. 913 434 vom 18/8. 1945, ausg. 10/9. 1946. Holl. Prior. 29/2. 1944.) 811.7117

Böhme Fettechemie, G. m. b. H., Deutschland, *Lösungs-, Weichmachungs- und Quellmittel für Cellulosederivate*. Natur- u. Kunstharze stellen Gemische der Veresterungsprod. der verseifbaren mit den unverseifbaren Anteilen der Kondensationsprod. der Fettsäuresynth. durch Paraffinoxidation dar. Die Gemische sind luft- u. lichtbeständig u. fast geruchlos. Als Lösungsm. wird die bis zu 250° (bei n. Druck) übergehende Fraktion Ester angewandt, als Weichmacher die höhersd. Anteile. Ein Gemisch 1:1 aus unverseif-

baren Komponenten u. Estern hat z. B. folgende Eigg.: SZ. 1,1, VZ. 153,0, JZ. 19,2. Ein Gemisch 1:1 aus Estern mit der zwischen 170 u. 300⁰ übergehenden Fraktion des rohen Kondensationsprod. hat folgende Eigg.: SZ. 0,5, VZ. 110,0, JZ. 15,0; das gleiche Gemisch mit den über 300⁰ sd. Fraktionen hat die SZ. 0,8, die VZ. 72,0 u. die JZ. 17,5. Mit den zwischen 90 u. 180⁰ sd. Estern erhält man Lösungsmm. vom Typus des Methylcyclohexanons, die aber außerdem noch natürlichen u. synthet. Kautschuk lösen; die von 180 bis 190⁰ übergehenden Ester liefern Lösungsmm. von ähnlichen Eigg. wie Dekahydronaphthalin, u. die zwischen 190 u. 200⁰ sd. Esterfraktion ergibt Lösungsmm. von ähnlicher Wrkg. wie Tetrahydronaphthalin; die beiden letztgenannten Arten haben jedoch außerdem noch ein bes. gutes Lösungsvermögen für Nitrocellulose. Die erfindungsgemäßen Gemische sind bes. zur Herst. von *Nitrolacken für Leder* geeignet. Man mischt hierzu z. B. 15 (Teile) Kollodiumwolle, 15 Butylacetat, 50 A. u. 20 Ester der mittleren Fraktion. Die Estergemische sind auch zur Entfernung von Rost u. verharzten Schmierölrückständen von Maschinenteilen geeignet; diese werden hierzu eine Nacht lang in die Lsg. gelegt. (F. P. 896 679 vom 22/7. 1943, ausg. 28/2. 1945. D. Prior. 17/2. 1942.) 805.7125

Dr. Alexander Wacker Gesellschaft für elektrochemische Industrie G. m. b. H. (Erfinder: Hans Scheidemandel), Deutschland, *Herstellung von Kondensationsprodukten*. Durch ein Lösungsm. verd. *Vinylacetat* (I) wird, vorzugsweise in der Kälte, mit einer Lsg. eines aliph. Alkalialkoholats behandelt. — Z. B. rührt man tropfenweise bei 0—5⁰ eine 20%ig. alkohol. Na-Äthylat-lsg. (II) in ein Gemisch von 50 ccm I u. 70 ccm A. ein, gibt dann langsam gleichzeitig 250 ccm II und 600 ccm I zu, trennt den kristallin. Nd. ab, wäscht ihn mit I u. fraktioniert das Prod.: 144 g dest. bei 14 mm Hg u. 80—85⁰ u. 110 g bei 85—100⁰. — *Lösungsm. u. Weichmacher für die Lackindustrie*. (F. P. 903 413 vom 17/4. 1944, ausg. 4/10. 1945. D. Prior. 20/2. 1943.) 832.7125

Léon François Mascart, Frankreich, *Gewinnung industriell verwertbarer Produkte aus der Zistrose* (*Cistus albidus*, *Cistus monspeliensis* u. *Cistus laurifolius*), bestehend in: 1. der Extraktion des Harzes durch hinreichend flüchtige Lösungsmittel, wie Trichloräthylen u. Tetrachlorkohlenstoff; 2. der Trennung des Lösungsm. vom Harz durch Dest.; 3. der Weiterverarbeitung des Harzes, Herst. von Verseifungsprodd., Säureestern u. Säuren sowie Crackprodd. daraus; 4. der Carbonisierung der von den Blättern getrennten Stengel vor der Extraktion oder der Blätter nach der Extraktion oder der ganzen Pflanze. (F. P. 893 554 vom 7/1. 1943, ausg. 4/8. 1944.) 819.7165

* Henry C. Olpin und Alexander J. Wesson, *Färben von Kunstharzen*, die unschmelzbar u. in organ. Fll. unlösl. sind. Man läßt Lsgg. von Farbstoffen in Fll., die aus mehrwertigen Alkoholen oder ihren Estern oder Äthern mit Kp. von mindestens 120⁰ oder deren Mischungen mit bis zu 50 Gewichts-% der Fll. W. bestehen, auf die Kunstharze einwirken. (E. P. 575 912, ausg. 11/3. 1946.) 811.7177

* E. I. du Pont de Nemours & Co., *Pigmenthaltige lineare Polyamide*. Man erhitzt eine wss. Dispersion eines Polyamid bildenden Materials u. eines Pigmentes, das in kleine Partikel zerteilt ist u. ein Schutzkolloid enthält u. so viel W., daß die M. vor Erreichung Polyamid bildender Temp. fl. ist, unter Polyamid bildenden Bedingungen. (E. P. 571 018, ausg. 2/8. 1945.) 811.7185

* E. I. du Pont de Nemours & Co., *Mischpolymerisate aus Äthylen und organischen Vinylestern*. Eine Mischung von Äthylen u. einem organ. Vinyl ester, z. B. *Vinylacetat*, wird durch Einw. von Hitze u. Druck in Ggw. eines Peroxyd katalysators, z. B. Benzoylperoxyd, u. eines fl. nichtpolymerisierbaren Stoffes, z. B. W., polymerisiert. (E. P. 569 927, ausg. 14/6. 1945.) 809.7187

* John I. Jones, *Massen aus Polyvinylalkohol*. Dem *Polyvinylalkohol* wird ein härtpbares Phenol-CH₂O-Harz einverleibt, worauf das Harz gehärtet wird. Dadurch wird die Löslichkeit der M. in W. vermindert oder vollständig aufgehoben (E. P. 576 106, ausg. 19/3. 1946.) 809.7187

* Imperial Chemical Industries Ltd., Reginald G. R. Bacon, Stanley G. Jarrett und Leslie B. Morgan, *Polymere Massen. Acrylsäure, Methacrylsäure, α-Chloracrylsäure* oder ihre ver-seifbaren Deriv. werden für sich oder gemeinsam mit einer oder mehreren anderen polymerisierbaren Verb. von olefin. Charakter, die jedoch nicht in überwiegender Menge vorhanden sein dürfen, in wss. Medium in Ggw. von H₂S₂O₈ oder einem wasserlösl. Persulfat u. einem wasserlösl. Thio-sulfat, wie Na-, K- oder NH₄-Thio-sulfat, polymerisiert. (E. P. 576 160, ausg. 21/3. 1946.) 809.7187

* E. I. du Pont de Nemours & Co. und Frederick L. Johnston, *Methylmethacrylatmassen*. *Methylmethacrylat* wird gemeinsam mit 0,01—3% einer unsymm. olefin. Chlorverb., die frei von chromophoren u. funktionellen Gruppen ist, welche die Polymerisation verhindern

würden, z. B. mit 1.1.2-Trichloräthylen, durch Erhitzen auf 100—150° in wss. Dispersion polymerisiert. Man erhält *Mischpolymerisate*, die durch Spritzguß geformt werden. (E. P. 576 071, ausg. 18/3. 1946.) 809.7187

N. V. De Bataafsche Petroleum Mij., Holland, *Herstellung von pulverförmigen Massen aus Asphaltbitumen*, welche auch bei etwas erhöhter Temp. nicht schmelzen. Man geht aus von gewöhnlichem oder geblasenem Bitumenasphalt, welcher einen F. über 100° u. einen Durchdringungsgrad unterhalb 25, bes. unterhalb 15 bei 25° besitzt. Dieses Material wird in Ggw. von mehr als 50% eines feingemahlenden Pulvers, welches eine Feinheit der Körchengröße unterhalb 1 mm besitzt, gemahlen. Als Zusatzstoff kommen z. B. in Betracht Quarzmehl, Kalksteinpulver, Steinmehl, Glimmer- u. Asbestmehl sowie Talkpulver. — Z. B. werden 40 (Teile) Venezuela-Asphaltbitumen. F. 135°, mit 60 Quarzmehl gemahlen, u. man erhält ein helgraues Pulver. Damit wird z. B. ein Eisenrohr unter Drehen mit 200 Umdrehungen in der Min. bei 225° ausgekleidet. Innerhalb von 10 Min. bildet sich dabei eine homogene, porenfreie Schicht, welche mit Luft oder W. gekühlt wird. — Das erhaltene Pulver kann auch zur Herst. von *Preßformprodd.*, z. B. von *Akkumulatorenkästen*, verwandt werden. (F. P. 898 836 vom 13/10. 1943, ausg. 8/5. 1945. Holl. Prior. 3/11. 1942.) 808.7193

Soc. civile d'Études de Culture et d'Exploitation de Produits végétaux, Frankreich, *Verfahren zur Behandlung von entkernten Maiskolben*. Die Maiskolben werden zerkleinert, gesiebt u. bei Raumtemp. mit 15—20%ig. NaOH behandelt. Man wäscht dann den festen Rückstand u. verformt ihn unter Druck zu Briketts, die einen ausgezeichneten *Brennstoff* darstellen. Wird die Dauer der Behandlung mit der 15—20%ig. NaOH bis zu 24 Stdn. ausgedehnt, der Rückstand dann nach dem Waschen in Ggw. von W. durch einen Kollergang geschickt u. diese Behandlung gegebenenfalls wiederholt, so erhält man nach dem Verformen des Rückstandes unter Druck Prodd. von großer Härte, die gegebenenfalls in der Wärme u. unter Druck zu *polierbaren Platten, Türfüllungen, Tafelungen* u. weiteren Gegenständen der *Kunststoffindustrie* verarbeitet werden können. (F. P. 917 297 vom 10/7. 1945, ausg. 31/12. 1946.) 813.7183

S. A. R. I., Soc. An. Ricerche Industriali, Italien, *Herstellung von plastischen Massen aus Lignin*. Das in alkal. Zellstoffablaugung durch Ansäuern gefällte Ligningel wird ohne Anwendung physikal. u. chem. Mittel aus dem lyophilen in den lyophoben Zustand umgewandelt. — Braune Lauge wird mit H₂SO₄ bis zur Ligninfällung angesäuert. Die feste M. wird auf 80° erwärmt, mit der Filterpresse abfiltriert u. neutral gewaschen u. getrocknet. Leichtes gelbbraunes Pulver, das mit 1% Stearin gemischt in der Form bei 160° gepreßt wird. Sie schm. bei 400 kg/qcm u. bildet eine schwarzbraune M., die die Form nicht füllt. Trennt man aber das Gel nach der Ansäuerung durch Filtrieren in der Kälte ab, so fällt eine harzartige kompakte M. an, die mit 1% Stearin bei 200 kg/qcm Druck schm. u. dabei die Form ausfüllt u. eine widerstandsfähige Preßmasse ergibt. (F. P. 895 563 vom 16/6. 1943, ausg. 29/1. 1945. It. Prior. 17/6. 1942.) 811.7193

* Erinoid Ltd., John B. Speakman und John L. Stoves, *Wasserbeständige plastische Massen aus Casein und Formaldehyd*. Zur Vermeidung der Wasseraufnahme u. des Quellens von plast. Massen aus Casein u. CH₂O behandelt man die Massen mit Lsgg. von einem oder mehreren Chinonen (Benzochinon) oder Gerbsäure in W., A., Methanol oder ihren Mischungen (E. P. 577 753, ausg. 30/5. 1946.) 809.7195

W. Buchmann, *Eigenschaften von Polyvinylchlorid-Kunststoff*. München, Berlin; Hauser. 1944. (95 S., 34 Abb. u. 8 Tab.)

Morris D. Schoengold, *Encyclopedia of Substitutes and Synthetics*. New York: Philosophical Libr. 1943. (382 S.) \$ 10. —

XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

Gabriel Bertrand, *Beobachtungen über die Behandlung der Früchte von Encomia ulmoides zur Extraktion von Kautschuk*. Die Verss. zeigten, daß die Kautschuksubstanz hauptsächlich in den Fruchtschalen lokalisiert ist. Diese ergeben bei der Extraktion 9,56% Kautschuk, der Geh. der ganzen Frucht berechnet sich hieraus zu 6,06%. (C. R. hebdom. Séances Acad. Agric. France 29. 123—24. Febr. 1943.) 182.7222

Maurice Fournier, *Einige Polymerisationserscheinungen*. Der allgemeine Polymerisationsmechanismus, die Methoden, die zur Verfolgung des Polymerisationsverlaufs entwickelt wurden, die Auswertung der experimentellen Daten in Verb. mit einer Übersicht über die gebräuchlichen Polymerisationsmethoden werden besprochen. (Sci. Techn. Caoutchouc 3. 69—81. 1944/1945.) 134.7236

Soc. Electro-Câble und André Lemercier, Frankreich, *Vulkanisieren von Fäden, Röhren, Bändern, elektrischen Kabeln* im kontinuierlichen Betrieb mittels infraroter Strahlen (10000—20000 Å). Vorrichtung. (F. P. 907 763 vom 5/5. 1944, ausg. 21/3. 1946.)

811.7227

Bata A. G., Böhmen-Mähren, *Herstellung von Chloropren aus Acetylen und Chlorwasserstoff*. Man verwendet 2 Katalysatoren, von denen der eine die Monovinylacetylen-bldg., der andere die weitere Rk. zu Chloropren (I) bewirkt. — Man mischt z. B. einen körnigen Katalysator aus Infusorienerde u. Kaolin mit 3% Cu enthaltendem CuCl + NH₄Cl mit einem Katalysator, der analog mit SnCl₂ hergestellt wurde, gibt 70 ccm der Mischung in ein geheiztes Rohr u. läßt bei 150° eine gasförmige Mischung aus 200 ccm CH : CH u. 30 ccm HCl pro Min. durchstreichen. Man kühlt das Reaktionsgas auf -20° u. erhält in 1 Stde. 4 ccm I u. geringe Mengen Vinylchlorid. — Als weitere Katalysatorkombinationen sind genannt CuCl₂ + NH₄Cl u. MnCl₂ oder NiCl₂ + MgCl₂ oder ZnCl₂ oder Phosphorsäure oder ZnSO₄ oder Zn(NO₃)₂, ferner ZnCl₂ u. SnCl₂, ferner CuCl₂ + B(OH)₃ u. SnCl₂, CuCl₂ + Borax u. MnCl₂ oder CuCl₂ u. SnCl₂. Man kann z. B. fein granuliert akt. Kohle mit einer wss. ca. 30%ig. ZnCl₂-Lsg. imprägnieren, trocknen u. mit gleicher Menge mit 30%ig. SnCl₂-Lsg. imprägnierter Kohle mischen u. wie oben weiter verfahren. (F. P. 899 843 vom 17/11. 1943, ausg. 12/6. 1945. Schweiz. Prior. 24/3. 1942.)

811.7237

* **Firestone Tire & Rubber Co. Ltd. und Mark M. Heywood**, *Kunstkautschuk*. Man gibt zu einer S enthaltenden Butadienkautschukmischung einen organ. Vulkanisationsbeschleuniger u. Cyclohexylamin, Dicyclohexylamin oder eine Verb. dieser mit einer arom. OH-Verb. mit 1 oder mehr OH am Kern, die keine anderen Substituenten als KW-stoffreste enthält. (E. P. 576 271, ausg. 27/3. 1946.)

811.7237

* **Howard Snow**, *Biegsames imprägniertes Gewebe als Kautschuk- oder Lederersatz*, das feuchtigkeitsfest u. abnutzungsfest ist. Man überzieht u. imprägniert Baumwollgewebe mit einem ölmodifizierten therm. härtenden synthet. Harz, härtet das Harz durch Erwärmen u. reibt von der Gewebeerfläche wenigstens einen Teil des gehärteten Harzes ab. (E. P. 570 892, ausg. 27/7. 1945.)

811.7239

XIII. Ätherische Öle. Parfümerie. Kosmetik.

* **House of Westmore Inc.**, *Hautpflegemittel*. Zur Vorbehandlung der Haut vor dem Auftragen von Schminke u. Puder wird ein fl. Gemisch verwendet, das ein pflanzliches, für die Hautpflege übliches Öl, das nicht trocknet, *p-Oxybenzoesäure*, *Oxycholesterin* u. verschied. andere Hautpflegemittel enthält. (E. P. 577 040, ausg. 2/5. 1946.)

805.7285

Elisabeth Meisels, Ungarn, *Hautpflegemittel*. Die zur Hautpflege verwendeten Pomaden u. Schminken werden in Papier- oder Zellstoffwatte, Textil- oder Papierblätter oder ähnliches Material eingearbeitet, u. zwar in der Form, daß jedes Stück die für einen einmaligen Gebrauch notwendigen Mengen enthält u. dann weggeworfen werden kann. (F. P. 900 803 vom 27/12. 1943, ausg. 10/7. 1945. Ung. Prior. 26/3. 1945.)

805.7285

Richard Hudnut, V. St. A., *Zusatz zu Hautpudern*. Zur Verbesserung der Haftfestigkeit von Pudern auf der Haut u. zur Beseitigung ihrer austrocknenden Wrkg. setzt man ihnen 10—50% *γ-9-10-Dioxytsteearinsäure* (I) zu. Diese wird aus Ölsäure durch Oxydation mit KMnO₄ hergestellt. Als Grundstoff für die Puder verwendet man Talkum, Reispuder, Kartoffelstärke u. a. dafür bekannte Stoffe. Man mischt z. B. 52,2 kg I, 1 kg TiO₂, 3,4 kg ZnO, 31 kg Talkum, 3 kg Zn-Stearat, 3,6 kg gefälltes CaCO₃ u. 453 g Parfümstoffe. An Stelle von I können auch Salze u. Ester verwendet werden. Die Menge des Zusatzes muß so bemessen werden, daß der Grundstoff keine Absorptionsfähigkeit für die Fettsubstanzen der Haut mehr besitzt. (F. P. 913 713 vom 25/8. 1945, ausg. 18/9. 1946. A. Prior. 7/9. 1944.)

805.7285

Chemische Werke Albert, Deutschland, *Produkt zum Haarwaschen*. Enthalten die üblichen Haarwaschmittel einen gewissen Geh. an wasserunlös. Metaphosphaten, genannt „Kurrol“, so werden diese Metaphosphate, wahrscheinlich unter Bldg. von komplexen Verb. löslich. Die erhaltenen Lösungen sind mehr oder weniger viscos, dadurch im Griff voll u. weich, greifen das Haar u. den Haarboden durch Entfettung nicht an u. geben einen reichen, vollen u. sahnigen Schaum. — Man kann so Gemische herstellen aus: 15 (Teilen) „Kurrol“-Metaphosphat (I), 10 eines Fettalkoholsulfonats, 5 eines prim. oder sek. Amins u. 30 wasserfreiem Na-Sulfat (II); 10 I, 50 Natronseifenpulver, 10 Borax, 10 Na. Bicarbonat u. 20 II; 5 I, 10 Natriumtetrapyrophosphat (III) oder Natriumtripolyphosphat (Na₂P₃O₁₀), 5 Triäthanolaminoleat, 5 des Na-Salzes des N-Oleylmethyltaurins, 74 II, 1 Kiefernadelextrakt u. gegebenenfalls einem schwachen Zusatz von Lavendel-extrakt; 20 I, 10 Oleyl-β-aminoäthansulfonsäure oder ihrem Na-Salz, 30 III u. 40 II. (F. P. 897 448 vom 23/8. 1943, ausg. 21/3. 1945. D. Prior. 10/12. 1942.)

813.7285

Jean Nisen, Belgien, *Haarpflegeverfahren*. Für die Behandlung von lebenden menschlichen Haaren werden Pomaden u. Öle verwendet, die erst unmittelbar vor dem Gebrauch mit W. ohne jeden weiteren Zusatz zu einer Emulsion verarbeitet werden. Die Emulsion wird mit einer Bürste auf das Haar aufgetragen, worauf sich noch eine Behandlung unter der Dampfhaube anschließen kann. Die Emulgierung kann mit einfachsten Mitteln, z. B. mit einem Pinsel oder Schaumschläger in einem weiten Gefäß u. mit der Hand ausgeführt werden. (F. P. 909 650 vom 12/3. 1945, ausg. 14/5. 1946. Belg. Prior. 15/10. 1943.)

805.7285

Franz Ströher, A. G., Deutschland, *Paste zum Farben lebender Haare*. Die zum Haarfarben üblichen Lsgg. werden durch Zusatz von Cholesterin oder von Monoestern verseifbarer Fettsäuren mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen von höherem Mol.-Gew. oder mit Sulfonaten dieser Ester verdickt; außerdem können noch Emulgatoren u. Netzmittel zugesetzt werden. Man mischt z. B. 60 (Teile) W., 20 Stearinsäureglykolmonoester, 2 Laurylalkoholsulfonat u. 20 Farbstofflösung. (F. P. 900 825 vom 28/12. 1943, ausg. 10/7. 1945.)

805.7285

XIV. Zucker. Kohlenhydrate. Stärke.

Friedrich Supf, Deutschland, *In Wasser lösliche Stärkederivate*. Wenn man bei der Herst. wasserlösl. Stärkederivv. durch Einw. von Halogenfettsäuren auf Stärke oder stärkehaltige Substanzen in Ggw. eines in W. gelösten Alkalihydroxyds vor oder während der Zugabe des Alkalis bei gewöhnlicher Temp. fl. Lösungsmittel, z. B. aliph. oder arom. KW-stoffe, Phenole, hydririerte cycl. Ketone oder organ. Amine zusetzt, kann der Wassergeh. der Alkalilauge viel geringer als sonst üblich sein, ohne daß kautschukartige Stärkezusammenballungen auftreten. Die Zugabe von geringen Mengen, 1% oder weniger bezogen auf die Stärke, an Emulgatoren, kann von Vorteil sein. Man erhält ein schwach feuchtes, lockeres, wasserlösl. Stärkepulver, das sich leicht mit A. waschen oder reinigen läßt. — Man vermischt innig 5 kg Kartoffelstärke mit 300 g Cyclohexan u. 2,2 kg monochloressigsäurem Na u. gibt unter Rühren 2,5 kg 30%ig. NaOH hinzu. In kurzer Zeit entsteht ein voluminöses lockeres Pulver, das man mehrere Tage bei gewöhnlicher Temp. stehen läßt. Die erhaltene verätherte Stärkeverb. wäscht man mehrere Male mit 70—95%ig. A. salzfrei u. trocknet. Man erhält ein weißes Pulver, das mit der 40fachen Menge kaltem W. eine sehr viscose, vollkommen klare Lsg. ergibt. Man kann auch das Umsetzungsprod., das an Verunreinigungen nur NaCl enthält, ohne Alkoholbehandlung, mit wenig W. verd., in dünner Schicht auf Walzentrocknern bei 100° zu haltbaren Pulvern trocknen. — Die erhaltenen Stärkepräpp. können als Verdickungs- u. Bindemittel für die verschiedensten Zwecke Verwendung finden. (F. P. 906 752 vom 11/8. 1944, ausg. 18/1. 1946. D. Prior. 8/10. 1943.)

813.7449

Clinton Co., übert. von: George T. Peckham jr., Clinton, Iowa, V. St. A., *Herstellung von nicht kristallisierendem Stärkesirup* von starker Süßkraft u. ohne bitteren Geschmack durch Erhitzen mit Säure, z. B. HCl, Alkalischemachen der heißen Lsg. u. Wiederansäuern nach kurzer Zeit auf den üblichen Säuregrad. — Der durch Säurehydrolyse erhaltene Dextrosesirup wird auf 50—60% eingedampft u. durch Zusatz von Na₂CO₃, K₂CO₃, NaOH oder KOH auf den p_H-Wert = 4,5—5,0 gebracht. Danach wird die Lsg. filtriert u. auf 28—30° Bé konzentriert. Nach dem Erwärmen auf 160—180° F (71—82° C) wird durch Zusatz von Alkali der p_H-Wert auf 7,5 gebracht u. dabei ca. 15 Min. gehalten. Danach wird die Zuckerlsg. durch Säurezusatz auf p_H = 4,5—5,0 gebracht, mit akt. Kohle entfärbt u. schließlich auf 41—45° Bé konzentriert. (A. P. 2 395 907 vom 28/5. 1942, ausg. 5/3. 1946.)

808.7449

Clinton Co., übert. von: George T. Peckham jr., Iowa, V. St. A., *Herstellung von Stärkesirup* aus einer Stärkesuspension durch Säurehydrolyse unter Bldg. von Glucose, Maltose oder anderen Stärkeumwandlungsprod., welche mindestens 50% Glucose enthalten. — Die durch Säurehydrolyse gewonnene Stärkezuckerlsg. wird auf 150° F (66° C) oder bis zum Kp. erhitzt, darauf durch Zusatz von Na₂CO₃, K₂CO₃, NaOH oder KOH auf p_H = 7,0—9,0 gebracht u. anschließend nach 6—8 Min. durch Zugabe von nicht neutralisierter Säurehydrolyse-Zuckerlsg. auf p_H = 4,5—5,0 eingestellt. Danach wird die Zuckerlsg. geklärt u. zu Sirupkonsistenz eingedampft. — 2200 gal. einer wss. Maisstärkesuspension von 23,5° Bé werden mit 48 lbs. wss. HCl von 18° Bé u. 200 gal. W. unter Einblasen von Wasserdampf zum Sieden erhitzt. Die heiße Lsg. wird gleichzeitig unter Zulaufenlassen der abgemessenen Menge Na₂CO₃-Lsg. in den Neutralisierbehälter geleitet, wobei zunächst so viel überschüssiges Na₂CO₃ zugeleitet wird, daß der p_H-Wert zunächst 9 beträgt u. später bei weiterem Zulassen der sauren Zuckerlsg. auf 4,5 kommt. Die filtrierte Lsg. wird auf 29° Bé eingedickt, dann mit akt. Kohle bei 150° F geklärt, filtriert u. eingedickt. (A. P. 2 395 938 vom 28/5. 1942, ausg. 5/3. 1946.)

808.7449

* N. W. Lebedew und B. O. Ljubin, *Herstellung von kristallisierter Glucose aus Cellulose*. Die Cellulose wird mit HCl hydrolysiert, das Hydrolysat mit NaOH neutralisiert u. zur Trockne verdampft. Aus dem Endprod. wird NaCl mit möglichst wenig W. ausgelaugt. (Russ. P. 67 145, ausg. 30/9. 1946.) 805.7461

XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel.

* J. Peřina, *Das Molkereilaboratorium*. Vorschlag zur Einteilung des Molkereilabor. in 6 Abteilungen, die bes. zweckmäßig ist u. alle modernen Forderungen der Molkerei erfüllt. (Mlékarské Listy 36. 110—11. 12/5. 1944. Neu-Bydšchow.) 259.7756

Rees Davies und E. Beyers, *Erhöhung des Nährwertes von pasteurisiertem Käse mit Fischlebertranen*. Durch systemat. Unterss. über die Verbesserung des Nährwertes natürlicher Nahrungsmittel durch Zusatz von Fischlebertranen gelang die Anreicherung von Erdnußbutter an Vitamin A mit 5000 I. E. je oz. (= 28,35 g), wobei der Erdnußbuttergeschmack den Eigengeschmack der Trane völlig überdeckte. Der Vitamin A-Geh. blieb 6—9 Monate bei hohen Tempp. (85—98° F [23—37° C]) unverändert. Der gleiche Vers. wurde auch mit pasteurisiertem Käse unternommen. Es wurden Trane verschied. Fischarten mit unterschiedlichem Vitamin-A-Geh. verwendet. Zusatz gegen Ende der Pasteurisierung u. gutes Durchkneten, Verpackung in luftdichten Dosen oder Zinnfolie. Der Vitamin-A-Geh. des Fertigmilchkäses wurde auf 5000 I.E. Vitamin A je oz. eingestellt. Haltbarkeitsprüfung wie bei der Erdnußbutter. Vitamingehaltsbest. nach der Meth. von CARR-PRICE (ungenau: Vitamin-A-Verlust während der Verseifung!). Lagerverlust an Vitamin A (8—12 Monate bei 85° F) weniger als 10%. Luftdichte Verpackung unterscheidet sich von Zinnfolienpackung nicht. Geschmacksstörungen sind vermeidbar, wenn man Lebertrane mit einem Vitamin-A-Geh. von nicht weniger als 15000 I.E. pro g Tran (vorzugsweise 15000—18000 I.E./g) verwendet. (Nature [London] 154. 179. 5/8. 1944. Kapstadt, Low Temperature Res. Labor.) 401.7760

G. Schwarz, *Der Gehalt an kochsalzfreier Asche in der fettfreien Trockenmasse von Roh- und Schmelzkäse*. Die NaCl-freie Asche in der fettfreien Trockenmasse (I) nimmt mit steigendem Fettgeh. in der I der Käse ab. Bei Tilsiter Schmelzkäsen, die unter Verwendung von Phosphaten hergestellt sind, liegt der Geh. an NaCl-freier Asche stets über 13%. Da z. Zt. Schmelzkäse, mit Ausnahme von solchen aus Emmentaler Käsen, wohl ausschließlich unter Phosphatzusatz hergestellt werden, ist die mit 13% festgelegte Höchstgrenze für NaCl-freie Asche in der fettfreien I vom Schmelzkäse als zu niedrig anzusehen u. müßte höher angesetzt werden. — 4 Tabellen. (Süddtsch. Molkerei-Ztg. 67. 56—58. 16/8. 1946. Kiel, Versuchs- u. Forschungsanstalt für Milchwirtschaft.) 149.7760

Jindřich Brodíl, *Vitamine*. I. Mitt. *Sorgfältige Pasteurisierung schädigt das Vitamin C fast nicht*. Die in der Genossenschaft ständig durchgeführten Vitamin C-Bestimmungen nach der Meth. WILLBERGER (Titrationemeth. mit 2,6-Dichlorphenolindophenol) ergaben, daß unpasteurisierte Milch 20,90 mg Vitamin C/Liter enthält, während die pasteurisierte 19,19 mg enthält. Einzelheiten der Bestimmungsmethode. (Mlékarské Listy 37. 25—26. 2/2. 1945. Tabor, Zentrallabor. der Genossenschaft Madeta.) 259.7848

H. A. Cranston und John B. Thompson, *Verwendung eines Ionenaustauscherharzes bei der Bestimmung von Kupferspuren besonders in Milchpulver und flüssiger Milch*. Die auf dem geringen Cu-Geh. von Molkereiprodukten beruhende Schwierigkeit u. in der Nähe der Grenzkonz. mangelnde Genauigkeit der bisherigen Bestimmungen wird durch ein neues Verf. behoben, das darauf beruht, daß das Cu in der Milch an Proteine gebunden vorliegt u. diese Bindung unterhalb p_H 3 gelöst wird. HClO₄ erweist sich als ideales Mittel zur Fällung der Proteine, wobei der Quarz auch das Fett einschließt, u. braucht nur in geringer Menge zugegeben zu werden, damit bei p_H 1 das gesamte Cu innerhalb von 30 Min. in Lsg. geht u. darin fast in der gleichen Konz. wie in der fl. Milch vorliegt (die Volumenkorrekturen brauchen nur die kleine zugegebene Reagenzmenge u. das Vol. das Quarz-Nd. zu berücksichtigen). Auch bei hohem Ca-Geh. der Milch (bis zu 250 mg in 100 ccm) kann dieser Lsg. nach Neutralisation mit verd. NH₃ bis zu p_H 5 (Farbumschlag von Kresolpurpur u. geringe Niederschlagsbildg.), das Cu beim Durchtropfen durch eine Säule eines Ionenaustauscherharzes entzogen werden. Aus solches bewährte sich *Ambertite IR-100* nach Auswaschen des Cu mit 10%ig. HCl gut, während *Zeo-Carb* nicht genügend gereinigt werden konnte. Das adsorbierte Cu wird mit 6%ig. HCl ausgewaschen, das Eluat eingedampft, der Rückstand mit einer passenden Elektrolytlsg. aufgenommen u. diese einmal als solche, einmal nach Zugabe einer bekannten Cu-Menge polarographiert u. aus dem Vgl. beider Werte der Cu-Geh. berechnet. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 18. 323—26. Mai 1946. Chicago, Labor. of Polarographic Analysis and Quartermaster Food and Container Inst. for the Armed Forces.) 129.7848

Josef Fort, *Über die butyrometrische Bestimmung des Milchfettes*. Eingehende Beschreibung der GERBER-Methode. Zuverlässigkeit ihrer Werte u. Vgl. mit der gravimetr. Bestimmung. Das butyrometr. bestimmte Fett entspricht nicht immer dem reinen Milchfett. Es ist von Konz. der H₂SO₄, der Amylalkoholmenge u. der Erhitzungszeit abhängig; seine Refraktion bei 40° sinkt oft auf 32, während reines Milchfett eine solche von 39,5 bis 44 besitzt (Tabelle). Vgl. der Ergebnisse mit den Butyrometern nach VAN GULIK u. HAMMERSCHMIED mit jenen der gravimetr. Meth.; Vgl. der gleichen Methoden an 6 Käsesorten (Tabelle). Einfl. der Amylalkoholmenge u. verschied. Änderungen an der Meth. GERBER. Verh. der Lecithine, Sterine u. höheren Fettsäuren bei der Bestimmung. Angabe, welcher Fettgeh. der Milch von der GERBER-Meth. angegeben wird. Abmessung der Milch, Temperatureinfl. u. a. (Tabellen). Kalibrierung der GERBER-Butyrometer. Vgl. mit der Meth. RÖSE-GOTTLIEB (Tabelle), Korrekturen, Literatur. (Mlékafské Listy 36. 163—65. 21/7. 170—72. 4/8. 183—85. 18/8. 189—92. 1/9. 1944.) 259.7848

František Zlábek, *Zur Frage der Fettbestimmung bei zentrifugierter Milch*. (Vgl. vorst. Ref.) Best. nach den Methoden RÖSE-GOTTLIEB u. GERBER. Fehlerquellen nach anderen Autoren. Grund für die Abweichungen bei SIEGFELD- u. SICHLER-Butyrometern von den RÖSE-Butyrometern (0,1—0,2%). Besondere Eignung der KEHE-Butyrometer für Magermilch (I). Bei I genügt nach eigenen Verss. das einmalige Zentrifugieren bei der Best. zur vollkommenen Fettabscheidung nicht. Die derzeitigen Zentrifugiermethoden bei der Fettbest. lassen sich nicht so weit verbessern, um bei I auch nur 0,01—0,02% Fett nachzuweisen. — Vorschlag: die Fettbest. in I wird einheitlich nach GERBER in KEHE-Butyrometern ausgeführt. Dauer des Zentrifugierens zweimal 5 Min. mit Zwischenaufwärmung im Wasserbad. Unbedingt notwendig ist das Anwärmen nach dem Zentrifugieren vor dem Ablesen. Geringster bestimmbarer Fettwert ist 0,10%, wobei es gleichgültig ist, ob sich im Butyrometer ein ablesbarer Meniscus oder einer unter 0,05 zeigt. Bei höherem Geh. wird immer der „mittlere Meniscus“ abgelesen. — Genauigkeit der untersuchten Methoden u. Fehlerquellen. Betrachtungen zu den Bestimmungen von HAUTOG u. zahlreichen anderen Autoren. Eigene Vergleichsverss. (Tabelle). Literaturangaben. (Mlékařské Listy 36. 241—42. 10/11. 1944; 253—55. 24/11. 1944; 266—68. 8/12. 1944. Prag, Milchwirtschafts-Inst.) 259.7848

Max Schulz, *Molkerei-Lexikon. Milchwirtschaft von A bis Z. 2. Aufl. Kempten (Allg.): Verlag der „Deutschen Molkerei-Zeitung“*. 1944. (526 S. m. 32 Tab.) RM 14,—.

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

Julien Perrimond, Frankreich, *Verfahren und Vorrichtung zum Extrahieren von Fettstoffen aus ölhaltigen Samen* unter Verwendung eines Lösungsm., welches spezif. schwerer ist als das zu extrahierende Gut. Die Extraktion geschieht in einem mit Rührwerk versehenen senkrechten, zylindr. Behälter. Das Rührwerk ist ein Horizontalrührwerk mit horizontaler Achse. — Zeichnung. (F. P. 914 890 vom 20/4. 1945, ausg. 21/10. 1946.) 808.7895

Ambrose V. Pho-Ba-Long, Tonkin, *Gewinnung von Ölen aus Canarium, einem in Tonkin wild vorkommenden Fruchtbaum*. Der durch Anzapfen gewonnene Saft des Baumes wird in einer Fraktionierkolonne zerlegt. Hierbei werden gewonnen: 6% Canariol A (I), Siedebereich 40—80°, Kp. 79°, gelbliches Öl; Canariol B (II), Siedebereich 100—150°, Kp. 120°, weinrottes Öl; Canariol C (III), Siedebereich 150—250°, Kp. 155°, schwarzblaues Öl; Canariumwachs (IV), schwarz, Kp. 120° (?), außer verkohlten Bestandteilen u. Wasser. I, II u. III sind entflammbar, mehr oder weniger flüchtig u. in allen KW-stoffen sowie in Ricinus- u. Erdnußöl lösl., in W. unlöslich. Verwendung: von I als Treibstoff u. Leuchtöl; von II als Leuchtöl; von III als Schmiermittel für keram. Formen u. als Entrostungsmittel für Metall; von IV als Siegelmasse oder zusammen mit III als schwarze Farbe. (F. P. 912 087 vom 29/8. 1941, ausg. 30/7. 1946.) 832.7895

Soc. des Ateliers Terrin, Frankreich, *Verfahren und Vorrichtung zum Geruchlosmachen von pflanzlichen und tierischen Ölen*. Das besondere Kennzeichen des kontinuierlich betriebenen Verf. besteht darin, daß durch Einleitung von W.-Dampf ein feiner Nebel des geruchlos zu machenden Öls erzeugt wird, mit dem sich der W.-Dampf in einem Verstäuber innig vermischt. — 2 Abbildungen. (F. P. 895 351 vom 2/3. 1943, ausg. 23/1. 1945.) 819.7899

* **Standard Oil Development Co.**, *Herstellung von Kohlenwasserstoffkondensationsprodukten*. Halogenierte KW-stoffe, welche weniger als 7 C-Atome enthalten, bes. mit 3—6 C-Atomen, werden bei Raumtemp. bis 400° F (204° C) in Ggw. eines FRIEDEL-CRAFTSschen

Katalysators, bes. von AlCl_3 , akt. Ton oder Silicagel, oder eines fein verteilten Metalles, z. B. Al oder Zn, kondensiert. Die Kondensationsprodd. werden dest., um die unter 600°F (310°C) sd. Anteile zu entfernen. Die erhaltenen Prodd. haben wachsähnliche Eigenschaften. (E. P. 564 348 vom 25/9. 1944.) 808.7905

Chemische Werke Albert, Deutschland, *Erhöhung der Festigkeit von Seifen*. Man kann das die Eigg. der Seife schädigende Härten (durch Anwendung erhöhter Temp. u. durch Zugabe von Härtemitteln) der Formaldehyd-Harnstoff-Kondensationsprodd. (I), die Seifen zur Erzielung einer größeren Festigkeit zugesetzt werden, vermeiden, wenn man der Seife wss. I zumischt, die während ihrer Herst. aus Harnstoff (II) u. wss. Formaldehyd (III) in neutraler oder schwach saurer Lsg. höheren Kondensationsstemp., vorteilhaft Siedetemp., solange ausgesetzt worden sind, bis die Lsg. der I stark trübe geworden ist. Das Mengenverhältnis von II u. III kann bei der Herst. dieser I verschieden sein, doch ist es nötig, auf 1 Mol II mindestens $2\frac{1}{2}$ Mol III zu verwenden. — Ein wss. Kondensationsprodd., das man durch 2std. Behandlung bei Siedetemp. aus II u. III mit 30% W. bis zu einem End-pH-Wert von 6 erhält, u. das ein weißes, milchiges Prod. darstellt, neutralisiert u. konz. man im Vakuum auf $\frac{6}{10}$ seines Gewichts. 18 (Gewichtsteile) dieses Prod. gibt man zu einer Seifenmasse, die aus 8 eines Paraffinsulfonsäuregemisches in Form der Alkalisalze u. aus 74 Talkum besteht, u. verarbeitet die M. in üblicher Weise. Man erhält Seifenstücke, die in kurzer Zeit die gewünschte Festigkeit erlangen u. selbst nach langer Lagerung ihre Schaum- u. Waschkraft unverändert beibehalten. (F. P. 899 858 vom 17/11. 1943, ausg. 13/6. 1945. D. Prior. 12/12. 1942.) 813.7907

National Oil Products Co., übert. von: **Joseph Cunder**, *Nichtreizendes Hautreinigungsmittel*, bestehend aus einer Alkalistearatseife u. einem mit Schwefelsäure behandelten Fettmaterial, z. B. einer schwefelsäureveresterten Ölsäure, welche mehr als 13 Gewichts-% SO_3 enthält. Die Anwesenheit von Seifen von ungesätt. Säuren u. von Fettsäuren mit weniger als 16 C-Atomen wird dabei vermieden. (Can. P. 432 690 vom 22/1. 1946.) 808.7907

Bruno Mario Tamburini, Frankreich, *Seifenersatz*. Als spezielle pflanzliche Emulsion setzt man den anderen, im Hauptpatent erwähnten Stoffen eine fl. gelatinöse Emulsion zu, die man aus vorher ausgelesenen u. gewaschenen weißen oder grauen Flechten durch Behandlung mit W. auf dem Dampfbad u. Durchseihen durch feine Siebe erhält. — Das gelatinöse Prod. wird dann mit koll. Saponinextrakt vermischt. An anderen Prodd. können noch Fette u. harzartige oder alkal. Prodd., zu denen noch Talk, Farb- u. Riechstoffe treten können, zugesetzt werden. — Die Flechten haben mildernde Eigg. u. verhindern reizende u. ätzende Wrkkg. der anderen Bestandteile Die mit ihnen herzustellenden Seifen sind daher für die Bedürfnisse der Haut u. zum Waschen zarter Gewebe geeignet. Der Flechtenzusatz verleiht auch den Seifenstücken einen guten Zusammenhalt u. macht sie gegen den Einfl. von Feuchtigkeit widerstandsfähiger. (F. P. 52 433 vom 29/5. 1942, ausg. 13/4. 1944. Zusatz zu F. P. 883 272; C. 1944. I. 718.) 813.7915

Robert Montu, Frankreich, *Rasierseifenpräparat*. Es wird eine Kombination aus Rasierseife u. Rasiercreme hergestellt, indem man ein Stück Rasierseife von der üblichen zylindr. Form der Länge nach, jedoch nicht ganz bis zum anderen Ende durchbohrt u. die Bohrung mit Rasiercreme füllt. Die Bohrungen können ebenfalls zylindr. sein, aber auch jede andre Form besitzen, z. B. dreieckig, sternförmig u. ringförmig; in einem Stück können auch mehrere Bohrungen angebracht werden. Diese können eine derartige Ausdehnung besitzen, daß die Seife nur in Form einer dünnen Wand bestehen bleibt, die gewissermaßen als Behälter für die Rasiercreme dient. (F. P. 908 036 vom 5/6. 1944, ausg. 28/3. 1946.) 805.7915

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Waschmittel*. Verseifungsprodd. aus Gemischen von natürlichen u. synthet. Fettsäuren werden mit solchen von Reaktionsprodd. von KW-Stoffen mit 12–16 C-Atomen mit SO_2 u. Cl_2 gemischt u. die üblichen Füllmittel für Seifen sowie etwas Harzstoff zugesetzt. Man erhält dabei Prodd. von ähnlichen Eigg. wie die sogenannte schwarze Seife. Die üblichen Zusätze für diese Seifenart, z. B. KCl, KOH u. W., dürfen bei diesem Prod. nicht ohne gleichzeitige Harnstoffzugabe angewandt werden, da sonst inhomogene MM. entstehen. Man mischt z. B. 257 (Teile) NaOH von 45°Bé bei n. Temp. mit 360 eines KW-stoff-Sulfochlorids mit 12 bis 18 C-Atomen u. der VZ. 389 u. 40 eines Fettsäuregemisches mit der SZ. 227. Nach beendeter Rk. erhitzt man auf 30°u setzt eine Lsg. von 77 Harnstoff u. 87 KOH in 416 weichem W. zu u. rührt, bis eine homogene M. entstanden ist. Bei Abkühlung entsteht ein Prod. mit allen Eigg. der schwarzen Seife. Die Harnstofflsg. kann auch 63 Harnstoff, 47 KOH, 59 wasserfreies Na_2SO_4 u. 479 W. enthalten. (F. P. 896 740 vom 24/7. 1943, ausg. 1/3. 1945. D. Prior. 28/8. 1940.) 805.7919

Henri Brunel, Frankreich, *Herstellung von Reinigungsmitteln*. Öle der Seifenfabrikation, Fette, Fettsäuren, Ester (z. B. Allylester) oder Amide dieser Säuren, Rückstände aus der Reinigung von Speiseölen, Harze, Kolophonium, Mineralöle werden sulfoniert u. mit Alkali vollkommen neutralisiert oder nur so weit behandelt, daß überschüssige H₂SO₄ entfernt wird. Die Sulfonierung erfolgt vorzugsweise in der Kälte oder bei mäßiger Temp. mit überschüssiger, konz. H₂SO₄ (66° Bè), die allmählich unter Rühren zugegeben wird. Die Prodd. eignen sich bes. für die *Herst. von gefüllten Seifen* u. können auch *gewöhnlichen Seifen* zugefügt werden. Mit Schwefelblume oder koll. S erhält man für die *Hautbehandlung* geeignete Erzeugnisse. — Z. B. werden 50 kg fl. Kopraöl bei 50° mit 15% H₂SO₄ (66° Bè) behandelt, nach 5—10 Std. mit NaOH neutralisiert, das Prod. von der wss. Schicht durch Dekantieren getrennt, weiter mit NaOH versetzt, dekantiert, das dunkel orangerote Öl wieder mit NaOH vermischt, dekantiert, in einer Piliervorr. mit NaOH verarbeitet, bis die M. unter Wärmeentw. sich auflöst. Sie ist leicht formbar u. wird schnell fest. — In ähnlicher Weise werden Palm-, Ricinus-, Lein-, Oliven-, Erdnußöl, öliges Destillat aus Kolophonium, Schieferöl (I), Ricinolsäureallylester usw. behandelt. Das Prod. aus I hat *stark insekticide Eigenschaften*. — Gefüllte Seife: das Prod. aus Kopraöl wird in einer Menge von 10% mit einer gesätt. Lsg. von Na₂SO₄ vermischt u. die M. geformt. (F. P. 917 298 vom 10/7. 1945, ausg. 31/12. 1946.) 832.7921

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung eines fett- und fettsäurefreien Reinigungsmittels von Schmierseifenkonsistenz*. Man mischt Sulfonate (die durch Sulfochlorierung langkettiger Paraffin-KW-stoffe, darauffolgende Verseifung u. Entfernung nicht verseifeter Anteile u. gebildeter Salze erhalten worden sind) mit Phosphaten, vorzugsweise Pyrophosphaten, Harnstoff, einem wasserlös. Celluloseäther oder einem Alkalisalz einer Celluloseäthercarbonsäure u. gegebenenfalls Alkaliacetat in solchem Verhältnis, daß die entstandene Mischung ca. 36—40% des organ. Reinigungsmittels u. ca. 5—10% Harnstoff enthält. Z. B. erhitzt man 308 (Teile) eines Paraffinsulfonierungsprod., das zu 65% sulfoniert ist (erhalten durch unvollständige Sulfochlorierung langkettiger KW-stoffe u. darauffolgende Verseifung), das nur schwach alkal. sein darf, mit 30 Harnstoff des Handels, 42 W. u. 70 K-Pyrophosphat, bis zur Auflösung der kristallinen Bestandteile u. rührt schließlich noch 50 Celluloseglykolat ein. Das Gemisch verdickt sich beim Abkühlen u. nimmt nach einigen Tagen das Aussehen von Schmierseife an. (F. P. 902 525 vom 9/3. 1944, ausg. 3/9. 1945. D. Prior. 28/8. 1943.) 819.7921

Marie Emile Alfred Baule, Frankreich, *Aufarbeitung von harzhaltigen Pflanzen*. Das Verf. des Hauptpatents, wonach aus harzhaltigen Pflanzenteilen, wie Fichtennadeln u. Cypressenspitzen, durch eine 2std. Behandlung mit einer 10%ig. Lsg. von NH₃, KOH oder NaOH Resinate gewonnen werden, wird dahingehend abgeändert, daß entweder die Pflanzenteile vor der chem. Behandlung weitgehend zerkleinert werden, u. daß dann die Einw. der 10%ig. Alkalilsg. bei 40° erfolgt, oder daß man unzerkleinertes Rohmaterial benutzt u. die Alkalien bei 100°, oder auch im Autoklaven bei Temp. bis zu 250° in einer Konz. von 30—40% einwirken läßt. Die erhaltene Resinatlsg. wird filtriert, eingedampft u. der Rückstand gemäß den Angaben des Hauptpatents zu *Reinigungs- u. Poliermitteln* verarbeitet. (F. P. 53 437 vom 19/1. 1944, ausg. 10/1. 1946. Zusatz zu F. P. 883 168.) 805.7921

Jules Rakotonrabé, Madagaskar, *Herstellung von Kerzen*. Als Ausgangsprod. wird Talg benutzt, der mit einer flüchtigen organ. Base im Autoklaven verseift wird. Die Base, die *Ranomena*, das heißt rote Fl., genannt wird, wird nach einem einheim. Verf. bei der trocknen Dest. von Knochen gewonnen. Aus dem bei der Verseifung entstandenen Fettsäuregemisch wird in einer durch W. von 50° erwärmten Presse die Ölsäure entfernt. Vorher können noch durch Kaltpressung die übrigen fl. Fettsäuren abgeschieden werden. Das restliche Gemisch kann dann in der üblichen Weise in Blechformen zu Kerzen gegossen werden. (F. P. 908 546 vom 16/6. 1944, ausg. 11/4. 1946.) 805.7925

M. Paul Kümmel, Deutschland, *Verbesserung der Widerstandsfähigkeit von Paraffinkerzen gegen Weichwerden und Tropfen*. Um harte Paraffinkerzen zu erhalten, die beim Brennen nicht weich u. biegsam werden, nicht tropfen u. in ihrem Aussehen nicht glasig, sondern wie Stearinkerzen wirken, versetzt man die Paraffinmasse in einer Menge von 5% u. darüber mit FISCHER-TROPSCH-Paraffinen, die über 100° schm. u. nach Möglichkeit reich an Isoparaffinen sind. — Verschmilzt man z. B. 95 (Gewichtsteile) Paraffin, F. 50 bis 52°, mit 5 Kontaktparaffin, F. ca. 112°, oder verschmilzt man 20 Kontaktparaffin, F. 122°, 75 Paraffin, 3 Octadecanol u. 2 gereinigte Ligninsäure, so erhält man aus der Schmelzmasse Kerzen von schöner weißer Farbe, die in der Wärme nicht weich werden u. die brennen, ohne übermäßig zu tropfen. (F. P. 893 371 vom 8/4. 1943, ausg. 7/6. 1944. D. Prior. 24/1. 1942.) 813.7925

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

Linoleum usw.

V. E. Yarsley, *Fasern und plastische Massen*. III. Mitt. *Plastische Fasermassen*. (II. vgl. C. 1943. II. 960). Behandelt wird die Acetylierung von Cellulose, bes. von Baumwolle, und auf die immunisierte oder passive Baumwolle hingewiesen, ein Produkt, das durch partielle Acetylierung von Baumwollfasern oder -geweben hergestellt wird. Die Arbeitsweise des Verf. wird geschildert, u. die veränderten technolog., physikal. u. färber. Eigg. der behandelten Faser werden besprochen. Weitere Eigg., bes. hinsichtlich des elektr. Isoliervermögens des Materials, werden angeführt. (*Fibres Fabrics* J. 9. 143—145. März 1943.) 138.7970

V. E. Yarsley, *Fasern und plastische Massen*. IV. Mitt. (III. vgl. vorst. Ref.). Überblick über die Anwendungsmöglichkeiten von plast. MM. in der Textilindustrie. Angeführt werden bes. Cellulosederivv., Vinylchlorid u. Vinylidenchlorid. Auch die Verwendung von Celluloseacetat als Binde- oder Versteifungsmittel findet Erwähnung. (*Fibr. J.* 10. 228—29. Juni 1943.) 138.7970

V. E. Yarsley, *Fasern und plastische Massen*. V. Mitt. *Die Anwendung von plastischen Massen bei der Herstellung von knitterfesten Geweben*. (IV. vgl. vorst. Ref.) Der Knitterwiderstand einer bestimmten Faserart wird durch die Spinnbedingungen, die Nachbehandlung mit Öl oder hyroskop. Verb. u. durch die Faserstruktur (Micellarorientierung) beeinflusst. Zur Verbesserung der Knitterbeständigkeit hat sich eine Behandlung der Textilien mit Harzen auf CH₂O—Harnstoffbasis als zweckmäßig erwiesen. Die Vorteile einer derartigen Ausrüstung werden angeführt. Auch das Einverleiben von Metallverb., wie Metallsalze der Kieselsäure, Borkieselsäure, Bor- oder Phosphorsäure, in die Cellulosestruktur wird empfohlen. Gewebe lassen sich auch mit heißer Benzoe- oder Phthalsäurelsg. imprägnieren, trocknen, dann mit verd. neutraler Harnstoff-Formaldehydlsg. behandeln, bei Raumtemp. altern, wiederum trocknen u. schließlich bei der erforderlichen Temp. härten. Mercerisierte Stoffe können mit was. Thioharnstoffacetaldehydlsg. imprägniert u. bei einer Temp. bis zu 110° getrocknet werden. Weitere Ausführungs- u. Anwendungsmöglichkeiten künstlicher Harze für das Knitterfestmachen werden beschrieben. (*Fibr. J.* 10. 313—14. Sept. 1943.) 138.7970

Kl.-Chr. Menzel, *Der Einfluß des Schäbengehalts im Hanfgrünwerg auf Gewichtsverlust und Aufschlußgrad*. (Vgl. C. 1943. II. 2274.) Es wurde gefunden, daß im großen u. ganzen der Gewichtsverlust beim Aufschluß von Fasern mit Schäbenbeimischung größer ist als der Gewichtsverlust bei der reinen Grünwergfaser. Mit steigendem Schäbengeh. im Grünwerg nimmt die Anzahl der Verklebungen zu. (*Allg. Text.-Z. Text.-Ring* 2. Nr. 1. 7—8. 13/1. 1945. Bastfaser G. m. b. H., Labor.) 104.7976

—, *Wasserstoffionenkontrolle in der Seidenindustrie*. Die p_H-Kontrolle beim nassen Behandeln von Seide ist — bes. im Hinblick auf den amphoteren Charakter dieser tier. Fasern, wobei ihr saurer oder bas. Charakter gemäß der Acidität oder Basizität der Lsgg., in die sie eingetaucht werden, vorherrscht — von großer Wichtigkeit. Seide besitzt bestimmte neutrale oder isoelekt. Punkte, bei welchen p_H-Werten ihre Löslichkeit u. chem. Reaktionsfähigkeit auf ein Mindestmaß herabgesetzt werden. Die Zerstörung der Seidenfasern schreitet fort, je weiter sich der p_H-Wert der Bäder, in denen die Fasern behandelt werden, vom isoelekt. Punkt entfernt. Prakt. kann der neutrale Bereich als zwischen den p_H-Werten 4,0 u. 5,0 liegend angesehen werden. Um einer derartigen Faserzerstörung vorzubeugen, ist bei den verschied. Behandlungsverf., wie Einweichen, Entbasten, Bleichen, Erschweren oder saurem Färben, das Einhalten eines bestimmten p_H-Wertes des Behandlungsbades — gegebenenfalls unter Verwendung von geeigneten Puffersubstanzen — unbedingt erforderlich. Das Messen des p_H-Wertes geschieht jeweils zweckmäßig auf colorimetr. Wege. (*Silk and Rayon* 17. 194. März 1943.) 138.8000

Arthur Sedoff, C. V. Holmberg und Edwin C. Jahn, *Das Zurückhalten von Wasser durch in Schlagkreuzmühlen behandelte und gelförmige Stoffe*. Es wurde die Wrkg. untersucht, die die Behandlung des Stoffes in einer Schlagkreuzmühle auf die Eigg. W. zurückzuhalten, ausübt. Die Unterss. wurden an Hand kleiner Stoffkuchen, die hohen Drucken unterworfen wurden, sowie durch Entwässern von Stoffblättern auf einer Standard-Papiermaschine durchgeführt. Mit der Schlagkreuzmühle behandelter Stoff, kurz geschlagener Stoff bezeichnet, zeigt bzgl. des Bindungsvermögens von W. verschied. Drucken gegenüber ein unterschiedliches Verhalten. Es wurde gefunden, daß mit steigendem Druck bis zu 3000 lbs./sg. u. der Wassergeh. abnimmt. Höhere Drucke lassen nur geringe Unterschiede erkennen. Auch die Preßzeit ist von Einfl., allerdings nur dann, wenn diese unterhalb von 4 Stdn. liegt, u. zwar in dem Sinne, daß, je kürzer d. Preßzeit,

um so geringer d. Wasserabnahme, wobei darauf hinzuweisen ist, daß verschied. lang geschlagener Stoff sich auch hierbei unterschiedlich verhält. Es wurde auch ungeschlagener Stoff untersucht, u. zwar mit Drucken, bis prakt. kein W. mehr abfloß. Das Gleichgewicht des Feuchtigkeitsgeh. wurde bei einem Druck von 3000 lbs./sq. in. ermittelt. Drucke unterhalb 3000 lbs. führen zu Faserdeformierungen u. zum Abfluß freien Wassers, höhere Drucke zu Verlust an Capillarwasser. Sehr gut läßt sich der Unterschied bzgl. der Eig., W. zurückzuhalten, zwischen stark geschlagenem u. gelförmigem Stoff in der Weise bestimmen, daß man die Menge des zurückgehaltenen W. nach dem Pressen der Probe während 10 Min. bei einem Druck von 4000 lbs. ermittelt. Gut kann auch der Schlaggrad eines Stoffes dadurch festgestellt werden, daß man den Stoff auf eine Standard-Papiermaschine bringt u. dann den Wassergeh. bestimmt. (Paper Trade J. 109. 42—49. 28/12. 1939.) 104.8030

J. R. Whinfield, *Molekularstruktur und Faserbildung bei plastischen Massen*. Behandelt werden die Molekülkettentheorie u. ihre Anwendung auf natürliche u. künstliche Faserstoffe sowie die Bldg. von Linearpolymeren durch Polykondensation. Ferner finden sich Hinweise bzgl. der Molekularsymmetrie, Krystallisation u. Faserstruktur. (J. Soc. Dyers Colourists 59. 279—81. Dez. 1943.) 104.8048

—, *Temperatur*. III. Mitt. *Ihre Wirkung, Messung und Kontrolle bei der Kunstseidenherstellung*. Es wird über Messungen des osmot. Druckes berichtet, die PFEFFER unter Verwendung verschied. Konz. von Rohrzucker durchführte, der fand, daß der osmot. Druck proportional der Konz. ist. Die Verss. wurden später von MORSE unter Verwendung von Mannit in W. wiederholt, u. es wurde gefunden, daß der osmot. Druck einer gegebenen Lsg. proportional der absol. Temp. ist. Die diesbezüglichen Versuchsergebnisse sind in Tabellen zusammengestellt. Es wird ferner eine Reihe von Versuchsergebnissen unter Verwendung von abnormalen Substanzen wiedergegeben, aus denen sich folgendes ergibt: der osmot. Druck, der durch irgendwelche Substanzen in Lsg. ausgeübt wird, ist derselbe, der sich ergeben würde, wenn die Substanzen als Gase von gleichem Vol. anwesend sein würden, vorausgesetzt, daß das von dem Gelösten eingenommene Vol. im Vgl. zum Lösungsmittelvol. vernachlässigt werden kann; ferner enthalten gleiche Voll. aller Lsgg. bei derselben Temp., die denselben osmot. Druck haben, die gleiche Anzahl von Moll., d. h. äquimol. Gewichte von in demselben Lösungsmittelvol. gelösten Substanzen ergeben denselben osmot. Druck; äquimol. Mengen von verschied. im gleichen Lösungsm. gelösten Substanzen zeigen denselben osmot. Druck, Dampfdruck usw.; daher hängen alle Eig. von verd. Lsgg. nur von der Molekülzahl des vorhandenen Gelösten u. nicht von ihrer Natur ab. (Silk and Rayon 17. 574. 586. Sept. 1943.) 138.8048

—, *Temperatur*. IV. Mitt. *Ihre Wirkung, Messung und Kontrolle bei der Herstellung von Kunstseide*. (III. vgl. vorst. Ref.) An Hand einer Reihe von Patenten über die Herst. von Celluloseestern wird über die Wrkg., Messung u. Kontrolle der Temp. gesprochen. Silk and Rayon 17. 918. 920. Dez. 1943.) 138.8048

N. H. Chamberlain, **A. Johnson** und **J. B. Speakman**, *Einige Eigenschaften von Alginatfäden*. Es werden die physikal. Eig. ausgeprägter Typen von Alginatkunstseide untersucht, um ihre Verwendbarkeit als Textilmaterial festzustellen. Die Unters. erstreckt sich auf die Hygroskopizität, das spezif. Gewicht, die Elastizität, die Alkalibeständigkeit u. die Haltbarkeit von Alginsäure u. alginsaurem Ca beim Lagern. — Alle Alginate sind stark hygroskop., weit hygroskopischer als andere Textilfasern. Bei Ca- u. Ba-Alginaten erhöht sich die Wasseradsorptionsfähigkeit bei einem relativen Luftfeuchtigkeitsgeh. von 65% bei 22,2° nach einem leichten Anfangsabfall mit dem Ansteigen des Metallgeh. u. ebenso die absol. Stärke der Fäden. Die größte Dehnbarkeit ist bei Ca- u. Ba-Alginat-Fäden vorhanden, wenn diese 0,10 g-Atome Ca bzw. 0,06 g-Atome Ba auf 100 g Alginsäure enthalten. Beschränkung auf diese Metallwerte in den Fäden hat den weiteren Vorteil der Verhinderung der übermäßigen Wasseradsorption. Durch ihren hohen Metallgeh. haben die Alginatfäden hohe spezif. Gewichte, mit Ausnahme der Alginsäure selbst viel höhere spezif. Gewichte als andere Textilfasern. Höchstwerte (D_{425}) für ein trocknes Ca-Be-Alginat u. ein Ca-Cr-Alginat sind z. B. 1,735 u. 1,780. Der Nachteil der hohen spezif. Gewichte wird ausgeglichen durch die vollständige Unbrennbarkeit der Alginatfäden. Diese Eig. in Verb. mit dem hohen spezif. Gewicht macht die Alginate bes. für die Herst. von Vorhängen u. Möbelstoffen geeignet. — Alginsäure- u. Ca-Alginat-Fäden sind für den n. Textilgebrauch ungeeignet, da sie von einer 0,2%ig. Seifen- u. Sodalsg. leicht aufgelöst werden; Cr- u. Be-Alginate dagegen werden durch 30 Min. langes Behandeln mit der obigen Seifen- u. Sodalsg. bei 25 oder 40° nur leicht geschwächt. Die Unterss. zeigten jedoch, daß die Dehnbarkeit der Cr- u. Be-Alginat-Fäden viel zu niedrig ist, um ihre erfolgreiche Verwendung zum Weben oder Wirken zu gestatten. Da jedoch

Ca-Alginat-Fäden genügend elast. Eigg. für diese Zwecke zeigen u., wie aus weiteren Verss. hervorgeht, sich bei gewöhnlicher Feuchtigkeit lange Zeit ohne Zers. lagern lassen, kann Cal-Alginat als Ausgangsmaterial für viele Zwecke dienen, z. B. zur Herst. von gewebten u. gewirkten Stoffen, die durch Behandlung mit Cr- oder Be-Acetat alkalifest gemacht werden können oder für besondere Zwecke, bei denen die Alkalilöslichkeit von prakt. Vorteil sein kann. (J. Soc. Dyers Colourists 61. 13—20. Jan. 1945. Leeds, Univ.)

140.8048

M. A. Sieminski, *Berechnung der Kraft-Dehnungseinheit. Gramm pro Denier und Pfund pro Quadrat Zoll*. Es wird ein kurzer Überblick über die bei der Technologie der Faserprüfung verwendeten gebräuchlichen Begriffe u. Maßeinheiten gegeben, ferner werden einige Berechnungsformeln, bes. die Umrechnung von lbs./sq. in. in g/den. betreffend, entwickelt. Eine graph. Darst. gestattet für die verschiedensten Textilfasern eine schnelle Umrechnung aus dem lb./sq. in.-Syst. in das g/den.-System. (Silk J. Rayon Wld. 20. Nr. 237. 40—43. Febr. 1944.)

104.8080

F. Hoffmann, *Amerikanische Norm für die Prüfung der Eigenschaften der Baumwollfasern*. I. u. II. Mitt. Allg. Ausführungen über die Prüfungsbedingungen sowie über die Vorbehandlung des zu untersuchenden Materials. Die Prüfung erstreckt sich auf die Ermittlung des Feinheitsgrades der Faser sowie dessen Berechnung, auf die Unreifezählung, Auszählung u. Klassifizierung sowie auf die Best. der Festigkeit (3 Umrechnungstabellen, 3 Abb.) (Textil-Praxis 1. 43—45. 1/9.; 68—72. 1/10. 1946.)

104.8082

Günther Satlow, *Textilrohstoffe, Spinnerei und Weberei, Prüfung der Textilien. Glasfädenuntersuchungen*. VI. Mitt. *Die quantitative Analyse von Gespinnsten aus Asbest, Glasfasern und organischen Faserstoffen*. Gegenstand ist die quantitative Analyse von Asbest-Glasfaser-Mischgespinnsten auf gravimetr. Weg durch Ermittlung der Glühverluste. Eine Berechnungsgrundlage wird gegeben. (Allg. Text.-Z. Text.-Ring 2. Nr. 1. 1—3. 13/1. 1945. Deutsche Glastechn. Ges.)

104.8090

* **Th. Goldschmidt A.-G.**, *Textilöle*. Man behandelt Olefine katalyt. mit Wassergas u. oxydiert die entstandenen Prodd. an der Luft derart, daß Fettsäuren mit mehr als 6 C-Atomen erhalten werden. (Belg. P. 449 526, ausg. April 1943.)

812.7959

* **Th. Goldschmidt A.-G.**, *Weichmachungsmittel zum Behandeln von Textilstoffen*. Man verwendet Verbb. von der allg. Formel $R'-(OR'')_n-NH_2$, in welcher R' ein Alkylradikal mit gerader oder verzweigter Kette, das mindestens 8 C-Atome enthält, R'' ein Äthylen- oder Propylenradikal u. n mindestens 1 bedeutet, in wss. Lsg., die wenig Essigsäure enthält. (Belg. P. 448 068, ausg. Febr. 1943.)

812.7959

Röhm & Haas G. m. b. H., Deutschland, *Herstellung von Dispergier-, Emulgier-, Appretier-, Schmelz-, Leimungs-, Binde- und Verdickungsmitteln*. Diese Mittel sind Salze polymerer Carbonsäuren mit Erdalkalimetallen. Sie werden erhalten, indem man die monomeren Säuren ganz oder teilweise mit den Erdalkaliverbb. zur Rk. bringt, z. B. eine Lsg. von Acrylsäure mittels Magnesiumhydroxyd bis zu 95% neutralisiert, dann in Ggw. von Polymerisationsbeschleunigern polymerisiert. Bisweilen erfolgt die Salzbdg. auch erst nach der Polymerisation. Bes. zu erwähnen sind die Polymeren der Acryl- u. Methacrylsäure, Mischpolymerisate aus beiden mit Acryl- u. Methacrylverbb., wie Ester, Nitrile u. Amide, u. mit Vinylestern u. Styrol. Zum Appretieren eines Kunstseidengewebes verwendet man z. B. die Lsg. aus 10 (Teilen) eines an sich in W. unlösl. Mischpolymerisates [hergestellt aus 30 Acrylsäure u. 70 Äthylacrylat unter Zugabe von 3,1 Ca(OH)₂] auf 1000 Wasser. Als Schmierölzusatz dient z. B. folgendes Prod.: 10 eines Mischpolymerisatenpulvers aus 50 Acrylsäure u. 50 Methyl- oder Äthylacrylat werden in W. aufgequollen, mit 2,5 Ca(OH)₂ versetzt u. nach Lsg. in W. auf 100 aufgefüllt. — Viscosekunstseidenstränge werden in einem Bad, das 50 der bereiteten viscosen Lsg. u. 40 Kartoffelstärke enthält, behandelt. Es wird ein gut geschlossener, glatter Faden erhalten. (F. P. 899 410 vom 4/11. 1943, ausg. 30/5. 1945. D. Prior. 7/9. 1942.)

819.7961

Akt.-Ges. Cilander, Schweiz, *Erzeugung von Transparenteffekten auf Geweben aus Zellwollfäden, aus solchen und Baumwollfäden oder aus Zellwolle-Baumwolle-Mischfäden*. Die Gewebe werden, vorzugsweise entschlichtet u. gebleicht, gegebenenfalls nach oder vor einer Behandlung mit einem Quellungsmittel alkal. u./oder saurer Natur, mit oder ohne Spannung einem Alkali ausgesetzt, welches zumindest die Konz. eines Mercerisierbades besitzt, wobei Temp. von mindestens 25° angewendet werden u. die Dauer der Einw. mindestens 5 Sek. beträgt. Der Vorgang kann nach folgendem Schema vollzogen werden: 1. Alkal. Vorbehandlung (Quellung) + alkal. Heißbehandlung. 2. Saure Vorbehandlung (Quellung) + alkal. Heißbehandlung. 3. Alkal. Vorbehandlung (Quellung) + saure Vorbehandlung (Quellung) + alkal. Heißbehandlung. 4. Alkal. Heißbehandlung +

alkal. Behandlung. 5. Alkal. Heißbehandlung + saure Behandlung. 6. Alkal. Heißbehandlung + saure Behandlung + alkal. Kaltbehandlung. 7. Alkal. Heißbehandlung + alkal. Behandlung. 8. Alkal. Heißbehandlung + alkal. Heißbehandlung (unter gleichen oder verschied. Umständen). Unter saurer Vorbehandlung bzw. Behandlung ist eine Behandlung mit H_2SO_4 von 40—52° Bé bei Temp. zwischen —5 u. 20° während mindestens 5 Sek.; unter alkal. Vorbehandlung bzw. Behandlung ist die gewöhnliche Mercerisierung mit Lauge von mindestens 13° Bé bei Temp. zwischen —5 u. 25° während mindestens 5 Sek. u. unter alkal. Heißbehandlung die Behandlung gemäß der Erfindung zu verstehen. Das Verf. ist anwendbar zur Erzeugung von Mustern u. Farbeffekten u. dient unter Mitverwendung von Quellschutzmitteln zur Herst. von Zeichnungen u. Bildern auf Geweben. — Man behandelt ein Gewebe aus Zellwolle in trockenem Zustande 8 Sek. bei 15° mit H_2SO_4 von 45° Bé bei 15°, wäscht, neutralisiert u. behandelt 8 Sek. bei 50° mit Natronlauge von 30° Bé. Hierauf kühlt man ab u. neutralisiert. Man erhält einen schönen Transparenzeffekt. (F. P. 903 596 vom 22/4. 1944, ausg. 9/10. 1945. Schwz. Prior. 22/4. 1943.) 819.7961

* **Phrix-Arbeitsgemeinschaft**, *Herstellung eines glänzendmachenden Mittels (für Textilstoffe) aus Tallöl*. Die zur Anwendung gelangende Fettsäure enthält 1—80% Harzsäuren. (Belg. P. 448 956, ausg. Febr. 1943.) 812.7961

Heberlein & Co. Akt.-Ges., Schweiz, *Behandlung von Textilgut aus Cellulose mit Formaldehyd*. Man behandelt Textilgut, bes. Webwaren, aus natürlichen oder künstlichen Cellulosefäden mit Lsgg. mit weniger als 10% CH_2O in Ggw. saurer wirkender Katalysatoren bei Temp. zwischen 70 u. 160° u. unter Zusatz von Appreturmitteln mit weichmachender Wrkg., pflanzlichen oder tier. Kolloiden oder ihren Umwandlungsprodd., die ihrerseits mit dem CH_2O Kondensationen einzugehen vermögen u. dabei schwer quellbare u. in W. unlösl. Prodd. liefern. Auf diese Weise wird die Reibfestigkeit der Ware merklich verbessert, aber auch das Wasseraufnahmevermögen vorteilhaft vermindert, gleichzeitig wird eine waschechte Appretur erzielt. Als saure Katalysatoren dienen organ. u. anorgan. Säuren aller Art, deren Dissoziationskonstante mindestens $3 \cdot 10^{-1}$ bis $3 \cdot 10^{-4}$ beträgt. Zusätzliche Stoffe sind z. B. lösl. Stärke, Traganth, Gummi arabicum, Dextrin, Zucker u. Gelatine. — Gefärbte Zellwollgabardine wird mit einer Lsg. imprägniert, die im Liter 50 g Traganth, 150 ccm 40% ig. CH_2O u. 4 ccm konz. HCl enthält. Das Gewebe wird bei 60—70° unter schwacher Spannung getrocknet u. dann in ungespanntem Zustand 8 Min. auf 120° erhitzt, mit kaltem W. gewaschen, 10 Min. durch ein 40° warmes Bad gezogen, das 1% Fettalkoholsulfonat des Handels u. ½% Soda enthält, schließlich erneut mit kaltem W. gespült u. getrocknet; oder man behandelt ein gut entschlichtetes Kupferseidentaffetgewebe mit einer Lsg., die im Liter 100 g Gummi arabicum, 200 ccm 40% ig. CH_2O , 16 g $ZnCl_2$ u. 2 ccm konz. Essigsäure enthält, drückt gut aus, trocknet bei 65° unter geeigneter Längs- u. Querdehnung u. erhitzt 5 Min. auf 135°. Schließlich behandelt man noch mit verd. Essigsäure, wäscht, seift leicht u. trocknet erneut unter leichter Spannung. Das Gewebe geht beim Waschen nicht merklich ein. (F. P. 892 457 vom 19/10. 1942, ausg. 7/4. 1944. Schwz. Prior. 20/10. 1941.) 819.7965

Chemische Fabrik Pfersee G. m. b. H., Deutschland, *Behandlung von Textilfasern aus regenerierter Cellulose*. Um Kunstseide einen gefälligen krachenden Griff zu erteilen, behandelt man sie in einem einzigen Bade mit Polyglykoläthern höherer aliph. Alkohole (mit 12—18 C-Atomen), die im Mol 6—8 Glykoläthergruppen enthalten. (F. P. 901 194 vom 13/1. 1944, ausg. 19/7. 1945. D. Prior. 28/12. 1942.) 819.7961

Établissements Colmant & Cuvelier (Soc. Anonyme), *Verfahren zum Imprägnieren von Dickgeweben mit Gummi und Verfahrensprodukte*. Es wird ein Verf. zum Imprägnieren von Dickgeweben, bes. aus mehrfacher Leinwand, beschrieben, nach welchem man gemäß Hauptpatent Gewebe oder Vlieslagen oder geradlinige Längsfaserbündel, die mit Vliesen oder geradlinigen Quersfaserbündeln abwechseln, mit Gummi imprägniert. Man verwebt das Gut mit leicht entfernbaren Binfäden, die später gegebenenfalls nach dem Appretieren des Stoffes wieder entfernt werden, u. imprägniert es alsdann entweder durch Eintauchen in ein Gummibad oder durch Aufbringen des Gummis mittels Druck. Der Abstand zwischen den geradlinigen Fäden in den Vlieslagen oder Bündeln muß genügend weit sein, damit die durch den ganzen Stoff hindurchgehenden Hohlräume offen genug sind, um eine gleichmäßige Imprägnierung zu ermöglichen. Man verdrillt die Längsfäden zweckmäßig miteinander zu Schnüren von starkem Querschnitt. Einige oder auch alle Längs- oder/u. Quersfäden können blanke oder umspinnene Metallfäden sein. Die unteren Vliese bestehen zweckmäßig aus freien oder bzw. u. mit Kettfäden verwebten Schußfäden; auf diese Weise lassen sich die benachbarten Teile der Stoffoberfläche leichter verdichten. Die erfindungsgemäß hergestellten Erzeugnisse sind für die Herst. von Treib- oder Trans-

portriemen geeignet. Die Erfindung erläuternde Zeichnungen von Gewebeteilen sind beigefügt. (F. P. 53 322 vom 26/1. 1944, ausg. 16/10. 1945. Belg. Prior. 3/11. 1943. Zusatz zu F. P. 871 695.) 812.7965

Marie-Albert Bouzat, Frankreich, *Gewinnung von Textilfasern aus Ginster*. Der Ginster wird lufttrocken mit einer alkal. Lsg., z. B. 1%ig. Natronlauge (ca. 1½ Stdn. bei 115 bis 120°) oder 1,5—2%ig. Natronlauge (2—3 Stdn. bei 100°) behandelt. An Stelle von Natronlauge können Soda u. Kalk oder eine Na₂S-Lsg. Verwendung finden. Nach dieser Behandlung wird ausgiebig mit W. gewaschen, zweckmäßig beläßt man das Gut in zeitweise erneuertem Washwasser, um eine möglichst weitgehende Befreiung der Fasern von Fremdstoffen zu erwirken. Durch eine nun folgende leichte mechan. Behandlung wird die Entfernung der holzigen Bestandteile weitergetrieben u. hierauf nochmals mit W. gewaschen. Schließlich wird die Degummierung der Fasern durch alkal. u./oder saure Einw. beendet. Als alkal. Fl. verwendet man eine 0,5%ig. Natronlauge bei ca. 60° (½ Stde.) oder auch eine Na₂S-Lsg. oder ein Gemisch von Soda u. Kalk. Als saures Behandlungshad dient HCl von ½—1 Mol pro Liter, H₂SO₄ von ¼—½ Mol pro Liter, jeweils 5 Min. bei Raumtemp., HCl von ¼—½ Mol pro Liter oder H₂SO₄ von ¼—¼ Mol pro Liter, jeweils bei 50—60°. An Stelle von H₂SO₄ können Natriumbi- oder Aluminiumsulfatlgg. Verwendung finden. Eine Bleichung kann angeschlossen werden. (F. P. 892 545 vom 8/12. 1942, ausg. 11/4. 1944) 819.7977

Finishing Processes (Textiles) Ltd., England, *Behandlung von Wolle*. Um Verfilzung u. Schrumpfung der Wolle herabzusetzen, behandelt man sie in nicht oder leicht gequollenem Zustand bei 5—10° u. pH 4 mit Na- oder Ca-Hypochlorit-Lsgg., die außerdem noch Ameisensäure enthalten können. Weiterhin sind noch Zusätze von einem organ. Salz, z. B. das Na-Salz einer organ. Säure, sowie von Harnstoff, Thioharnstoff u./oder Milchsäure zweckmäßig. Auch Thiodiglykol kann die Behandlungsfl. enthalten. Der Wolle können hydrophobe Stoffe, z. B. ihr natürliches Fett, Öle, die während der Fabrikation nicht gebraucht werden, höhere Fettsäuren u. Rückstände der Seifenfabrikation einverleibt sein. (F. P. 915 782 vom 12/10. 1945, ausg. 18/11. 1946. E. Prior. 28/3. 1940 u. 21/2. 1941.) 819.7993

Imperial Chemical Industries Ltd., England, *Mottenschutzmittel*. Zur Abhaltung von Motten von Pelzwerk u. zur Verhinderung des Wachstums ihrer Larven werden die ungegerbten Felle mindestens 7 Stdn. lang mit einer Lsg. behandelt, die CH₂O u. zugleich Alkali-, Erdalkali-, NH₃-, Mg- oder Al-Salze von anorgan. oder organ. Säuren sowie freie Säuren enthält. Die Lsg. muß einen pH-Wert von weniger als 2,5, vorzugsweise von weniger als 0,5 besitzen. Die Pelze werden anschließend ausgewaschen u. getrocknet. Wenn sie noch gefärbt u. gegerbt werden sollen, ist ein vollständiges Auswaschen nicht nötig, es genügt, die Hauptmenge der Fl. durch Zentrifugieren zu entfernen, in vielen Fällen ist eine besondere Gerbung nicht mehr erforderlich, da das CH₂O schon genügend gegerbt hat. An Säuren kommen in Frage: HCl, H₂SO₄, H₃PO₄, Essig-, Milch-, Citronen- u. Oxalsäure. Die Salzkonz. soll mindestens 15%, die Säurekonz. mindestens 1,5 mol, die CH₂O-Konz. mindestens 0,5%, die Dauer der Einw. 16—48 Stdn. betragen. (F. P. 889 674 vom 21/3. 1942, ausg. 17/1. 1944. E. Prior. 21/3. 1941.) 805.7995

Imperial Chemical Industries Ltd., England, *Mottensichermachen von Wolle und Wollwaren*. Man taucht entfettete Wolle oder daraus gefertigte Ware in eine sauer gehaltene wss. Lsg. von Formaldehyd (I), deren pH 1,0 bei 20° nicht überschreitet, worauf man, ohne zu trocknen, unter Steigerung der Temp. wäscht, bis der I-Geruch verschwunden u. das behandelte Gut säurefrei ist; dabei je höher die Temp., desto kürzer die Dauer der Behandlung u. umgekehrt, im allg. $t = \text{Raumtemp.} - 50^\circ$, I-Konz. = ½—10%. Behandlungsdauer 2 Stdn. bis 2 Tage. Zur Ansäuerung des Bades dienen: H₂SO₄, HCl, HBr, Essig-, Milch-, Citronen-, Oxal-, Phosphor- u. Ameisensäure. Es können lösl. Salze mitverwendet werden, solche sind z. B. Na-, K-, Mg- oder NH₄-Chlorid, (NH₄)₂SO₄ u. Al₂(SO₄)₃. Durch eine Nachbehandlung mit Na-Cetylsulfat kann die mottensicher gemachte Ware im Griff weicher gemacht werden. Außer Wolle können auch andere Proteinfasern in der angegebenen Weise veredelt werden. Eine Färbung der Ware kann noch angeschlossen werden. (F. P. 910 836 vom 17/5. 1945, ausg. 19/6. 1946. E. Prior. 14/5. 1941 u. 15/6. 1942.) 819.7995

Roger Charpentier, Frankreich, *Holztrocknung*. Zur gleichmäßigen Trocknung des Brennmaterials für Holzgasmotoren wird die Luft vor dem Eintritt in die Trockentrommel etwas angefeuchtet, damit der Unterschied im Wassergeh. beim Eintritt u. beim Austritt aus dem App. nicht zu groß ist. Andernfalls erleidet es im Anfang durch die scharfgetrocknete Luft eine gewisse oberflächliche Härtung, die die durchgreifende Austrocknung verhindert. Das Verf. wird prakt. in einem besonderen App. ausgeführt, dessen Kenn-

zeichen darin besteht, daß das verdampfende W. in einem die eigentliche Trockentrommel umschließenden Mantel kondensiert wird u. durch dieselbe Öffnung abfließt, durch die die Trockenluft eintritt. Die Heizung der senkrecht stehenden Trommel erfolgt durch einen elektr. Widerstand, der sich am unteren Ende befindet u. durch ein kon. geformtes Sieblech überdacht ist, das sich bis ziemlich in halbe Höhe der Trommel erstreckt; darauf liegt das Holz. (F. P. 914 207 vom 30/3. 1945, ausg. 2/10. 1946.) 805.8011

* **Institute of Paper Chemistry**, *Schaumverhütung bei der Papierfabrikation*. Der Papiermasse wird eine kleine Menge einer wss. Emulsion eines trocknenden Öls zugesetzt, z. B. eine solche von 15 gal. *Leinöl*, 48 lbs *Mahoganyseife* u. 28 gal. *Kerosin* in 100 gal. Wasser. (Can. P. 432 672, ausg. 22/1. 1946.) 805.8031

* **International Bitumen Emulsions Ltd.**, übert. von: **John A. Montgomerie** und **Peter K. Archibald**, *Imprägniertes Papier*. Wasserfestes Papier u. ebensolcher Karton werden gewonnen, wenn man den Papierbrei mit einer wss. Emulsion von Steinkohlenteerpech mischt u. diese vor der Bldg. des Papierfilzes wieder ausfällt. Das verwendete Pech soll einen F. von über 50° besitzen u. wird mit Hilfe von verd. Alkalien u. Emulgatoren in W. emulgiert. (E. P. 577 469, ausg. 20/5. 1946.) 805.8037

Prix-Arbeitsgemeinschaft, Deutschland, *Herstellung von Strohcellulose*. Als Ausgangsstoff für die Herst. von Strohcellulose für die Kunstfaserindustrie dient ein gehäckseltes Stroh, dem der beim Häckseln abfallende Staub vor Weiterverarbeitung des Strohhäckselns zugefügt worden ist, um gleichzeitig in Cellulose umgewandelt werden zu können. Man setzt z. B. 30 kg Strohstaub zu 1000 kg lufttrockenem Strohhäcksel u. behandelt das Mischgut nach dem Sulfatverfahren. Bei wesentlicher Ausbeutesteigerung u. gleicher Faserlänge wird eine Cellulose erhalten, die hinsichtlich α -Cellulose-, Hemicellulose- u. Aschegeh. sowie Polymerisationsgrad nicht hinter Cellulose zurücksteht, die aus Strohhäcksel ohne Staubsatz erkocht worden ist. (F. P. 903 661 vom 25/4. 1944, ausg. 11/10. 1945. D. Prior. 22/12. 1941.) 819.8045

Sylvania Industrial Corp., übert. von: **Frank H. Reichel** und **Ralph T. K. Cornwall**, *Fredericksburg, Va., V. St. A., Alkalilösliche Celluloseäther*. Eine gleichmäßige Dispersion von Cellulose in einer Lsg. von starken anorgan. oder organ. Basen in Konz. von 5—10, jedoch nicht über 20%, wird bei Temp. unter 70° mit einem Alkylierungsmittel, z. B. Dimethyl- oder Diäthylsulfat, einem Alkylenoxyd, einer chlorierten Fettsäure oder Chlorhydrin, behandelt, bis der entstehende Celluloseäther mindestens 0,05 Äthergruppen auf 1 Cellulosemol. enthält. Als Ausgangsprod. können alle Cellulosearten, bes. Alkalicellulose, verwendet werden. Die Rk. muß unterbrochen werden, ehe das Reaktionsprod. wasserlös. wird. Die entstehenden Äther sind unlös. in W., aber lös. in 3%ig. Alkali u. können als Bindemittel für Farbpigmente, als Appretur- u. Klebstoffe verwendet werden. (A. P. 2 388 764 vom 27/5. 1942, ausg. 13/11. 1945. E. Prior. 20/10. 1938.) 805.8047

* **Spinnstoffwerk Glauchau A.-G. und Zellwolle- und Kunstseide-Ring G. m. b. H.**, *Wollähnlicher Cellulosehydratfaden*. Nach dem Entfernen der Spinnbadrückstände aus Viscose- oder Cuprammoniumfäden läßt man diese über Walzen laufen, wo sie mit einer wss. Lsg. besprüht werden, die in Verb. mit gasabgebenden Substanzen weniger als 1% Cellulose enthält. Der Überzug wird alsdann befestigt u. die Fäden werden gewaschen, einer weiteren Behandlung unterworfen u. getrocknet. Während des letzten Vorganges ziehen sich die Fäden gelegentlich zusammen (kräuseln). (Belg. P. 448 457, ausg. Jan. 1943.) 812.8049

Thüringische Zellwolle Akt.-Ges. und Zellwolle- und Kunstseide-Ring G. m. b. H., Deutschland, *Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Nachbehandlung von endlosen Kunstseidenbändern*. Man läßt das Kunstseidenband nach Verlassen der Spinnmaschine in ein Rohr eintreten, welches zunächst senkrecht angeordnet ist u. hierauf in beliebiger anderer, nicht vertikaler Richtung verläuft. Dieses Rohr läßt man das Band zusammen mit der Nachbehandlungsfl., welche das Fadenkabel allseitig gleichmäßig umgibt, durchlaufen, wobei die Geschwindigkeit des Flüssigkeitsstromes so gewählt wird, daß sie höher ist als diejenige, mit der Band gefördert wird. Der senkrecht angeordnete Teil des Rohres, auch Fallrohr genannt, hat eine Länge, die zwischen 1 u. 100 m liegt, z. B. 20 oder 30 m beträgt, sein Durchmesser kann z. B. 60 mm sein. Die mittels heißen W. vorgenommene Wäsche der bandartig vereinten Fäden u. ihre gleichzeitige Entgasung erfolgt dadurch, daß man das Spinnkabel ein längeres Fallrohr u. einen mit diesem in Verb. stehenden Behälter durchlaufen läßt, in welchem sich die bereits im Fallrohr abgeschiedenen Gase (CS₂ u. H₂S) sammeln u. aus dem sie einer Wiedergewinnungsanlage zugeführt werden können. — 2 Figuren. (F. P. 889 326 vom 21/12. 1942, ausg. 6/1. 1944. D. Prior. 22/12. 1941.) 819.8049

Comptoir des Textiles Artificiels S. A. R. L., Frankreich, *Schlichte für Kunstseide* ist ein durch Abbau stark ungesätt. Harzöl mit hoher Jodzahl, das auf Kunstseide in Kuchenform

oder in Strängen zur Einw. gelangt. Ein mit 0,1—1% Manganresinat durch einstd. Erhitzen auf 120—140° getrocknetes Rohharzöl wird bei 25—30° mit einer konz. Seifenslg. oder irgendwelchem anderen Netzmittel emulgiert u. diese Emulsion, im Verhältnis 1:10 verd., als Schlichtemittel verwendet. (F. P. 892 683 vom 27/2. 1943, ausg. 16/5. 1944.) 819.8049

XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

Henry Kreisinger, A. C. Foster, Ollison Craig und F. G. Ely, Einregelung von Staubfeuerungen. Bei Änderungen der Kohle für Staubfeuerungen müssen der Einfl. von Korngröße, Wassergeh., Mahlbarkeit (Härte) sowie Geh. an flüchtigen Bestandteilen, Aschegeh. u. Schmelzpunkt berücksichtigt werden. Variation der Temp. der in die Mühle eingeführten Luft gestattet ziemlich weitgehende Anpassung an verschied. Kohlsorten, desgleichen die Veränderung der Luftmenge; gegebenenfalls muß (bei an flüchtigen Bestandteilen armen Kohlen) vor dem Brenner ein Teil der zum Transport benutzten Luft aus dem Gemisch entfernt u. als Zweitluft wieder eingeführt werden. Wesentlich sind neben der Brennertypen auch die Strahlungsverhältnisse in der Nähe der Brennermündung, die durch Einbau bzw. Abdecken von Kühlrohren verändert werden können. Große Leistungsfähigkeit der Mahlanlage erhöht das Anpassungsvermögen der Feuerung. (Combustion [New York] 13. No. 5. 35—39. Nov. 1941.) 124.8128

J. G. King, Das Gas-Forschungskomitee. — Der Lösung harrende Probleme. Kurze Angaben über ungelöste Probleme. — Bei der Vergasung von Kohle spielt das Backvermögen eine große Rolle. Nachteilig bei den bisherigen Verf. zur vollständigen Kohlevergasung ist der niedrige Gaseiswert. Eine Ausnahme macht die LURGI-Druckvergasung mit O₂, bei der CH₄ synthetisiert wird. — Für die CH₄-Synth. aus CO u. H₂ hat sich ein bei ca. 350° arbeitender Ni—ThO₂-Kieselguckontakt bewährt. Die in USA. erprobte Aufbewahrung von CH₄ in fl. Zustand ist erfolgversprechend. — Das FISCHER-TROPSCH-Verf. wird in England nur in Versuchsanlagen von der FUEL RESEARCH STATION u. der SYNTHETIC OILS LTD. durchgeführt. Die weitgehende Entfernung der organ. S-Verbb. mit Fe₂O₃—Na₂CO₃ bei 200° ist teuer, die durch Ölwäsche u. Leiten über NiS- oder CoS-Kontakte nicht ganz ausreichend. (Chem. Trade J. chem. Engr. 113. 42—43. 9/7. 1943.) 124.8134

Georg Wagener, Kohle—Gas—Strom. An den Beispielen eines Schmelzofens, eines Glühofens, der Heizung, des Kochens u. der Bereitung von Badewasser wird der Energiemittelverbrauch bei Verwendung von Kohle, Gas u. Strom ermittelt u. auf den jeweiligen Rohstoffbedarf umgerechnet. Wenn der Gasverbrauch gleich 1 gesetzt wird, ergibt sich dann der entsprechende Kohlenverbrauch zu 1,8—1,9 u. der Kohlenaufwand für den entsprechenden Verbrauch an elektr. Strom zu 3,5—3,6. (Dtsch. Ver. Gas- u. Wasserfachmännern, Rundschreiben Nr. 3. 1—3. Nov. 1946. Langenberg, Gaswärme-Inst.) 252.8156

Ernest O. Thompson, Die Naturgasquellen in Texas und ihre Erhaltung. Geschichte der Gasquellen in Texas, ihre wirtschaftliche Bedeutung, die gesetzgeber. Maßnahmen zu ihrer Erhaltung, Verwendung in den Ölfeldern (Repressuring) u. mittels Gasleitungen in der Industrie. (Amer. Gas J. 152. 9—12. 62. Mai 1940.) 124.8186

B. C. Thiel, Neuerungen im Kompressorenbetrieb. Angaben über neue einfach wirkende Kolbenkompressoren zur Rückführung von trockenem Erdgas in das Öllager. Das Saugventil ist im Kolben angeordnet, der zur Anpassung an verschied. Leistungen verschiebbar montiert ist. Die antreibenden Gasmotorenzylinder sind senkrecht V-förmig, die Kompressorzylinder horizontal. (Oil Gas J. 38. Nr. 52. 55—56. 9/5. 1940.) 124.8186

G. G. Oberfell, Verflüssigtes Erdölgas 1940. Die Produktion an verflüssigtem Erdölgas stieg von 1939 zu 1940 um 32,5% auf 3000 Mio Gallonen; diese Menge macht aber nur 3% der verfügbaren u. weniger als 10% der für die Herst. von Bzn. verbrauchten aus. Der Hausverbrauch stieg um 46,3% auf 128 Mio Gallonen an; bes. ländliche u. Stadtrandgebiete sind Hauptverbraucher. — Industriell findet Flüssiggas zunehmend Verwendung zur Deckung des Spitzenbedarfs von Erdgaskonsumenten sowie für stationäre u. schwere mobile Kraftanlagen. Der Einsatz für Synthesen (Kautschuk) ist noch nicht bedeutend. Für die Verteilung sind 1200 fahrbare isolierte Druckbehälter vorhanden. (News Edit., Amer. chem. Soc. 19. 73—76. 25/1. 1941.) 124.8186

R. A. Carter, Entwässerung bei Hochdruckarbeiten mit Gasen, z. B. der Gasrückführung und Druckhaltung. Besprechung der Maßnahmen zur Verhinderung der Verstopfung von Rohrleitungen für Naturgase durch Gashydratbildung. Von begrenzter Anwendbarkeit ist die partielle Entspannung u. Ausscheiden des durch die Abkühlung ausfallenden Wassers. Gut ist Erhitzung durch die Kompressionswärme oder Fremdbeheizung. Ein-

spritzen von Alkohol ist nur wirksam bis ca. 2000 lbs./sq.in. da bei höheren Drucken A. selbst Hydrate bildet. NH₃ ist nur bei CO₂-freien Gasen brauchbar. Am besten ist teilweise Trocknung mit CaCl₂, Al₂O₃-Gel, 75%ig. Glykol oder dergleichen. (Oil Weekly 102. Nr. 7. 29. 30. 32. 21/7. 1941.) 124.8186

W. A. Reiter, *Die neuesten Ansichten über den Ursprung des Erdöls*. Von allen Ansichten über die Entstehung des Erdöls (Verwandtschaft mit Kohle, anorgan. Theorie) hat die biol., die bakterielle Umwandlung vorwiegend pflanzlicher Sedimente annimmt, z. Z. die größte Wahrscheinlichkeit für sich. Erdöl enthält N-Verbb., bes. Porphyrine, die für die Genesis aufschlußreich sind. Wahrscheinlich sind Sedimente unter streng anaeroben Bedingungen umgewandelt worden. Auffällig ist, daß jüngere Vorkk. schwerere Öle enthalten u. höhere Temp. aufweisen. Lager in Sandstein haben gewöhnlich hohe D. u. sind paraffin., in Kalkstein finden sich leichtere, asphaltbas. Öle. Sek. Umwandlungen unter therm. Veränderung sind möglich. Wichtig kann die Unters. von Organismenresten im Öl u. in Bohrproben werden. Der Harzgeh. läßt die Möglichkeit aus höheren Pflanzen (z. B. Burmaöl aus Dipterocarpus) offen. (Oil Weekly 99. Nr. 10. 24—26. 28. 30. 11/11. 1940.) 124.8188

W. W. Tschelinzew, *Neue Mineralöle des Wolga-Bassins (Das 2. Baku). Mineralöl aus Burgurusslan und seine oxydierende Spaltung in der Dampfphase*. Vf. bringt die Daten eines Mineralöles, das einer neuen Fundstelle bei Burgurusslan, die 1937 entdeckt u. seit 1939 ausgebeutet wird, entnommen wurde. Die Daten werden in einem Diagramm mit denen anderer russ. Mineralöle verglichen. Das Öl zeigt einen wesentlich höheren Geh. an Aromaten, auch an S-haltigen Verbb. ist es sehr reich (2,76%). Zur Entfernung des S wird eine oxydierende Spaltung mit Zinkchlorid oder Phosphorsäure vorgeschlagen. Die Versuchsergebnisse dieser Meth. u. die prozentuale Zus. der neuen Prodd. werden aufgeführt. (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N.S.] 30. 144—47. 20/1. 1941.) 363.8196

W. W. Tschelinzew, *Neue Mineralöle des Wolga-Bassins (Das 2. Baku). Mineralöl aus Nowo-Stepanowo und seine oxydierende Spaltung in der Dampfphase*. Es werden die Daten eines Mineralöles, das einer neuen Fundstätte in der Nähe des Kuibyschewdistrikts, die seit 1939 ausgebeutet wird, entnommen wurde, zusammengestellt. In einem Diagramm wird das Öl an Hand seiner Daten mit anderen russ. Mineralölen verglichen. Das Öl zeigt einen sehr hohen Geh. an S-Verbb. (3,00%), die eine Entschwefelung erfordern. Vf. stellt die Daten der Prodd. nach der oxydativen Spaltung in der Dampfphase u. Entschwefelung unter Verwendung von Zinkchlorid oder Phosphorsäure zusammen. (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N.S.] 30. 148—51. 20/1. 1941.) 363.8196

B. L. Moldawski und L. Ss. Besdel, *Die katalytische Entalkylierung der Seitenketten von aromatischen Kohlenwasserstoffen mittels Aluminiumsilicaten*. Im Zusammenhang mit der verbreiteten Anwendung von Al-Silicaten bei Crackprozessen untersuchten Vff. die katalyt. Spaltung von 14 Alkylbenzolen durch aktivierte, natürliche grusin. Bleicherde: Gumbrin. Bei den Verss. gelangten 10 ccm des Katalysators in einer 4 mm dicken Schicht zur Anwendung. Während 1 Stde. wurden bei 410° über 1 Vol. Katalysator 1,5 Voll. KW-stoff geleitet. Äthyl-, Propyl-, 1-Methyl-4-propyl- u. Butylbenzol geben bei der Spaltung weder Bzl. noch Toluol; sek.- u. Isobutylbenzol geben ca. 3% Bzl., 1-Chlor-4-isopropylbenzol ca. 6%, Isopropylbenzol 20%, tert.-Butylbenzol 67%; an Toluol geben 1-Methyl-3-, 1-Methyl-4- u. 1-Methyl-2-isopropylbenzol 45%, 56% bzw. 67%, 1-Methyl-3- u. 1-Methyl-4-tert.-butylbenzol 86% bzw. ca. 100%. Die Verss. lassen erkennen, daß die Leichtigkeit der Alkylabspaltung mit dem Anwachsen der Polarität der Bindung zwischen den Alkylgruppen u. dem Benzolkern ansteigt. Eine analoge Erscheinung wird bei Rkk. in Ggw. von AlCl₃ beobachtet. Nach Vff. bildet sich am Katalysator ein ionisierter Komplex H⁺-AlCl₄⁻, unter dessen Einfl. die Polarisierung der Bindung erfolgt, mit anschließender Bldg. eines Carboniumions u. von Benzol. Die weiteren Rkk. gehören in das Gebiet der Carboniumionreaktionen. Ähnliche Reaktionsverhältnisse werden von Vff. auch im Falle der Ggw. von Al-Silicaten angenommen. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 16 (78). 1633—42. 1946. Leningrad, Inst. für hohe Drucke.) 146.8196

M. E. Kelly, *Fortschritte der Erdöltechnik. Die Entwicklungsrichtung in der Raffinationsindustrie*. Im Brennpunkt des Interesses stehen Flugbenzin u. synthet. Kautschuk, Engpässe sind Mangel an Stahl u. Fachkräften. Bevorzugt werden die apparativ einfachen katalyt. Verff. bei n. u. mittlerem Druck. Grundsätzlich neu ist nur das Verf. mit „fl.“ Kontakt, bei dem so feines Pulver hoher Konz. benutzt wird, daß es wie eine Fl. behandelt werden kann; die Temperaturkonstanz u. Regelbarkeit bei diesen Verff. sind wegen der starken Turbulenz hervorragend. — Isoparaffine dienen als Flugbenzin, n. als Syntheserohmaterial. Die hochentwickelte Abtrennung der Aromaten wird sich vorteilhaft auf die Teerverarbeitung auswirken. — Für synthet. Kautschuk ist der in höherer Ausbeute

gewinnbare weiche Ruß vorteilhafter als der harte Kanalofenruß. — Besondere Bedeutung hat die sehr billige H₂-Gewinnung aus Erdgas gewonnen. — Die Meßtechnik hat enorme Fortschritte erzielt. — Allg. geht die Entw. der Raffinerien von der Brennstoffproduktion weg zur chem. Fabrik. (Fuel Sci. Pract. 22, 111—112. Sept./Okt. 1943.) 124.8198

E. J. Squire, *Hochdruckabsorption von Naturgasolin*. Kurze wirtschaftliche Angaben über die 1926 erbaute, bei 2 at arbeitende Absorberanlage der SHELL OIL CO. in Ventura, California. (Oil Gas J. 40. Nr. 21. 48. 2/10. 1941.) 124.8200

Roy W. Machen, *Das Absorptionsverfahren zur Gasbenzingerwinning*. Die Zahl der Gasbenzingerwinnungsanlagen hat in den USA. in den letzten 15 Jahren ständig abgenommen, die Gesamtkapazität dagegen zu. Etwa 80% arbeiten nach dem Absorptionsverf., vom Rest noch ein Teil nach dem Druckabsorptionsverf., wobei Drucke von 70 bis 100 at benutzt werden. — Kurze Besprechung des Prinzips, bes. der Typen der verwendeten Waschtürme, des Waschöls u. der Einfl. der Temp. u. des Druckes. (Petrol. Engr. 10. 47—48. Sept. 1939.) 124.8200

R. V. Paulley, *Grundlagen der Kraftstoffvergasung*. Zum Verständnis der Wirkungsweise der später besprochenen u. durch Abbildungen erläuterten verschied. Kraftstoffvergasertypen werden einleitend die physikal. Voraussetzungen u. Bedingungen der Verdampfung von Fl. einer ausführlichen Betrachtung unterzogen. Obwohl die Aufstellung von Destillationskurven nach ENGLER zum Vgl. der Verdampfungsseigg. verschied. Kraftstoffgemische nützlich ist, reichen diese nicht aus für eine gründlichere Behandlung der techn. Probleme der Vergaserarbeit. Bei den aus verschied. hoch sd. Bestandteilen bestehenden Gemischen ändert sich mit fortschreitender Verdampfung die Verdampfbarkeit des noch fl. Restes. Bessere Beurteilung möglich durch das von SLIGH entwickelte Verf. der Gleichgewichtsdestillation. Danach läßt man genau dosierte Luft u. Brennstoffmengen abwärts strömen u. mißt die unten aufgefangenen unverdampften Flüssigkeitsreste. Durch Wiederholung bei anderen Temp. erhält man die für das betreffende Mischungsverhältnis zutreffende Gleichgewichtsverdampfungskurve, durch Aufstellung weiterer Kurven für andere Luftanteile eine für den betreffenden Brennstoff geltende recht instruktive Kurvenschar. Die umständliche experimentelle Gewinnung derselben kann aber vermieden werden durch graph. Konstruktion auf Grund der in einer einzigen Operation erhaltenen ENGLER-Destillationskurve. Es werden Anweisungen für die rechner. Ableitung nach BRIDGEMAN gegeben. — Je größer die latente Verdampfungswärme eines Stoffes, desto größer die Temperatursenkung bei einer gegebenen prozentualen Verdampfung; ebenfalls rechner. abgeleitet. Besprechung zahlreicher Gesichtspunkte hinsichtlich Verteilung u. Anwärmung des Gemischs in der Ansaugleitung. Beschreibung des vom Auspuffrohr beheizten, thermostatgesteuerten Anwärmventils. Erörterung strömungstechn. Grundlagen des Vergasers unter Berücksichtigung der verschied. Motorbelastungen u. Drosselöffnungen. Beschreibung einiger charakterist. Vergasertypen. — 22 Abb. (J. Instn. Automobile Engr. 9. 517—52. Aug./Sept. 1940.)

190.8204

Jean Charles Pradal, Frankreich, *Trennung von festen Körpern und Flüssigkeiten*. Zur Abscheidung von Fl. aus Naturprodd., wobei große Materialmengen zu bearbeiten sind, wird ein Auspreßverf. angewandt, bei dem das wasserhaltige Ausgangsprod. in einen offenen Preßkanal wie bei Brikettpressen geleitet u. durch einen Stempel stoßweise vorwärtsgetrieben wird. Die hierbei ausgepreßte Fl. wird durch den porös gebauten Boden des Kanals abgeführt. Die Geschwindigkeit der Fortbewegung u. die Länge des Kanals werden dabei so bemessen, daß außerdem eine merkbare Lufttrocknung stattfindet. Das Verf. ist bes. zur Entwässerung von Torf geeignet. (F. P. 897 995 vom 10/9. 1943, ausg. 6/4. 1945.) 805.8123

* **I. P. E. Barzilay**, *Herstellung von Brennstoffbriketts* aus einem Brennstoff mit wenig flüchtigen Bestandteilen im Gemisch mit einem nichtbituminösen Bindemittel, z. B. Wasserglas, durch Verpressen. (Holl. P. 52 025, ausg. 16/2. 1942.) 808.8137

* **Oswald Heller**, England, *Gewinnung der Nebenprodukte bei der Herstellung von Holzkohle*. Die bei der Dest. entweichenden Dämpfe von Teer u. Holzessig werden durch Waschen mit kaltem Holzessig niedergeschlagen u. kondensiert. Das gekühlte Material läßt man absitzen, u. die abgetrennte heiße Säure wird in einem Luftstrom zerstäubt, um diesen zu erwärmen u. mit Essigsäuredämpfen u. Wasserdampf zu sättigen. Der nicht verdampfte, aber gekühlte Teil der versprühten Säure wird zurückgeleitet, u. der Essigsäuredampf wird aus der Luft mit Alkali abgetrennt unter Bldg. von Alkylacetat. — Zeichnung. (E. P. 563 906, ausg. 5/9. 1944.) 808.8141

Courtney W. Kimler sen. und **Harry Hall**, Ames, Iowa, übert. von: **Earl W. Rice** und **Walter J. Buchele**, St. Paul, Minn., V. St. A., *Koksherstellung*. Aus einer Mischung von

50—95 Gew.-% beim Cracken von Erdöl anfallendem Petroleum-Feinkoks mit 50 bis 55 Gew.-% pulverförmigem Kokereispech wird im Koksofen ein stückiger u. fester Hüttenkoks gewonnen mit 99,19% festem C, einem Aschegeh. von 0,37% u. einem Geh. an flüchtigen Bestandteilen von 0,44%. (A. P. 2 177 226 vom 23/5. 1938, ausg. 24/10. 1939.)

835.8145

Jean Savary, Schweiz, *Entfernung der harzbildenden Bestandteile aus Leuchtgas* bei gleichzeitiger Abtrennung von Bzl. unter Hindurchleiten durch einen Reiniger, welcher mit porösen u. oberflächenakt. Stoffen, die mit fl. KW-stoffen getränkt sind, gefüllt ist. Als Füllstoffe sind genannt Holzkohle, akt. Kohle, Silicagel oder dergleichen. — Zeichnung. (F. P. 898 162 vom 10/9. 1943, ausg. 12/4. 1945. Schwz. Prior. 10/10. 1942.)

808.8157

Rhodiaceta, Frankreich, *Filtergewebe für Motortreibgase*, bes. für Gasmotoren, bestehend ganz oder teilweise aus *Polyamidfasern*, gegebenenfalls im Gemisch mit anderen Faserstoffen, wie Baumwollfasern, Cellulosekunstfasern u. Fasern aus Cellulosederivaten. Genannt ist z. B. ein Gewebe aus *Polyhexamethylenadipinsäureamid*. (F. P. 912 486 vom 11/12. 1943, ausg. 9/8. 1946.)

808.8165

* James G. Fife, England, *Entschwefelung von Kohlenwasserstoffdestillaten*, welche aromat. KW-stoffe enthalten u. welche ein Siedintervall von weniger als 100° besitzen, durch fraktionierte Dest. unter Gewinnung von eng geschnittenen Fraktionen. Die zu reinigenden. bes. Thiophen als Schwefelverb. enthaltenden Fraktionen werden in Dampf- form mit einem hochsd. stabilen polaren Lösungsm., wie *Nitrobenzol* l., verrührt u. nach Abtrennung des Lösungsm. wird das KW-stoff-Prod. durch Behandlung mit konz. H₂SO₄ oder durch Überleiten über einen schwefelimmunen Hydrierungskatalysator bei 350—520° entschwefelt. (E. P. 563 930, ausg. 6/9. 1944.)

808.8173

Rütgerswerke Akt.-Ges., Deutschland, *Verbesserung der Eigenschaften von Steinkohlenteeren*, bes. im Hinblick auf ihren Erweichungspunkt, durch Zusatz einer geringen Menge von solchen bituminösen oder öligen Substanzen, welche auf die in den Teeren enthaltenen Goudronharze eine entflockende Wrkg. ausüben. Hierfür geeignete Zusatzmittel sind z. B. Bitumenasphalte, Teere aus Steinkohlenwachsen oder von Mineralölen. — *Teer* aus *Steinkohlengoudron* (Erweichungspunkt 42°) wird mit 5—10% *Asphaltbitumen* (Erweichungspunkt 43,5°) gemischt. Dabei entsteht ein homogenes Prod. mit einem erhöhten Erweichungspunkt bis 62°. — Es sind noch zahlreiche Beispiele angeben. (F. P. 897 816 vom 4/9. 1943, ausg. 3/4. 1945. D. Prior. 22/10. 1942.)

808.8177

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Verfahren zum Komprimieren von Acetylen*. Dieses wird in einer Fl., z. B. W. oder *Cyclohexanon*, bei gewöhnlichem Druck gelöst, dann unter Druck, z. B. von 8 at, gesetzt u. danach durch Erwärmen, z. B. auf 130—145°, ohne Druckminderung abgelassen. Diese Arbeitsweise arbeitet ohne Explosionsgefahr. (F. P. 895 556 vom 16/6. 1943, ausg. 29/1. 1945. D. Prior. 21/7. 1941.)

808.8183

N. V. Internationale Hydrogeneeringsoetroot'en Mij. (International Hydrogenation Patents Co.), V. St. A., übert. von: Edward Wheelock Steele Nicholson, *Hydrieren von organischen Verbindungen* in Ggw. eines fein verteilten Hydrierungskatalysators, welcher von unten nach oben von den Dämpfen der zu hydrierenden Substanz zusammen mit H₂ durchströmt wird. — Z. B. werden KW-stofföle unter Wärmeaustausch mit einer Kühlfl. bei 205—317° u. bei einem Druck von 7—28 at hydriert. Dabei läßt man den Katalysator zur Temperaturregelung ununterbrochen zwischen der Hydrierungs- u. Kühlzone zirkulieren. Die verdampfbare Fl. wird in indirekten Wärmeaustausch mit dem Katalysator gebracht. Die Temperaturregelung wird durch die zu verdampfende Flüssigkeitsmenge vorgenommen. — Zeichnung. (F. P. 914 130 vom 7/9. 1945, ausg. 30/9. 1946. A. Prior. 18/4. 1944.)

808.8185

Shell Development Co., San Francisco, übert. von: Albert G. Loomis und Harold T. Byck, Berkeley, und James F. Fidiham jr., San Francisco, Calif., V. St. A., *Behandlung von Ölquellen*. Zur Beseitigung der den Ölzufluß behindernden Ablagerungen von Feststoffen an den Bohrlochwandungen, der Verrohrung usw. wird nach Entfernung des Pumpgestänges eine Lsg. von 55—65% HCl in 45—35% Aceton unter Druck in das Bohrloch eingebracht, die nach 8—24 std. Einw. sowohl die dünne äußere, vorwiegend aus Carbonaten u. a. anorgan. Salzen bestehende Schicht, als auch die aus in einer organ. Grundmasse eingebetteten anorgan. Salzen bestehende dickere Innenschicht der Ablagerungen löst. (A. P. 2 177 345 vom 11/5. 1938, ausg. 24/10. 1939.)

835.8191

Standard Oil Development Co., übert. von: Charles W. Tyson, V. St. A., *Verfahren zur katalytischen Umwandlung von Kohlenwasserstoffen*, bes. zum Cracken. Das aus der Reaktionskammer entweichende Gemisch von gasförmigen, dampfförmigen, fl. u. festen Stoffen wird mit einem nahezu sauerstofffreien Strom von Verbrennungsgasen gemischt

u. die flüchtigen u. destillierbaren Stoffe werden von den festen Stoffen getrennt. Die festen Stoffe, welche prakt. keine flüchtigen brennbaren Anteile mehr enthalten, werden unter Zuführung eines sauerstoffhaltigen Gases abgebrannt, wobei die Menge an freiem Sauerstoff derart bemessen ist, daß das Verbrennungsgas nahezu frei von Sauerstoff ist. Nach dieser Vorbehandlung wandert der Katalysator in die Regenerierzone, wo er mit einem oxydierenden Gas in Berührung kommt, um die brennbaren u. kohligen Anteile zu verbrennen. Die Verbrennungsgase durchstreichen die Regenerierkolonne von unten nach oben, wobei gleichzeitig von unten her Luft zugeleitet wird. In dem Regenerator wird der kohlige Nd. verbrannt. Die verbrauchten u. abgebrannten Verbrennungsgase werden aus dem Regenerierofen in einen Cy lon geleitet, der am oberen Teil des Regenerators angeordnet ist, um die mitgerissenen Katalysatoranteile zurückzugewinnen. — Zeichnung. (F. P. 913 757 vom 28/8. 1945, ausg. 19/9. 1946. A. Prior. 10/6. 1944.) 808.8197

Standard Oil Development Co., übert. von: **Charles E. Jahngig**, V. St. A., *Katalytische Umwandlung von Kohlenwasserstoffen*, bes. *Cracken von Gasöl* zwecks Gewinnung von *Gasolin* unter Verwendung eines pulverförmigen Katalysators, welcher in dem KW-stoff-Öl suspendiert ist. Die Teilchengröße des Katalysators beträgt im wesentlichen mehr als 10 μ . Es haben im Durchschnitt 70% des Katalysators diese Größe. Die feineren Katalysatorbestandteile werden aus den umgesetzten KW-stoff-Gemischen mittels einer COTTRELL-Entstaubungsanlage entfernt. — Zeichnung. (F. P. 913 009 vom 31/7. 1945, ausg. 27/8. 1946. A. Prior. 5/2. 1941.) 808.8197

M. W. Kellogg Co., Jersey City, N. J., und **Process Management Co. Inc.**, Wilmington, Del., übert. von: **Robert F. Ruthruff**, Chicago, Ill., V. St. A., *Cracken von hochsiedenden Kohlenwasserstoffen* in Ggw. eines synthet. hergestellten Komplexgemisches von SiO_2 u. Al_2O_3 , welches ein Silicagel enthält u. mit Al_2O_3 aktiviert worden ist. — 200 (Volumenteile) einer handelsüblichen Wasserglaslg. (D. 1,3956), welche 8,85% Na_2O u. 28,5% SiO_2 enthält, wird mit 300 W. verd. u. danach mit 250 einer 6n H_2SO_4 verrührt. Dabei bildet sich ein Silicagel, welches abgetrennt u. gewaschen wird. Das gewaschene u. getrocknete Hydrogel (275 Gewichtsteile) wird mit einer Lsg., welche 55,5 (Teile) $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$ u. 5000 W. enthält, mehrere Std. auf dem Dampfbad erwärmt. Danach wird das aktivierte Hydrogel abfiltriert u. mehrfach mit W. gewaschen u. bei 220° F (104° C) getrocknet. — Rohes Gasöl (Kp. 482—748° F [250—398° C]) wird mit dem erhaltenen Katalysator bei 850° F (454° C) gecrackt. Dabei werden 56,7% in *Gasolin* umgewandelt. — Zeichnung. (A. P. 2 391 482 vom 21/11. 1939, ausg. 25/12. 1945.) 808.8197

Shell Development Co., V. St. A., *Verfahren und Vorrichtung zum Regenerieren von mit festen Kohleteilchen beladenen Kontaktstoffen* durch Abbrennen mit Luft oder anderen sauerstoffhaltigen Gasen in einer senkrechten Regenerierkammer mit indirektem Wärmeaustausch. Der Katalysator befindet sich in der Kammer in der n. Arbeitsschichthöhe. Es ist ein Austritt für die Verbrennungsgase oberhalb der M. vorgesehen. Als Fördergase für die abgekühlten Kontaktstoffe in die Regenerierzone dienen Verbrennungs- oder Rauchgase, welche nur einen geringen O_2 -Geh. besitzen, der aber kleiner ist als der O_2 -Geh. der Regeneriergase. — Das Verf. u. die Vorr. dient n. bes. zum Regenerieren von $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ -Crackkatalysatoren. — Zeichnung. (F. P. 914 492 vom 14/9. 1945, ausg. 9/10. 1946.) 808.8197

Standard Oil Development Co., übert. von: **Robert W. Krebs**, V. St. A., *Regenerieren des Katalysators beim katalytischen Cracken von Kohlenwasserstoffen*, bes. Wiedergewinnung des Katalysators aus den Regeneriergasen. — Der mit Kohlenstoff angereicherte Katalysator wird in üblicher Weise mit Luft oder anderen sauerstoffhaltigen Gasen abgebrannt, wobei eine Überhitzung der Katalysatoranteile während der Regenerierung vermieden wird. Der die Regenerierzone verlassende pulverförmige Katalysator wird von den begleitenden Gasen in einer Batterie von Cyclonen getrennt. Dabei wird zunächst ein großer Teil der Katalysatoranteile von den Gasen in einer ersten Trennungszone geschieden, u. anschließend wird das abziehende Gas abgekühlt u. in den unteren Teil einer zweiten Trennungszone eingeleitet. Gleichzeitig wird ein Strahl von fein verteilten KW-stoff-Ölen eingeblasen, welcher die festen Teilchen aus dem Gas herausnimmt. — Zeichnung. (F. P. 913 544 vom 28/8. 1945, ausg. 12/9. 1946. A. Prior. 7/12. 1940.) 808.8197

„Induschimie“ **Soc. de Constructions pour l'Industrie Chimique** (Erfinder: **Woldemar Ladinsky**), Belgien, *Raffinieren von Kohlenwasserstoffen*, bes. von Crack-KW-stoffen u. Destillationsprodd. von Braunkohle u. Torf, welche bes. harzbildende u. polymerisationsfähige Stoffe enthalten, durch Behandlung mit 0,2—2,0% N_2O_3 u. Abtrennung der gebildeten harzartigen Prodd. durch Extraktion mit A. u. Waschen der KW-stoffe mit NaOH . (F. P. 906 345 vom 9/6. 1942, ausg. 31/12. 1945. D. Prior. 13/6. 1941.) 808.8199

Woodall Duckham (1920) Ltd., und **William James Chadder**, England, *Trennung von Flüssigkeiten von verschiedenem Siedepunkt aus ihren Gemischen durch fraktionierte Destil-*

lation in einer diskontinuierlich arbeitenden Destillationsanlage mit Fraktionierkolonne. Das Verf. dient bes. zur Trennung von arom. KW-stoffen, bes. von Bzl., Toluol u. Xylol aus ihren Gemischen mit nichtaromat. u. nichtolefin. KW-stoffen. (F. P. 912 974 vom 30/7. 1945, ausg. 26/8. 1946. E. Priorr. 6/8. 1940 u. 23/4. 1941.) 808.8203

Phillips Petroleum Co., Del., übert. von: **George G. Oberfell** und **Jean P. Jones**, Bartlesville, Okla., V. St. A., *Umwandlung von natürlichen schwefelhaltigen gesättigten Kohlenwasserstoffgemischen*, welche Propan u. schwerere KW-stoffe enthalten, in schwefelfreie fl. Motortreibmittel. Zunächst werden die niedrigsd. Mercaptane mit Alkali herausgewaschen. Die höhersd. Mercaptane werden zu höhersd. Disulfiden oxydiert, u. danach wird fraktioniert destilliert. Dabei werden eine Propanfraktion, eine Isobutanfraktion, eine n-Butanfraktion, eine Isopentanfraktion, eine n-Pentanfraktion, eine Isohexanfraktion, eine n-Hexanfraktion, eine Heptanfraktion u. eine schwerere Fraktion abgetrennt. Die Heptan- u. schwerere Fraktion wird einer katalyt. Entschwefelung bei erhöhter Temp. unterworfen, wobei die organ. Schwefelverb. in H₂S übergeführt werden u. danach dieser entfernt wird. Das entschwefelte Prod. wird einer fraktionierten Dest. unterworfen u. dabei eine Isoheptanfraktion, eine n-Heptanfraktion, eine Isooctanfraktion u. eine n-Octanfraktion abgetrennt. Alle diese Fraktionen sind schwefelfrei. Die Propanfraktion wird zu Propylen dehydriert. Ein Teil der n-Butanfraktion wird zu Butylen dehydriert. Das Propylen u. Butylen wird zur katalyt. Alkylierung der Isobutanfraktion verwendet, wobei sich ein fl. KW-stoff-Gemisch bildet, welches als Motortreibmittel geeignet ist. Die n-KW-stoff-Fraktionen des n-Pentan, n-Hexan, n-Heptan u. n-Octan werden zur Isomerisierung in Ggw. eines Isomerisierungskatalysators verwandt, wobei sich fl., stark verzweigte Paraffin-KW-stoffe bilden. Schließlich werden die Alkylierungsprodd., die Isomerisierungsprodd., ferner die Isopentanfraktion, die Isohexanfraktion, die Isoheptanfraktion u. die Isooctanfraktion zu einem KW-stoff-Gemisch vereinigt, welches als *Motortreibmittel* mit starken Antiklopfeigg. verwendet wird. — Zeichnung. (A. P. 2 376 078 vom 5/10. 1942, ausg. 15/5. 1945.) 808.8205

* **Trinidad Leaseholds Ltd.** und **Emil Hene**, *Herstellung von hochsiedenden Mineralölfractionen* aus schweren Petroleumölen u. teerigen Rückständen durch rasches Erhitzen, wobei das Öl auf die Oberfläche von auf 470—550° erhitzten festen Stücken eines porösen Materials gespritzt wird, so daß nur ein dünner Film jeweils vorhanden ist. Die dabei entwickelten Dämpfe werden rasch abgezogen u. es wird ein Cracken dabei vermieden. Die erhaltenen Prodd. sind von der Art des Gasöls u. ähnlicher hochsd. Fraktionen. Es entsteht nur wenig Gasolin, Gas u. Koks. — Gegebenenfalls wird in Ggw. von Katalysatoren gearbeitet, bestehend aus Verb. des P, As, Sb, Bi, V oder Ta. (E. PP. 566 281 u. 566 282, ausg. 21/12. 1944.) 808.8213

* **Imperial Chemical Industries Ltd.**, **Wm. Baird** und **W. John Wilson**, England, *Stabilisierung von viscosen Mineralölen* durch Zusatz einer geringen Menge *N.N'-Diphenyl-p-phenylendiamin*. (E. P. 563 910, ausg. 5/9. 1944.) 808.8214

Standard Oil Development Co., V. St. A., *Herstellung von öllöslichen Mineralölsulfonaten*. Alkali- u. Erdalkalisalze von Mineralölsulfonsäuren vom Typus der „*Acajousäuren*“ werden durch direkte Neutralisation der Säuren mit den betreffenden Basen in Ggw. des überschüssigen Öls hergestellt, wobei man eine 1—30%ig. Lsg. des Sulfonats in Öl erhält. Zur Herst. einer 30—70%ig. Lsg. bringt man die erstgenannte Lsg. mit einem selektiven Lösungsm. in Berührung, das 2 Phasen bildet, z. B. Phenol, Nitrobenzol, Kresol u. Furfurol. Die Sulfonate gehen dann zum größten Teil (zusammen mit Öl) in das Lösungsm. über. Nach dessen Abtrennung bilden sie eine 30—70%ig., gegebenenfalls noch höher konz. Lsg. in Öl. Diese stellt dann ein verbessertes Schmieröl dar. Nach der hierfür üblichen Reinigung kann die Lsg. auch für medicin. Zwecke verwendet werden. Die Neutralisation soll bei Temp. unter 76° stattfinden, die Behandlung mit dem selektiven Lösungsm. zwischen 21 u. 148°, vorzugsweise zwischen 65 u. 104°; man verwendet das 2,5—5fache Vol. des Öls (+ Sulfonat) an Lösungsmittel. (F. P. 914 580 vom 18/9. 1945. ausg. 11/10. 1946. A. Prior. 30/12. 1944.) 805.8221

XXI. Leder. Gerbstoffe.

Böhme Fettchemie, G. m. b. H., Deutschland, *Entfettung von Leder und Häuten*. Als Entfettungsmittel werden die unverseifbaren Cl-haltigen Rückstände benutzt, die bei Verseifung von Gemischen von Alkylsulfochloriden vom Typ des *Mersols* entstehen. Behandelt man das letztere z. B. mit NaOH von 40—45° B ϵ bei 80—100°, so bleibt ein unverseifbarer Rückstand, der eine D.²⁰ von 0,812, eine SZ. = 0, eine VZ. von 3 u. eine JZ. von 11 hat; seine Viscosität nach ENGLER beträgt bei 30° 1,28, der Cl-Geh. 4,5%. Auf Häute mit einem mittleren Fettgeh. bis 15% wendet man 4—5% (bezogen auf das

Gewicht der Häute) an Entfettungsmittel an, für Häute mit höherem Fettgeh. 6—10%. Durch diese Behandlung wird das Material nicht so radikal entfettet wie bei Anwendung von Bzn. u. a. organ. Fettlösungsmitteln, andererseits aber auch genügend, um ein homogenes Durchdringen mit wss. Gerbstofflsgg. zu ermöglichen. Das Fett kann aus den Lsgg. wiedergewonnen werden. Es empfiehlt sich, die Häute nach dem im DRP. 696 735 (C. 1940, II. 3139) beschriebenen Verf. nachzubehandeln. (F. P. 896 712 vom 23/7. 1943, ausg. 1/3. 1945. D. Prior. 1/8. 1942.) 805.8337

Eugène Aillaire, Frankreich, *Mit proteolytischen Enzymen angereichertes Produkt.* Die Herst. erfolgt durch gärfchein. Vermehrung von *Aspergillus oryzae* in den üblichen Nährfl. unter bes. hohem Zusatz chloridhaltiger Nährsalze. Dies wird durch Behandeln von Mahlerzeugnissen, Kleien, stärkehaltigen Prodd. mit HCl u. anschließende Neutralisation mit Alkalicarbonaten erreicht. Das erhaltene Mycel wird plasmolysiert u. ergibt ein für die Gerberei u. Lederfabrikation (Enthaarung von Häuten) bes. geeignetes Erzeugnis. (F. P. 909 799 vom 27/10. 1944, ausg. 17/5. 1946.) 823.8337

Böhme-Fettchemie, Deutschland, *Gewinnung von Chamoisleder.* Die Häute werden in der übll. Weise für die Gerbung vorbereitet u. dann zunächst einer Gerbung mit Formaldehyd u. anschließend einer solchen mit Al-Salzen von niedrigmol. aliph. Monocarbonsäuren unterworfen. Die letzteren können als solche der Gerblsg. zugesetzt werden oder in derselben durch Umsetzung von Al-Salzen von anorgan. Säuren oder von Alaunen mit den betreffenden Monocarbonsäuren erzeugt werden. Um eine übermäßige Quellung bei der ersten Gerbung zu vermeiden, ist es zweckmäßig, eine Vorbehandlung mit einem Fettalkoholsulfonat durchzuführen, vorzugsweise mit einem solchen, das 6—10 C-Atome enthält. Auf diese Weise läßt sich ohne die bisher übll. Behandlung mit Fischöl aus Tierhäuten jeder Art, sogar aus solchen von Kaninchen, Leder mit Chamoischarakter erzeugen. Man behandelt z. B. 160 g Schaffhaut mit einer Lsg., die im Liter 10 g NaCl u. 3 g 38%ig. *Formaldehydlsg.* enthält, indem man das letztere in 3 Portionen zusetzt u. die Lsg. nach jeder Zugabe genau mit Na₂CO₃-Lsg. neutralisiert. Zum Schluß wird der p_H-Wert auf 8,1 eingestellt u. die Haut 12 Stdn. in der Lsg. belassen. Dann läßt man abtropfen u. behndlt mit 24 g eines Gemisches aus 17,5 (Teilen) 30%ig. *Oleyalkoholsulfonat*, 12,5 kryst. *Al-Sulfat* u. 70 Wasser. In dieser Lsg. wird das Leder 1 Stde. gewalkt, dann eine Lsg. von 14 g Ba-Acetat in 150 ccm W. zugesetzt u. nochmals 2 Stdn. gewalkt. (F. P. 898 346 vom 28/9. 1943, ausg. 19/4. 1945. D. Prior. 3/10. 1942.) 805.8337

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung eines Gerbstoffes aus Naphtholsulfonsäuren, Phenolen u. Formaldehyd.* — 720 (Teile) H₂SO₄-Monohydrat u. 864 β-Naphthol werden 1 Stde. bei 125° erhitzt. Danach werden 864 eines techn. Kresolgemisches eingerührt, bis eine homogene Lsg. entstanden ist. Nach Zusatz von 600 W. erhitzt man auf 90—95° u. läßt man 800 einer 30%ig. *Formaldehydlsg.* zufließen. Die Umsetzung ist beendet, wenn das Prod. in kaltem W. klar lösl. ist. Der erhaltene Gerbstoffsirup wird mit 600 NH₃ neutralisiert, u. dann werden 200 Essigsäure zugesetzt. Der Gerbstoff gibt dem Leder eine hellbraune Farbe. (F. P. 897 222 vom 12/8. 1943, ausg. 15/3. 1945. D. Prior. 21/11. 1941.) 808.8347

Lucien Poujade, Frankreich (Tarn), *Künstliche Gerbstoffe.* Die Ausbeute an wirksamem Gerbstoff, der nach dem Hauptpatent F. P. 883 820 erhältlichen Prodd. wird, ohne den Säure-p_H-Wert allzusehr zu erhöhen, in folgender Weise verbessert. Man neutralisiert den künstlichen Gerbstoff mit Soda, Ammoniak oder anderen alkal. Mitteln von p_H = 1 bis p_H = 2 auf p_H = 5 bis p_H = 7, säuert das erhaltene Gemisch mit einer schwachen organ. Säure, wie Ameisen- oder Essigsäure, bis zu p_H-Werten von 3—4 an u. läßt dann 10—30 Min. kochen. Das nach dem Erkalten erhaltene Gemisch, das p_H-Werte von 5—6 aufweist, säuert man dann erneut mit Ameisen- oder Essigsäure bis zu p_H-Werten von 3,0—3,5 an. Man erhält so künstliche Gerbstoffe mit einem Geh. an reinem Gerbstoff von 20—25%. (F. P. 52 450 vom 17/12. 1942, ausg. 13/4. 1944. Zusatz zu F. P. 883 820; C. 1944. I. 264.) 813.8347

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von synthetischen Gerbstoffen.* Sulfonsäuren von Naphtholen u. nichtsulfonylierte Dioxidiphenylsulfone werden in saurer Lsg. u. in der Wärme mit Formaldehyd (I) kondensiert. Die rohen, aus Naphtholen mit H₂SO₄ erhältlichen Sulfonsäuregemische sind bes. geeignet. Doch kann Naphthol bis zu etwa 50% durch den bei seiner Dest. verbleibenden Rückstand ersetzt werden. An Sulfonen sind 4,4'-Dioxidiphenylsulfon (II), 4,4'-Dioxy-3,3'-dimethyldiphenylsulfon u. die aus techn. Kresolen anfallenden Sulfongemische genannt. Auf je 2 Mol Sulfonsäure u. I sollen 1—2 Mol Sulfon treffen; der Anteil an I kann auch noch etwas erhöht werden. — Z. B. werden 144 (Teile) 2-Naphthol 1 Stde. mit 144 konz. H₂SO₄ bei 120° behandelt, die Schmelze mit 200 W. u. 250 II versetzt. Dann läßt man unter Rühren u. Kühlen am Rückfluß bei 90—100° in 1/2 Stde. 110 I (30%ig) eintropfen, erwärmt weiter,

bis das Sulfon in Lsg. gegangen ist, neutralisiert mit NH_3 , säuert mit Ameisen-, Essigsäure oder dgl. an u. löst in Wasser. — Weitere Beispiele. (F. P. 895 393 vom 9/6. 1943, ausg. 23/1. 1945. D. Prior. 25/11. 1939.) 832.8347

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von synthetischem Gerbstoff* durch Kondensation aromat. Sulfonsäuren mit HCHO in Ggw. von partiell sulfonierten Phenol-HCHO-Kondensationsprodukten. Die Kondensation erfolgt schnell bei gutem Geh. an Gerbstoff. — Man sulfoniert 750 (Gewichtsteile) Naphthalin mit einer Mischung aus 560 98% ig. H_2SO_4 u. 190 rauchender H_2SO_4 mit 20% Anhydrid bei 85—95° u. erhitzt danach auf 125°. Man kühlt wieder auf 90—95°, verd. mit 375 W. u. gibt 375 HCHO zu; man bewegt 3 Stdn. u. läßt bei ca. 100° ein partielles Sulfonierungsprod. (I) zulaufen, erwärmt 2 Stdn. auf 80°, neutralisiert mit wss. NH_3 bei 40° u. saugt mit 200 HCOOH an. I erhält man durch 8std. Erhitzen von 690 Kresol, 570 30% ig. HCHO-Lsg. u. 400 Na_2SO_3 auf 100°. (F. P. 896 174 vom 6/7. 1943, ausg. 14/2. 1945. D. Prior. 6/7. 1942.) 811.8347

XXIV. Photographie.

* Imperial Chemical Industries Ltd., übert. von: Edmund Waters, *Lichtfilter für photographische Zwecke* werden hergestellt, indem man in wss. Gelatinelsg. diazotierte Amine mit Azokomponenten kuppelt, wobei beide Komponenten keine löslichmachenden Substituenten, z. B. Carboxyl- u. Sulfonsäuregruppen, besitzen dürfen. Die Lsgg. werden dann zu Schichten auf transparenten Unterlagen vergossen u. diese gehärtet. (E. P. 575 908, ausg. 11/3. 1946.) 805.8601

* Imperial Chemical Industries Ltd., übert. von: Edmund Waters, *Herstellung von Lichtfiltern für photographische Zwecke*. Einer Gelatinelsg. wird ein Schwefelsäureester einer Leukoverb. eines Küpenfarbstoffs zugesetzt u. dieser durch Anwendung eines Oxydationsmittels in der Lsg. oder in der gegossenen Schicht erzeugt. (E. P. 576 232, ausg. 25/3. 1946.) 805.8601

* Kodak Ltd., übert. von: Edward P. Davey und Edward W. H. Selwyn, *Sensibilisierung*. Durch Zusatz von *p*-Nitroanilin u. *m*-Nitroanilin zu lichtempfindlichen Halogensilberemulsionen wird deren Empfindlichkeit im Spektralbereich 350—400 μ bedeutend erhöht, während die Absorption im Gebiete von 250—350 μ nur wenig verstärkt wird. (E. P. 575 991, ausg. 14/3. 1946.) 805.8605

* Eastman Kodak Co., übert. von: Cyril Staud, Edward C. Yaekel und John A. Leermakers, *Lichtempfindliche Schichten mit Entwicklerzusatz*. Zu 4 Liter einer 4% ig. Gelatine-lsg., die 220 g AgBr + AgJ enthält, werden 6 g Na_2SO_3 u. 12 g Hydrochinon gegeben u. die Mischung auf einen Träger vergossen. Nach der Belichtung wird sie 1 Min. lang mit den Dämpfen einer 40° warmen Lsg. behandelt, die 10% NH_3 , 33% NH_2CH_3 u. 25% $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_5$ enthält. Dadurch erfolgt die Entw. des latenten Bildes. Nach seiner Fertigstellung wird die anhaftende Lsg. mit Preßluft entfernt u. die Schicht mit den Dämpfen einer 37% igen HCl-Lsg. von 20° 30 Sek. lang neutralisiert. (A. P. 2 388 884, ausg. 13/11. 1945.) 805.8611

* Kodak Ltd., übert. von: Eastman Kodak Co., Paul W. Vittum und Lot S. Wilder, *Entwicklerlösung*. Zur Verhinderung der Luftoxydation werden den Lsgg. mit den üblichen Entwicklerstoffen Ascorbin- oder Isoascorbinsäure oder ihre Salze zugegeben. Der Zusatz ist nur bei Schwarzweißentwicklern für Halogensilber wirksam. (E. P. 560 371, ausg. 31/3. 1945.) 805.8611

* E. I. du Pont de Nemours & Co., *Blauschwarzentwicklung*. Einer lichtempfindlichen Halogensilberschicht werden organ. Verb. zugesetzt, die mindestens eine *Methylol*- oder *niedrigmol. Alkoxygruppe* enthalten, die direkt an ein Amid-N-Atom gebunden ist. Es können hierbei nicht nur Amide mit offener Kette verwendet werden, sondern auch cycl. Amide, die im Ring kein O-Atom enthalten. (E. P. 560 173, ausg. 23/5. 1945.) 805.8611

* Eastman Kodak Co., übert. von: Kodak Ltd. und Harold D. Russel, *Härtefixierbad*. Zunächst wird getrennt vom Fixierbad die Härte-lsg. hergestellt, indem man eine Lsg. anfertigt, die mindestens 10% eines Al-Salzes, z. B. AlCl_3 , u. mindestens 10% eines aliphat. oder cycl. Amins enthält. Dann wird Borsäure zugesetzt, bis der pH -Wert 3,0—6,5 beträgt; ebenso können noch Acetate u. Propionate zugegeben werden. Schließlich wird noch so viel SO_2 eingeleitet, daß das Gemisch bei Zusatz zu einer 15% ig. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lsg. innerhalb von 24 Stdn. bei 18° keinen S abscheidet. (E. P. 564 271, ausg. 20/9. 1945.) 805.8613