

Chemisches Zentralblatt

1946. I. Halbjahr

Nr. 17

Band 3

Geschichte der Chemie.

M. Isler, Ernst Berl (7. VII. 1877 bis 16. II. 1946). Würdigung der wissenschaftlichen Lebensarbeit von ERNST BERL, der nach seiner Emigration aus Deutschland zuletzt als „research Professor“ am CARNEGIE-Inst. of Technology in Pittsburgh tätig war, wo er am 16. 2. 1946 verstorben ist. Nebenseiner vielseitigen Arbeit auf dem Gebiete der techn. Chemie ist er vor allem bekanntgeworden als Mitarbeiter des „Taschenbuches für die anorgan.-chem. Großindustrie“ u. der „Chem.-techn. Untersuchungsmethoden“ sowie als Mitherausgeber der „Chem. Ingenieurtechnik“. (Helv. chim. Acta 29. 957—73. 1/8. 1946.) HANSON. 1

—, **Rai Bahadur Gouripati Chatterjee, M. Sc., F. N. I.** Nachruf auf den am 10. Juli 1942 verstorbenen Meteorologen. (Proc. nat. Inst. Sci. India 8. 397—98. 23/12. 1942.) GOTTFRIED. 1

E. Rothlin, Siegfried Edlbacher. Nachruf auf den am 5. Juni 1946 freiwillig aus dem Leben geschiedenen Direktor der physiol.-chem. Anstalt der Univ. Basel, EDLBACHER, mit einer Würdigung seiner Forschungsarbeiten. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 4. 359—60. 1946.) HELLMANN. 1

F. F. Flinn, Gerald Tattersall Moody. Nachruf auf den im Alter von 79 Jahren verstorbenen engl. Chemiker G. T. MOODY, Schüler u. Assistenten von H. E. ARMSTRONG. Unter anderem war MOODY Präsident der Dyers' Company. (J. Soc. Dyers Colourists 60. 46—47. Febr. 1944.) BARZ. 1

A. Hultgren, B. Kalling und A. Westgren, Gösta Phragmén. Nachruf auf den am 21/8. 1944 verstorbenen Vorstand des schwed. Metallograph. Inst. u. Würdigung seiner Arbeiten auf den Gebieten der Metallographie des Stahles u. verschied. Legierungen von Nichteisenmetallen, der Thermodynamik u. der prakt. Metallurgie. — Bibliographie seiner Veröffentlichungen. (Jernkontorets Ann. 128. 525—36. 1944.) R. K. MÜLLER. 1

Henry Tizard, Rutherford-Gedächtnisrede. Gedenkrede, gehalten vor der CHEMICAL SOCIETY 1939. (J. chem. Soc. [London] 1946. 980—86. Okt.) REITZ. 1

D. H. Bangham, Prof. Isidor Traube. Nachruf auf Prof. ISIDOR TRAUBE, geb. in Hildesheim u. verstorben im Alter von 83 Jahren in Edinburgh. Er war ein Schüler von A. W. HOFMANN u. HELMHOLTZ u. trat als langjähriger außerordentlicher Prof. an der TH Berlin durch Arbeiten auf dem Gebiete der physikal. u. Kolloidchemie hervor. (Nature [London] 152. 743—44. 25/12. 1943.) BARZ. 1

Walter Qvist, Die erschienenen Schriften von Ossian Aschan. Verzeichnis aller im Druck erschienenen Arbeiten u. Bücher des finn. Organikers O. ASCHAN. (Suomen Kemistiseuran Tiedonantoja 52. 210—28. 1944. [Orig.: schwed.]) R. K. MÜLLER. 1

George L. Clark, Röntgenstrahlenuntersuchungen keramischer Werkstoffe in Vergangenheit, Gegenwart und Zukunft. Ref. eines Vortrags anlässlich des 101. Geburtstages RÖNTGENS u. des 50. Jahrestages der Entdeckung der Röntgenstrahlen. Vf. gibt einen sehr eingehenden Überblick über die Anwendung der Röntgenstrahlen in der Materialprüfung allg. u. in der keram. u. Glasindustrie besonders. (J. Amer. ceram. Soc. 29. 177—86. 1/7. 1946.) KÜHNERT. 2

Josef B. Stránský, Historische photographische Literatur. Zusammenstellung von Literaturzitate über Arbeiten von STENGER, LOHER, LECHNER, RÖLL u. LÜTHER u. anderer deutscher Autoren. (Chem. Obzor 18. 204—07. 30/10. 247—49. 30/12. 1943.) ROTTER. 2

A. Allgemeine und physikalische Chemie.

P. W. Bridgman, Neuere Arbeiten auf dem Hochdruckgebiet. In seinem Übersichtsbericht behandelt Vf. die Entw. in den Jahren 1930—45; in den einzelnen Abschnitten werden techn. u. meßtechn. Fragen besprochen, ferner die Volumenveränderungen, Phasenübergänge, Änderungen der Viscosität u. Elastizität, therm., elektr., magnet., opt., chem. u. biol. Effekte bei Anwendung von Drucken bis 50000 at. u. teilweise bis 100000 at. (Rev. mod. Physics 18. 1—93. Jan. 1946. Cambridge, Mass., Harvard Univ.) KIRSCHSTEIN. 10

Ming Chen Wang und G. E. Uhlenbeck, Über die Theorie der Brownschen Molekularbewegung. II. Mitt. Es wird ein Überblick über den jetzigen Stand der Theorie gegeben u.

versucht, die Theorie der BROWNSchen Molekularbewegung als einen Fall der allgemeinen Theorie zufälliger Prozesse darzustellen. Außer der Meth. von RICE (Bell Tel. J. 23. [1944.] 282; 25. [1945.] 46) gibt es die FOKKER-PLANKSche oder Diffusionsgleichungsmethode. Beide Methoden führen zum gleichen Resultat. Die Verteilungsfunktion eines freien Teilchens u. des einfachen harmon. Oscillators werden angegeben. (Rev. mod. Physics 17. 323—42. April/Juli 1945. Ann Arbor, Univ. of Michigan, Randall Labor. of Phys.) LINDBERG. 11

Glenn T. Seaborg, *Tafel der Isotopen*. Übersicht über die bis Ende 1943 untersuchten Elemente u. Isotope mit Angabe der Sicherheit oder Wahrscheinlichkeit ihrer Existenz. Für die stabilen Isotope werden die Mengenverhältnisse, für die radioakt. Strahlenart, Halbwertszeit u. Energiedaten angegeben sowie die Art der Best. u. das Ausgangsmaterial bei der Bildung. — 636 Literaturzitate. (Rev. mod. Physics 16. 1—32. Jan. 1944. Berkeley, Calif., Univ. of California, Dep. of Chem.) GRAUE. 13

P. E. Jankwich, G. K. Rollefson und T. H. Norris, *Die durch den bei der Neutronenbestrahlung von stickstoffhaltigen Substanzen erzeugten ^{14}C gebildeten chemischen Verbindungen*. Untersucht wurde die Natur der radioakt. Verb., die bei der Darst. von ^{14}C durch Neutronenbestrahlung von stickstoffhaltigem Material gebildet wurden. Bestrahlt wurden die folgenden Substanzen: gesätt., wss. NH_4NO_3 -Lsgg. in Stahl tanks, NH_4NO_3 -Krystalle, Hydrazindihydrochlorid, trockenes Anilin, Harnstoff, Harnstofflsg. sowie eine 50%ig. wss. Pyridinlösung. In allen Fällen, in denen O-haltige Verb. als Ausgangsmaterial verwendet wurden oder in wss. Lsg. vorlagen, wurde radioakt. CO_2 u. CO gefunden. Ameisensäure u. Methanol wurden nur in den wss. Lsgg. gefunden. Radioakt. HCN wurde in keiner Lsg. gefunden, dagegen bei allen reinen Substanzen außer NH_4NO_3 u. Anilin. Methan trat nur bei solchen H-haltigen Substanzen auf, die keinen Sauerstoff enthielten. (J. chem. Physics 14. 131—40. März 1946. Berkeley, Calif., Univ., Dep. of Chem.) GOTTFRIED. 13

Theodore Berlin und Kasimir Fajans, *Natur der kovalenten Bindung*. Berechnet man die Bindungsenergie von $2\text{H}^+ + e^- = \text{H}_2^+$ nach dem permanent symm. BOHRschen Modell, so erhält man einen Wert von $E = -11,9$ eV. Auf wellenmechan. Grundlage berechnet ergibt sich ein Wert von 16,3 eV. Für die Bindungsenergie des H_2 -Mol ($2\text{H}^+ + 2e^- = \text{H}_2$) erhält man unter der Voraussetzung, daß sich beide Elektronen permanent symm. zu den beiden Protonen bewegen, einen Wert von $E = -29,9$ eV gegenüber einem experimentellen Wert von $-31,8$ eV. Hieraus folgt, daß die zeitlichen Abweichungen von der mittleren symm. Lage für H_2 mit seinen 2 Elektronen u. dem Kernabstand $r = 0,74$ Å kleiner sind als für das einzelne Elektron von H_2^+ u. $r = 1,06$ Å. — Die Bindungsenergie von Li_2 ($2\text{Li}^+ + 2e^- = \text{Li}_2$) mit $r = 2,67$ Å beträgt $-11,9$ eV. Der Unterschied von H_2 u. Li_2 beruht auf der Tatsache, daß Li^+ eine Elektronenschale besitzt. Die Elektronenverteilungskurve für Li^+ zeigt, daß bei dem internuclearen Abstand von H_2 ($0,74$ Å) das Elektronensyst. der zwei Li^+ beträchtlich überlappen würde u. die Abstoßung zwischen den überschüssigen Ladungen würde erhöht werden durch die der Elektronenschalen. Bei einem Abstand von $2,67$ Å kann die letztere vernachlässigt werden. Abschließend kann gesagt werden, daß die Bindung in den kovalenten Moll. H_2^+ , H_2 u. Li_2 , die kein permanentes Dipolmoment besitzen, durch COULOMBSche Kräfte verursacht wird, zu denen man den Teil der Potentialenergie hinzufügen muß, der abhängig ist von der zeitlichen Polarität der Moleküle. Das BOHRsche Modell repräsentiert die idealisierte permanent unpolare Bindung. Während die idealisierte Bindung zwischen starren Ionen ein elektrost. Phänomen ist, sind die idealisierte u. die reale kovalente Bindung elektrokinet. Natur. (J. chem. Physics 10. 691—92. Nov. 1942. Ann Arbor, Mich., Univ., Dep. of Chem.) GOTTFRIED. 15

Walter Gordy, *Beziehungen zwischen den charakteristischen Bindungskonstanten und den Elektronegativitäten der gebundenen Atome*. Es wird eine Formel angegeben für die Beziehung zwischen den Bindungskraftkonstanten, der Ordnung der Bindung (Vielfachheit), dem Abstand der gebundenen Atome u. der Elektronegativität gemäß der PAULINGschen Skala, welche für viele zweiatomige u. einfache mehratomige Moll. im Grundzustand gilt. Die gute Übereinstimmung mit den experimentellen Werten ist für eine Reihe von Moll. aus einem beigegebenen Diagramm ersichtlich. Für die Ordnung der C—C-Bindung wurden die von MULLIKEN auf anderem Wege bestimmten Werte eingesetzt. Die Übereinstimmung mit der theoret. Kurve deutet auf die Richtigkeit der Voraussage hin, daß in KW-stoffen die einfache C—C-Bindung Doppelbindungscharakter besitzt, während die gewöhnliche Doppelbindung einer dreifachen ähnelt. Durch Abänderung der Zahlenwerte der Konstanten kann die Formel z. B. auch auf gewisse Klassen von mehratomigen Moll. angewandt werden, in denen die Wechselwrkg. zwischen den nicht miteinander gebundenen Atomen nicht zu vernachlässigen ist. (Physic. Rev. [2] 69. 130—31. 1/15. 2. 1946. Durham, N. C., Duke Univ., Dep. of Phys.) E. REUBER. 15

F. E. Jones, *Das quaternäre System CaO-Al₂O₃-CaSO₄-H₂O bei 25°. Gleichgewichte mit kristallinem Al₂O₃·3 H₂O, Tonerdegel und fester Lösung.* In Fortsetzung seiner Unters. (C. 1940. I. 1961) über das Syst. CaO-Al₂O₃-CaSO₄-H₂O bei 25° berichtet Vf. zunächst über die stabilen u. metastabilen Gleichgewichte mit Einschluß von kristallinem Al₂O₃·3 H₂O. Außerdem wurden die Gleichgewichte mit Tonerdegel in Lsgg. mit hohen Kalkkonz. sowie feste Lösungsgleichgewichte untersucht. Bei den Unters. mit Al₂O₃·3 H₂O ergab sich, daß nur die Hochsulfatform des Ca-Sulfoaluminates, 3 CaO·Al₂O₃·3 CaSO₄·32 H₂O, als stabile quaternäre Verb. auftritt. Mit Bezug auf kristallines Al₂O₃·3 H₂O, das die stabilste Struktur des Gibbsits besitzt, ist 3 CaO·Al₂O₃·3 CaSO₄·32 H₂O inkongruent lösl. in W. u. jeder CaSO₄- oder Kalkkonz. bis zum Sättigungspunkt. Der Bereich des 3 CaO·Al₂O₃·3 CaSO₄·32 H₂O-Feldes in dem Syst. variiert zwischen den Grenzen, die durch das relativ lösl. Tonerdegel u. die sehr stabile Al₂O₃·3 H₂O-Struktur des Gibbsits gegeben werden. Es wurde eine feste Lösungskurve Al₂O₃·3 H₂O-, 3 CaO·Al₂O₃·CaSO₄·12 H₂O + 3 CaO·Al₂O₃·Ca(OH)₂·12 H₂O“ angegeben u. gefunden, daß sie ähnlich ist der festen Lösungskurve Al₂O₃ aq (Gel)-, 3 CaO·Al₂O₃·CaSO₄·12 H₂O + 3 CaO·Al₂O₃·12 H₂O“. Die sogenannte Tiefsulfatform 3 CaO·Al₂O₃·CaSO₄·12 H₂O tritt nur als eine Endkomponente in dem festen Lösungsfeld auf. Bei den Tonerdegelgleichgewichten war ein ähnliches Verh. zu beobachten wie mit Al₂O₃·3 H₂O bis zu einer Kalkkonz. von 0,3 g CaO pro Liter. Die quaternären Gleichgewichte nähern sich schnell der CaO-Al₂O₃-H₂O-Fläche u. sind mit den Gleichgewichten des tern. Syst. durch ein festes Lösungsfeld verbunden, das sich von einer festen Lösungs-Phasengrenzkurve im quaternären Syst. 3 CaO·Al₂O₃·3 CaSO₄·32 H₂O bis zu einer festen Lösungskurve im tern. Syst. erstreckt. Die feste Lsg. im Gleichgewicht mit 3 CaO·Al₂O₃·3 CaSO₄·32 H₂O nähert sich der Zus. der Tiefsulfatform des Ca-Sulfoaluminates. Die feste Lsg. hat die allg. Formel x CaO·y Al₂O₃·z CaSO₄·aq. (J. phys. Chem. 48. 311—56. Nov. 1944. Garston, Watford, Herts, Building Res. Stat.)

GOTTFRIED. 22

F. E. Jones, *Das quinäre System CaO-Al₂O₃-CaSO₄-K₂O-H₂O (1 Prozent KOH) bei 25°.* Unters. des obigen Syst. ergab im Vgl. zu dem quaternären Syst. CaO-Al₂O₃-CaSO₄-H₂O (vgl. vorst. Ref.), daß trotz der sehr erheblichen Änderungen in den Zus. der Lsgg. die Verb. C₃A·3 CaSO₄·32 H₂O die einzige quaternäre stabile Phase ist. (J. phys. Chem. 48. 356—78. Nov. 1944.)

GOTTFRIED. 22

F. E. Jones, *Das quinäre System CaO-Al₂O₃-CaSO₄-Na₂O-H₂O (1 Prozent NaOH) bei 25°.* (Vgl. vorst. Ref.) Unters. des obigen Syst. ergab, daß es sehr ähnlich dem quinären Syst. mit 1% KOH ist. (J. phys. Chem. 48. 379—94. Nov. 1944.)

GOTTFRIED. 22

Juan Bta. Vericat-Raga, *Allgemeine Untersuchungen der Theorie der Kettenreaktionen.* Zusammenfassende Darst. auf Grund der Literatur. (Afinidad 20. 102—17. Mai/Juni 1943.)

R. K. MÜLLER. 28

Eric M. Stoddart, *Die Kinetik der Reaktion zwischen Chlor und Stickoxyd.* Frühere Verss. (C. 1941. I. 1642) hatten gezeigt, daß die genannte Rk. durch Oberflächenbedingungen stark beeinflusst wird u. daß die Adsorption des während ihres Verlaufes gebildeten NOCl die Umsetzung hemmt. Diese Hemmung wird nunmehr genauer untersucht. Bei Verwendung eines neuen Reaktionsgefäßes nimmt nach wenigen Verss. mit konstanter hoher Reaktionsgeschwindigkeit infolge eines Alterungseffektes des Gefäßes die Geschwindigkeitskonstante sowohl von Vers. zu Vers. als auch innerhalb eines Einzelvers. ab, bis nach ca. 20 Verss. ein konstanter Oberflächenzustand erreicht wird. Der ursprüngliche Zustand kann durch bloßes Abpumpen oder durch Ausheizen im Vakuum nicht wieder hergestellt werden, obwohl letzteres Verf. etwas wirksamer ist als ersteres. Ähnlich wie Ausheizen im Vakuum wirkt auch Waschen des Gefäßes mit verd. Na₂CO₃-Lösung. Bei sorgfältigem Trocknen der Gase mit P₂O₅ bleibt bemerkenswerterweise die Hemmung aus, woraus geschlossen werden kann, daß Alterung u. Hemmung der Chemisorption von NOCl der mit Feuchtigkeit bedeckten Wand des Reaktionsgefäßes zuzuschreiben sind. Durch diese Annahme kann den früher verwendeten kinet. Gleichungen befriedigend Rechnung getragen werden. In neuen Reaktionsgefäßes ist der Temperaturkoeff. $k_{250}/k_{150} = 1,13$, in gealterten Gefäßes = 2,0. (J. chem. Soc. [London] 1944. 388—93. Aug. Leicester, Coll. of Technol.)

REITZ. 28

Herman T. Briscoe, College chemistry. Boston: Houghton Mifflin Co. 1945. (586 S. m. 267 Fig.) § 4.—
Lloyd William Taylor, Fundamental Physics. Boston: Houghton Mifflin Co. 1943. (XII + 685 S. m. 528 Fig.) § 4.—

A₁. Aufbau der Materie.

A. Barajas, G. D. Birkhoff, C. Graef und M. Sandoval Vallarta, *Über Birkhoff's neue Gravitationstheorie.* (Physic. Rev. [2] 66. 138—43. 1/15. 9. 1944. Cambridge, Mass., Harvard Univ. and Mexico, National Univ.)

GOTTFRIED. 78

Carleton W. Berenda, *Das Zweikörperproblem in Birkhoffs und Einsteins Theorien.* Es wird der Unterschied zwischen der neuen allg. Relativitätstheorie von BARBARAS, BIRKHOFF u. a. (vgl. vorst. Ref.) u. der EINSTEINschen Theorie betrachtet u. festgestellt, daß diese in den Grenzen der Versuchsfehler bleibt. Sie kann aus den Differenzen der Annäherungsmethoden, welche die beiden Theorien verwenden, herrühren. Der BIRKHOFFschen Theorie kann wegen der Einfachheit ihres allg. mathemat. (geometr.) Ansatzes der Vorzug gegeben werden. (Physic. Rev. [2] 67. 56. 1/15. 1. 1945. Amherst, Mass., State Coll.)

A. KUNZE. 78

Norman D. Coggeshall, *Der Weg von Ionen und Elektronen in gekreuzten, nicht eiförmigen elektrischen und magnetischen Feldern.* Die Integration des Kräftegleichgewichts geladener Teilchen, die sich in gewissen Typen inhomogener, gekreuzter elektr. u. magnet. Felder bewegen, kann numer. durch eine direkte Meth. erfolgen, wenn die Feldänderungen zu kompliziert für die analyt. Berechnung oder die Felder nur experimentell bekannt sind. Auf diese Weise wurden einige bekannte Typen von Kreuzfeldmassenspektrographen u. β -Strahlspektrographen untersucht. Die Eigv. von Hohlräumen werden für eine Anzahl von physikal. interessanten Fällen besprochen. (Vgl. auch C. 1946. I. 702.) (Physic. Rev. [2] 68. 98. 1/15. 8. 1945. Gulf Research and Development Co.)

A. KUNZE. 81

N. D. Coggeshall und M. Muskat, *Bahnen von Elektronen und Ionen im nicht eiförmigen Magnetfeld.* Die Integration der LORENTZ-Kräfte-Gleichungen, die die Elektronen- u. Ionenbahnen bestimmen, sind red. worden zu einfachen Quadraturen für Systeme, in denen das elektr. Feld Null u. das Magnetfeld eine Funktion einer kartes. oder Cylinderkoordinate ist. (Vgl. auch C. 1946. I. 1175.) (Physic. Rev. [2] 65. 352. 15/6. 1944. Gulf Res. u. Development Co.)

LIERMANN. 81

L. I. Schiff, *Die Erzeugung von Teilchenenergien über 200 MeV.* Sechs verschied. Einrichtungen zur Erzeugung von Energien größer als 200 MeV bei geladenen Teilchen werden kurz beschrieben; es sind dies: das Betatron, das Synchrotron, das Microtron (Elektronencyclotron), der „linear resonator accelerator“, der „linear wave-guide accelerator“ u. das „relativist. Ionencyclotron“. Besonderheiten u. Schwierigkeiten werden in jedem Fall diskutiert. Ein Anhang enthält einige Resultate der Theorie des Strahlungsverlustes schneller geladener Teilchen. (Rev. sci. Instruments 17. 6—14. Jan. 1946. Philadelphia, Pa., Univ. of Pennsylvania, Dep. of Phys.)

O. ECKERT. 81

P. Gerald Kruger, G. K. Grotzinger, J. R. Richardson, E. M. Lyman, W. E. Ogle, M. E. Nelson, G. Schwarz, J. B. Greene, N. C. Colby, R. W. Lee, C. E. McClellan, D. Scag, Lloyd Smith und F. K. Tallmadge, *Ein Cyclotron mit Strahlaustritt parallel zum Spalt zwischen den Halbkammern.* Die aus einem Cyclotron austretenden Ionen werden durch ein stat. Feld veranlaßt, im Randfeld des Magneten einen Viertelkreis parallel zum Außenrand der Kammer zu beschreiben. Dadurch wird erreicht, daß der Ionenstrom das Instrument in einer Richtung verläßt, die parallel zu dem zwischen den beiden Halbkammern des Gerätes liegenden Spalt verläuft. Als Vorteile dieser Anordnung werden genannt: Bei nur geringen stat. Ablenkspannungen werden kräftige Ionenströme (Größenordnung 100 μ Amp) mit einer Energiedispersion von nur 2% erzeugt. Der Strahl kann leicht ohne Diffusion an Punkte, die relativ weit vom Cyclotron entfernt liegen, geleitet werden. Eine weitere magnet. Analyse des Strahles führt zu Stromdichten von 0,001 μ Amp/mm² mit einer Energiedispersion von nur 0,1%. (Rev. sci. Instruments 15. 333—39. Dez. 1944. Urbana, Ill., Univ., Phys. Dep.)

REUSSE. 81

M. Stanley Livingston, *Ionenquellen für Cyclotrone.* Früher wurden die Ionen mit Hilfe von Elektronen erzeugt, die von einem Glühdraht in der Mitte über dem Spalt zwischen den D's emittiert wurden. Der Ionenstrahl nahm die ganze Breite der Kammer ein, wodurch man einen großen Anteil störender Ionen erhielt, die nicht fokussierbar oder nicht in Resonanz waren. Jetzt arbeitet man mit einer Ionensäule einer Niederspannungsentladung von 2—3 Amp u. 100—150 V. Der Gasdruck (H_2 oder D_2) der Entladung, die in einem Metallzylinder mit spaltförmiger Öffnung brennt, ist ca. 10^{-2} mm Hg, während der Druck in der Cyclotronkammer höchstens $2 \cdot 10^{-5}$ mm Hg betragen darf, damit keine Glimmentladung auftritt. Es werden verschied. Ausführungsformen dieser Ionenquellen u. ihre Arbeitsweise beschrieben. Die Bahn der ersten Umläufe wird theoret. ermittelt u. festgestellt, daß die Ergiebigkeit der Ionenquelle durch Raumladungseffekte begrenzt ist; daher wird vorgeschlagen, den Ionenstrom durch Fokussieren zu erhöhen. Ferner müßte man den Prozentsatz an Atomionen, der nur 10% der störenden Molekulationen ausmacht, erhöhen. (Rev. mod. Physics 18. 293—99. Juli 1946. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol.)

E. REUBER. 81

B. R. Curtis und R. S. Bender, *Die Verwendung von Elkonite für die Ionenquellen beim Cyclotron.* Die Verwendung von Elkonite 10 W 3 (eine W-Cu-Legierung) an Stelle von reinem Cu für die Capillarelektrode als Ionenquelle hat die Benutzungsdauer der Ionen-

quelle um mindestens das 3fache verlängert. (Rev. sci. Instruments 13. 266. Juni 1942. Harvard Univ.) HENTSCHEL. 81

D. B. Cowie und C. J. Ksanda, *Lichtbogenionenquelle mit Glühkathode für ein 60-in.-Cyclotron*. Vff. beschreiben eine Ionenquelle für den Betrieb eines Cyclotrons. Sie besteht aus einem in Wasserstoff brennenden Lichtbogen, der in einer Capillare erzeugt u. durch einen brennenden Glühfaden erhalten wird. Der Bogenstrom beträgt ca. 1 Amp., die Spannung 75—100 V. Die Lebensdauer des Glühfadens beträgt 80—90 Stunden. Es gelang, einen konstanten Deutonenstrom von 100—400 μ Amp zu erzeugen (Energie 15 MeV). Die Glühkathode des Bogens wird durch einen besonderen, isoliert aufgestellten Motorumformer geheizt (Gleichstrom 200 Amp, 6 V). (Rev. sci. Instruments 16. 224 bis 225. Aug. 1945. Washington, Carnegie Inst., Dep. of Terrestrial Magnetism.) REUSSE. 81

Laurence Ellsworth Dodd, *Das „umgekehrte“ Cyclotron*. Durch Rückwärtsbetreiben eines Cyclotrons kann man theoret. Ionen hoher Geschwindigkeit auf beliebig kleine Geschwindigkeiten abbremsen. Um dies Prinzip auf Höhenstrahlteilchen (z. B. $6 \cdot 10^9$ eV-Elektronen) anwenden zu können, müßten erst die experimentellen Schwierigkeiten der Anwendung sehr hoher Frequenzen beim Cyclotron überwunden werden. (Physic. Rev. [2] 65. 353. 1/15. 6. 1944. Los Angeles, Univ. of California.) E. REUBER. 81

W. F. Westendorp und E. E. Charlton, *Ein 100-MeV-Betatron*. Es wird eine ausführliche Beschreibung mit Photos, Schaltbildern u. Diagrammen des 130 t schweren 100 MeV-Betatron einschließlich des Gebäudes, in dem es aufgestellt ist, gegeben. Das Betatron wird mit 60 Hz Wechselstrom betrieben u. verbraucht 200 kW. Die Elektronen werden mit 30—70 keV eingeschossen u. machen ca. $2,5 \cdot 10^5$ Umläufe; pro Umlauf erhalten sie einen durchschnittlichen Energiezuwachs von 400 eV. Der Sollkreisradius beträgt ca. 84 cm. Das ringförmige, innen versilberte Vakuumgefäß aus Pyrexglas ist aus 16 Sektoren zusammengesetzt. Die App. wird luftgekühlt u. kann selbst bei warmem Wetter ohne Unterbrechung in Betrieb bleiben. Mit Hilfe eines Schalters läßt sich das Betatron bequem von kontinuierlichem Betrieb auf Impulsbetrieb (für Nebelkammerunterss.) umschalten. (J. appl. Physics 16. 581—93. Okt. 1945. Schenectady, N. Y., General Electric Co., Res. Labor.) E. REUBER. 81

Theodore J. Wang, *Über die Steigerung der Ausbeute beim Betatron*. Es wird vorgeschlagen, beide Halbperioden zur Beschleunigung auszunutzen, indem die Elektronen abwechselnd in beiden Richtungen eingeschossen werden u. einmal rechts herum, das andere Mal links herum umlaufen. Für die Ablenkung der hochbeschleunigten Teilchen auf die Antikathoden, von denen die eine nahe dem Zentrum des Vakuumgefäßes u. die andere am Rande liegt, dient die gleiche Vorr.; die Elektronenbahn wird einmal expandiert u. das andere Mal kontrahiert. Die von den beiden Antikathoden ausgehenden ultraharten Röntgenstrahlen kreuzen sich außerhalb der App., was aus Gründen der Dosisverteilung bei der medizin. Anwendung günstig ist. Das Schaltbild für den wechselseitigen Betrieb der beiden Injektoren ist angegeben. (Physic. Rev. [2] 69. 42. 1/15. 1. 1946. Columbus, O., Ohio State Univ.) E. REUBER. 81

D. Iwanenko und I. Pomerantschuk, *Mit dem Betatron erreichbare Maximalenergie*. Die mit dem Betatron erreichbare Energie wird nicht durch relativist. Effekte, sondern durch Strahlungsverluste begrenzt. Nach der klass. Elektrodynamik müssen die umlaufenden, beschleunigten Elektronen strahlen (Quanteneffekte spielen bei den großen Bahnradien keine Rolle). Eine Formel für die maximal erreichbare Energie E_{\max} wird aus der Gleichsetzung von Strahlungsverlusten u. aufgenommener Energie abgeleitet u. gezeigt, daß diese mit den üblichen Werten des Betatrons bei $5 \cdot 10^9$ eV liegt. E_{\max} ist umgekehrt proportional zur magnet. Feldstärke u. proportional der Wurzel aus der pro Wegeinheit aus dem induzierten elektr. Feld aufgenommenen Energie. Durch die Strahlungsverluste werden außerdem die Fokussierungsbedingungen gestört. (Physic. Rev. [2] 65. 343. 1/15. 6. 1944. Moskau, Univ., Phys. Inst. u. Leningrad, Phys.-techn. Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) E. REUBER. 81

H. C. Pollock, *Kombination von Betatron und Synchrotron zur Beschleunigung von Elektronen*. In einem 300-MeV-Synchrotron wächst der Radius der Elektronenbahnen von 78 bis zu 100 cm; das Magnetfeld muß daher einen mehr als 22 cm breiten, ringförmigen Bereich durchsetzen. Eine erhebliche Gewichtseinsparung des Magneten, die sich bes. bei Synchrotronen bis zu 1000 MeV bemerkbar machen würde, müßte dadurch erreicht werden können, daß man die Elektronen anfangs (bis zu 2 oder 3 MeV) auf Bahnen mit konstanten Radien nach dem Betatronprinzip beschleunigt u. erst kurz vor der Sättigung des zentralen Magnetkerns die Hochfrequenz-Beschleunigungsspannung unter Berücksichtigung der richtigen Phasenlage einschaltet. Zur Prüfung der Theorie wird eine 70-MeV-Beschleunigungsapp. gebaut. (Physic. Rev. [2] 69. 125. 1/15. 2. 1946. Schenectady, N. Y., General Electric Co., Res. Labor.) E. REUBER. 81

David S. Saxon und Julian Schwinger, *Elektronenbahnen im Synchrotron*. Es wird eine mathemat. Unters. der Elektronenbewegung im Synchrotron referiert, bei der das lokalisierte Beschleunigungsfeld durch ein rotierendes elektr. Feld ersetzt ist. Eine Differentialgleichung 4. Ordnung beschreibt die Elektronenbewegung unter Berücksichtigung der Variation des magnet. Feldes u. der Strahlungsverluste. Mit dieser Gleichung kann man die Vorgänge im anfangs als Betatron arbeitenden Synchrotron bei kleinen Abweichungen vom Gleichgewichtskreis darstellen. (Physic. Rev. [2] 69. 702. 1/15. 6. 1946. Massachusetts Inst. of Technol. u. Harvard Univ., Radiation Labor.) E. REUBER. 81

N. H. Frank, *Phasenstabilisierung der Synchrotronkreisbahnen*. Die erste Näherung der Berechnung der Phasenstabilisation im Synchrotron, in der die Abhängigkeit des Magnetfeldes vom Radius berücksichtigt u. die Zahl der Umläufe als unabhängige Variable gewählt wurde, ergibt eine Stabilisierung bei kleinen Pendelungen u. die Sollphase. (Physic. Rev. [2] 69. 689. 1/15. 6. 1946. Massachusetts Inst. of Technol.)

E. REUBER. 81

J. S. Clark, I. A. Getting und J. E. Thomas jr., *Eine neue Methode zur Verlagerung des Elektronenstrahles in einem Synchrotron*. Für manche Zwecke ist es wichtig, γ -Strahlimpulse von 1—2 μ Sek. Dauer erzeugen zu können. Deswegen wurde für das 300 MeV-Synchrotron eine Anordnung entwickelt, mit der es möglich ist, die Elektronenbahn so schnell zu verlagern, daß der gesamte Strahl die Antikathode in sehr kurzer Zeit trifft. Außerdem kann man auf diese Weise den Strahl an bestimmter Stelle aus der App. herausbekommen. Die Meth. beruht darauf, das Magnetfeld auf der einen Hälfte der Kreisbahn in demselben Maße zu schwächen, wie es auf der anderen Hälfte verstärkt wird. Durch die Verschiedenheit der Krümmungskraft führen die Elektronen radiale Schwingungen aus. Wählt man den radialen Feldverlauf so, daß die Elektronen mit der halben Umlauffrequenz schwingen, dann bewirkt eine Änderung des Magnetfeldes um 1% Amplituden von 1,7%. Die Elektronen erreichen den maximalen Bahnradius alle an der gleichen Stelle. (Physic. Rev. [2] 70. 562—63. 1/15. 10. 1946. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol.)

E. REUBER. 81

A. V. Hollenberg, S. Millman und N. Kroll, *1 cm-Rising-Sun-Magnetron mit 26 oder 38 Hohlräumen*. Die Vorteile des „Rising-Sun“-Magnetrons gegenüber n. bei 1—2 cm-Wellen u. der Impulsbetrieb solcher Magnetrons werden diskutiert. (Physic. Rev. [2] 69. 701. 1/15. 6. 1946. Columbia Univ., Columbia Radiation Labor.)

E. REUBER. 81

Norman Kroll und Willis E. Lamb jr., *Theorie des Magnetrons mit „Rising Sun“-Anode*. Der Rechnungsgang einer elektromagnet. Feldtheorie dieses Magnetrons wird erläutert; das theoret. erhaltene Spektr. stimmt mit dem experimentell beobachteten überein. (Physic. Rev. [2] 69. 701. 1/15. 6. 1946. Columbia Univ., Columbia Radiation Labor.)

E. REUBER. 81

Arthur Ashkin, *Ein „Rising-Sun“-Magnetron hoher Leistung*. Ein Rising-Sun-Magnetron wurde für Impulsbetrieb mit 1000 kW entwickelt; sein Wirkungsgrad ist ca. 45%. (Physic. Rev. [2] 69. 701. 1/15. 6. 1946. Columbia Univ., Columbia Radiation Labor.)

E. REUBER. 81

M. Phillips und W. E. Lamb jr., *Raumladungsabhängigkeit der Magnetronfrequenz*. Voraussetzungen u. Rechnungsgang einer Theorie der Frequenzbeeinflussung durch die Raumladung um die Magnetronkathode werden geschildert, wobei festgestellt wird, daß die Resultate mit dem Experiment übereinstimmen. (Physic. Rev. [2] 69. 701. 1/15. 6. 1946. Columbia Univ., Columbia Radiation Labor.)

E. REUBER. 81

L. P. Hunter, *Energieanfachung im Magnetron*. Für die Berechnung der Energieanfachung beim Impulsbetrieb eines Magnetrons werden die notwendigen Voraussetzungen angegeben, u. die Übereinstimmung der Resultate mit dem Experiment wird festgestellt. (Physic. Rev. [2] 69. 700. 1/15. 6. 1946. Westinghouse Res. Labor.)

E. REUBER. 81

Sidney Millman und Arnold Nordsieck, *Entwicklung einer neuen Magnetronanodenform*. Die Aufrechterhaltung einer stabilen Schwingungsform im Magnetron wird bei sehr kurzen Wellen mit den n. Anoden kritisch. Deshalb wurde eine Anode (Rising-Sun-Anode genannt) entwickelt, deren Hohlräume abwechselnd verschied. groß sind. Hiermit wurde eine gute Stabilität bei 1—3 cm-Wellen erreicht. (Physic. Rev. [2] 69. 701. 1/15. 6. 1946. Columbia Univ., Columbia Radiation Labor.)

E. REUBER. 81

Simon Sonkin, *„Dornenkronen“-Abstimmung von Magnetrons*. Eine mechan. Verstimmung eines Magnetrons um 10% ist mit einer Stiftenordnung (Dornenkronen) möglich, die in die Anodenhölräume eingeführt wird. Abhängigkeit von Wellenlänge u. Leistung von der Einstellung werden untersucht. (Physic. Rev. [2] 69. 701. 1/15. 6. 1946. Columbia Univ., Columbia Radiation Labor.)

E. REUBER. 81

Laurence E. Dodd, *Das Spirotron*. Das Spirotron soll, ähnlich wie das rückwärts betriebene Cyclotron, sehr schnelle Teilchen abbremsen können. Durch eine Zus. mehrerer

Spirotrons, deren Achsen bestimmte Winkel miteinander bilden, müßten sich schnellere Teilchen abbremsen lassen, als dies mit dem „umgekehrten Cyclotron“ wegen der auftretenden Frequenzschwierigkeiten möglich ist. (Physic. Rev. [2] 66. 160. 1/15. 9. 1944. Los Angeles, Univ. of California.)

E. REUBER. 81
Richard F. Post, Das Cavitron, ein Teilchenbeschleuniger für hohe Energien. Bei Resonanzbeschleunigern treten Strahlungsverluste bei hohen Energien nicht in dem Maße auf wie z. B. beim Betatron; relativist. Effekte setzen der Maximalenergie keine Grenze. Daher wird zur Erreichung sehr hoher Energien ein Hohlraumresonator mit langsam anwachsendem Magnetfeld, das ohne jedes Eisen erzeugt wird, vorgeschlagen. Wegen des kleinen Bahndurchmessers ist ein starkes Magnetfeld u. damit (bes. wegen des fehlenden Eisens) eine sehr hohe Stromstärke erforderlich; daher soll die ganze App. in fl. Wasserstoff oder Stickstoff gekühlt werden, wodurch gleichzeitig die OHMSchen Verluste der Feldwindungen herabgesetzt u. der Gütefaktor des Resonators erhöht werden. Die Vorgänge im Resonator u. die Methoden zur Erzeugung der starken Stromimpulse für die Feldwindungen werden beschrieben. Zur Konstruktion einer 500-MeV-App. wurden Berechnungen angestellt. (Physic. Rev. [2] 69, 126—27. 1/15. 2. 1946. Washington, D. C., Naval Res. Labor.)

E. REUBER. 81
C. J. Calbick, Energieverteilung der Elektronen in dichten Elektronenstrahlen. Ein in einen Behälter mit Äquipotentialwänden eingeschossener Elektronenstrahl bekommt durch die Raumladungen eine ungleichförmige Potentialverteilung, die mit dem Strom wächst u. den Strahl schließlich instabil werden läßt. Der maximal mögliche Strahlstrom wird als Funktion des Strahldurchmessers u. des Wandpotentials berechnet. (Physic. Rev. [2] 65. 353. 15/6. 1944. Bell Telephone Laborr.)

PIELOW. 81
J. R. Pierce, Stabile Grenzströme in Elektronenstrahlen bei Anwesenheit von Ionen. Wird ein Elektronenstrahl bestimmter Energie in den Raum zwischen zwei Gittern geschossen, so gibt es bei Anwesenheit von Ionen einen bestimmten Strahlstrom, oberhalb dessen der Strahl instabil wird, selbst wenn die negativen Raumladungen neutralisiert werden. (Physic. Rev. [2] 65. 353. 15/6. 1944. Bell Telephone Laborr.)

PIELOW. 81
J. C. Slater, Mikrowellenelektronik. Der Bericht gibt eine vorläufige u. sehr gedrängte Übersicht über die in den USA. seit Kriegsbeginn erfolgte Entw. der theoret. Grundlagen u. Methoden der Ultrakurzwellentechnik, die speziell am Beispiel von Klystron u. Magnetron illustriert werden. (Rev. mod. Physics 18. 441—512. Okt. 1946. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol.)

SCHOENECK. 81
J. Halpern, E. Everhart, R. A. Rapuano und J. C. Slater, Vorläufige Untersuchungen zur Planung eines Mikrowellenlinearbeschleunigers. Probleme der Anpassung eines Magnetron-Impulsenders an einen Hohlleiter, der Herst. fester Phasenbeziehungen zwischen mehreren Magnetronsendern u. der Zusammenkopplung mehrerer Hohlraumresonatoren wurden im Mikrowellenbereich studiert. Es gelang, 70% der Leistung eines 2800 MHz-Magnetrons mit Impulsspitze von 1 Million W (auf 2 μ Sek.) einem Hohlraum zuzuführen. Dabei treten an einem 5-cm-Spalt Spannungen von ca. 2 Millionen V auf. (Physic. Rev. [2] 69. 638. 1/15. 6. 1946. Massachusetts Inst. Technol.)

W. MAIER. 81
J. H. Manley, L. J. Haworth und E. A. Luebke, Fortschritte in Ionenbeschleunigungs-röhren. Es wird eine stabile künstliche Neutronenquelle beschrieben. Unter Benutzung der D-D-Rk. ergaben Targetströme von mehr als 200 Mikroamp bei einer Beschleunigungsspannung von etwas über 300 kV eine Neutronenausbeute, die äquivalent 10 g Ra-Be ist. Es wurde gefunden, daß die Spannungsstabilität bei diesen Strömen sehr verbessert wird durch Verwendung von speziellen Diaphragmen u. daß zur Aufrechterhaltung einer Eistarget aus schwerem W. ein spezielles Kühlungssyst. notwendig ist. Von den verschied. Methoden der Unterbrechung des Ionenstrahls zur Erzeugung der Neutronenimpulse wurde die elektrostat. Ablenkung angewendet. (Rev. sci. Instruments 12. 587—90. Dez. 1941. Urbana, Ill., Univ., Dep. of Phys.)

GOTTFRIED. 82
G. Breit, Schematische Behandlung der Kernresonanzen. Vf. hat ein schemat. Modell eines Kernumwandlungsprozesses unter besonderer Berücksichtigung folgender Gesichtspunkte untersucht: 1. Die Definition des zusammengesetzten Zustandes soll unabhängig von der Einführung eines Kernradius geschehen, 2. Berücksichtigung des Schranken-effektes bei den Umwandlungswahrscheinlichkeiten, 3. Vgl. der äquivalenten Kernumwandlungswahrscheinlichkeiten mit den Resonanzzeiten. Es wird gezeigt, daß eine Definition des zusammengesetzten Zustandes ohne die Hilfe eines willkürlich zugeordneten Kernradius gegeben werden kann. Die Darst. der Dämpfungskonstanten wird angegeben. In diesem Modell können die Wirkungsquerschnitte durch Determinanten mit einer endlichen Zahl von Zeilen u. Spalten ausgedrückt werden. Die Relation zwischen der Resonanzbreite u. der Umwandlungswahrscheinlichkeit, die auch in die Form einer Dispersionsformel transformiert wird, ist exakt für den Fall des isolierten Niveaus an-

gegeben. Zum Schluß wird noch die explizite Lsg. für einen speziellen Fall hergeleitet. (Physic. Rev. [2] 69. 472—88. 1/15. 5. 1946. Madison, Wis., Univ.) LIERMANN. 83

K. Nikolski, *Über den isotopischen Spin*. Kurze theoret. Diskussion über die möglichen Kern-Wechselwirkungen bei Beschreibung mit Spin u. isotop. Spin. (Physic. Rev. [2] 67. 366. 1/15. 6. 1945. Moskau, Akad. der Wiss. der UdSSR.) STAGE. 83

F. Bloch, *Kerninduktion*. (Vgl. JACOBSON, C. 1949. II. 834.) Die magnet. Kernmomente haben in n. Materie (nicht Molekularstrahlen!) nach Einstellung des Gleichgewichts in einem konstanten magnet. Feld eine paramagnet. Polarisation zur Folge. Es wird gezeigt, daß ein zum konstanten Feld senkrecht Hochfrequenzfeld eine erzwungene Präzession der Gesamtpolarisation um das konstante Feld verursacht. Die Zusammenhänge zwischen den Stärken, Winkeln u. Frequenzen der Felder werden dargelegt. Es entsteht eine auf dem konstanten u. dem Hochfrequenzfeld senkrechte Komponente der Kernpolarisation, die unter n. Laboratoriumsbedingungen meßbare Spannungen induzieren kann. Diese Kerninduktion wird besprochen, wenn nur der Einfl. äußerer Felder in Betracht gezogen wird; dann werden die Veränderungen beschrieben, die von inneren Feldern u. endlichen Relaxationszeiten herrühren. Am Schluß werden die Anwendungsgebiete für die Methoden der Molekularstrahlen u. der Kerninduktion abgegrenzt. Es wird eine ganze Reihe von Problemen angeführt, die durch die neuen elektromagnet. Effekte einer bequemen Bearbeitung zugänglich werden. (Vgl. auch C. 1946. I. 840.) (Physic. Rev. [2] 70. 460—74. 1/15. 10. 1946. Stanford Univ.) SCHOENECK. 83

E. M. Purcell, *Die Wahrscheinlichkeit der spontanen Emission im Bereich der Rundfunkfrequenzen*. Die Wahrscheinlichkeit der spontanen Emission ist für Übergänge des kernmagnet. Momentes im Gebiet der Rundfunkfrequenzen zu klein (für 300° K, $\nu = 10^7 \text{ sec}^{-1}$, $\mu = 1$ Kernmagneton wird die entsprechende Relaxationszeit $5 \cdot 10^{21} \text{ sec}$), um das Syst. in das therm. Gleichgewicht zu bringen. Für ein mit einem Resonanzverstärker gekoppeltes Syst. wird das Gleichgewicht für $\nu = 10^7 \text{ sec}^{-1}$ in der Größenordnung von Minuten erreicht. (Physic. Rev. [2] 69. 681. 1/15. 6. 1946. Harvard Univ.) STAGE. 83

M. A. Preston, *Die Kernradien der natürlichen α -Strahler*. Die nach BETHE (Rev. mod. Physics 9. [1937.] 161) berechneten Kernradien der natürlichen α -Strahler werden einer krit. Betrachtung unterzogen u. mit Berechnungen des Vf. in Anlehnung an SEEL (Z. Physik 81. [1933.] 163) verglichen. In Tabellenform werden die BETHEschen Werte u. die neuen Werte einander gegenübergestellt. Es sind angegeben Kernradius, Zerfallsenergie, Zerfallskonstante u. die Tiefe des Potentialtopfes. (Physic. Rev. [2] 69. 585. 1/15. 5. 1946. Toronto, Canada, Univ., Dep. of Mathematics.) O. ECKERT. 83

M. Goldhaber, *Die Breite der Kernbereiche*. Unter Berücksichtigung der maximalen γ -Strahlbreite, welche in der Vergangenheit unterschätzt wurde, ergibt sich, daß bei 2—3 MeV Erregungsenergie verschied. Stadien mit Breiten in der Größenordnung von einigen eV auftreten im Gegensatz zu den früher ermittelten von 10^{-3} eV (BETHE, C. 1937. II. 2484). Es wird das Vorhandensein einiger langsamer Neutronengruppen von großer Breite vermutet. Der größere Wert des Strahlungsbereichs bringt die BOHRsche Theorie der Kernrk. in bessere Übereinstimmung mit den Experimenten. (Physic. Rev. [2] 68. 99. 1/15. 8. 1945. Univ. of Illinois.) KUNZE. 83

M. L. Pool, *Monochromatische Kernelektronenquellen*. Unter den bisher synthetisierten ca. 300 radioakt. Kernen emittieren einige Elektronen in einem schmalen Energiebereich. Die meisten Kerne emittieren jedoch auch ein kontinuierliches β -Spektrum. Die erwähnten wenigen Kerne sind ident. mit denen mit inneren Kern- γ -Strahlumwandlungen. Der Koeff. der inneren Umwandlung soll dabei nahe 100% sein. Monochromat. Elektronenbanden zwischen 50 u. 300 keV können von gewissen Kernen mit Halbwertszeiten von einigen Monaten erzeugt werden. Einzelheiten über die Isotope ^{205}Pb , ^{202}Tl , ^{133}Ba u. ^{135}Ba werden in der Originalarbeit mitgeteilt. Anwendungsmöglichkeiten sind beim Elektronenmikroskop, bei Elektronenstreuung u. Spezialradiatoröhren möglich. (Physic. Rev. [2] 65. 353. 15/6. 1944. Ohio, State Univ.) STEIL. 83

M. Goldhaber, *Strahlungsweite hochregter Kerne*. Die Erscheinung eines breiten, niedrigen Energiebandes bei mittelschweren Kernen (^{121}Sb) ist schwer in Übereinstimmung zu bringen mit der bei langsamen Neutronen gefundenen scharfen Resonanz. Es erscheint notwendig, für mittelschwere Kerne den Resonanzzustand formal eher als besonderen Zustand der Kombination $Z^M + n$ anzusehen als als einen der vielen Zustände des hochregten Kernes $Z^M + l$. Bei dieser Annahme müssen viele experimentellen Ergebnisse neu diskutiert werden; bes. die empir. Regel, daß scharfe Resonanzzustände ausschließlich bei Kernen mit ungerader Massenzahl gefunden werden, erscheint in neuer Bedeutung. Bei einem ungeradzahligen Kern ist die magnet. Einw. auf ein Neutron in der Stärke vergleichbar mit der für Neutronenresonanz gefundenen Energie. Bei geradzahligen Kernen fehlt diese Einw. gewöhnlich. Dieser Zusammenhang deutet darauf hin,

daß der Einfl. der magnet. Kräfte auf die Lage u. Breite des Resonanzzustandes von Bedeutung sein muß. (Physic. Rev. [2] 67. 59. 1/15. 1. 1945. Univ. of Illinois.) KUNZE. 83

E. Feenberg und H. Primakoff, *Über die Möglichkeit einer „bedingten“ Sättigung im Kern.* Am Beispiel des Zusammentretens von 90 D-Atomen zu einem einzigen Th-Atom ($Z = 90$; $A = 180$) wird der Zustand der „bedingten“ Sättigung (mit großer Lebensdauer) erläutert u. es werden die möglichen Zusammenschlüsse zu schweren Kernen mit nachfolgender γ - oder Nucleonenemission diskutiert, wobei darauf hingewiesen wird, daß vor allem bei den auf der Erde selten auftretenden Elementen solche Zusammenschlußatome („collapsed“ nuclei) vorkommen sollten, vielleicht auch unter den Transuranen. (Physic. Rev. [2] 70. 980—81. 1/15. 12. 1946. St. Louis, Mo., Washington Univ.) STAGE. 83

W. Y. Chang, *Über Regelmäßigkeiten bei den Energieniveaus der leichten Kerne.* Es wird festgestellt, daß in jeder der Kernserien $4n$, $4n+2$, $4n \pm 1$ Kerne mit demselben Wert der Isotopenzahl $N-Z$ ähnliche Energieniveausysteme besitzen u. daß die Niveauverteilung eine strenge Abhängigkeit von den Werten von $N-Z$ aufweist. Die Niveaus können beschrieben werden durch $E = a \cdot s - b/s$ (a, b für jede Gruppe charakterist. Konstante, s eine ganze Zahl), wobei der erste Term den Beitrag der Kernteilchen ohne gegenseitige Wechselwrkg., der zweite Term nur die Wechselwrkg. berücksichtigt. Die Ergebnisse gelten unterhalb der Dissoziationsenergie; oberhalb derselben nehmen die Energien mit größerer Massenzahl ab, wie theoret. zu erwarten war. (Physic. Rev. [2] 65. 352. 15/6. 1944. Princeton, Univ.) STAGE. 83

Helmut Volz, *Anregungsstufen der leichten Atomkerne.* Zusammenfassung der experimentellen Ergebnisse über Kernprozesse bei Kernen bis ^{41}Ca sowie der Untersuchungsmethoden. — 192 Literaturzitate. (Ergebn. exakt. Naturwiss. 21. 208—61. 1945.)

KIRSCHSTEIN. 83

Marcellus L. Wiedenbeck, *Die Lebenszeit metastabiler Zustände.* Es werden die bekannten Daten von 40 metastabilen Kernzuständen aufgetragen u. mit der Theorie verglichen. Mit 4 Ausnahmen liegen alle Punkte nahe auf Parallelen, wenn $\log \lambda$ (sec^{-1}) gegen $\log E$ (MeV) aufgetragen wird. Diese empir. Linien liegen im Bereich der BETHEschen Formel für Spinänderungen von 4 u. 5 Einheiten. Die Übereinstimmung ist noch besser, wenn die Korrektur für innere Umwandlung angebracht wird. Die Übereinstimmung mit der Beziehung von HEBB u. UHLENBECK (C. 1939. I. 4282) ist weniger gut. (Physic. Rev. [2] 69. 47. 1/15. 1. 1946. Notre Dame, Univ.) STEEL. 83

M. H. Kurbatov und J. D. Kurbatov, *Klassifizierung der stabilen Kerne durch Teilchen mit den Massenzahlen drei und vier.* Die Klassifizierung der stabilen Kerne soll den Bedingungen genügen, daß 1. die Differenz zwischen den Isotopenzahlen der Gruppen konstant u. 2. die Massenzahl des letzten Kernes einer Gruppe nicht größer als die Massenzahl des ersten Kernes der folgenden Gruppe sein soll. Diese Klassifizierung gelingt durch Betrachtung des Aufbaues der Kerne durch Addition der Gruppen $(2p2n)$, $(p2n)$ u. $(n2p)$. (Physic. Rev. [2] 65. 351. 15/6. 1944. Ohio State Univ.) STAGE. 83

J. D. Kurbatov, *Abweichungen bei der Klassifizierung der stabilen Kerne.* Es wird über Abweichungen von empir. Regeln für die Klassifizierung stabiler Kerne berichtet, wonach die Massenzahl des letzten Kernes einer Gruppe nicht größer sein sollte als die Massenzahl des ersten Kernes der folgenden Gruppe. (Physic. Rev. [2] 65. 351. 15/6. 1944. Ohio State Univ.) STAGE. 83

J. M. Jauch, *Über die unelastische Photodissoziation des Deutons.* Die Arbeit behandelt einen möglichen Prozeß, der einen einfachen Beweis der Existenz des erregten Zustands der Kerne liefert, den unelast. Photoeffekt des Deutons. Wenn das Deuton mit 100 MeV γ -Strahlen bestrahlt wird, die mit dem Betatron oder ähnlichen Einrichtungen erregt werden, dann kann man zusätzlich zu der n. Photodissoziation gewisse Dissoziationsteile mit der Erregung eines der Kernteilchen beobachten. Durch Geschwindigkeitswechsel werden mit solchen Protonen beträchtlich stärkere Ionisationen in der WILSON-Kammer erzeugt. Der erregte Zustand der Kerne hat eine sehr kurze Lebensdauer wegen der Erregung einer magnet. Dipolstrahlung. Aus der Berechnung der Wirkungsquerschnitte solcher Prozesse werden wertvolle Aufschlüsse über die Eig. von Kernen abgeleitet. (Physic. Rev. [2] 69. 275—85. 1/15. 4. 1946. Princeton, N. J., Univ.) KUNZE. 83

Gordon A. R. Graham und Hans Halban jr., *Über die Winkelverteilung der Neutronen beim Photozerfall des Deutons.* Eine 200 Millicurie-Ra-Th-Quelle wird in die Nähe einer kleinen Kugel schweren W. gebracht. Die relative Intensität der Photoneutronen zur γ -Intensität wird bei 0, 90 u. 180° gemessen. Unter der Annahme, daß die Winkelverteilung durch eine kugelsymm. Komponente u. ein Glied mit \sin^2 beschrieben werden kann, wird der Querschnitt für die kugelsymm. Komponente zu $(3,9 \pm 0,12) \cdot 10^{-26}$ cm² bestimmt. (Rev. mod. Physics 17. 297—304. April/Juli 1945. New York, N. Y., Ecole Libre des Hautes Études.) O. ECKERT. 83

Mu-Hsien Wang, *Berechnung der Bindungsenergien des ^3H und ^4He mit einem neuen Potential.* Mit der näherungsweise Zurückführung der Berechnung der Bindungsenergien des ^3H u. ^4He auf ein äquivalentes Zweikörperproblem werden die Werte 7,30 MeV für ^3H u. 15,1 MeV für ^4He gegenüber den experimentellen Werten 8,3 MeV bzw. 27,8 MeV erhalten. Die Divergenz mit wachsender Nucleonenzahl zwischen den auf diese Weise errechneten u. den gemessenen Bindungsenergien zeigt die Unbrauchbarkeit der Meth, für größere Nucleonenzahlen. (Physic. Rev. [2] 70. 492—94. 1/15. 10. 1946. Meitan. Kweichow, China, National Univ. of Chekiang, Dep. of Phys.) STAGE. 83

S. Rubin, *Anregungsenergie des angeregten ^7Li .* Die Anregungsenergie des unteren angeregten Zustands von ^7Li wurde durch Vgl. der γ -Strahl-Absorptionskoeffizienten in Pb des angeregten ^7Li mit der vom ^{13}N durch emittierte Positronen ausgehenden Vernichtungsstrahlung erhalten. Der Absorptionskoeff. war für die benützte ^7Be -Quelle $1,57 \pm 0,015 \text{ cm}^{-1}$ u. für die Vernichtungsstrahlung $1,40 \pm 0,03 \text{ cm}^{-1}$, woraus die Energie der ^7Li -Strahlung zu $476 \pm 10 \text{ keV}$ berechnet wurde, in guter Übereinstimmung mit dem Wert von ZLOTOWSKI u. WILLIAMS (Physic. Rev. [2] 62. [1942.] 29). (Physic. Rev. [2] 69. 134—35. 1/15. 2. 1946. California Inst. of Technol.) STEIL. 83

Harold Argo, Arthur Hemmendinger, Howard Kratz, Roland Perry, Ruby Sherr, Richard Taschek und Dudley Williams, *Die Reaktionskonstanten der Reaktion $^7\text{Li}(p,n)^6\text{He}$.* Es werden der Reaktionsquerschnitt u. die Winkelverteilung der Neutronen im Bereich von 1,90—2,50 MeV in Abhängigkeit von der Protonenenergie bestimmt. (Physic. Rev. [2] 70. 102. 1/15. 7. 1946. Los Alamos Labor.) O. ECKERT. 85

Marcellus L. Wiedenbeck, *Neutronenausbeuten aus dem Photo- und Elektronenzerfall von Beryllium.* Die Neutronenausbeute in Abhängigkeit von der γ -Strahlenenergie u. der Elektronenenergie bei den Prozessen $\text{Be}(\gamma,n)$ u. $\text{Be}(e,n)$ wird bestimmt u. graph. dargestellt. Der Reaktionsquerschnitt für die letztere Rk. wird als Funktion der Elektronenenergie dargestellt. (Physic. Rev. [2] 69. 235. 1/15. 3. 1946. Notre Dame, Ind., Univ. of Notre Dame, Dep. of Phys.) O. ECKERT. 85

Leo Seren, W. E. Moyer und W. Sturm, *Absorptionskurve der β -Strahlen aus ^{31}P und der Querschnitt für die Erzeugung durch langsame Neutronen.* Die Absorptionskurve der β -Strahlen des ^{31}P wird gemessen u. eine Endpunktenergie von ungefähr 3,3 MeV gefunden. Als Querschnitt für die Aktivierung von ^{16}O durch langsame Neutronen wird $2,2 \cdot 10^{-28} \text{ cm}^2$ u. für gewöhnlichen Sauerstoff $4,4 \cdot 10^{-31} \text{ cm}^2$ bestimmt. (Physic. Rev. [2] 70. 561. 1/15. 10. 1946. Chicago, Ill., Univ. of Chicago, Metallurgical Labor.) O. ECKERT. 85

E. T. Clarke und J. W. Irvine, *Anregungsfunktionen beim Beschuß von Natriumbromid mit 14 MeV-Deutonen.* Die Anregungsfunktionen zur Erzeugung der radioakt. Isotopen ^{24}Na (14,8 h), ^{82}Br (34 h) u. Kr (34 h) werden beim Beschuß von NaBr-Filmen gemessen. Die Rk. $^{81}\text{Br}(d,p)^{82}\text{Br}$ beginnt bei 3 MeV, erreicht den maximalen Wirkungsquerschnitt von $3,8 \cdot 10^{-26} \text{ cm}^2$ bei 8,5 MeV u. nimmt mit wachsender Deutonenenergie wieder ab. Die Rk. $^{23}\text{Na}(d,p)^{24}\text{Na}$ zeigt das gleiche Verh.: Beginn 1 MeV; maximaler Wirkungsquerschnitt $4,7 \cdot 10^{-26} \text{ cm}^2$ bei 6 MeV. Die Rk. $\text{Br}(d,2n)\text{Kr}$ zeigt einen deutlichen Schwellwert bei 5,3 MeV u. steigt in ihrer Häufigkeit linear mit der Deutonenenergie. (Physic. Rev. [2] 65. 352. 15/6. 1944. Massachusetts Inst. of Technol.) STAGE. 85

E. T. Clarke und John W. Irvine jr., *Kernanregungsfunktionen.* I. Mitt. $^{23}\text{Na}(d,p)^{24}\text{Na}$, $^{81}\text{Br}(d,p)^{82}\text{Br}$ und $\text{Br}(d,2n)\text{Kr}$. Ausführliche Mitt. der vorst. referierten Arbeit. (Physic. Rev. 66. 231—41. 1/15. 11. 1944. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol., Dep. of Phys. and Dep. of Chem.) STAGE. 85

Marcellus L. Wiedenbeck, *Die Kernanregung des Rhodiums.* Die bereits beim Beschuß von Rh mit Neutronen aus der D-D-Rk. beobachtete weiche γ -Strahlung mit 48 ± 5 Min. Halbwertszeit wird auch bei der Bestrahlung des ^{103}Rh mit Röntgenstrahlen u. 2,5 MeV-Elektronen gefunden. Absorptionsverss. an den durch die γ -Strahlung aus der Hülle ausgeschlagenen Elektronen zeigen, daß die γ -Energie zwischen dem Wert der Bindungsenergie der K-Elektronen im Rh u. einem höchstens 30 keV höher liegenden Wert, wahrscheinlich zwischen 30 u. 50 keV liegt. Das würde dann auf das niedrigste bisher überhaupt beobachtete metastabile Anregungsniveau schließen lassen. (Physic. Rev. [2] 67. 267—68. 1/15. 4. 1945. Notre Dame, Ind., Univ., Dep. of Phys.) STAGE. 85

L. Infeld und A. E. Schild, *Eine neue Annäherung an eine kinematische Kosmologie.* Teil B. Im Teil A (vgl. C. 1945. II. 1709) wurden die möglichen kosmog. Gegebenheiten untersucht. Im vorliegenden Teil B werden das Verh. der Gleichungen der Elektrodynamik u. der DIRACschen Gleichungen in verschied. kosmog. Räumen u. ihre Transformations-eigg. geprüft. (Physic. Rev. [2] 70. 410—25. 1/15. 9. 1946. Toronto, Canada, Univ. of Toronto, Dep. of Mathematics.) SCHOENECK. 134

Max Wyman, *Zustandsgleichungen für radialsymmetrische Verteilungen von Materie*. Durch Verallgemeinerung der Grundannahmen wird man zu 3 möglichen Kosmologien geführt; eine entspricht dem Modell des homogenen Universums, die beiden anderen sind neu. (Physic. Rev. [2] 70. 396—400. 1/15. 9. 1946. Edmonton, Alberta, Canada, Univ. of Alberta.) SCHOENECK. 134

S. Chandrasekhar, *Über eine neue Theorie von Weizsäcker über den Ursprung des Sonnensystems*. Vf. referiert ausführlich die Arbeit von v. WEIZSÄCKER (C. 1944. II. 618) u. hebt ihre grosse Bedeutung hervor. (Rev. mod. Physics 18. 94—102. Jan. 1946. Williams Bay, Wis., Yerkes Observatory.) KIRSCHSTEIN. 134

P. L. Bhatnagar und D. S. Kothari, *Druckionisation und größter Radius für einen kalten Körper*. Der Ionisationsgrad in entarteter Materie hängt wesentlich vom Druck oder von der D. des Stoffes ab. Die bei der Ionisierung schwerer, durch die Uranspaltung gelieferter Ionen gewonnenen Resultate können leicht dazu verwendet werden, den Ionisationsgrad in entarteter Materie zu bestimmen. Die so gefundenen Ergebnisse dienen dazu, die M.-Radius-Beziehung für kalte Sterne aufzustellen. In den Rechnungen wird angenommen, daß die Materie aus Eisen besteht. Als kalt wird ein Stoff betrachtet, wenn die freien Elektronen in ihm ein entartetes Gas bilden. (Proc. nat. Inst. Sci. India 8. 377—82. 23/12. 1942. Delhi, Univ.) SCHOENECK. 134

N. R. Sen, *Beitrag zur Theorie von Sternmodellen*. Früher von CHANDRASEKHAR (vgl. Z. Astrophysik 14. [1937.] 164) betrachtete Sternmodelle werden im Hinblick darauf, ob sie endliche Ausdehnungen u. Massen liefern, u. hinsichtlich ihrer Stabilitätsbedingungen untersucht. (Proc. nat. Inst. Sci. India 8. 339—60. 23/12. 1942.) SCHOENECK. 134

L. Biermann, *Neuere Fortschritte der Theorie des inneren Aufbaues und der Entwicklung der Sterne*. Während im ersten Teil der Sternaufbau vom thermodynam. Standpunkt aus betrachtet wird, ist der zweite Teil den Energiequellen, d. h. den Kernreaktionscyclen, u. den neuesten Entwicklungstheorien (v. WEIZSÄCKER) gewidmet. (Ergebn. exakt. Naturwiss. 21. 1—49. 1945.) KIRSCHSTEIN. 134

S. Chandrasekhar, *Die Bildung von Absorptionslinien in einer sich bewegenden Atmosphäre*. Mathemat. Behandlung des obigen astrophysikal. Problems. (Rev. mod. Physics 17. 138—56. April/Juni 1945. Williams Bay, Wis., Univ. of Chicago, Yerkes Observatory.) GOTTFRIED. 134

S. Chandrasekhar, *Die negativen Ionen von Wasserstoff und Sauerstoff in Sternatmosphären*. Vf. weist darauf hin, daß die Intensitätsverteilung der kontinuierlichen Strahlung der Sonne u. der Sterne („graue Körper“) zum Teil durch die Anwesenheit von H⁻-Ionen erklärt werden kann u. gibt eine Zusammenfassung aller bisherigen theoret.-physikal. Berechnungen über dieses Ion, bes. die Berechnung des Kontinuums-Absorptionskoeff. von H⁻. Die gefundene spektrale Verteilung stimmt mit der Beobachtung überein. Ferner werden die bisherigen theoret. u. experimentellen Befunde für die Anwesenheit von O⁻-Ionen in Sternatmosphären zusammengestellt. (Rev. mod. Physics 16. 301—06. Juli/Okt. 1944. Williams Bay, Wis., Univ. of Chicago, Yerkes Observ.) A. REUTER. 134

C. K. Jen, K. T. Chow, Y. T. Lo und C. C. Kuan, *Eine Beobachtung der Ionosphäre während der Sonnenfinsternis am 20. Juli 1944*. Aus Messungen des Echos von Radiowellen kann auf eine starke Abnahme der Absorption mit Bezug auf die E-Reflexion während der Finsternis geschlossen werden. (Physic. Rev. [2] 66. 226. 1/15. 10. 1944. Kuming, China, National Tsing Hua Univ., Radio Res. Inst.) GOTTFRIED. 134

Nolan R. Best, Eric Durand, Donald I. Gale und Ralph J. Havens, *Druck- und Temperaturmessungen in der oberen Atmosphäre*. Okt. 1946 wurden mit V2-Raketen über New-Mexico Druck- u. Temperaturmessungen durchgeführt in Höhen bis zu 90 km über dem Meeresspiegel. Die in der Rakete eingebauten Anzeigergeräte zeigten gute Übereinstimmung untereinander. Im sonst stetigen Verlauf zeigte die von der V2 aufgezeichnete Luftdruckkurve nur eine Ausbuchtung, als die Rakete annähernd Schallgeschwindigkeit besaß. Die Spitzenhöhe betrug 108 ± 2 Meilen. Die gemessenen Temp. an der Raketenwand stiegen bis zu 180°. (Physic. Rev. [2] 70. 985. 1/15. 12. 1946. Washington, D. C., Naval Res. Labor.) ROEDEB. 134

Ta-You Wu, *Über das Vorkommen von atomarem Stickstoff in der oberen Erdatmosphäre*. Die Abwesenheit gewisser Linien des N I im Spektr. des Nachthimmels sowie das Nichtvorhandensein von kontinuierlicher Absorption, die zu der Dissoziation von N₂ führt, ist kein Kriterium gegen die Anwesenheit von atomarem N in der oberen Erdatmosphäre. Diskutiert werden die relativen Dichten der E- u. F-Schichten; es wird gezeigt, daß die Beobachtungen hoher D. in der F-Schicht ebenfalls mit der Existenz von atomarem N verträglich sind. (Physic. Rev. [2] 66. 65—67. 1/15. 8. 1944. Peking, National Univ., Dep. of Phys., and Kuming, Acad. Sci. Inst. of Astronomy.) GOTTFRIED. 134

George Glockler und Jo-Yun Tung, *Kraftkonstanten dreiatomiger Moleküle*. Der allg. Ausdruck für die potentielle Energie des dreiatomigen Mol. XYZ enthält 6 Kraftkonstanten, von denen nur 3 aus den 3 experimentell bestimmten Grundfrequenzen berechnet werden können. Für das gleichschenklige dreiatomige Mol. YX_2 red. sich die Zahl der Kraftkonstanten auf 4. Wie ausführlich gezeigt wird, sind die Realwerte dieser 4 Konstanten nicht unabhängig voneinander, sondern durch bestimmte Beziehungen miteinander verknüpft, so daß ihre empir. Ermittlung möglich wird. Die Anwendung auf isotop. Moll. wird behandelt. (J. chem. Physics **13**. 388—96. Okt. 1945. Iowa City, Ia., State Univ. of Iowa, Dep. of Chem. and Chem. Engng.) SCHOENECK. 137

Samuel Silver und Earle S. Ebers, *Rotationsschwingungsenergien ebener ZXY_2 -Moleküle*. 1. Mitt. *Die Schwingungsformen und -frequenzen*. Mit dem Ziel, später Unstimmigkeiten in der Berechnung der Formaldehydspektren aufzuklären, werden die Normalkoordinaten u. -frequenzen ebener Moll. ZXY_2 unter Verwendung der allgemeinsten mit der Symmetrie verträglichen Potentialfunktion entwickelt. Alle Frequenzen sind nicht-entartet. (J. chem. Physics **10**. 559—64. Sept. 1942. Columbus, O., Ohio State Univ., Mendenhall Labor. of Phys.) SCHOENECK. 137

Samuel Silver, *Rotationsschwingungsenergien ebener ZXY_2 -Moleküle*. 2. Mitt. *Die quantenmechanische Hamilton-Funktion und die Energiewerte*. (1. vgl. vorst. Ref.) Die NIELSENSche Behandlung der Translations- u. Rotationsenergien eines allg. vielatomigen Mol. wird auf ein ebenes Mol. vom Typ ZXY_2 angewendet. Es werden spezielle Probleme betrachtet, die mit der Deutung des Formaldehydspektr. zusammenhängen. (J. chem. Physics **10**. 565—74. Sept. 1942. Columbus, O., Ohio State Univ., Mendenhall Labor. of Phys.) SCHOENECK. 137

W. H. Shaffer und R. C. Herman, *Das tetraedrische X_2YZ_2 -Molekülmodell*. 1. Mitt. *Das klassische Schwingungsproblem*. Die Arbeit hat den Zweck, eine Grundlage für die Deutung der RAMAN- u. Infrarotspektren tetraedr. X_2YZ_2 -Moll. zu schaffen. Der vorliegende 1. Teil beschäftigt sich mit der rein schwingungsmäßigen Seite des Problems u. enthält Diskussionen der mol. Symmetrie, charakterist. Schwingungsformen u. Potentialfunktionen. Für CH_2D_2 werden explizite Beziehungen zwischen den in der Säkulardeterminante auftretenden verallgemeinerten Kraftkonstanten u. den Valenzkraftkonstanten abgeleitet. (J. chem. Physics **12**. 494—503. Dez. 1944. Columbus, O., Ohio State Univ., Mendenhall Labor. of Phys. u. Silver Spring, Md., Johns Hopkins Univ., Applied Phys. Labor.) SCHOENECK. 137

W. H. Shaffer und R. C. Herman, *Das tetraedrische X_2YZ_2 -Molekülmodell*. 2. Mitt. *Rotationsschwingungsenergien*. (1. vgl. vorst. Ref.) Die quantenmechan. Berechnung der Rotationsschwingungsenergien des X_2YZ_2 -Modells wird bis zur Näherung zweiter Ordnung durchgeführt. Die HAMILTON-Funktion wird aufgestellt u. der Schwingungsterm als Funktion der Anharmonizität, CORIOLIS-Parameter usw. abgeleitet. Wie in den C. 1942. I. 1596 referierten Arbeiten werden auch die Elemente der Säkulardeterminante zur Berechnung des Rotationsterms angegeben u. Auswahlregeln diskutiert. (J. chem. Physics **13**. 83—88. Febr. 1945. Columbus, O., Ohio State Univ., Mendenhall Labor. of Phys.) A. REUTER. 137

George Glockler und H. T. Baker, *Polarisationsmessungen an Ramanlinien*. Die zur Best. des Depolarisationsgrades von RAMAN-Linien benutzte App. arbeitet mit einem Polaroidfilter, das zwischen dem Austrittsfenster des RAMAN-Röhrchens u. dem Spalt des Spektrographen angeordnet ist. Unter konstanten Bedingungen werden zwei Aufnahmen hintereinander gemacht, wobei das Polaroidfilter jeweils um 90° gedreht wird, so daß einmal der senkrechte, zum anderen der parallele Anteil hindurchgeht. Aufnahmen an CCl_4 erweisen die Brauchbarkeit der Anordnung. (J. chem. Physics **10**. 404. Juni 1942. Iowa City, Univ., Dep. of Chem.) GOUBEAU. 137

George Glockler und Harold T. Baker, *Untersuchung des Depolarisationsgrades von Ramanlinien. Eine vereinfachte Bestimmungsmethode*. Zur Best. des Depolarisationsgrades von RAMAN-Linien wurden vor dem Spalt des Spektrographen zwei Polaroidfilme montiert, deren Schwingungsebenen für den elektr. Vektor des Lichtes aufeinander senkrecht standen. Um Fehler durch verschied. Reflexion an den Prismenflächen des Spektrographen zu verhindern, wurden zwischen den Polaroidfilmen u. dem Spalt Glimmerplättchen mit halber Wellenlänge angebracht. Die Anordnung der Quecksilberlampen, der Filter u. des RAMAN-Röhrchens werden ausführlich beschrieben. Der Vorteil des Verf. wird darin gesehen, daß mit einer Belichtung beide Spektren gleichzeitig erzielt werden, so daß alle Schwankungen in den Intensitäten der Quecksilberlampen ausgeschaltet werden. Erprobt wurde es an CCl_4 . (J. chem. Physics **11**. 446—49. Okt. 1943. Iowa City, State Univ.) GOUBEAU. 137

Forrest F. Cleveland, *Methode zur Bestimmung der Depolarisationsfaktoren von Ramanlinien mit Ergebnissen an Tetrachlorkohlenstoff und Toluol*. Die neuentwickelte Meth. zur

Best. der Depolarisationsfaktoren von RAMAN-Linien beruht auf der Anwendung eines Polaroidfilters am Austrittsfenster des RAMAN-Röhrchens, dessen untere Hälfte den senkrechten Anteil u. dessen obere Hälfte den parallelen Teil hindurchläßt. Das Filter wird mittels einer Linse scharf auf den Spektrographenspalt abgebildet. Korrekturen für die wirkliche oder scheinbare Polarisation des Spektrographen, für die durch die verschied. Belichtungszeiten von RAMAN-Spektren u. Schwärzungsmarken bedingten Schwärzungsfehler u. Konvergenzfehler werden angebracht. Die Leistungsfähigkeit des Verf. wird an CCl_4 u. Toluol erprobt. Die Ergebnisse stimmen mit den besten bisherigen Messungen überein. Durch eine Fehlerdiskussion wird gezeigt, daß Linien mit einem Depolarisationsgrad über 0,78 als depolarisiert betrachtet werden können. (J. chem. Physics 13. 101—06. März 1945. Chicago, Ill., Inst. of Technol.) GOUBEAU. 137

Walter F. Edgell, *Intensität und Polarisation von Ramanlinien und die Form von Molekülschwingungen*. Der Autor wendet sich gegen eine Feststellung von ELIASCHEWITSCH (JELJASCHEWITSCH) u. WOLKENSTEIN (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N. S.] 41. [1943.] 366), daß die Polarisierbarkeit einer einzelnen Bindung nur vom Abstand abhängig sei u. nicht von den Valenzwinkeln. Das bisherige experimentelle Material genügt nicht als Beweis. Weiterhin wird Stellung genommen gegen die Auffassung der gleichen Autoren, daß die Kraftkonstanten der Schwingungsgleichungen keine reale Bedeutung besitzen. (J. chem. Physics 13. 133. März 1945. Iowa City, Univ., Dep. of Chem.) GOUBEAU. 137

Walter F. Edgell, *Intensität und Polarisation von Ramanlinien*. Es wird eine allgültige Gleichung zur Berechnung von Depolarisationsfaktoren u. Intensitäten von RAMAN-Linien aus den Polarisierbarkeiten der Einzelbindungen abgeleitet. Eine wesentliche Vereinfachung dieser Gleichung ergibt sich bei symm. Molekülen. (J. chem. Physics 13. 132. März 1945. Iowa City, Univ., Dep. of Chem.) GOUBEAU. 137

Robert Tréhin, *Experimentaluntersuchung über das Absorptionsband des Ni^{++} -Ions im nahen Ultraviolett für wässrige Lösungen des Nickelsulfats. Pleochroismus der $\text{NiSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ (quadratische) und $\text{NiSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ (orthorhombische) Kristalle*. Von gut gereinigtem Nickelsulfat wurden parallel zu den kristallinen Symmetrieebenen geschnittene Kristalle (I) u. 6 verschied. konz. Lsgg. (II) photograph. im gradlinig polarisierten u. natürlichen Licht photometriert. Bei II ist das BEERsche Gesetz anwendbar; der Extinktionskoeff. k wächst linear mit der Temp., wobei sich der Bandengipfel nach den längeren Wellen hin verschiebt. Rechnet man die bei I u. II erhaltenen k -Werte auf Schichtdicken gleichen Ni^{++} -Geh. um, so ergibt sich eine viel größere Durchlässigkeit für I als für II. Im übrigen erweist sich bei I die Absorption u. die Lage des Bandenmaximums im allg. vom Schwingungszimut sowie von der Fortpflanzungsrichtung derselben abhängig. Die $k = f(\lambda)$ -Kurven für quadrat. I lassen sich aus den analogen der orthorhomb. I durch Verschiebung derselben um 30 Å nach der kurzwelligen Seite hin erhalten. (Ann. Physique [11] 20. 372—90. Juli/Aug. 1945.) WALTER SCHULZE. 138

Bruno H. Zimm, *Molekulartheorie der Lichtstreuung in Flüssigkeiten*. Ausführliche Wiedergabe der C. 1948. II. 463 referierten Arbeit. (J. chem. Physics 13. 141—45. April 1945. New York, N. Y., Columbia Univ., Dep. of Chem.) SCHOENECK. 138

Paul Doty und Herman S. Kaufman, *Die Depolarisation des Streulichtes von Lösungen polymerer Substanzen*. Es wird eine Theorie der Depolarisation des Streulichtes unter besonderer Berücksichtigung der Lsgg. von polymeren Moll. entwickelt. Mittels eines einfachen, auf dem CORNUSchen Prinzip beruhenden App. werden Messungen an Fraktionen von Celluloseacetat, Polyvinylchlorid u. Polystyrol durchgeführt. Die Meßergebnisse werden im Hinblick auf die Anisotropie u. Gestalt der Moll. als Funktion des Mol.-Gew., der Konz. u. des Lösungsm. behandelt. (J. physic. Chem. 49. 583—94. Nov. 1945. Brooklyn, N. Y., Polytechn. Inst., Dep. of Chem.) W. BROSER. 138

Felix Ehrenhaft, *Weitere Beobachtungen über die schneckenförmige Bewegung von Materie im Sonnenlicht*. Mikrophotographien im Sonnenlicht zeigen, daß Flüssigkeitströpfchen u. Teilchen von lichtreflektierenden u. wärmeleitenden Substanzen wie Ag, Cu, Au u. lichtschluckende Stoffe wie C sich auf schneckenförmigen Bahnen mit regelmäßigen Windungsabständen in Richtung von oder zur Lichtquelle bewegen. Auch Schneckenbewegungen senkrecht zur Strahlrichtung kommen vor. Während Tröpfchen von wss. Chlorophyll-Lsg. durch Sonnenlicht eine Anziehung erfahren, bleiben Tröpfchen von dest. W. vom Licht relativ unbeeinflusst. (Physic. Rev. [2] 69. 251—52. 1/15. 3. 1946. New York City.) RITSCHL. 139

Georges Lemaître, *L'Hypothèse de l'atome primitif. Essai de cosmogonie*. Neuchâtel: Editions du Griffon 1946. (203 S.) fr 8.—

W. B. Lewis, *Electrical Counting. With Special Reference to Counting Alpha and Beta Particles*. Cambridge: Univ. Press; New York: Macmillan Co. 1942. (144 S. m. Abb.) 2,50.

Theodore Van Schelven, *Weiss Magnetons as Components of Nuclear and Subnuclear Structures*. Amsterdam: Kosmos Pub. Co. 1945. (32 S.)

rederick Seltz, *The Physics of Metals*. New York: McGraw-Hill. (330 S. m. Fig.) \$ 4.—.

A₂. Elektrizität. Magnetismus. Elektrochemie.

R. O. Jenkins, *Die Feldemission von Elektronen*. Umfassender u. genauer Bericht (mit 55 Literaturzitate) über die Unterss. der Feldemission (Elektronenemission durch die Saugkraft eines starken elektr. Feldes) von Metallen bis zum Jahre 1942. Die ersten Arbeiten in der Zeit 1921—1930 bemühen sich um genaue Messungen der Emissionsströme u. um Verss., die Feldstärke- u. Temperaturabhängigkeit zu erklären, was schließlich durch die FOWLER-NORDHEIMSche Theorie gelingt. Nach einer wenig ergiebigen Zwischenzeit beginnt 1936 mit den Forschungen von E. W. MÜLLER eine neue Periode. Die Messung der Geschwindigkeitsverteilung der Elektronen, Nachw. der fehlenden Abkühlung der Kathode u. der Abhängigkeit von der Austrittsarbeit (HAEFER) bestätigen im einzelnen die wellenmechan. Theorie. In der Weiterentw. der Verss. ermöglicht das MÜLLERsche *Feldelektronenmikroskop* die Sichtbarmachung der unterschiedlichen Feldemission der Flächen eines Einkrystals u. die Unters. des Verh. adsorbierter Schichten einschließlich ihrer Oberflächenwanderung. Die emittierende Spitze ($\sim 1 \mu$ Durchmesser) der Kathode wird darin radial auf den halbkugeligen Leuchtschirm projiziert, wobei Vergrößerungen bis ca. 10^5 erzielt werden. 14 damit gewonnene Aufnahmen von BENJAMIN u. Vf., die das Verh. von W, Mo u. Ni sowie von adsorbierten Schichten aus Th u. Ba zeigen, sind wiedergegeben u. werden ausführlich behandelt. (Rep. Progr. Physics 9. 177—97. 1942/43. RGECE, es. Labor.) NIEHRS. 165

J. B. Johnson, *Erhöhte thermische Emission*. Beschreibung einer Meth., therm. u. sek. Emission gleichzeitig mit einer Auflösung von $2 \cdot 10^{-7}$ sec zu messen. Hierdurch wird eine neue Art der Elektronenemission von Oxydkathoden gefunden, die beim Einsetzen u. Abklingen zeitlich von der n. Sekundäremission getrennt werden kann. Diese gesteigerte, durch den Elektronenbeschuß angeregte therm. Emission läßt sich nicht durch die Erhöhung der Oberflächentemp. erklären. Man muß vielmehr annehmen, daß die Aktivität der Oxydkathode infolge des Beschusses zeitweilig geändert wird. (Physic. Rev. [2] 66. 352. 1/15. 12. 1944. New York, N. Y., Bell Telephone Laborr., Inc.) SCHOENECK. 165

George E. Moore und H. W. Allison, *Die thermische Emission von Erdalkalioxyden auf Trägermetallen*. Kurzer Bericht über die therm. Elektronenemission der Oxyde alkal. Erden auf W, Mo, Ta u. Pt-Rh als Trägermetall. Eine 0,001-monomol. Schicht liefert optimale Emission. Ihre Größe u. die chem. Aktivität der genannten Oxyde ist von ca. gleicher Größenordnung. Es wird vermutet, daß die vorhandenen Unterschiede in der Emission der verschied. Erdalkalioxyde auf die Verschiedenheiten in der Dipolstruktur ihrer Moll. zurückzuführen sind, u. es wird eine Theorie der orientierten Adsorption auf dem Trägermetall in Aussicht gestellt. (Physic. Rev. [2] 65. 254. 1/15. 4. 1944. Bell Telephone Laborr., Inc.) REUSSE. 165

C. W. Mueller, *Die Sekundärelektronenemission von Pyrexglas*. Gemessen wurde die Sekundärelektronenemission von Pyrexglas für Beschleunigungsspannungen von 50 bis 10000 V unter Verwendung der sogenannten Erhitzungsmethode. Diese besteht darin, das Glas derart zu erhitzen, bis es genügend leitfähig wird, um Strommessungen zu erlauben. Bemerkenswert ist das scharfe Maximum bei ca. 400 V im Gegensatz zu dem bei Metallen gewöhnlich beobachteten breiten Maximum. Innerhalb der Meßgenauigkeit tritt keine Temperaturänderung der Sekundäremission auf. (J. appl. Physics 16. 453—58. Aug. 1945 Cambridge, Mass., Inst. of Technol., George Eastman Labor. of Phys.) GOTTFRIED. 165

E. Grüneisen, *Elektrische Leitfähigkeit der Metalle bei tiefen Temperaturen*. Zusammenfassender Bericht bes. über die experimentellen Forschungsergebnisse der letzten Jahre u. über die noch nicht befriedigende Eingliederung in die Theorie. Besonderer Wert wird auf die Einflüsse gelegt, denen man die Metalle bei der Messung aussetzen kann, u. die Differenziertheiten, die sich dabei ergeben. (Ergebn. exakt. Naturwiss. 21. 50—116. 1945. Marburg.) PIEPLOW. 166

E. Justi und K. M. Koch, *Supraleitfähigkeit*. Die zusammenfassende Arbeit berücksichtigt die Literatur seit 1933 u. behandelt neben einem sehr schönen u. vollständigen Abriss der äußeren Erscheinungen u. Verss. vor allem den Einfl. eines äußeren Magnetfeldes u. die calorimetr. Untersuchungen. Die verschied. Theorien werden nebeneinander gestellt, wobei bes. auch die Verss. zur Deutung des supraleitenden Diamagnetismus betont werden. (Ergebn. exakt. Naturwiss. 21. 117—207. 1945.) PIEPLOW. 166

A. Burris und C. D. Hause, *Die magnetische Suszeptibilität von Sauerstoff und Stickoxyd bei niedrigen Feldstärken*. Die magnet. Suszeptibilität χ von O₂ u. von NO wurde in der RANKINSSchen magnet. Waage in Feldern von ca. 15 Oe bestimmt. Unter der Annahme von $\chi = 0,720 \cdot 10^6$ für H₂O ergibt sich als Mittel aus je sechs Bestimmungen für O₂: $\chi = 106,3 \cdot 10^{-6} \pm 0,2$ u. für NO: $\chi = 47,2 \cdot 10^{-6}$. (J. chem. Physics 11. 442—45. Okt. 1943. East Lansing, Mich., Michigan State Coll.) W. ALBRECHT. 167

Simon Freed und Nathan Sugarman, *Die magnetischen Suszeptibilitäten von Metallen, die in flüssigem Ammoniak gelöst sind*. Es wird eine Meth. beschrieben, nach der man die magnet. Suszeptibilität von Substanzen bei tiefen Temp. mit großer Genauigkeit bestimmen kann. Das χ von *K* u. *Cs*, gelöst in fl. NH_3 , wurde bei 240°K u. 220°K bestimmt. Ferner wurden einige Messungen an *Cu* u. *Ba* durchgeführt. Es wurde angenommen, daß die Lsgg. sich wie ein Elektronengas verhalten. Die theoret. Vorstellungen über die Eigg. der Elektronen u. Metallionen in den Lsgg. werden diskutiert u. ein Strukturmodell der Fl. vorgeschlagen unter besonderer Berücksichtigung der Leitungsselektoren. Es wurde gefunden, daß bei *Ba* zwei Elektronen pro *g*-Atom abdissoziieren. *Cu* verhält sich bei stärkerer Verdünnung ähnlich. (*J. chem. Physics* 11. 354—60. Aug. 1943. Chicago, Ill., Univ., G. H. Jones Labor.) W. ALBRECHT. 167

K. Kántás, *Bestimmung magnetischer Suszeptibilität von Gesteinen im elektrischen Schwingungskreis*. Nach Besprechung der bekannten Meßmethoden wird ein Verf. beschrieben, bei dem das zu untersuchende Gestein in das Innere einer Induktionsspule gebracht u. die Änderung der Selbstinduktion der Spule als Frequenzänderung eines gekoppelten Oscillators durch Interferenz gemessen wird. — Beispiele. Literatur. (Kgl. ung. Palatin-Joseph-Univ. techn. u. Wirtschaftswiss., Fak. Berg-, Hütten- u. Forstwes. Sopron, Mitt. Berg- u. hüttenmänn. Abt. 15. 265—82. 1943.) G. RICHTER. 167

A. R. Kaufmann und C. Starr, *Magnetische Eigenschaften von festen Lösungen*. III. Mitt. *Die paramagnetischen Legierungen von Kupfer und Nickel*. (Vgl. BITTER, C. 1942. II. 12.) Untersucht wurde die Magnetisierung der paramagnet. Legierungen von *Cu* mit *Ni*-Geh. von 0; 0,94; 4,99; 10,10; 10,99; 20,34; 29,98; 35,59; 38,00 u. 50,16 Gewichts-% sowie geringen Verunreinigungen an *Fe* in Abhängigkeit von der Temp. u. dem angewandten Feld in dem Temperaturbereich von 14 — 1300°K . Es wurde festgestellt, daß sich die Versuchsergebnisse nicht durch eine CURIE-WEISS-Gleichung wiedergeben lassen; sie können jedoch befriedigend wiedergegeben werden durch eine Gleichung der Form $X = aT + b + c/T$. Die Werte der drei Konstanten dieser Gleichung (*a*, *b*, *c*) für die einzelnen Legierungen, zusammen mit den BOHRschen Magnetonzahlen sind tabellar. zusammengestellt. Für Legierungen zwischen 30—38% *Ni* wurde außerdem eine beträchtliche Feldabhängigkeit der Suszeptibilität bei tiefen Temp. beobachtet. (*Physic. Rev.* [2] 63. 445—50. 1/15. 6. 1943. Cambridge, Mass., Inst. of Technol.) GOTTFRED. 167

S. T. Pan, A. R. Kaufmann und F. Bitter, *Ferromagnetische Gold-Eisen-Legierungen*. Eine Gold-Eisen-Legierung mit 37 Atom-% (13,74 Gewichts-%) *Fe*, die von 870° in *W*. abgeschreckt wird, ist ferromagnet. mit einem CURIE-Punkt bei 230° . Eine Mikroaufnahme zeigt, daß ein homogener übersätt. Zustand vorliegt. Beim Anlassen scheiden sich bei 450° zwei Phasen heterogen, d. h. ungleichmäßig über dem Querschnitt beginnend, aus, von denen die *Au*-reiche einen CURIE-Punkt um Raumtemp. besitzt u. die *Fe*-reiche Phase nach Ausweis von DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen mit einem hohen CURIE-Punkt oberhalb 450° nur sehr geringen Anteil hat. Die Ergebnisse werden durch thermomagnet. ermittelte Gleichgewichtskurven bei verschied. Anlaßtemp. erhärtet. (*J. chem. Physics* 10. 318—21. Juni 1942. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol.)

FAHLENBRACH. 167

Alva W. Smith, F. P. Diekey und S. W. Foor, *Die magnetische Permeabilität von Eisen-Drähten bei Radiofrequenzen*. In Feldstärken von 0,025 u. 0,25 *Oe* u. bei Hochfrequenzwellenlängen zwischen 54 u. 1150 m wird an Eisendrähten mit Durchmessern zwischen 0,005 u. 0,10 cm die Permeabilität durch Änderung der Induktivität einer Spule eines Schwingungskreises beim Einbringen der Probe bestimmt. Dabei nahm erwartungsgemäß die Permeabilität mit zunehmender Frequenz u. mit zunehmendem Drahtdurchmesser (Skinneffekt) ab. Anzeichen von anomaler Dispersion, wie sie von WEDENSKY u. THEODORTSCHIK (*Ann. Physik* 68. [1922.] 463) früher gefunden wurde, ergaben sich bei den Verss. der Vff. nicht. Dagegen war auffallend, daß trotz der hohen Frequenzen die Permeabilität noch mit zunehmender Feldstärke anstieg. (*J. appl. Physics* 16. 57—60. Jan. 1945. Columbia, O., Univ., Mendenhall Labor. of Physics.) FAHLENBRACH. 167

R. L. Hoff, J. J. Naughton, R. Smoluchowski und H. H. Uhlig, *Aus magnetischem Eisen in verdünnter Schwefelsäure entwickelte Gase*. Vff. stellen auf Grund von Verss. fest, daß beim Auflösen von magnet. Eisen, ebenso wie bei unmagnet., kein O_2 entwickelt wird. (*Physic. Rev.* [2] 66. 92. 1/15. 8. 1944. Schenectady, N. Y., General Electric Co., Res. Labor.) PLAETSCHKE. 167

Ferdinand Kirehner, *Periodische Änderungen des elektrischen Widerstandes von Wasser bei sukzessiver Durchlüftung*. Die Leitfähigkeitskurve von *W*. zeigt bei in gleicher Weise vorgenommener Entlüftung mit CO_2 -freier Luft period. auftretende Maxima u. Minima, wobei die Periode im Mittel zu 5,4 Entlüftungen gefunden wird. Zur Erklärung wird auf die abwechselnde Anreicherung der Luft, wobei der Widerstand durch das mol. u. koll.

gelöste Gas herabgesetzt wird, u. die anschließende Entgasung hingewiesen. (Naturwiss. 32. 214—15. Juli-Sept. 1944. Greifswald.) HENTSCHEL. 168

Darwin J. Mead und **Raymond M. Fuoss**, *Leitfähigkeit und Viscosität von konzentrierten Lösungen von Calcium- und Zinkchloriden*. Gemessen wurden die Dichten bei 25°, die Leitfähigkeiten bei 25°, 0°, —20° u. —40° sowie die Viscositäten bei 25° von CaCl₂-ZnCl₂-Lsgg. verschied. Konzentration. Die Versuchsergebnisse sind graph. u. tabellar. zusammengestellt. (J. phys. Chem. 49. 480—82. Sept. 1945. Schenectady, N. Y., General Electric Co., Res. Labor.) GOTTFRIED. 168

John F. Flagg und **William E. Bleidner**, *Die elektrische Abscheidung des Elementes 43 und das Standardpotential der Reaktion Ma—MaO₄*. Das Element 43 wurde durch Bombardement von Mo-Plättchen mit 14 MeV-Deutonen erhalten. Nach chem. Trennung u. Reinigung mittels HNO₃ u. H₂SO₄ wird das Element 43 aus H₂SO₄-Lsg. an der Pt-Netzkathode abgeschieden. Das Elektrolysergefäß war eine Röhre von 1,5 × 10 cm. Als Bezugselektrode diente ein Kalomelement, das mit eine Brücke aus gesätt. KCl-Lsg. mit dem Elektrolysergefäß in Verb. stand. Die Konz. wurde vor u. nach der Elektrolyse mit einem GEIGER-MÜLLER-Zähler nach BALE (C. 1941. I. 1054) bestimmt u. hieraus die Nd.-Menge berechnet. Die Abscheidung ist der Stromdichte proportional. Das Abscheidungspotential bei p_H 2,36 beträgt —0,146 V, entsprechend —0,41 V, gemäß $\text{Ma} + 4\text{H}_2\text{O} = \text{MaO}_4^- + 8\text{H}^+ + 7e$. Dieses Potential liegt zwischen denen von Re u. Mn, aber näher bei dem von Re. Die freie Energie für das MaO₄⁻-Ion wird zu $-1,6 \cdot 10^5$ cal berechnet. Das Anion wird durch Zn, Fe, Ni, Sn, Pb, Cu u. Mg zu Metall, durch HCl u. SnCl₂ zum Kation reduziert. (J. chem. Physics 13. 269—76. Juli 1945. Rochester, N. Y., Univ., Dep. of Chem.) STEIL. 171

A₃. Thermodynamik. Thermochemie.

Joseph E. Mayer, *Beitrag zur statistischen Mechanik*. Vf. berechnet die Verteilungsfunktion $F_N(z, \{n\})$, die proportional der Wahrscheinlichkeit ist, daß n Moll. in einem Syst. von der Flüchtigkeit z bei gegebener Temp. die Koordinaten $\{n\}$ besitzen. Druck u. D. eines Gases können durch eine Potenzreihe nach der Flüchtigkeit dargestellt werden. (J. chem. Physics 10. 629—43. Okt. 1942. New York, Columbia Univ., Chem. Dep.) WEISS. 179

O. K. Rice, *Die Zustandssumme eines Gases aus harten elastischen Kugeln*. Vf. bezieht sich auf eine Arbeit von TONKS (Physic. Rev. 50. [1936.] 955) u. weist darauf hin, daß die Zustandssumme für ein dicht gepacktes Gas den Faktor e^{3NL} enthält, während der entsprechende Faktor bei einem verd. Gas e^{NL} ist. Im ersteren Fall ergibt sich für die Entropie das konstante Zusatzglied 3 R, im letzteren aber R. Die Entropieänderung pro Mol beim Übergang von einem kleinen Vol. v_1 zu einem großen v_2 errechnet sich danach zu: $\Delta S = R T \ln [v_2/v_1 (1 - \theta^{1/2})^3] - 2 R$, wobei $v_1 (1 - \theta^{1/2})^3$ den Ausdruck für das freie Vol. von v_1 darstellt. (J. chem. Physics 10. 653—54. Okt. 1942. Chapel Hill, N. C., Univ.) NONNENMACHER. 179

O. K. Rice, *Die Zustandssumme einer einfachen Flüssigkeit*. (Vgl. vorst. Ref.) Es wird eine Theorie skizziert, in der eine einfache Fl. wie ein dicht gepacktes Gas aus harten elast. Kugelatomen mit zusätzlichen Leerstellen behandelt u. für den zur therm. Bewegung gehörigen Teil der Zustandssumme die für das Modellgas abgeleitete Formel verwendet wird. Die Theorie erklärt sehr gut die Eigg. von Argon am n. F., ergibt aber eine zu große Kompressibilität bei 193° K. Die Gründe hierfür werden diskutiert. Die nach der Theorie erhaltene Entropie der Fl. stimmt ziemlich gut mit dem Wert überein, der nach einer in einer früheren Arbeit gegebenen Meth. berechnet wurde (vgl. C. 1942. I. 1984). (J. chem. Physics 10. 654. Okt. 1942. Chapel Hill, N. C., Univ.) NONNENMACHER. 179

G. E. Kimball, *Thermodynamik von Relaxationsprozessen*. Für einen einfachen Relaxationsprozeß kann eine thermodynam. Variable X eingeführt werden, die durch die Bedingung $dX = 0$ für einen unendlich schnellen reversiblen Prozeß charakterisiert ist. Wenn bei einem Prozeß Gleichgewicht zwischen Material u. Umgebung herrscht, wird der Energieaustausch durch die Gleichung $dE = TdS - \sum \sigma de + YdX$ ausgedrückt, aus der thermodynam. Verwandtschaft langsamer u. schneller Prozesse abgeleitet werden kann. σ u. e bedeuten die äußeren Kräfte u. die ihnen entsprechenden Veränderungen. Y ist eine mit X verknüpfte thermodynam. Variable. $Y = 0$ gilt bei langsamen reversiblen Prozessen. (Physic. Rev. [2] 69. 688. 1/15. 6. 1946. Columbia Univ.) LINDENBERG. 179

Henry S. Frank, *Freies Volumen und Entropie in kondensierten Systemen*. I. Mitt. *Allgemeine Grundlagen, Schwankungsentropie und freies Volumen in einigen monoatomaren Kristallen*. In einem Syst. von Atomen, deren Bewegungen klass. angeregt sind, kann die Änderung der Entropie in irgendeinem isothermen Prozeß für jede Art von Atomen durch den Ausdruck $R \ln(V_2/V_1)$ dargestellt werden. Hierbei bedeutet V_f das für den

Schwerpunkt zugängliche freie Vol., u. zwar für Schwankungseffekte korrigiert. Entsprechende Ausdrücke lassen sich für die klass. (Translations u. Rotations) Teile der Bewegungen polyatomarer Moll. in realen Fl. u. Festkörpern aufstellen. In Festkörpern wird $V_f = Nv_f$, wobei v das für eine Partikel zugängliche Vol. u. f den Schwankungsfaktor bedeuten, dessen numer. Wert von der Definition des Vol. v abhängt. Hierbei tritt als Beitrag die „Schwankungsentropie“ $R \ln f$ auf. — Das freie Vol. monoatomarer Krystalle kann aus thermo-dynam. Daten bestimmt werden (z. B. aus $R_{\text{VAP}} = (RT/V_f) \exp(-\Delta H/RT)$). Aus dieser Beziehung werden mit den Dampfdrücken der Festkörper von Ar, Kr, X, Mg, Zn, Cd u. Hg V_f -Werte erhalten, die etwa auf $1/2\%$ mit den Voll. der Festkörper übereinstimmen. Die f -Werte dieser Krystalle unterstreichen RICEs Ansicht, daß Festkörper eine ziemlich große Schwankungsentropie zeigen sollten. (J. chem. Physics **13**. 478—92. Nov. 1945. Berkeley, Univ. of Calif., Dep. of Chem.) PLEIETH. 179

Henry S. Frank, *Freies Volumen und Entropie in kondensierten Systemen*. II. Mitt. *Verdampfungsentropie in Flüssigkeiten und die anschauliche Theorie des flüssigen Zustandes*. (I. vgl. vorst. Ref.) Mit den Ergebnissen des vorst. Ref. unter Verallgemeinerung der EYRINGSchen Meth. entwickelt V_f die Ausdrücke für das freie Vol. einer Fl. u. für die Verdampfungsentropie ΔS . In beide Beziehungen geht die Größe β ein, die ihrerseits abhängt von γ , einem Maß für die Interferenz der Fl. mit den inneren Bewegungen (Rotationen, Schwingungen) des Mol. u. von anderen Größen, die mit der Geometrie der Fl. u. dem energet. u. dynam. Wechselwrkg. der Moll. in Verb. stehen. In der Regel von BARCLAY u. BUTLER, nach der ΔS_{298} in roher linearer Beziehung zu der entsprechenden Verdampfungsenthalpie ΔH_{298} steht, ist damit die Aussage enthalten, daß eine Fl. ein umso kleineres β hat, je größer ihr ΔH ist. Nimmt man $\beta = 16$, wie es für PITZERS ideale Fl. gilt, als Norm für die ideale Fl. an, so schlägt V_f vor, den Ausdruck $R \ln(16/\beta)$ für eine bestimmte Fl. den „hypothet. Entropie-Defekt“ (HED) zu bezeichnen u. ihn als den Betrag zu erklären, um den die Entropie dieser Fl. (bezogen auf dieselbe Substanz als ideales Gas) geringer ist als diejenige einer idealen Fl. im entsprechenden Zustand. (J. chem. Physics **13**. 493—507. Nov. 1945. Berkeley, Univ. of Calif., Dep. of Chem.) PLEIETH. 179

Henry S. Frank und Marjorie W. Evans, *Freies Volumen und Entropie in kondensierten Systemen*. III. Mitt. *Entropie flüssiger binärer Mischungen, partielle molale Entropie in verdünnten Lösungen, Struktur und Thermodynamik wässriger Elektrolyte*. (II. vgl. vorst. Ref.) Die in den ersten beiden Mitt. niedergelegten Gedanken werden auf fl. bin. Lsgg. angewandt u. Gleichungen abgeleitet, die die bei der Bldg. der Lsgg. auftretenden Energie- u. Volumenänderungen mit den Entropieänderungen dieses Prozesses verknüpfen. Der Vgl. mit den Messungen anderer Autoren liefert gute Übereinstimmung. Vff. behandeln weiter die bei wss. Lsgg. auftretenden Abweichungen, bes. die Unterschiede zwischen polaren u. nichtpolaren zu lösenden Stoffen. Vom gleichen Standpunkt aus werden die Entropieänderungen der Ionenhydratation u. die Strukturbedingungen der Ionen u. der Lsgg. besprochen. Gerade bei den Aussalzeffekten zeigt sich, daß in diese Erscheinungen teilweise strukturelle Bedingungen eingehen, so daß man annehmen muß, daß diese Einfl. die Verteilung der Ionen im Elektrolyten modifizieren. Es werden Gründe angegeben, die eine Überstruktur in Lsgg. von LaCl_3 u. EuCl_3 nahelegen. (J. chem. Physics **13**. 507—32. Nov. 1945.) PLEIETH. 179

A₄. Grenzschichtforschung. Kolloidchemie.

Hans M. Cassel, *Über die Möglichkeit der Abschätzung der mittleren Oberfläche von festen Teilchen*. V_f wendet sich gegen die von HARKINS u. IURA (C. 1945. II. 958) vorgeschlagene Meth. zur Best. der mittleren Oberfläche von festen Teilchen. (J. chem. Physics **13**. 249. Juni 1945. Keasbey, N. J., General Ceramics and Steatite Corp.)

GOTTFRIED. 192

William D. Harkins, *Eine absolute Methode zur Bestimmung der Oberfläche eines feinen Krystallpulvers*. Erweiterung auf Einwände von CASSEL (vgl. vorst. Ref.) gegen die von dem V_f früher (C. 1946. I. 1680) beschriebene Meth. zur Best. der Oberfläche von feinen Krystallpulvern. (J. chem. Physics **13**. 449—50. Okt. 1945. Chicago, Ill., Univ. and Universal Oil Products Co.)

GOTTFRIED. 192

Callaway Brown, *Teilchengrößenverteilung mittels Zentrifugensedimentation*. Es werden Gleichungen für die Sedimentation in Becherzentrifugen abgeleitet. Die Berechnung der Teilchengrößenverteilung wird bes. einfach, wenn die Sedimentation als Funktion des Abstandes der Suspension von der Rotationsachse dargestellt wird. Die Gewichtsfraction

der Teilchen eines Durchmessers $< D_m$ ergibt sich danach zu $\int_0^{D_m} F(D) dD = (R^2 - S^2)/2 S \cdot d p/dS + (1 - p) (R \text{ u. } S: \text{ Abstand der achsfernen bzw. achsnahen Begrenzung der$

Suspension von der Rotationsachse, p : Gewichtsfraction der sedimentierten Teilchen, D_m : Durchmesser des kleinsten, vollständig sedimentierten Teilchens). Ferner werden Formeln für die Ermittlung der Teilchengrößenverteilungsfunktion angegeben. Die abgeleiteten Gleichungen werden an Sedimentationsverss. von alkoh. Suspensionen von BaCO_3 u. SrCO_3 erläutert. (J. phys. Chem. 48, 246—58. Sept. 1944. New York, Bell Telephone Laborr.)

W. BROSER. 192

Fred Hazel, *Der Einfluß von Natriumsilicaten auf Eisenoxydoberflächen*. Es ist bekannt, daß Zugabe von stark adsorbierbaren, negativen Ionen u. negativen Kolloiden zu Eisenoxydsolen die positive Ladung der Teilchenoberflächen in negative überführt. In der vorliegenden Arbeit wird der Einfl. von Na-Silicaten auf das koll. Verh. der Eisenoxydsol untersucht. Das zu untersuchende Fe_2O_3 -Sol hatte eine Konz. von 0,2 g Fe_2O_3 pro Liter. Bei den verwendeten Natriumsilicaten schwankte das Verhältnis $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ von 1:1 bis 1:4. Ganz allg. ergab sich, daß sich die Natriumsilicate gegenüber dem Fe_2O_3 -Sol verhielten wie Elektrolyte, die stark adsorbierbare, polyvalente negative Ionen enthielten. Flockung wurde eingeleitet bei niedrigen SiO_2 -Konz., während bei höheren Konz. das Fe_2O_3 zur stabilen negativen Form aufgeladen wurde. Wurden die Silicate (in verschied. Maße) neutralisiert, so brauchte man mehr Silicat zur Flockung u. Aufladung des Fe_2O_3 . Obgleich eine Abnahme des p_H -Wertes die Wirksamkeit in dieser Beziehung herabsetzte, wurde durch denselben Faktor der Konzentrationsbereich, in dem Koagulation eintrat, vergrößert. Zusatz von CaCl_2 in einer Konz. von 66,6‰ erweiterte den Konzentrationsbereich, in dem SiO_2 Koagulation hervorrief, ohne daß die Menge SiO_2 erhöht zu werden brauchte, um die Koagulation einzuleiten. Es konnte weiter gezeigt werden, daß bei einer gegebenen H-Ionenaktivität u. einer gegebenen SiO_2 -Konz. die Wirksamkeit des SiO_2 beim Entladen u. Wiederaufladen der Fe_2O_3 -Oberflächen mit dem SiO_2 -Verhältnis der Ausgangsproben zunahm. Die Tendenz der Na-Silicate zur Bldg. koll. Suspensionen nimmt mit der Zunahme des SiO_2 -Verhältnisses zu. Es konnte bewiesen werden, daß SiO_2 -Sole als koll. Elektrolyte anzusehen sind. (J. phys. Chem. 49, 520—37. Nov. 1945. Philadelphia, Pa., Univ., Dep. of Chem. and Chem. Engineering.)

GOTTFRIED. 195

Howard Carr, *Thermodiffusion in Flüssigkeiten*. Vf. benutzt für seine Messungen eine ähnliche Thermodiffusionsröhre, wie sie von KORSCHING u. WIRTZ (C. 1939. II. 3925) beschrieben worden ist. Der Querschnitt der 1 m langen Diffusionsäule betrug $1,59 \times 0,057 \text{ cm}^2$. Die Durchschnittstemperaturdifferenz ΔT zwischen den Enden der Röhre war 49° . Bei den Verss. wurden ZnSO_4 -Lsgg. verwendet, da hier der Effekt bes. groß ist. Die Best. der Konz. wurde durch Messung des Brechungsindex durchgeführt. Die bewirkte Trennung wird durch das Verhältnis C_B/C_T , wobei C_B = Mol-Konz. auf dem Grunde, C_T = Mol-Konz. an der Spitze bedeuten, ausgedrückt. Die Meßergebnisse sind in einer Tabelle zusammengestellt worden. Aus den beigefügten Figuren sind die Maxima deutlich zu erkennen. (J. chem. Physics 12, 349. Aug. 1944. Columbia, S. C., Univ., Dep. of Phys.)

LIERMANN. 203

Donald A. Darling, *Das Diffusionsproblem und die Theorie der verbundenen Ereignisse*. Eine Ausdehnung des eindimensionalen Grenzproblems auf den Fall, bei dem die Teilchen Energie haben, führt zu einem statist. Problem in der Theorie der nicht-unabhängigen Prozesse. Die Modifikation des „homogenen Grenzprozesses“ wird für diesen Fall entwickelt u. die Bedeutung der Grenzprozeßvorgänge, ausgedehnt auf das Kontinuum, wird studiert. Das Analogon zur gewöhnlichen Diffusionsgleichung wird eine Differential-Integralgleichung. Die Lösungen dieser Gleichung werden entwickelt aus der Betrachtung des Augenblicks der möglichen Streuung. Einige der Gleichungen, die bei den Problemen der Turbulenz u. der BROWNSchen Bewegung benutzt werden, sind spezielle Fälle der Integral-Differentialgleichung. (Physic. Rev. [2] 65, 1/15. 1. 1945. California Inst. of Technol.)

KUNZE. 203

Yvette Wormser, *Theorie der Liesegangschen Ringe*. Der Nd. in der Umgebung des Reagenstropfens, der zur Bldg. des 1. der LIESEGANGschen Ringe führt, ist durch Adsorption elektr. geladen. Die Abstoßung gleicher Ladungen führt zur Diffusion u. damit in einiger Entfernung zur Bldg. eines neuen Ringes u. so fort. Durch Anwendung des COULOMBSchen Gesetzes erhält man ein Gesetz über die Verteilung der Ringe, das mit der experimentellen Erfahrung gut übereinstimmt. (J. Chim. physique Physico-Chim. biol. 43, 88—92. März/April 1946. Sorbonne, Labor. de P. Job.)

NIEMITZ. 203

P. G. Nutting, *Die Festhaltung von Flüssigkeiten durch feste Stoffe*. Unter thermodynam. Gesichtspunkten wird eine allg. Beziehung zwischen der Energie, mit der eine Fl. an einer festen Oberfläche zurückgehalten wird, dem Druck u. der Temp. abgeleitet. Diese Beziehung ist auch in den Fällen anwendbar, wo sich diese Energie je nach der Menge der vorhandenen Fl. ändert. Es werden die 3 Methoden zur Ermittlung von

Adsorptionswerten — aus der Benetzungswärme, dem Gewichtsverlust bei Temperaturerhöhung u. der Lagerung (Exsiccator-Meth.) — besprochen, ihre Deutung im Licht der thermodynam. Theorie erläutert u. Beziehungen zwischen der Energie der Phasenumwandlung u. der Menge zurückgehaltener Fl. abgeleitet. (J. Franklin Inst. 238. 177—84. Sept. 1944.) HENTSCHEL. 207

B. P. Gyani, *Verteilungsgesetz, Adsorption und chemische Reaktion*. Die Adsorption wird unter dem Gesichtspunkt betrachtet, daß nicht nur die ebene Oberfläche bei den Prozessen von Bedeutung ist, sondern vor allem akt. Stellen — Ecken u. Kanten — eine Rolle spielen, entweder einzeln oder in Überlagerung der einzelnen Felder. Diese Hypothese dient dem Vf. als theoret. Basis der klass. Adsorptionsgleichung u. er versucht, auf einfache Art einige allg. Tatsachen der Adsorption, chem. Rkk. u. Oberflächenkatalyse zu erklären. Der Unterschied zwischen chem. Rk. einerseits u. Adsorption oder einfacher Verteilung andererseits wird auf Grund dieser neuen Theorie diskutiert. (J. phys. Chem. 49. 442—53. Sept. 1945. Patna, India, Chem. Labor. Sci. Coll.) JÄGER. 207

John E. Walter, *Mehrfachadsorption aus Lösungen*. Vf. gibt die Lösungen für das Syst. partieller Differentialgleichungen, das bei Adsorption mehrerer Stoffe aus einer Lsg. Gültigkeit besitzt, für den Fall an, daß der Adsorptionsvorgang als chem. Prozeß zwischen gelöstem Stoff u. Adsorptionsmittel angesehen werden kann, der dem Massenwirkungsgesetz gehorcht. Die Lösungen des Syst. für Adsorption nur einer Komponente u. von 2 Komponenten werden explizit angegeben. Dieselben Gleichungen gelten auch für die Vorgänge bei Entw. eines Chromatogramms, nur sind dann die Randbedingungen andere. Ob bei Entw. eines Chromatogramms eine scharfe Grenze erhalten wird oder nicht, hängt vom Wert der angenommenen Massenwirkungskonstante (ob größer oder kleiner als 1) ab. (J. chem. Physics 13. 229—34. Juni 1945. Princeton, Univ., Palmer Phys. Labor.) WEERNER SCHULZE. 207

John E. Walter, *Geschwindigkeitsabhängige chromatographische Adsorption*. In einer vorangehenden Arbeit (vgl. vorst. Ref.) war die chromatograph. Adsorption rechner. behandelt worden unter der Annahme, daß die Adsorptionsisotherme die Gleichgewichtskonstante einer chem. Rk. zwischen Adsorbens u. gelöstem Stoff darstellt. Das Problem wird jetzt vom kinet. Standpunkt aus unter ähnlichen Voraussetzungen betrachtet, um festzustellen, wie die früheren Ergebnisse sich modifizieren, wenn die Strömungsgeschwindigkeit durch die Adsorptionsschicht so groß ist, daß kein Gleichgewicht mehr erreicht wird. Die Rechnung wird für $k^- = 0$, $k^- = k^+$ u. $k^- > k^+$ u. jeweils verschied. Werte der Durchflußzeit t der Lsg. durch die Säule durchgeführt, wobei k^+ die Geschwindigkeit der Adsorption, k^- die der Rück-Rk. (Desorption) bedeutet. Die Adsorption ist nur für $k^- < k^+$ diskontinuierlich. Die charakterist. scharfen Trennungslinien der Gleichgewichtsadsorption werden aber auch in diesem Falle nur erhalten, wenn t wenigstens 100 mal größer ist als die Halbwertszeit der angenommenen Rk. mit dem Adsorbens. Für den Fall $k^- = k^+$ wird die Wanderung der Trennungslinien durch die Säule verfolgt. Für $k^- > k^+$ ergeben sich bei der Best. von $K = k^+/k^-$ aus der Verteilung des gelösten Stoffes in der Säule erhebliche Fehler bei zu kleinem t . 2 Stoffe mit gleicher Gleichgewichtskonz., aber verschied. Adsorptionsgeschwindigkeit können bei größeren Strömungsgeschwindigkeiten bis zu gewissem Grade getrennt werden. (J. chem. Physics 13. 332—36. Aug. 1945. Princeton, N. J., Princeton Univ., Palmer Phys. Labor.) REITZ. 207

Lannes E. Davis, *Eine einfache kinetische Theorie des Ionenaustausches für Ionen ungleicher Ladung*. Vf. bespricht verschied. Theorien des Ionenaustausches, bes. die von JENNY (J. phys. Chem. 40. [1936.] 501). Diese für Ionen gleicher Ladung entwickelte Theorie wird erweitert auf Ionen ungleicher Ladung u. hierfür eine einfache Näherungsgleichung abgeleitet. (J. phys. Chem. 49. 473—79. Sept. 1945. Davis, Calif., Univ., Coll. of Agric., Div. of Soils.) GERHARD GÜNTHER. 207

Raymond Nelson und Harold F. Walton, *Kationenaustausch bei hohem p_H* . Vff. fanden, daß Kationenaustauscher der Art Zeokarb (mit H_2SO_4 behandelte Kohlen) eine bes. charakterist. Abhängigkeit des Ionenabsorptionsvermögens vom p_H -Wert haben. Von p_H 3 bis p_H 13 steigt z. B. die Aufnahmefähigkeit für K-Ionen geradlinig an u. erreicht bei p_H 13 mit 4 Milliäquivalent pro g trockener Austauscher sehr hohe Werte. Des weiteren wird gezeigt, daß solche Austauscher ausgezeichnet zur Adsorption von Ni^{++} , Cu^{++} u. Zn^{++} aus stark ammoniakal. Lsgg. geeignet sind. Hierbei werden Ni als $Ni(NH_3)_4^{++}$, Cu als $Cu(NH_3)_2^{++}$ u. Zn als durchschnittlich $Zn(NH_3)_3^{++}$ angelagert. (J. phys. Chem. 48. 406—10. Nov. 1944. Evanston, Ill., Northwestern Univ., Dep. of Chem.) GERHARD GÜNTHER. 207

R. Kozak und H. F. Walton, *Trennung von Metallionen durch Kationenaustauscher*. Vff. teilen Ergebnisse von Verss. zur Trennung verschied. Kationen durch spezif. Adsorption an einen Kationenaustauscher mit. Als Austauscher wurde Zeo-Karb (sulfonierte

Kohle) benutzt, das mit HCl u. W. gewaschen wurde. Als zu trennende Kationenpaare wurden *Cu-Ni*, *Cd-Zn* u. *Ag-Cu* verwendet, sowohl in saurer wie in ammoniakal. Lösung. In Kolonnen erträglicher Abmessung wurde keine hinreichend quantitative Trennung erhalten. (J. phys. Chem. 49. 471—72. Sept. 1945. Evanston, Ill., Northwestern Univ., Dep. of Chem.)
GERHARD GÜNTHER. 207

B. Anorganische Chemie.

H. F. Johnstone *Sulfite und Pyrosulfite der Alkalimetalle.* A) *Na-Salze:* $2 \text{NaOH} + \text{SO}_2 = \text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{O}$; $\text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{SO}_2 = \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$: 175 g NaOH werden in 500 cm³ frisch dest. W. gelöst, mit einem langsamen H₂- u. einem kräftigen SO₂-Strom versetzt, bis die Temp. der durch die exotherme Rk. ins Sieden gekommenen Lsg. zu sinken beginnt u. die Lsg. gelb wird. Man saugt das ausgefallene Na₂SO₃ von der heißen Lsg. in einem H₂-Strom durch einen Glasfiltertiegel in einem Vakuumexsiccator ab, bis die Krystalle trocken sind, wozu 24 Stdn. u. mehr erforderlich sind, u. bewahrt sie in einer mit H₂ gefüllten Flasche auf. Die Ausbeute beträgt ca. 225 g. Kühlt man die Mutterlauge vor der Filterung unter 33,4° ab, so erhält man das Hydrat Na₂SO₃ · 7H₂O. Zur Herst. von Na₂S₂O₅ werden 225 g NaOH in 500 cm³ ausgekochtem, dest. W. gelöst u. solange mit H₂ u. SO₂ versetzt, bis das ausgeschiedene Na₂SO₃ wieder in Lsg. gegangen ist. Die Krystalle von Na₂S₂O₅ werden von der erkalteten Lsg. in der gleichen Weise wie das Na₂SO₃ abfiltriert. Die Ausbeute beträgt 200 g. Die Löslichkeitsverhältnisse der Alkalisulfite u. -pyrosulfite sind durch ein Schaubild wiedergegeben. B) *K-Salze:* $2 \text{KOH} + 2 \text{SO}_2 = \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5 + \text{H}_2\text{O}$; $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5 + 2 \text{KOH} = 2 \text{K}_2\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{O}$: 100 g reines KOH werden in 200 cm³ frisch dest. W. gelöst u. mit H₂ u. SO₂ versetzt, bis eine Probe der Lsg. gerade sauer gegen Bromkresolgrün ist. Man gibt eine äquivalente Menge KOH in 100 cm³ W. zu u. dampft die Lsg. durch Kochen bei atmosphär. Druck unter Durchleiten von H₂ ab. Die Krystalle von K₂SO₃ werden, wie oben angegeben, behandelt. Die Ausbeute beträgt 200 g. K₂S₂O₅ scheidet sich aus einer mit SO₂ gesätt. 30%ig. KOH-Lsg. bei Abkühlung auf Zimmer-temp. aus. Die Krystalle werden, wie vorher beschrieben, weiter behandelt. Das Hydrat K₂S₂O₅ · 2/3 H₂O ist wahrscheinlich als Doppelsalz K₂S₂O₅ · 4KHSO₃ anzusehen. In wss. Lsg. setzt sich das Pyrosulfit zu Bisulfit um, das in fester Form unbekannt ist. (Inorg. Syntheses 2. 162—67. 1946.)
WESLY. 238

Robert Pfanstiel, *Salze der Dithionsäure.* Von den verschied. Darstellungsmethoden dieser Salze gibt die Einw. von Metalloxyden auf SO₂ oder Sulfite die besten Ausbeuten. a) *Ca-Dithionat.* $\text{MnO}_2 + 2 \text{SO}_2 = \text{MnS}_2\text{O}_6$; $\text{MnS}_2\text{O}_6 + \text{Ca}(\text{OH})_2 = \text{CaS}_2\text{O}_6 \text{ (I)} + \text{Mn}(\text{OH})_2$. In einem eisgekühlten Dreihalskolben (1 Liter) mit Rührer, Thermometer u. bis zum Boden reichendem Einleitungsrohr werden 500 cm³ W. unterhalb 10° mit SO₂ gesättigt. 80 g Pyrolusit werden in 1—2 g-Portionen unter Rühren u. SO₂-Zuleitung bei nicht über 10° zugegeben. Weiterrühren, bis keine Farbänderung mehr feststellbar. SO₂-Überschuß durch Absaugen u. Erwärmen auf 40° entfernen, Nd. abfiltrieren u. mit warmem W. waschen (MnS₂O₆). In das 25—40° warme Filtrat gibt man im Verlauf einer halben Stde. unter Rühren 80 g Ca(OH)₂ u. rührt eine weitere halbe Stunde. Bei starkem Rühren auf 65—75° bringen u. weiter Ca(OH)₂ bis zur stark alkal. Rk. (Lackmus) zugeben. 1/2 Stde. rühren, heiß absaugen. Mit 300 cm³ W., das mit Ca(OH)₂ bei 65° gesätt. ist, waschen. Filterkuchen mit 400 cm³ Ca(OH)₂-gesätt. W. aufschlämmen u. wieder filtrieren. Waschen mit 200 cm³ heißem Ca(OH)₂-Wasser. Filtrate u. Waschwässer vereinigen u. prüfen, ob stark alkalisch. Wenn nicht, noch Ca(OH)₂ zusetzen u. filtrieren. Aus der Lsg. mit CO₂ überschüssiges Ca fällen u. filtrieren. Auf Wasserbad einengen u. kühlen, wobei verschied. Krystallisationen erhalten werden. Aus den restlichen 50 cm³ Mutterlauge werden die letzten Anteile durch Füllen mit 75 cm³ A. erhalten. Die Krystalle auf BÜCHNER-Trichter absaugen (nicht waschen) u. an der Luft trocknen. Ausbeute: 194 g I mit 4 H₂O (86%). b) *Ba-Dithionat (II).* Herst. wie unter a, wobei anstatt 80 g Ca(OH)₂ 160 g Ba(OH)₂ nötig sind. Ausbeute: 203 g II mit 2 H₂O (73%). c) *Na-Dithionat (III).* $\text{MnS}_2\text{O}_6 + \text{Na}_2\text{CO}_3 = \text{MnCO}_3 + \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_6$. Herst. der Ausgangslsg. (MnS₂O₆) wie unter a). Erwärmen auf 35—40°, dann unter Rühren BaCO₃ portionsweise zusetzen, bis die stürm. CO₂-Entw. aufhört. 10 Min. weiter rühren, dann allmählich so viel Ba(OH)₂ zugeben, bis die Aufschlammung neutral gegen Lackmus ist. Eine filtrierte Probe im Reagensglas mit der gleichen Menge W. verd., mit HCl angesäuert u. mit BaCl₂ versetzt, soll keine Fällung geben. Falls Nd. entsteht, mehr Ba(OH)₂ in Form einer bei 50° gesätt. Lsg. zusetzen u. Probe wiederholen. Absaugen u. mit 50 cm³ kaltem W. waschen. Zum Filtrat bei 35° unter starkem Rühren ca. 65 g Na₂CO₃ in 1—2 g-Mengen zugeben, bis Lackmus bei 45° schwach blau bleibt. Warm filtrieren u. mit 150 cm³ Na₂CO₃-haltigem W. von 50° waschen. Möglichst trocken saugen. In 200 cm³ W. (Na₂CO₃-haltig) aufschlämmen, schwach sodaalkal. machen, auf 45° bringen, filtrieren, mit 50 cm³ alkal. W. von 50° waschen, Filtrate vereinigen u. auf

alkal. Rk. prüfen. Wenn nötig, noch etwas Na_2CO_3 zugeben u. filtrieren. Einengen auf Wasserbad u. auf 10° kühlen. Krystalle sammeln, trocken saugen, nicht waschen. Ein Nd., der vor der 1. Krystallisation ausfallen kann, wird durch heiße Filtration entfernt. Die auf ca. 10 cm^3 eingeeingte Mutterlauge wird verworfen (Na_2CO_3). Die vereinten Krystallisationen auf Filtrierpapier an der Luft trocknen. Ausbeute: 177 g III mit $2\text{ H}_2\text{O}$ (88,5%). Dithionate sind bei Raumtemp. stabil, bei hoher Temp. erfolgt Zers. u. Wasserabspaltung. Über 150° Sulfatbildg. unter SO_2 -Abgabe. In W. leicht löslich. Br, Permanganat u. HNO_3 oxydieren bei Raumtemp. nicht, bei Siedehitze langsam zu Sulfat. Konz. HCl spaltet bei längerem Erhitzen SO_2 unter Sulfatbildg. ab. Mit Na-Amalgam oder Zn in saurer Lsg. Red. zu Sulfit. (Inorg. Syntheses 2. 167—72. 1946.) FREE. 238

Charles R. Naeser, *Selenioxyd, erhalten durch Verbrennung von Selen in Sauerstoff und Stickstoffdioxyd*. In einem großen Reagensglas wird über 100 g erhitztes Se ein äquimol. Gemisch von O_2 u. N_2 geleitet, wobei *Selenioxyd*, SeO_2 , an der Gefäßwand sublimiert. Ausbeute 114 g. Eine Verminderung der Ausbeute ist durch die Bldg. von Suboxyd bedingt. (Inorg. Syntheses 1. 117—18. 1939.) TROFIMOW. 239

R. H. Baker und **R. N. Maxson**, *Selenioxyd, erhalten durch Oxydation von Selen mit Salpetersäure*. Zu 100 cm^3 heißer konz. HNO_3 werden in kleinen Mengen 60 g Se zugegeben; das Reaktionsgemisch wird eingedampft. Der Rückstand wird in W. gelöst, nach Filtrieren mit 10 cm^3 konz. HCl behandelt u. in die Lsg. 2—5 Std. SO_2 eingeleitet. Das erhaltene rote Se verwandelt sich in eine graue brüchige Paste. Dieser Vorgang wird durch Sieden beschleunigt. Das filtrierte Metall wird in HNO_3 gelöst, eingedampft u. der Rückstand in 75 cm^3 W. gelöst u. erneut eingedampft. Ausbeute an SeO_2 76 g. Die Reinigung des SeO_2 erfolgt durch Sublimation. Pulverisiertes SeO_2 wird in einer Porzellanschale mit HNO_3 angefeuchtet u. erhitzt. SeO_2 sublimiert an der über der Schale befindlichen Glas-trichterwand. Sublimation bei 317° ; F. 340° . Das sublimierte SeO_2 enthält nach 12monatigem Trocknen über P_2O_5 0,045—0,088% Wasser. (Inorg. Syntheses 1. 119—20. 1939.) TROFIMOW. 239

G. R. Watkins und **R. Shutt**, *Aluminiumselenid und Selenwasserstoff*. $2\text{ Al} + 3\text{ Se} = \text{Al}_2\text{Se}_3$; $\text{Al}_2\text{Se}_3 + (3+x)\text{H}_2\text{O} = 3\text{H}_2\text{Se} + \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. 30 g mit Aceton u. Ae. ölfrei gewaschenes Al-Pulver werden mit 50 g fein verteiltem, gefälltem Se gemischt. In 5 g der in einem dickwandigen, mit Deckel versehenen Tontiegel befindlichen Mischung wirft man ein angezündetes kleines Stück Mg-Band u. deckt den Tiegel zu. Nach einigen Sek. gibt man 3 g der Mischung zu, deckt zu u. wiederholt den Vorgang, bis die gesamte Mischung zugesetzt ist. In der Regel ist die Temp. der M. so hoch, daß ein neuer Zusatz von Mg unnötig ist. Nach dem Erkalten des Tiegels wird das Al_2Se_3 in einem trockenen, gut verschlossenen Gefäß aufbewahrt. — Zur Darst. von H_2Se wird das Al_2Se_3 in einem ERLENMEYER-Kolben, durch den ein N_2 -Strom geleitet wird, tropfenweise mit frisch ausgekochtem W. versetzt. Wenn die Entw. des H_2Se langsamer wird, tropft man verd. HCl zu. Das H_2Se wird über CaCl_2 u. P_2O_5 getrocknet u. ist nur durch N_2 u. H_2 verunreinigt; es kann mit Aceton u. festem CO_2 verflüssigt u. durch Verdampfung in reinem Zustand erhalten werden. F. -64° , Kp. -769 — 42° . Es ist farblos, brennt mit blauer Flamme u. wird in Ggw. von Feuchtigkeit durch O_2 unter Abscheidung von rotem Se zersetzt. 1 Raumeil W. von $22,5^\circ$ löst $2,7\text{ Raumeile}$ H_2Se . Es reizt die Tränenrüsseln u. lähmt die Geruchsnerven. (Inorg. Syntheses 2. 183—86. 1946.) WESLY. 239

J. H. Simons, *Wasserfreier Fluorwasserstoff*. Die Darst. erfolgt durch Erhitzen von KHF_2 . — Ein Cu- oder Ni-Gefäß mit einem versilberten kupfernen Ableitungsrohr wird bis zur Hälfte mit KHF_2 gefüllt. Das Salz wird geschmolzen u. die Schmelze 1 Stde. bei 220° elektrolysiert, wobei die in die Fl. eintauchende Graphitelektrode als Anode u. das Gefäß als Kathode dient. Nach Reinigung des Gefäßverschlusses wird das Gefäß durch einen Ringbrenner auf 500 — 600° erhitzt u. der entwickelte HF kondensiert. F. -83° , Kp. $19,5^\circ$. Die so erhaltene Verb. besitzt einen hohen Reinheitsgrad. (Inorg. Syntheses 1. 134—36. 1939.) TROFIMOW. 248

Don M. Yost, *Sauerstofffluorid*. Die Darst. erfolgt durch Einleiten von F_2 in 2%ig. NaOH -Lösung. Dabei wird ein Gemisch aus 50% OF_2 u. 50% O_2 erhalten. — In ein Glasgefäß mit einem Überlauf u. einer Gasableitung werden 1 Liter/Stde. 2%ig. NaOH -Lsg. eingeführt u. in die Lsg. durch ein Au- oder Pt-Rohr F_2 (1 — 3 Liter/Stde.) eingeleitet. Das OF_2 - O_2 -Gemisch kondensiert als schwachgelbe Fl. in mit fl. Luft gekühlten Gefäßen. Die Reinigung erfolgt durch fraktionierte Dest. bei tiefen Temperaturen. Farbloses Gas, F. $-223,8^\circ$, Kp. $-144,8^\circ$. Löslichkeit bei 0° $6,8\text{ cm}^3$ in 1 Liter Wasser. Glas u. Quarz werden bei gewöhnlicher Temp. nicht angegriffen, während Hg bei Raumtemp. angegriffen wird. Bildungswärme bis 7000 cal , Verdampfungswärme bis 2508 cal . (Inorg. Syntheses 1. 109—11. 1939.) TROFIMOW. 248

R. N. Maxson, *Chlorwasserstoff*. Die Darst. erfolgt durch Einw. von konz. H_2SO_4 auf NaCl oder konz. HCl . Die App. besteht aus einem zylindr. oder kon. Scheidetrichter,

der mit 200 cm³ konz. H₂SO₄ gefüllt ist. Durch einen anderen Scheidetrichter wird konz. HCl eingeführt. Das gebildete Gas entweicht durch ein Abgangsrohr u. wird mit konz. H₂SO₄ gewaschen. Die Ausbeute an gasförmigem HCl beträgt 80%, bezogen auf 75 cm³ konz. H₂SO₄ u. 40 cm³ konz. HCl. F. -111°; Kp. -85°. (Inorg. Synthesen 1. 147—49 1939.) TROFIMOW. 249

William A. Noyes, *Stickstofftrichlorid*. Die Darst. erfolgt durch Einw. von Cl₂ auf (NH₄)₂SO₄-Lsg. u. anschließende Extraktion des Prod. aus der wss. Lösung. — In ein Gemisch von 240 g CCl₄, 60 g (NH₄)₂SO₄ u. 600 cm³ W. wird bei +10° 40—60 Min. Cl₂ eingeleitet. Die CCl₄-Schicht wird mit 300 cm³ 5% ig. (NH₄)₂SO₄-Lsg. einige Male gewaschen u. mit CaCl₂ getrocknet. Ausbeute an 12% ig. NCl₃-Lsg. 270 g. (Inorg. Synthesen 1. 65—67. 1939.) TROFIMOW. 249

D. R. Duncan, *Bromwasserstoff durch Bromierung von Tetrahydronaphthalin*. Unter den vielen Methoden zur Herst. von HBr wird die Bromierung von Tetrahydronaphthalin (I) vorgezogen. I u. seine Bromierungsprodd. sind wenig flüchtig, die Rk. verläuft ruhig u. ohne Erwärmen. Das erhaltene HBr ist rein u. trocken. Ausbeute 47% bezogen auf Br₂. Schweres, farbloses Gas, Kp. -67°, F. -86°. 1 Teil W. löst 600 Teile HBr bei 0°. (Inorg. Synthesen 1. 149—52. 1939.) TROFIMOW. 250

John M. Schneider und W. C. Johnson, *Bromwasserstoff (Bromwasserstoffsäure) durch direkte Reaktion über platinisiertem Silicagel*. Ein Verbrennungsrohr von 50 cm³ Länge u. 4 cm Durchmesser wird mit 300 g platinisiertem Silicagel gefüllt. Über den auf 350—375° erhitzten Katalysator wird ein Gemisch von H₂ u. Br₂ geleitet, das durch Einleiten von H₂-Überschuß in auf 40° erwärmtes Br₂ hergestellt ist. Der gebildete HBr wird durch einen mit Glasperlen (mit feuchtem roten P bedeckt) gefüllten Turm geleitet u. in Waschflaschen mit W. adsorbiert. Die Überführung von 500 g Br₂ in HBr dauert 50 Minuten. Die erhaltene HBr ist 65% ig., D. 1,78. (Inorg. Synthesen 1. 152—55. 1939.) TROFIMOW. 250

G. B. Heisig und E. Amdur, *Konstant siedende Bromwasserstoffsäure*. Die Darst. erfolgt durch Einw. von H₂SO₄ auf KBr. — Zu 120 g KBr in 200 cm³ W. werden langsam 90 cm³ konz. H₂SO₄ bei 75° zugegeben. Nach Abkühlen wird KHSO₄ abgetrennt u. aus dem Filtrat das konstant sd. HBr-Gemisch destilliert. Ausbeute 85%. Die Reinigung erfolgt durch Redestillation. Kp.₇₄₀ 122,5°, Kp.₇₆₀ 126°, mit der Zus. 47,38% (752 mm) bzw. 47,86% HBr. (762 mm) (Inorg. Synthesen 1. 155—57. 1939.) TROFIMOW. 250

G. B. Heisig und O. C. Frykholm, *Jodwasserstoffsäure durch Einwirkung von Jod auf Schwefelwasserstoff*. In eine Suspension von 120 g Jod in 150 cm³ W. wird unter Rühren H₂S eingeleitet bis zur Entfärbung der Lsg.: S wird durch Dekantieren u. Filtrieren abgetrennt u. HJ destilliert. Kp. des konstant sd. Gemisches 125—127°, Ausbeute der 57% ig. Säure 110—120 cm³, D. 1,7. Die Säure wird in einem dunklen, gut verschlossenen Gefäß aufbewahrt. Die Säure kann durch Zugabe von 1—2% 50% ig. Hypophosphorsäure stabilisiert werden. (Inorg. Synthesen 1. 157—59. 1939.) TROFIMOW. 251

E. R. Caley und M. G. Burford, *Jodwasserstoffsäure durch katalytische Vereinigung der Elemente*. Die Darst. erfolgt durch Überleiten von Joddämpfen mit H₂-Überschuß über platinisierten Asbest als Katalysator. Die Joddämpfe werden durch Erwärmen von 100 g Jod bei 160° gebildet. Der Jodkolben ist direkt mit dem Reaktionsrohr verbunden. Das nicht umgesetzte Jod wird durch Eiskühlung in einem leeren Adsorptionsrohr kondensiert u. die gebildete HJ in 50 cm³ W. adsorbiert. Ausbeute 70 cm³ HJ; D. 1,75. Durch Erhöhung der Jodmenge auf 135 g bei gleicher Wassermenge werden 78 cm³ Säure D. 1,97 erhalten. (Inorg. Synthesen 1. 159—62. 1939.) TROFIMOW. 251

L. S. Foster und H. G. Nahas jr., *Jodwasserstoffsäure*. J₂ + H₃PO₂ + H₂O = H₃PO₃ + 2HJ: Als Ausgangsstoff dient eine konz. HJ-Lsg., in der durch Oxydation entstandenes J₂ gelöst ist. Zur Darst. wird eine besondere Glaseinrichtung (Abb.) verwendet, die mit N₂, H₂ oder CO₂ gefüllt wird. Die HJ-Lsg. wird im Destillationskolben, der mit einer Fraktionierkolonne versehen ist, fast zum Sieden erhitzt u. tropfenweise mit einer 50% ig. H₃PO₂-Lsg. versetzt, bis die rote Farbe verschwunden ist. Man dest. u. erhält eine farblose Lsg. mit 57% HJ; D. 1,7. (Inorg. Synthesen 2. 210—12. 1946.) WESLEY. 251

J. J. Lingane und I. M. Kolthoff, *Kaliumjodid zum Gebrauch als primärer Standard*. Die Synth. der reinen Standardsubstanz erfolgt aus reiner HJ u. KHCO₃ u. durch anschließendes Schmelzen des Salzes mit einer geringen Menge NH₄J oder in H₂-Atmosphäre zur Vermeidung der hydrolyt. Zersetzung. — Durch 250 cm³ HJ mit einem Geh. von 75 g HJ wird H₂ durchgeleitet u. 130 g KHCO₃ in kleinen Mengen zugegeben. Anschließend wird die Lsg. zum Sieden erhitzt u. schnell durch ein Glasfilter filtriert. Die dunkel gefärbte klare Lsg. wird in H₂-Atmosphäre eingedampft bis zur Ausscheidung von KJ. Nach Abkühlen wird das auskryst. KJ abgetrennt u. das Filtrat erneut eingengt. Ausbeute des hellgelben KJ 174 g. Das über geschmolzenem KOH im Exsiccator geg-

trocknete KJ wird in einem Pt-Schiffchen im Si-Verbrennungsrohr im H_2 -Strom 10 Min bei $700-725^\circ$ erhitzt. Das geschmolzene Salz wird im Exsiccator aufbewahrt. Es ist vollständig neutral, p_H der Lsg. wie bei Wasser. (Inorg. Syntheses 1. 163—65. 1939.)

TROFIMOW. 251

J. Cornog und R. A. Karges, Jodmonochlorid. Die Darst. erfolgt durch Überleiten von Cl_2 über festes Jod u. Dest. des Rohproduktes. — Zu 300 cm^3 fl. Chlor wird die $1\frac{1}{2}$ fache mol. Menge Jod zugegeben. Cl_2 -Überschuß wird durch Erwärmen auf Raumtemp. verdampft. Das Reaktionsprod. wird 24 Stdn. oder länger in fl. Zustand stehengelassen u. danach das beim Abkühlen erstarrte *Jodmonochlorid*, JCl, 2mal umkrystallisiert. JCl existiert in 2 Formen. Die braunroten Blättchen der β -Form, F. $13,9^\circ$, sind labil u. gehen leicht in rubinrote Nadeln der α -Form, F. $27,19^\circ$, über. Da Jodmonochlorid beim Sieden bei n. Druck dissoziiert, hat es keinen bestimmten Kp. u. stellt eine assoziierte oder polare Fl. dar. Es werden die Werte von $94,7-102^\circ$ angegeben. (Inorg. Syntheses 1. 165—67. 1939.)

TROFIMOW. 251

H. S. Booth und W. C. Morris, Jodtrichlorid. Die Darst. erfolgt durch Zugabe von pulverförmigem Jod zu einem Überschuß von fl. Cl_2 , welches anschließend verdampft wird. Gelbes Pulver, Zers. bei $47-62^\circ$; Ausbeute 100%. (Inorg. Syntheses 1. 167—68. 1939.)

TROFIMOW. 251

Peter M. Bernays, Trinatriumorthoperjodat (Natriumparaperjodat). $NaJ + 4Br_2 + 10NaOH = Na_3H_2JO_6 + 8NaBr + 4H_2O$: Eine Lsg. von 50 g J_2 u. 264 g NaOH in 2 Liter W. wird auf 80° erhitzt u. unter Umrühren bei 80° langsam ($2\text{ cm}^3/\text{Min.}$) aus einem Tropftrichter, dessen Ausfluß unter der Oberfläche der Lsg. endet, mit $80\text{ cm}^3 Br_2$ versetzt. Nach 30—45 Min. bildet sich plötzlich ein Nd., der ein Stoßen verursachen kann. In diesem Fall wird die überstehende Lsg. abgossen u. mit dem Rest des Br_2 versetzt. Der gesamte Nd. wird durch eine Glasfritte abgessaugt, 4mal je 15 Min. lang mit je 25 cm^3 dest. W. bedeckt, trocken gesaugt u. an der Luft getrocknet. Die Ausbeute beträgt 85—90 g. (Inorg. Syntheses 2. 212—13. 1946.)

WESLY. 251

H. H. Willard, Natrium-, Kalium- und Bariumperjodate. Die Darst. der Perjodate von Alkalimetallen erfolgt durch Oxydation von Jodaten mit Cl_2 . Die Oxydation mit Persulfaten hat eine untergeordnete Bedeutung. — $NaJO_3$ wird dargestellt durch Oxydation von J_2 mit $NaClO_3$. — Zu einer Lsg. von 125 g NaClO_3 in 500 cm^3 W. werden nach Ansäuern mit 2 cm^3 konz. HNO_3 100 g Jod zugegeben u. die Rk. durch Erwärmen auf 50° eingeleitet; diese ist nach 10—15 Min. beendet. Die Jodatlg. wird weiter zu Perjodat oxydiert. — *Natriumparaperjodat*, $Na_3H_2JO_6$ (II), gewinnt man durch Oxydation mit Cl_2 . Zu der $NaJO_3$ -Lsg. werden 140 g NaOH u. nach Bedarf $100-200\text{ cm}^3$ W. zugegeben. Das Gemisch wird zum Sieden erhitzt u. 10—15 Min. Cl_2 durchgeleitet. Die Lsg. wird leicht alkal. gemacht zur Überführung des $Na_2H_2JO_6$ in das weniger lösl. $Na_3H_2JO_6$, gekühlt u. filtriert. Der Nd. von II wird mit kaltem W. gewaschen u. bei 110° getrocknet. Ausbeute 225 g. — *Persulfatmethode.* Zu der $NaJO_3$ -Lsg. werden 40 g NaOH zugegeben u. mit 1200 cm^3 W. verdünnt. Die Lsg. wird zum Sieden erhitzt u. unter Rühren $213\text{ g K}_2S_2O_8$ u. anschließend 170 g NaOH zugegeben. Nach 15 Min. wird die Lsg. auf 40° abgekühlt, der Nd. filtriert u. mit kaltem W. gewaschen. Beim Abkühlen unter 40° kristallisieren große Mengen von Sulfat mit. Ausbeute an $Na_3H_2JO_6$ 223—227 g von 94 bis 97% Reinheit. — *Natriummetaperjodat*, $NaJO_4$, durch Einw. von HNO_3 auf $Na_3H_2JO_6$. Zu je $100\text{ g Na}_3H_2JO_6$ werden 200 cm^3 W. u. 55 cm^3 konz. HNO_3 zugegeben, die Lsg. filtriert u. bis zur Krystallisation eingedampft. Nach Abkühlen auf 20° wird $NaJO_4$ abgetrennt u. mit W. gewaschen. Glänzende klare Krystalle, Ausbeute 61—62,1 g von 99,5—99,8% Reinheit. Bei zu starkem Abkühlen werden weiße Krystalle von Trihydrat, $NaJO_4 \cdot 3H_2O$, gebildet. — *Kaliummetaperjodat*, durch Oxydation von Jodat mit Cl_2 in alkal. Lsg. wie bei $NaJO_4$. Da in alkal. Lsg. das lösl. $K_4J_2O_6$ statt KJO_4 existiert, findet die Ausscheidung des Perjodates erst nach Neutralisation statt. Auf 135 g KClO_3 werden 195 g KOH verwendet. Ausbeute 180 g , Reinheit 99,5%. — *Bariumparaperjodat*, $Ba_3H_4(JO_6)_2$. Zu einer Suspension von $225\text{ g Na}_3H_2JO_6$ in 1 Liter mit 10 cm^3 konz. HNO_3 angesäuertem sd. W. wird eine Lsg. von $325\text{ g Ba(NO}_3)_2$ in heißem W. unter Rühren zugegeben. Nach $1\frac{1}{2}-2$ Stdn. wird die Lsg. mit $Ba(OH)_2$ neutralisiert. Nach Abkühlen wird das auskryst. $Ba_3H_4(JO_6)_2$ abgetrennt u. mit heißem W. gewaschen. — Die Darst. kann auch aus K-Metaperjodat unter Zugabe von 2 Äquivalenten KOH erfolgen. (Inorg. Syntheses 1. 168—72. 1939.)

TROFIMOW. 251

H. H. Willard, Perjodsäure. Die Darst. erfolgt durch Einw. von konz. HNO_3 auf $Ba(JO_4)_2$ u. beruht auf der Tatsache, daß $Ba(NO_3)_2$ in HNO_3 (D. 1,42) unlöslich ist, während HJO_4 leicht löslich ist. Die Löslichkeit steigt oberhalb 25° stark an u. ist in W. 10mal größer als in konz. HNO_3 . Bei der Behandlung von trockenem $Ba(JO_4)_2$ mit konz. HNO_3 ist $Ba(NO_3)_2$ so fein verteilt, daß es schwer filtrierbar ist. Dies kann vermieden

werden durch Anwendung von verd. Säure oder durch Behandlung von angefeuchtem Salz mit konz. Säure. — 100 g $Ba(JO_4)_2$ werden mit 75 cm³ W. angefeuchtet u. mit 200 cm³ HNO_3 (D. 1,42) behandelt. Das Gemisch wird bei 60–70° 1 Stde. gerührt, auf 30–40° abgekühlt, $Ba(NO_3)_2$ filtriert u. mit konz. HNO_3 gewaschen. Das Filtrat wird bei 60–70° im Vakuum eingengt, filtriert u. erneut bis zur Ausscheidung von HJO_4 eingengt. Die Lsg. ist zuweilen stark übersättigt. Glänzende Krystalle, Ausbeute 46–51 g, Reinheit 99,5–99,9%. — Durch Zugabe von KNO_3 zur Mutterlauge wird Kaliummetaperjodat erhalten. (Inorg. Syntheses 1. 172–75. 1939.) TROFIMOW. 251

L. M. Dennis und A. W. Browne, Natriumamid. Die Darst. erfolgt durch Einleiten von gasförmigem NH_3 in 100 g geschmolzenes Na im Nickelgefäß bei 350°. Weißes kryst. Salz, F. 210°, flüchtig bei 400°, Zers. zwischen 500 u. 600°; reagiert heftig mit W. u. Alkohol. (Inorg. Syntheses 1. 74–77. 1939.) TROFIMOW. 264

George H. Coleman und Herbert L. Johnson, Monochloramin. Die Darst. erfolgt durch Mischen von NH_3 u. $NaOCl$ in wss. Lösung. — Zu 550 cm³ 1,5 mol. NH_4OH -Lsg. werden bei 0° 100 g Eis u. 575 cm³ 1,5 mol. $NaOCl$ -Lsg. zugegeben. Das gebildete Monochloramin wird bei 15–25 mm u. 40–45° dest. u. in 250 cm³ Ae. aufgefangen. Die äther. Lsg. von Monochloramin wird vom Nd. getrennt. Ausbeute 0,25 Mol in 230–250 cm³ Äther. Das Amin ist in der Kälte nur einige Stdn. beständig. (Inorg. Syntheses 1. 59–62. 1939.) TROFIMOW. 264

George H. Coleman und Gilbert E. Goheen, Dibromamin. Die Darst. erfolgt durch Einleiten von NH_3 in kalte Lsg. von Br_2 in Äther. — Zu 500 cm³ Ae. werden bei –50° 10 cm³ Br_2 zugegeben u. bei –40 bis –50° 8–8,5 Liter trockenes NH_3 bis zu geringem Überschuß durchgeleitet. Dibromaminlsg. wird vom festen NH_4Br durch Filtration getrennt u. die äther. Lsg. bei –70° aufgefangen. NH_3 -Überschuß wird durch Mischen mit 150 cm³ $CaCl_2$ -Lsg. (D. 1,27–1,28) bei –25° entfernt. Ausbeute an Dibromamin 0,045 Mol in 350 cm³ Äther. Die äther. Lsg. von Dibromamin ist bei –70° einige Stdn. beständig, bei 0° zers. es sich. Die Verb. ist strohgelb u. besitzt einen stehenden Geruch. (Inorg. Syntheses 1. 62–65. 1939.) TROFIMOW. 264

L. F. Audrieth und C. F. Gibbs, Stickstoffwasserstoffsäure in wäßrigen und ätherischen Lösungen. Die wss. Lsgg. von HN_3 werden durch Behandlung von NaN_3 mit H_2SO_4 erhalten. — 15 g NaN_3 u. 5 g $NaOH$ werden in 150 cm³ W. gelöst, zum Sieden erhitzt u. 90 cm³ 40% ig. H_2SO_4 tropfenweise zugegeben, unter gleichzeitiger Dest. einer wss. Lsg. von HN_3 , Ausbeute an 3% ig. Lsg. 50 cm³. — Da der Verteilungskoeff. von HN_3 zwischen Ae. u. W. 7:1 ist, können äther. Lsgg. durch Extraktion von wss. Lsgg. mit Ae. erhalten werden. Zu einer Lsg. von 30 g NaN_3 in 100 cm³ W. werden 150 cm³ Ae. u. anschließend tropfenweise 30 cm³ konz. H_2SO_4 zugegeben unter gleichzeitiger Dest. von HN_3 u. Äther. Die Lsg. wird über $CaCl_2$ getrocknet u. redestilliert. (Inorg. Syntheses 1. 77–79. 1939.) TROFIMOW. 264

W. J. Frierson, Ammoniumazid. Verf. A) $N_3H + NH_3 = N_3NH_4$. 50 cm³ einer Lsg. von 5,8 g N_3H (vgl. Inorg. Syntheses 1. [1939.] 77) werden mit Ae. auf 500 cm³ verd., in einer Eis-Salz-Mischung gekühlt u. solange mit trockenem, reinem NH_3 -Gas versetzt, bis die Menge des Nd. von N_3NH_4 nicht mehr zunimmt. Das N_3NH_4 wird gefiltert u. in einem Exsiccator, der abwechselnd mit trockener Luft gefüllt u. evakuiert wird, vom Ae. befreit. Die Ausbeute beträgt 4,1 g. Verf. B) $N_3Na + NH_4NO_3 = N_3NH_4 + NaNO_3$. Eine trockene Mischung von 6 g reinem NH_4NO_3 u. 5 g N_3Na (größere Mengen sind zu vermeiden; trotzdem soll sich der Hersteller durch einen Schutzschirm sichern) wird in eine 200 cm³-Flasche gebracht, die in waagerechter Lage in einem gasbeheizten Ofen in 15 Min. auf 200° erhitzt wird. Die Flasche steht mit einer außerhalb des Ofens befindlichen Vorlage so in Verb., daß die beiden, am besten durch Schiffe vereinigten Flaschenhälse sich noch im Ofen befinden. Nach mehrstd. Erhitzen auf 200° ist die Rk. beendet u. das gebildete N_3NH_4 in die Vorlage sublimiert. Bei Zugabe von wenig W. genügt eine niedrigere Temperatur. Die Ausbeute beträgt 85–95%. Statt NH_4NO_3 kann auch $(NH_4)_2SO_4$ angewandt werden; in diesem Falle muß die Temp. jedoch auf 300° erhöht werden. N_3NH_4 ist ein weißes, krystallines Salz, dessen Löslichkeit in 100 cm³ der nachstehenden Lösungsmittel bei 20° beträgt: W.: 20 g; CH_3OH : 3,3 g; A.: 1,06 g; Ae.: 0,006 g; Bzl.: 0,003 g. Es kryst. aus wss. Lsg. in wasserfreier Form u. sublimiert bei 133°. Es ist eines der beständigeren Azide, explodiert aber durch Initialzündung mit großer Geschwindigkeit. Beim Erhitzen in geschlossenem Rohr explodiert es mit äußerster Heftigkeit. (Inorg. Syntheses 2. 136–38. 1946.) WESLY. 264

A. W. Browne, Kaliumazid. Die Darst. erfolgt durch Neutralisation von NH_3 mit KOH . Eine 3% ig. HN_3 -Lsg. wird mit KOH -Lsg. neutralisiert. Die Lsg. wird bis zur beginnenden Krystallisation eingengt, mit 2facher Menge A. versetzt u. gekühlt. Die Löslichkeit der Alkali- u. Erdalkaliazide in A. ist sehr gering. Ausbeute an Kaliumazid, KN_3 , 91,5%; F. 350°, Zers. bei 360°. (Inorg. Syntheses 1. 79–81. 1939.) TROFIMOW. 264

M. W. Miller und L. F. Audrieth, Kaliumazid. $2\text{C}_4\text{H}_9\text{OH} + 2\text{NaNO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{C}_4\text{H}_9\text{ONO} + \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$; $\text{C}_4\text{H}_9\text{ONO} + \text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{KOH} = \text{N}_3\text{K} + \text{C}_4\text{H}_9\text{OH} + 3\text{H}_2\text{O}$: Eine Mischung von 87 cm^3 konz. H_2SO_4 u. 60 cm^3 W. wird unter Umrühren u. Einhaltung einer Temp. von 0° langsam mit 222 g n-Butylalkohol versetzt u. dann im Verlaufe von 1 Stde. unter Umrühren unter die Oberfläche einer durch eine Kältemischung gekühlten Lsg. von 228 g NaNO_2 in 900 cm^3 W. eingeleitet. Das auf der Oberfläche schwimmende $\text{C}_4\text{H}_9\text{ONO}$ wird von der wss. Lsg. getrennt, 3mal mit je 60 cm^3 einer Lsg. von 45 g Salz u. 5 g NaHCO_3 in 180 cm^3 W. gewaschen u. über Na_2SO_4 getrocknet. Die Ausbeute beträgt 270 — 289 g . In einem mit Rückflüßkühler versehenen Kolben versetzt man eine klare Lsg. von 70 g KOH in 500 cm^3 absol. A. mit 60 g techn. 85% ig. $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, erhitzt schwach auf einem Dampfbad u. gibt 15 g $\text{C}_4\text{H}_9\text{ONO}$ zu. Darauf entfernt man den Kolben vom Dampfbad u. fügt nach u. nach 110 g $\text{C}_4\text{H}_9\text{ONO}$ hinzu, bis die Lsg. von selbst weitersiedet. Nach 1 Stde. erhitzt man nochmals 15 Min. auf dem Dampfbad u. kühlt in Eis ab. Der Nd. von N_3K wird abfiltriert, 4mal mit je 50 cm^3 kaltem absol. A., dann mit 125 u. darauf mit 100 cm^3 Ae. gewaschen u. bei 55 — 60° an der Luft getrocknet. Die Ausbeute beträgt 63 — 69 g . Nach Bedarf kann das N_3K in W. gelöst u. durch A. wieder gefällt werden. (Inorg. Syntheses 2, 139—41. 1946.) WESLY. 264

H. H. Sisler und L. F. Audrieth, Trikaliumnitroltrisulfat. Modifizierte Darst. nach CLAUS u. KOCH: $\text{KNO}_3 + 4\text{KHSO}_3 = \text{N}(\text{SO}_3\text{K})_3$ (I) + $\text{K}_2\text{SO}_3 + 2\text{H}_2\text{O}$. 25 g ($0,294\text{ Mol}$) KNO_3 in 100 cm^3 W. gelöst, werden zum Sieden erhitzt u. langsam unter Rühren einer warmen Lsg. von KHSO_3 (hergestellt durch Sättigen einer Lsg. von $100\text{ g} = 1,78\text{ Mol}$ KOH in 200 cm^3 W. mit SO_2) zugesetzt. Es erfolgt sofortige Krystallbildung. Nach 1 Stde. setzt man ca. 150 cm^3 W. zu u. erwärmt, bis alles wieder gelöst ist. Beim Abkühlen Bldg. nadelförmiger glänzender Krystalle von 1 mit 2 Moll. W., die abfiltriert u. mit Eiswasser SO_2 -frei, dann mit A. u. Ae. gewaschen u. im Exsiccator aufbewahrt werden. In W. u. fl. NH_3 wenig löslich. In wss. Lsg. keine Fällung mit Mn^{++} , Hg^{++} , Ag^+ , Cd^{++} , Co^{++} , Cu^{++} u. Fe^{++} , mit Pb-Acetat weißer Niederschlag. Mit Ba^{++} Nd. nur in alkal. Lösung. In neutraler Lsg. langsame, in saurer sehr schnelle Hydrolyse (Stabilisierung durch Zusatz von Alkali). Reines I kann ca. 1 Monat ohne Zers. im Exsiccator aufbewahrt werden. (Inorg. Syntheses 2, 182—83. 1946.) FREE. 264

C. Mineralogische und geologische Chemie.

Ewald Schild, Mikroskopie des Schnees. Hinweis auf die Schönheit der Schneekrystalle, deren Klassifikation, Technik des Mikroskopierens u. Photographierens, Abbildungen; Literaturangaben. (Mikroskopie [Wien] 1, 115—24. 1946. Wien, Labor. für wissenschaftl. Mikroskopie.) W. FABER. 371

Geo. A. Thiel, Der relative Abriebwiderstand von sandkorngroßen Mineralteilchen. Einige verbreitete Mineralien werden nach dem Mahlen u. Sieben als Sande von $\frac{1}{2}$ — 1 mm Durchmesser 40 bzw. 60 u. 100 Tage in einer langsam rotierenden Trommel bei Ggw. von W. einem den natürlichen nachahmenden Erosionsvorgang unterworfen. Die durch zahlreiche Mikroaufnahmen veranschaulichten Versuchsergebnisse führen zu folgender Reihenfolge steigender Abriebfestigkeit, die nach dem Verf. von WADELL ausgewertet wird: Apatit, Hornblende, Mikroklin, Granat, Turmalin u. Quarz. (J. sediment. Petrology 10, 103—24. Dez. 1940. Minneapolis, Minn., Univ.) HENTSCHEL. 371

Harold L. Alling, Eine Blendenmethode für die Korngrößenanalyse. WADELL hat gezeigt, daß der Durchmesser eines Kreises, dessen Fläche gleich derjenigen der Mineralprojektion ist, einen guten Maßstab für die Korngröße abgibt. Nach diesem Prinzip wird mit einer Irisblende auf dem durch eine Camera lucida projizierten Bild des Mineralkorns der mittlere Kreis eingestellt. Dieses Verf. ist im Vgl. mit der planimetr. Ausmessung hinreichend genau u. weit rascher durchführbar. (J. sediment. Petrology 11, 28—31. April 1941. Rochester, N. Y., Univ.) HENTSCHEL. 370

H. W. Fairbairn, Röntgenographische Untersuchung einiger feinkörniger geschieferter Gesteine. Vf. untersucht mit Hilfe von Texturdiagrammen den Mineralbestand, die Gefügeregelung u. deren Grad an Schieferen von Poultney, Vt. u. Montagne, N. S. u. den Schieferen von Kansas. Er stellt eine Beziehung fest zwischen der Größe der Teilstücke der Interferenzringe der blätterigen Minerale u. dem Grad der Schieferung des Gesteins. Je kleiner das Teilstück, desto besser die Schieferung. Das Interferenzbild wird bes. deutlich beim Einfall des Röntgenlichts parallel zur Schieferungsebene. Die Absonderungsflächen von Schiefer-tonen geben dieselben Erscheinungen. — Schiefer, in denen der Muskovit- (Illit-) Geh. größer ist als der Kaolinit-Chlorit-Geh., zeigen gute Schieferung. (Amer. Mineralogist 28, 246—56. April 1943.) NEELS. 373

Robert L. Nichols, Der Ursprung des atmosphärischen Wasserstoffs. Zusammenfassender kurzer Bericht an Hand der bekannten Literatur. H_2 wird ständig in der Atmosphäre auf

verschied. Art gebildet u. geht etwa mit der gleichen Geschwindigkeit verloren, so daß die Menge H₂ in der unteren Atmosphäre ständig ca. 1:10000 Volumenteilen beträgt; in der oberen Atmosphäre ist nur sehr wenig oder überhaupt kein H₂ vorhanden. Das Verschwinden aus der unteren Atmosphäre geschieht z. T. durch Diffusion durch die obere Atmosphäre in den Raum, z. T. wird er von den Bodenbakterien entfernt. (Bull. Amer. meteorol. Soc. 22. 211—13. Mai 1941. Tufts College, Mass., Barnum Museum.)
GOTTFRIED. 378

D. Organische Chemie.

D₁. Allgemeine und theoretische organische Chemie.

M. F. Redies und T. Iredale, *Die Kinetik der Reaktion zwischen Silberperchlorat und Methyljodid*. Die genannte Umsetzung, die zu CH₃ClO₄ u. AgJ führt, wird in Eisessig, Aceton, A., Bzl., Äthylacetat, 50%ig. wss. Dioxan, 50%ig. wss. A. u. in Ae. bei Temp. zwischen 15 u. 35° untersucht. Da KJ mit CH₃ClO₄ zur Ausfällung eines Nd. von KClO₄ führt, kann zum Titrieren des Ag während der Rk. kein KJ verwendet werden; das sehr viel langsamere mit CH₃ClO₄ reagierende KCl erweist sich in alkoh. Lsg. zu diesem Zwecke brauchbar. Es wird keine Fällung einer Doppelverb. zwischen AgJ u. AgClO₄ beobachtet. Die Rk. ist ähnlich wie die von DONNAN u. POTTS (C. 1910. I. 153) untersuchte entsprechende Rk. mit Ag-Nitrat nicht exakt von 2. Ordnung, vielmehr ergeben sich brauchbare pseudobimol. Geschwindigkeitskonstanten, wenn die Geschwindigkeiten durch $a^{1/2}$ (bzw. bei Ae. als Lösungsm. durch a) dividiert werden, wobei a die Ausgangskonz. an Ag-Salz bedeutet. Die Ursache dieser Abweichung von einer einfachen Reaktionsordnung ist ungeklärt. Die Anwesenheit des gefällten AgJ im reagierenden Syst. läßt zwar vermuten, daß die Rk. teilweise heterogen verläuft; in dieser Richtung angestellte Unterss. führen aber zu keinem Ergebnis, z. B. sind Schütteln der Lsg., d. h. Dispergieren des Nd., oder Änderung der Fällungsbedingungen u. damit der Oberflächengröße des Nd. ohne Einfl. auf die Reaktionsgeschwindigkeit. Die beobachteten Aktivierungsenergien liegen zwischen 11 u. 13 kcal/Mol. (J. phys. Chem. 48. 224—30. Juli 1944. Sidney, Australia, Univ., Phys. Chem. Labor.)
REITZ. 400

Eero Tommila, *Über die Faktoren, welche die chemische Reaktionsgeschwindigkeit bestimmen*. Nach einem allg. Überblick wird am Beispiel der Hydrolyse der Carbonsäureester der Einfl. der Säure, des Alkohols u. der Substituenten untersucht, der Mechanismus der Esterhydrolyse, der Wahrscheinlichkeitsfaktor P, die Eigentümlichkeiten der Molekularpolarisation, der Sonderfall der o-substituierten Benzoessäureester u. der Einfl. des Lösungsm. besprochen. (Suomen Kemistilehti 17. Ser. A. 1—16. 1944. [Orig.: finn.]
R. K. MÜLLER. 400

K. H. Saunders und William A. Waters, *Zersetzungsreaktionen aromatischer Diazoverbindungen*. XI. Mitt. *Der Mechanismus der Bildung von Azoverbindungen, Polyarylen und Arylsulfiden*. (X. vgl. C. 1942. II. 2783.) Das Auftreten von Azoverbb. u. Polyarylen unter den Zersetzungsprodd. von Diazoverbb. in wss. Lsg. in der Nähe des Neutralpunkts bei Ggw. milder Reduktionsmittel u. die Umwandlung von 2,2'-Tetrazodiphenyl in Diphenylazon zeigen an, daß Diazoverbb. teilweise einer Zers. unterliegen können nach Typ II (vgl. I. c.). Dabei entstehen freie Arylradikale, die u. a. reagieren können: a) mit Diazokationen mit einsamem Elektron, das vom Reduktionsmittel übertragen ist, zu symm. Azoverbb. oder b) mit unzers. kovalenten Diazoverbb. zu Diazodiatyrylen, die sich in ähnlicher Weise zu Diarylen zers. können oder wie unter a) Arylazodiatyryle liefern. Es wird auch angenommen, daß Diazosulfide in wss. Medium analog reagieren u. freie Radikale liefern. (J. chem. Soc. [London] 1946. 1154—56. Dez. Oxford, Balliol Coll.; Blackley, Manchester, 9, Imperial Chemical Industries Ltd., Res. Laborr.)
DETHLOFF. 400

Warren M. Garrison und Milton Burton, *Mechanismus der Photolyse von Propionaldehyd*. Mit der PANETHSchen Spiegelmeth. wurden Unterss. bei 2537, 2900 u. 3200 Å u. 30 oder 100° vorgenommen. Das absorbierte Licht bewirkt nur eine Anregung der Carbonylgruppe. Ist genügend Energie vorhanden, dann scheint als Folgeprozeß bei kurzen Wellenlängen ein Zerfall in Radikale bevorzugt zu werden. Die gebildeten Alkylradikale bestehen ausschließlich aus Äthyl. Atomarer H konnte nur in Mengen bis zu 2% beobachtet werden, so daß der Zerfall im wesentlichen vorgeht nach: C₂H₅CHO → C₂H₅' + HCO'. Der Geh. an C₂H₅-Radikalen wurde bestimmt u. mit den gebildeten Mengen an CO, H₂ u. C₂H₆ verglichen. Die Möglichkeit, daß Moll. wie C₂H₆ entstehen, ist offenbar bei größeren Wellenlängen größer. Weiter wird der Mechanismus der Energieübertragung innerhalb des Propionaldehydmol. untersucht. Vff. nehmen an, daß die prim. Zersetzungsprodd. wahrscheinlich durch geometr. Faktoren mitbestimmt werden. (J. chem. Physics 10. 730—39. Dez. 1942. New York, Univ.)
E. JAHN. 400

A. L. Sklar, *Absorption polysubstituierter Benzolderivate*. V_f. berechnet den Einfl. einer nicht-chromophoren Substitution von Bzl. auf die Intensität der Bande $\lambda = 2600 \text{ \AA}$ (verbotener ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1B_{2u}$ -Übergang). Der Effekt wird bei der Substitution durch Wanderung von Ladung in den Ring hervorgerufen u. nach der Meth. antisymm. Molekularbahnen („molecular orbitals“) bis zur Näherung 1. Ordnung durchgerechnet. Die Intensitätsverhältnisse sind für C_6H_5X : o- $C_6H_4X_2$: m- $C_6H_4X_2$: p- $C_6H_4X_2$: 1.3.5- $C_6H_3X_3$: 1.2.3- $C_6H_3X_3$: 1.2.4- $C_6H_3X_3$ = 1:1:1.4:0:0:3. Substituiert man Bzl. mit meta-dirigierenden Substituenten u. ortho-para-dirigierenden gleicher Intensivierungskraft, so ist die Intensität der Bande bei mono:ortho:meta:para-Derivv. wie 1:3:3:0. Die Übereinstimmung dieser Rechnungen mit dem Experiment wird kurz behandelt. (J. chem. Physics 10. 135—44. Febr. 1942. Washington, D. C., Catholic Univ. of America, Chem. Labor.)

A. REUTER. 400

Karl F. Herzfeld, *Über das Absorptionsspektrum einiger Polymethinfarbstoffe*. (Vgl. vorst. Ref.) Nach zwei verschied. Näherungsverf. werden die Elektronen-Energie-niveaus einer Reihe von Polymethinfarbstoffen mit gleichen u. ungleichen, neutralen, polaren u. ionisierten Endgruppen berechnet u. diskutiert. Nach den berechneten Energiedifferenzen läßt sich der Einfl. der Kettenlänge u. der Natur der Endgruppen auf die Farbe verstehen. (J. chem. Physics 10. 508—20. Aug. 1942. Washington, D. C., Catholic Univ. of America, Dep. of Phys.)

A. REUTER. 400

A. L. Sklar, *Energie-niveaus und Farbe von Polymethinfarbstoffen*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Wurzeln der Säkular-determinante für die Energieniveaus unabgesätt. Elektronen in Polymethinfarbstoffen, die in der vorst. referierten Arbeit berechnet wurden, werden hier ergänzend in bezug auf die beiden quantentheoret. Rechenverf. diskutiert [„Molekularbahn“-Meth. nach MULLIKAN (C. 1940. I. 3640) u. Atombahn-Meth. nach HEITLER-LONDON-PAULING-SLATER]. Die erste Meth. gibt gute numer. Werte für die Abhängigkeit der Oscillatorstärke u. der Übergangsenergie von der Kettenlänge, genügt jedoch nicht, um feinere Änderungen in den Endgruppen wiederzugeben. Die zweite Meth. gibt in diesen Fällen befriedigende Resultate. (J. chem. Physics 10. 521—31. Aug. 1942. Washington, D. C., Catholic Univ. of America, Chem. Labor.)

A. REUTER. 400

Giulio Milazzo, *Über das Absorptionsspektrum von bestrahltem Benzpyren*. Das Absorptionsspektr. von Benzpyren, das ca. 1 Jahr der Bestrahlung mit radioakt. Substanzen ausgesetzt war, in Hexan- oder Benzollsg. zeigt gegenüber dem n. Spektr. eine Veränderung, bes. im sichtbaren Teil. V_f. nimmt an, daß diese Veränderung durch Umwandlung eines kleinen Teils des Benzpyrens in eine Substanz mit starker Absorption im sichtbaren Spektr. bedingt ist. Auch das Spektr. des unbestrahlten Benzpyrens wird durch neue Messungen ergänzt. (Ric. sci. Progr. tecn. 14. 243—49. Mai/Juni 1943. Rom, Univ., Chem. Inst. u. Inst. für allg. Pathol.)

R. K. MÜLLER. 400

E. Rabinowitch, *Spektren der Porphyrine und von Chlorophyll*. Die Spektren der Porphyrine sind alle ähnlich u. zeigen 4 Banden zwischen 500 u. 620 μ . Wird eine Doppelbindung am Porphinring syst. hydriert (Chlorophyll), so erscheint eine starke neue Bande im Roten bei 660 μ . Tetrahydroporphyrine (z. B. Bakteriochlorophyll) zeigen eine weitere sehr starke Bande bei 780 μ . Andere Veränderungen u. Substitutionen mit Alkyl-, Aryl-, Carboxyl-, Vinyl- u. anderen Gruppen rufen zwar geringe Änderungen im Spektr., aber keine neuen Banden hervor. Das zentrale Mg-Atom wirkt verstärkend auf die rote Bande. Die Fluoreszenzspektren von Chlorophyll zeigen eine starke Bande bei 665 μ . Die Erscheinungen werden so gedeutet, daß die roten Banden neuen niedrigen angeregten Elektronenzuständen angehören, die mit den beiden „Extra“-H-Atomen in naher Beziehung stehen, u. daß umgekehrt die Lichtabsorption dieser Banden die beiden H-Atome zur Rk. bei der Assimilation in der Pflanze befähigt. (Rev. mod. Physics 16. 226—35. Juli/Okt. 1944. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol.)

A. REUTER. 400

V. M. Albers, H. V. Knorr und David L. Fry, *Spektroskopische Studien der einfachen Porphyrine*. 4. Mitt. Die Absorptions- und Fluoreszenzspektren von ms-Tetra-(3'-4'-methylendioxyphenyl)-porphin der HCl-Zahl vier und seiner AgC_5H_5N -, Zn- und Ni-Komplexsalze. (3. vgl. C. 1942. II. 1443.) Die Absorptionsspektren der 4 Verb. werden zwischen 900 u. 370 μ aufgenommen u. abgebildet. Vgl. mit den Spektren der entsprechenden einfachen ms-Tetraphenylporphine zeigt, daß durch die verschied. komplex gebundenen Metallatome die Spektren stärker beeinflusst werden als durch Variation der Substituenten (Phenyl statt 3'-4'-Methylendioxyphenyl). Die Fluoreszenzspektren sind sehr schwach, beim Ni- u. AgC_5H_5N -Komplex überhaupt nicht meßbar. Die Fluoreszenzbande liegt im Roten bei 665 μ , wo sonst keine Absorptionsbanden der Porphyrine auftreten. (J. chem. Physics 10. 700—05. Dez. 1942. Yellow Springs, O., Antioch Coll., C. F. Kettering Found.)

A. REUTER. 400

David Fry, V. M. Albers und H. V. Knorr, *Absorptionsspektren des ms-Tetra-(3'-4'-methylendioxyphenyl)-porphinchlorhydrats (Nr. 4) und von dreien seiner Metallkomplexsalze*

im Sichtbaren. Die Spektren wurden mit den entsprechenden ms-Tetraphenylporphin-Spektren verglichen. Die Unterschiede sind gering; vergleicht man die beiden Mutter-substanzen, so zeigt sich, daß bei der erstgenannten Verb. alle Banden 5 oder 6 μ gegen Rot verschoben sind, auch sind die Absorptionskoeffizienten aller Banden, diejenige bei 649 μ ausgenommen, für die erstere größer als für die Tetraphenylverbindung. Lage der Banden in μ u. Werte der Absorptionskoeffizienten $\cdot 10^{-2}$ für ms-Tetra-(3',4'-methylendioxyphenyl)-porphinchlorhydrat (Nr. 4): 649—100; 595—133; 555—230; 518—440; 486—114; 425—8880. (Physic. Rev. [2] 61. 730. 1/15. 6. 1942. Ohio State Univ. u. Kettering Found., Antioch Coll.) FAESSLER. 400

Robert C. Gore und James L. Johnson, *Infrarotspektroskopie der Halogenisierung von ungesättigten Doppelbindungen*. Das Fehlen bestimmter Absorptionsbanden im Ultrarot-gebiet zwischen 1000 u. 800 cm^{-1} ist charakterist. für das Vorhandensein ungesätt. C=C-

Gruppen. Halogenaddition bei Doppelbindungen von Trialkylolefin in Kreppgummi läßt das 830- cm^{-1} -Band verschwinden. Ähnliche Ergebnisse zeigen sich bei der Halogenisierung von $\text{RCH}=\text{CH}_2$ (990- u. 910- cm^{-1} -Bande) u. $\text{R}_1-\text{CH}=\text{CHR}_2$ (960- cm^{-1} -Band). Die Meth. kann auch auf Bromaddition u. Arylverb. sowie Ringverb. ausgedehnt werden. (Physic. Rev. [2] 68. 283—84. 1/15. 12. 1945. American Cyanamid Co.) KUNZE. 400

E. Schönmann, *Ultrarotspektren kristalliner und geschmolzener Dicarbonsäuren*. In Fortsetzung früherer Unterss. (C. 1942. II. 1777) werden auf einem Prismenspektrometer im Wellenzahlbereich 600 cm^{-1} bis 4000 cm^{-1} die Absorptionsspektren der Dicarbonsäuren $\text{COOH}-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ ($n = 3, 4, 5, 6, 7$) vermessen. Bei Verwendung von im Hochvakuum aufgedampften Kristallschichten an Stelle der aus Lsgg. auskristallisierten ergibt sich eine erhöhte Meßgenauigkeit. Zur Unters. der Ultrarotspektren der dünnen Absorptionsschichten ober- u. unterhalb des F. wird eine besondere Arbeitsweise ausgearbeitet u. auf die Glutarsäure (F. 97,5°) angewandt. Die von FICHTER u. WEHRLI (C. 1942. I. 1865) bei den ersten 4 Dicarbonsäuren gefundenen Gruppenschwingungsfrequenzen werden auch bei den längeren Kettenmoll. festgestellt u. ähnlich gedeutet. Für Korksäure ($n = 6$) wird eine zahlenmäßige Berechnung der Kettenschwingungsfrequenzen ausgeführt u. eine befriedigende Übereinstimmung mit den Versuchsergebnissen gefunden. Die Verschiebungen u. Intensitätsänderungen der Bandenspektren beim Schmelzen der Glutarsäure zeigen, daß die H_2 -Brücken zwischen den Moll. stark gelockert werden. Die O-H-Gruppenfrequenz bleibt im Temperaturgebiet von 20—90° gleichmäßig, wogegen sie beim Schmelzen von 3040 cm^{-1} nach 3190 cm^{-1} verschoben wird. Die OCO-Gruppe des COOH-Radikals ist im Krystall symmetrischer als in der Flüssigkeit. (Helv. physica Acta 16. 343—64. 1943. Basel, Univ., Physikal. Anst.) WESLY. 400

D. H. Whiffen und H. W. Thompson, *Die Ultrarotspektren der Kresole und Xylenole und die Analyse von Kresylsäure*. Es wird ein registrierender Ultrarotpektrograph für das Gebiet von 7—14 μ beschrieben u. seine Anwendung zur Analyse mehrkomponentiger organ. Stoffsysteme (z. B. Kresylsäure) besprochen. Als Vorarbeit werden die Spektren der reinen Kresole u. Xylenole mit genauen Intensitäten aufgenommen. Es ist dann möglich, eine Analyse von Kresolgemischen in ca. 10 Min. mit $\pm 0,5\%$ Genauigkeit durchzuführen, wie an einigen Beispielen gezeigt wird. Ferner wird die Analyse von Xylenolgemischen besprochen. (J. chem. Soc. [London] 1945. 268—73. Mai. Oxford, England. Phys. Chem. Dep.) A. REUTER. 400

J. Rud Nielsen und Newton E. Ward, *Das Ramanspektrum von Verbindungen im gasförmigen und flüssigen Zustand*. Mittels einer App., welche die Aufnahme von RAMAN-Spektren im fl. u. gasförmigen Zustand bis 300° ermöglicht, werden bei gleicher Temp. die Spektren beider Aggregatzustände aufgenommen von Phosphortrichlorid, Methylchlorid, Methylbromid, Methylalkohol, Methylenchlorid, Methylenbromid, Chl. u. Tetrachlorkohlenstoff. Außerdem werden noch durch Anregung mit der Hg-Linie 2537 Å die Spektren von gasförmigem *n*-Pentan, *n*-Hexan u. Deuteriumoxyd fotografiert. Die Frequenzunterschiede zwischen den Spektren der beiden Aggregatzustände schwanken zwischen einer Zunahme von 4 u. einer Abnahme von 18 cm^{-1} . Sie erweisen sich verschied. für die verschied. Schwingungen einer Verb. u. für die verschied. Verbindungen. Mangels einer brauchbaren Theorie wird rein empir. festgestellt, daß bei Moll. mit Dipolmoment stärkere Effekte auftreten. Bei den asymm. Schwingungen von Moll. der Symmetrie C_{3v} wird eine starke Verbreiterung der Linien im Gas beobachtet, die auf eine Behinderung der Rotation im fl. Zustand zurückgeführt wird. (J. chem. Physics 10. 81—87. Febr. 1942. Norman, Univ. of Oklahoma, Dep. of Phys.) GOUBEAU. 400

Frank H. Spedding und Robert F. Stamm, *Das Ramanspektrum von Zuckern im festen Zustand und in Lösung*. I. Mitt. *Das Ramanspektrum von α - und β -D-Glucose*. Mittels einer verbesserten App., die auf der Verwendung von Komplementärfiltern beruht

u. mit der Hg-Linie 2537 Å anregt, werden die RAMAN-Spektren aufgenommen von α - u. β -D-Glucose im festen, pulverförmigen Zustand u. von Lsgg. im Verhältnis 1 Mol Glucose zu 5, 15 bzw. 50 Mol H₂O. Im Gegensatz zu früheren Autoren konnten von den beiden festen Zuckern sehr gute Spektren mit 30–40 Linien erhalten werden u. zusätzliche Banden u. Verbreiterungen in den Spektren der Lösungen. Die Verschiedenheiten der Spektren der beiden Zucker unter sich u. gegenüber den zu der wss. Lsg. werden kurz besprochen. (J. chem. Physics 10. 176–83. März 1942. Ames, Iowa State Coll., Plant Chem. Subsect., Agricultur. Exper. Stat. u. Dep. of Chem.) GOUBEAU. 400

W. M. D. Bryant, *Optisch-kristallographische Untersuchungen mit dem Polarisationsmikroskop*. 4. Mitt. *Achsendispersion mit Vorzeichenwechsel. Andere Dispersionsmessungen*. (3. vgl. C. 1941. II. 597.) *Trans-Stilben* erwies sich bei der Messung der Dispersion des opt. Achsenwinkels bei Wellenlängen über 4070 Å als opt. positiv, bei kürzeren Wellenlängen opt. negativ. Diese Erscheinung bezeichnet Vf. versuchsweise als Achsendispersion mit Vorzeichenwechsel. Die Dispersion der Brechungsindices α , β u. γ wurde nach der Meth. von MERWIN bei 25° bestimmt. *Benzil* erwies sich in Übereinstimmung mit JELLEY (vgl. Photographie J. 74. [1934.] 514) bei 4205 Å als isotrop, darüber opt. positiv, darunter negativ. *Thioharnstoff* zeigte bei ca. 3780 Å im UV gekreuzte ebene Achsendispersion. Vf. zeigt sämtliche Meßergebnisse in graph. Auswertung u. eine Auswahl von Interferenzfiguren in monochromat. Licht von Stilben u. Thioharnstoff. (J. Amer. chem. Soc. 65. 96–102. Jan. 1943. Wilmington, Del., Du Pont de Nemours and Co., Inc.) LINDENBERG. 400

E. E. Bray und N. S. Gingrich, *Die Struktur von flüssigem Tetrachlorkohlenstoff*. CCl₄ wurde bei –20 u. +25° röntgenograph. untersucht. Die experimentellen Einzelheiten werden beschrieben: Meist wurde mit Mo-K α -Strahlung u. photograph. Film gearbeitet, manchmal mit Ag-K α -Strahlung u. Zählrohr. Anfangs wurde das Präp. als freier Strahl untersucht, später in Glascapillaren (ca. 1,5 mm Durchmesser) oder zwischen Cellophanplättchen (0,55 mm dick). Kurven der Intensitäts- u. radialen Dichteverteilung sind für beide Temp. angegeben; sie zeigen 6–7 Maxima. Die Ergebnisse werden diskutiert u. mit denen von EISENSTEIN (Physic. Rev. [2] 63. [1943.] 304) verglichen; Vf. konnten die den Abständen C–Cl u. Cl–Cl innerhalb des Mol. entsprechenden, diskreten Maxima beobachten. Die daraus ermittelten Abstandswerte stehen in Einklang mit solchen aus Elektronenbeugungs- u. Röntgenstrukturunters. an gasförmigem CCl₄. Weitere Maxima, die Atomabständen zwischen verschied. Moll. entsprechen, deuten auf eine gewisse Orientierung der Fl. hin. Die aus den Kurven erhaltene Koordinationszahl von 5 wird als zu niedrig angesehen. (J. chem. Physics 11. 351–54. Aug. 1943. Columbia, Miss., Univ.) E. REUTER. 400

R. Pepinsky, *Raumgruppe und Bleilagen in Bleigliuconat*. Bleigliuconat, Pb(C₆H₁₁O₇)₂, kryst. aus W. in pseudohexagonalen Platten, welche die LAUE-Symmetrie D_{3d} – 3 m zeigen. Die Röntgenunters. ergibt eine trigonale Zelle mit $a = 10,99$ Å, $c = 47,18$ Å. Die D. 2,409 g/cm³ gibt 12 Moll. pro Zelle. Die Raumgruppe ist D_{3d}⁴ – C_{3i} 2 1 (oder D_{3d}⁶ – C_{3i} 2 1), wobei die Pb-Atome in einem Gitter der halben wirklichen a-Periodizität liegen. Jedes Pb-Atom liegt auf einer zweizähligen Achse, mit den glucon. Resten nach oben u. unten längs der c-Richtung, wobei die Anordnung dieser Reste die große Zelle verlangt. (Physic. Rev. [2] 61. 726. 1/15. 6. 1942. Alabama Polytechn. Inst.) FAESSLER. 400

W. P. Conner und C. P. Smyth, *Die dielektrische Dispersion und Absorption von Wasser und einigen organischen Flüssigkeiten*. DE. u. dielekt. Absorption von Bzl., Chlf., Methylchloroform, Äthyljodid, n-Butylchlorid, tert. Butylchlorid, Trimethylenchlorid, sek. Butylbromid, Isobutylbromid, n-Butyljodid, Isoamylchlorid, tert. Amylchlorid, n-Amylbromid, Isoamylbromid, 2-Methylheptanol-3, Octanol-1 bei 25° u. von W. bei 8 verschied. Temp. zwischen 0 u. 100° werden bei einer Vakuumwellenlänge von 9,72 cm gemessen, ebenfalls die Viscosität der organ. Verbindungen. Der Meßkondensator wird eingehend beschrieben. Aus der dielekt. Absorption werden die Relaxationszeiten der Moll. berechnet. Vf. diskutieren bes. den Temperaturkoeff. der Relaxationszeit des W. auf Grund der „reaction rate“-Theorie von EYRING. Sie kommen zu dem Schluß, daß die Orientierung der Wassermoll. im elektr. Felde eher durch die Rotation der ganzen Moll. als durch Protonensprünge zu erklären ist. Die Relaxationszeiten der untersuchten organ. Moll. wachsen mit ihrer Größe u. mit der Abweichung ihrer Gestalt von der Kugelform. Ihre dielekt. u. Viscositätsseig. werden miteinander verglichen. (J. Amer. chem. Soc. 65. 382–89. März 1943. Princeton, N. J., Univ., Frick Chem. Labor.) A. REUTER. 400

Fred Fairbrother, *Elektrolytische Dissoziationsvorgänge*. IV. Mitt. *Die Ionisation einer Kohlenstoff-Halogen-Bindung durch anorganische Halogenide*. (III. vgl. C. 1942. II. 377.) Die Ionisation einer C–Br-Bindung durch ein elektrophiles anorgan. Halogenid, das in einem nichtpolaren Lösungsm. gelöst ist, besitzt allg. einen geringen Wert. Es wurden Messungen der dielekt. Polarisation mehrerer organ. Bromide, vermischt mit elektro-

philen anorgan. Bromiden, in nichtpolaren Lösungsmitteln vorgenommen. *Äthylbromid*, in Cyclohexan gelöst, ergibt eine Zunahme der Polarisation bei Ggw. von AlBr_3 , die der Ionisation einiger Prozent des Äthylbromids entspricht. *Benzylbromid* in Ggw. von SnBr_4 sowie *tert. Butylbromid* in Ggw. von SnBr_4 oder BBr_3 zeigten eine meßbare Zunahme der Polarisation. *Triphenylmethylbromid* in benzol. Lsg. wird nur wenig durch SnBr_4 u. BBr_3 ionisiert. Der geringe Betrag der Ionisation des Triphenylmethylbromids wird durch die gelbe Farbe der Lsgg. ebenfalls bestätigt. Zur trockenen Lagerung der gereinigten Lösungsmittel wird eine zweckmäßige Vorr. beschrieben. (J. chem. Soc. [London] 1945. 503—09. Aug. Manchester, Univ.) HENTSCHEL 400

F. G. Brickwedde, M. Moskow und R. B. Scott, *Thermodynamische Eigenschaften des Äthylbenzoldampfes von 300—1500° K.* Aus spektroskop., strukturellen u. calorimetr. Daten werden die thermodynam. Eigg. von *Äthylbenzol* berechnet. Die Freie Energie, Enthalpie u. Entropie werden im Bereich von 300—1500° K für den idealen Gaszustand bei 1 at tabuliert, Werte für den festen u. fl. Zustand unterhalb 300° K—0° K sind aus einer früheren Arbeit beigefügt. Die Rotationshemmungen für die Methyl- u. Äthylgruppe betragen 2700 u. 1300 cal/Mol. Die Standardentropie des Gases beträgt 86,20 cal/°Mol, die Bildungsenthalpie $\Delta H^0 = 6830$ u. die Freie Energie $\Delta F^0 = 30910$ cal/Mol, die Molwärme beim Druck Null 30,80 cal/°Mol, alle bei 298,16° K. (J. chem. Physics 13. 547—53. Dez. 1945. Washington, D. C., Nat. Bur. of Standards.) SCHÜTZA 400

D. A. Crooks und F. M. Feetham, *Der Dampfdruck von Phthalsäureanhydrid.* Der Dampfdruck von Phthalsäureanhydrid wird nach MENZIES bzw. mit einem einfachen Hg-Manometer von 30—143° gemessen. Der Dampfdruck des festen Anhydrids wird dargestellt durch $\log P = 12,249 \pm 0,005 - (4632 \pm 18)/T$ u. der des fl. durch $\log P = 9,209 \pm 0,002 - (3410 \pm 44)/T$. Hieraus ergeben sich die Sublimationswärme zu 143,05 \pm 0,56 cal/g u. die Verdampfungswärme zu 105,3₁ \pm 1,3₆ cal/g. Die direkte calorimetr. Best. der Schmelzwärme ergibt 37,5 \pm 0,8 cal/g. (J. chem. Soc. [London] 1946. 899—901. Okt. Manchester, Imp. Chem. Ind. Ltd.) SCHÜTZA 400

W. S. Norman, *Die Entwässerung von Äthanol durch azeotrope Destillation. Gleichgewichtswerte für Dampf und Flüssigkeit im System Äthanol-Benzol-Wasser.* Für das Syst. A.-Bzl.-W. werden Messungen des Gleichgewichtes Dampf-Fl. vorgenommen u. die Ergebnisse durch graph. Auftragen der Aktivitätskoeff. für die 3 Komponenten zusammengestellt. Dabei zeigt sich, daß in den tern. Gemischen die Aktivitätskoeff. der beiden miteinander nicht mischbaren Komponenten Bzl. u. W. erhöht sind, während gleichzeitig der Aktivitätskoeff. für A. erniedrigt ist. Diese Ergebnisse sind mit der Gleichung nach GIBBS-DUHEM vereinbar. Zur Berechnung des Rückflußverhältnisses u. der theoret. Bodenzahl einer Entwässerungskolonne für A. werden Verf. angegeben: Die Bodenzahl kann entweder durch stufenweise Berechnung von Boden zu Boden oder nach einem graph. Verf. ermittelt werden. Zur Berechnung des Mindest-Rückflußverhältnisses bei einer Entwässerungskolonne wird ebenfalls ein Verf. angegeben. (Trans. Instn. chem. Engr. 23. 66—75. 1945.) HENTSCHEL 400

C. H. G. Hands und W. S. Norman, *Die Entwässerung von Allylalkohol durch azeotrope Destillation.* (Vgl. vorst. Ref.) Für die Unters. des Gleichgewichtes zwischen Dampf u. Fl. in Gemischen aus 3 Komponenten im tern. azeotropen Syst. werden Verf. nebst Destillations-Vorr. beschrieben u. speziell auf die Systeme Allylalkohol-W.-Trichloräthylen u. Allylalkohol-W.-Tetrachlorkohlenstoff angewandt. Die experimentellen Daten für das Gleichgewicht Dampf-Fl. können entweder durch graph. Verf. oder durch Berechnung der Aktivitätskoeffizienten für die 3 Komponenten nachgeprüft werden, wobei bes. die Anwendung der Aktivitätskoeffizienten eine sehr strenge Kontrolle der experimentell gefundenen Werte liefert. In dem untersuchten Syst. (bei 760 mm) sind 2 der Komponenten miteinander nicht mischbar, aber jede einzelne ist völlig mit der dritten — dem Allylalkohol — mischbar. Bei hohen Konz. an Allylalkohol ist das tern. Syst. homogen, bei niedrigen Alkoholkonz. bilden sich 2 fl. Phasen. Es zeigt sich, daß innerhalb des Homogenitätsbereiches der Aktivitätskoeffizient jeder nichtmischbaren Komponente in einem Betrag ansteigt, der annähernd der Konz. der anderen nicht mischbaren Komponente im fl. Gemisch proportional geht, während gleichzeitig die Aktivität des Alkohols erniedrigt wird. Im heterogenen Bereich ist das Konzentrationsverhältnis zwischen den beiden nichtmischbaren Fl. konstant u. gleich dem Verhältnis im Dampf für heterogene Gemische der beiden reinen Komponenten. Die mittels der Aktivitätskoeffizienten gefundenen Gleichgewichtswerte für Dampf u. Fl. lassen sich für die Anlage einer Destilliereinrichtung zur Entwässerung von Allylalkohol verwenden. Wegen der günstigeren Lage des tern. Gleichgewichtes ist Trichloräthylen als dritte Substanz dem Tetrachlorkohlenstoff vorzuziehen u. daher dieses Syst. ausführlicher untersucht worden. Zur näherungsweisen Berechnung läßt sich ein graph. Verf. benutzen, für genauere Er-

mittlungen ist eine schrittweise Berechnung für jeden einzelnen Boden erforderlich. (Trans. Instn. chem. Engr. 23. 76—88. 1945.) HENTSCHTEL 400

W. S. Norman, *Berechnungen für den Entwurf von Kolonnen zur azeotropen Entwässerung.* (Vgl. vorst. Ref.) Es wird gezeigt, daß man bes. übersichtliche Beziehungen für das Gleichgewicht zwischen Dampf u. Fl. bei tern. azeotropen Systemen erhält, wenn man die relativen Flüchtigkeiten von einem Paar der Komponenten gegen das Konzentrationsverhältnis dieser Komponenten in der Fl. graph. aufträgt. Für die Berechnung des Mindest-Rückflußverhältnisses in einer azeotropen Entwässerungskolonne wird ein einfaches Verf. angegeben, indem man oberhalb des Zulaufbodens stufenweise von Boden zu Boden die Konzentrationswerte ermittelt. Die nach diesem Verf. gewonnenen Ergebnisse stimmen gut mit dem graph. Näherungsverf., wie es in den vorangehenden Mitt. benutzt wurde, überein. Für die Auswahl der dritten Substanz gelten als wichtige Kriterien das Mindest-Rückflußverhältnis in der Entwässerungskolonne u. die Verteilung des Alkohols zwischen dritter Substanz u. W. im Abscheider. (Trans. Instn. chem. Engr. 23. 89—92. 1945.) HENTSCHTEL 400

Augustin Boutaric und Paulette Berthier, *Das Gesetz der Abnahme der Oberflächenspannung von Lösungen mit größeren gelösten Molekülen als Funktion der Zeit.* (Vgl. BOUTARIC u. BERTHIER, C. 1939. II. 2029.) Die zeitliche Änderung der Oberflächenspannung von Gallensalzen, Serumalbumin u. Ovalbumin wird in reinen u. gepufferten Lsgg. gemessen u. durch empir. Formeln der Gestalt $\gamma - L = (\gamma_0 - L)e^{-at^n}$ dargestellt, die gegenüber der früher verwendeten Formel (l. c.) durch Zusatz des Exponenten n verallgemeinert sind. n variiert stark (zwischen 0,24 u. 1,13) mit der Natur u. Konz. des gelösten Stoffes, mit dem pH der Lsg. u. der Natur der Puffersubstanzen, während sich gleichzeitig a in umgekehrter Richtung ändert. Da auf diese Weise die Änderung von n teilweise kompensiert wird, konnten die früheren Messungen, die nach kurzen Meßzeiten hin nicht unter 2 Min. ausgedehnt wurden, wie in der vorliegenden Unters., bereits mit $n = 1$ befriedigend wiedergegeben werden. Bei Verfolgung der zeitlichen Änderung in weiteren Grenzen nimmt n aber nur ausnahmsweise so einfache Werte wie 1 oder $\frac{1}{2}$ an (letzterer Wert wurde von DOGNON u. GONGEROT, J. Chim. physique Physico-Chim. biol. 40. [1943.] 127, angegeben). Diese Kompliziertheit der zeitlichen Änderung deutet darauf hin, daß es sich bei ihr um einen komplexen Vorgang handelt. Bei Serumalbumin-Lsgg. höherer Konz. (über 120 mg) wird sogar eine Zunahme der Oberflächenspannung mit der Zeit beobachtet, die um so rascher ist, je höher die Konz. ist. (J. Chim. physique Physico-Chim. biol. 42. 117—22. Okt./Nov./Dez. 1945. Dijon, Fac. des Sci., Labor. des phys. générale.) REITZ 400

R. B. Dean und Hubert S. Loring, *Die Diffusion organischer Ionen und die Beziehung nach Einstein-Sutherland.* Um festzustellen, bis wie weit die Gleichung von EINSTEIN u. SUTHERLAND auch für kleinere Teilchen Gültigkeit besitzt, haben Vff. die Diffusionskoeff. von 2 verhältnismäßig kleinen organ. Moll., nämlich *Dinatrium- β -glycerophosphat* u. *Dinatriumguanylat* in Pufferlsgg. gemessen. Bei Ggw. von Hilfselektrolyten wird der Grenzwert des Diffusionskoeff. unter Ausschaltung elektr. Einfl. durch entgegengesetzt geladene diffundierende Ionen berechnet. Aus den Verss. ergibt sich eine Gültigkeit der EINSTEINschen Beziehung ($D = RT/6\pi\eta_0rN$) bis herab zum Mol.-Gew. von 140. (J. biol. Chemistry 157. 717—21. Febr. 1945. Stanford Univ., Calif.) HENTSCHTEL 400

Ernst Schaaf und Otto Reinhard, *Über das adsorptive Verhalten von Aminosäuren.* Zur Trennung von Aminosäuren durch Adsorption untersuchen Vff. das Verh. dieser Säuren gegenüber verschied. oberflächenakt. Stoffen u. stellen die entsprechenden Adsorptionsisothermen auf für den Konzentrationsbereich von mol./50 bis mol./5. Sie bestätigen, daß für carbo medicinalis als Adsorbens die Adsorption eine Funktion der Kettenlänge ist bei Beschränkung auf aliph. neutrale Aminosäuren (ITO, Bull. agric. chem. Soc. Japan 6. [1930.] 13). Für andere Adsorbentien trifft dies nicht zu; bei Bleicherde liegen die entgegengesetzten Verhältnisse vor. (Ber. dtsh. chem. Ges. 76. 1171—75. 1/12. 1943.) SCHIPKE 400

Robert Simha und Herman Branson, *Theorie der Ketten-Copolymerisationsreaktion.* Bei der Ketten (K)-Copolymerisation werden 3 Schritte gesondert betrachtet: 1. Aktivierung des Monomeren (M); 2. Wachstum des akt. Radikals durch Anlagerung von M u. 3. Stabilisierung der wachsenden K durch Anlagerung von M oder Übergang in polymere Dimensionen. Jenseits der Induktionsperiode soll ein bzgl. der Konz. an wachsenden K stationärer Zustand vorliegen. Die Geschwindigkeitskonstanten für K-Wachstum u.-Abbruch hängen von der Natur der akt. K-Enden u. der K-Zus. ab. Die Geschwindigkeit der Änderung des Molverhältnisses der beiden verschied. M zueinander kann durch die Geschwindigkeit von K-Wachstum u.-Abbruch ausgedrückt werden. Die Geschwindigkeit u. Größenverteilung wird zurückgeführt auf den Typ der akt. K-Enden A u. B,

indem für jede der sich aus diesen beiden Typen ergebenden 4 Möglichkeiten eine Konstante eingeführt wird. Die K-Zus. geht hier hingegen nicht ein. Es ist schwierig, auf Grund von Meßdaten zwischen dieser Theorie u. der anderen Möglichkeit zu entscheiden, wo die Geschwindigkeiten nur von der Natur der beiden M abhängen, unabhängig von per Beschaffenheit der akt. K-Enden. Weiter werden Beziehungen aufgestellt für die Inhomogenität der Copolymermischung in bezug auf ihre Zus., für die Molekülgrößenverteilung, für das durchschnittliche Molgewicht u. für die durchschnittliche Zus. des Copolymeren als Funktion der Zus. der übrig bleibenden M. Atomarer Hinweis auf die Bedeutung der Theorie für die Erscheinung der Gelbldg. bei Vinyl-Divinyl-Copolymeren. (J. chem. Physics 12. 253—67. Juni 1944. Washington, Howard Univ., Dep. of Chem. and Dep. of Phys.)
WIECHERT. 400

Turner Alfrey jr. und G. Goldfinger, Mechanismus der Copolymerisation. Es wird der Mechanismus der Copolymerisation (I) von 2 Monomeren A u. B nach der Meth. von ABERE, GOLDFINGER, MARK u. NAIDIUS (Ann. New York Acad. Sci. 44. [1943.] 267) untersucht betreffend Durchschnittsgeschwindigkeit u. Grad der I. Für die Bldg. u. das Verschwinden der beiden akt. Kerne A* u. B* wird je eine Gleichung aufgestellt; für das Kettenwachstum 4 Gleichungen, entsprechend der Bldg. von A—A*, A—B*, B—A* u. A—B*. Die Zus. des Copolymerisats u. die Verteilungsart der Anzahl der Submolekülgruppen im Copolymerisat wird ausgedrückt durch das Verhältnis der 4 Kettenwachstumsgeschwindigkeitskonstanten u. durch die Konz. der reagierenden Monomeren. Letztere Beziehungen sind allg. Natur u. unabhängig von der Art der Start-Rk. u. des Kettenabbruches, insofern der Durchschnittspolymerisationsgrad hoch ist. (J. chem. Physics 12. 205—09. Juni 1944. Springfield, Mass. u. Boston, Mass.)
WIECHERT. 400

Herman Branson und Robert Simha, Über die Kinetik der Mischpolymerisation. Kurzer vorläufiger Bericht über die Ergebnisse einer quantitativen Ableitung der kinet. Daten u. der Struktur von Mischpolymeren nach der Theorie der dreiteiligen (Start-, Fortpflanzungs- u. Abbruch-Rk.) Kettenreaktion. (J. chem. Physics 11. 297—98. Juni 1943. Washington, D. C., Howard Univ.)
WALTER SCHULZE. 400

Turner Alfrey und Paul Doty, Statistische Thermodynamik von Hochpolymerenlösungen. I. Mitt. Theorie für verdünnte Lösungen. Die thermodynam. Grundgleichungen mit Ableitungen für Mischungswärme u. Mischungsentropie werden für verd. Polymerenlsgg. entwickelt, auf Grund welcher auch ein expliziter Ausdruck für den osmot. Druck u. dessen Temperaturabhängigkeit bei derartigen Lsgg. erhalten wird. (J. chem. Physics 13. 77—81. Febr. 1945. Brooklyn, N. Y., Polytechnic Inst. of Brooklyn, Dep. of Chem.)
WALTER SCHULZE. 400

R. F. Boyer und R. S. Spencer, Thermische Ausdehnung und Umwandlungseffekte zweiter Art in Hochpolymeren. II. Mitt. Theorie. Vers. einer Theorie zur Erfassung des Mechanismus der gesamten therm. Ausdehnungseffekte, bes. der als Umwandlungseffekt zweiter Art bezeichneten anomalen Ausdehnung auf der Basis, daß die Länge einer gegebenen Polymerenkette mit der Temp. relativ invariant ist u. erst oberhalb der „Umwandlungstemp. zweiter Art“ T_m merkliche relative Veränderungen u. Verschiebungen von Ketten u. Kettengliedern in der Längsrichtung auftreten können, wohingegen benachbarte Ketten seitliche Verschiebungen u. Abstandsänderungen bei jeder Temp. fast augenblicklich ausführen können. In der Nachbarschaft von T_m führt der langsam eingehende Längsfluß der Ketten zu den aus Vol.-Temp.-Unterss. bei Hochpolymeren bekannten Zeiteffekten, wohingegen oberhalb T_m der Längsfluß schnell genug verläuft, um Temperaturanstiegen zu folgen u. zu anomal anwachsender therm. Ausdehnung beizutragen. Dabei wurde gefunden, daß T_m mit dem Mol.-Gew. ansteigt, dagegen mit steigendem Weichmachergeh. fällt. Oftmals fällt T_m numer. mit dem Versprödungspunkt T_b , der das Gebiet der hochelast. Deformation abschließt, nahezu zusammen, obgleich er grundsätzlich von ihm verschied. ist. Am deutlichsten zeigt sich dies auch prakt. bei Polymeren mit relativ niedrigem Mol.-Gew.; während T_m , wie erwähnt, mit dem Mol.-Gew. ansteigt, fällt hierbei T_b . (J. appl. Physics 16. 594—607. Okt. 1945. Midland, Mich., Dow Chemical Co., Phys. Res. Labor.)
WALTER SCHULZE. 400

R. S. Spencer und R. F. Boyer, Thermische Ausdehnung und Umwandlungseffekte zweiter Art in Hochpolymeren. III. Mitt. Zeiteffekte. (II. vgl. vorst. Ref.) Während bei der Best. der linearen therm. Ausdehnung von Polystyrol sich bei $\sim 82^\circ$ ein „Umwandlungspunkt zweiter Art“ (vgl. I. c.) ergibt, lassen die Gleichgewichts-Volumen Temperaturkurven zwischen 20 u. 140° desselben Materials keine Umwandlungserscheinungen erkennen, so daß es sich mithin tatsächlich bei den „Umwandlungen zweiter Art“ um keine wirklichen thermodynam. Unstetigkeiten u. Gleichgewichtseffekte handelt, sondern um Geschwindigkeitseffekte. Der kub. therm. Ausdehnungskoeff. im Gleichgewicht ergab sich dabei für Polystyrol, von Probe zu Probe schwankend, zu ca. $4,53 \cdot 10^{-4}$ je $^\circ$.

Bei rasch genug verlaufenden Erwärmungen, wie z. B. bei n. Erwärmungsgeschwindigkeiten unterhalb des Umwandlungspunktes oder etwas höheren beim oder oberhalb desselben, ergibt sich ein Wert von $2,7 \cdot 10^{-4}$ je °. Demnach muß man annehmen, daß bei der therm. Ausdehnung von Polystyrol zwei verschied. Mechanismen mit verschied. Geschwindigkeitskonstanten teilhaben. (J. appl. Physics 17. 398—404. Mai 1946. Midland, Mich., Dow Chemical Corp., Phys. Res. Labor.) WALTER SCHULZE. 400

William D. Harkins, *Eine allgemeine Theorie über den Reaktionsort bei der Emulsionspolymerisation*. Vorläufige Mitt. zu der C. 1948. II. 569 referierten ausführlichen Arbeit. (J. chem. Physics 13. 381—82. Sept. 1945. Chicago, Ill., Univ.) W. BROSER. 400

Walter H. Stockmayer, *Theorie der Molekülgrößenverteilung und der Gelbildung bei verzweigten Polymeren*. Die Molekülgrößenverteilung verzweigter Polymerer wird statist.-mech. berechnet. Dabei werden die Ergebnisse, die FLORY (C, 1943. I. 1144) auf Grund spezieller Annahmen erhielt, bestätigt. Danach treten bei einem gewissen Ausmaß der Rk. plötzlich sehr große verzweigte Moll. auf, wobei das Reaktionsgemisch gelatiniert (Gelpunkt). Es wird gezeigt, daß dieser Übergang Flüssigkeit-Gel in Analogie zur Kondensation eines gesätt. Dampfes gesetzt werden kann. Es wird auf die Bedeutung dieser Unters. für die Viscositäts-Molekülgrößenbeziehung bei verzweigten Polymeren hingewiesen. (J. chem. Physics 11. 45—55. Febr. 1943. New York, Columbia Univ.)

W. BROSER. 400

E. W. R. Steacie und D. J. LeRoy, *Die Polymerisation des Äthylens, photosensibilisiert durch 5^1P_1 -Cadmium-Atome*. Mit Cd-Dampf gesätt. Äthylen bei Drucken zwischen ca. 10 u. 450 mm Hg u. Temp. etwas unterhalb 300° mit einer Cd-Resonanzlampe von überwiegender Wirksamkeit der kurzwelligen Resonanzlinie 2288 Å bestrahlt. Durch geeignetes Filterglas konnte auch vergleichsweise mit der anderen, 3261, eingestrahlt werden. Bei zirkulierendem sowie einmaligem Umlauf u. auch im stat. Vers. wurden die Reaktionsprod. durch fraktionierte Kondensation bzw. Dest. gruppenweise getrennt u. weiter analysiert, gleichzeitig der Druckabfall beobachtet. Derselbe ist um so größer, verglichen mit der C_2H_2 -Bldg., je höher der C_2H_4 -Anfangsdruck ist; ein Druckanstieg (wie bei der Hg-sensibilisierten Rk.) wird anfänglich nicht beobachtet. Die Anfangsgeschwindigkeit der Acetylenbldg. nimmt zunächst, unabhängig von den Anfangsbedingungen, zu u. wird konstant auf einem um so niedrigeren Endwert, je geringer der Ausgangsdruck des C_2H_4 ist. C_2H_2 u. H_2 entstehen in wesentlich geringerer Menge als Butylene zusammen mit etwas Hex^{en} u. höheren Olefinen, deren jeweiliger Anteil durch Bromierung untersucht wird; kein Methan u. Propylen. Einerseits zeigte ein Vers. mit λ 3261, daß das Acetylen fast ausschließlich von der λ 2288-Rk. herrührt, wie auch mit λ 3261 prakt. keine Polymerisation gefunden wurde. Andererseits wird geschlossen, daß sein geringeres Auftreten gegenüber den genannten Olefinen darauf zurückzuführen ist, daß als erste Schritte in erster Linie die Rkk. $Cd(^1P_1) + C_2H_4 = Cd(^1S_0) + C_2H_3 + H$ oder $Cd(^1P_1) + C_2H_4 = Cd(^1S_0) + C_2H_4^*$ mit nachfolgender Polymerisation unter Eingreifen freier Radikale u. H-Atome nach der Art $H + C_2H_4 = C_2H_5$, $C_2H_4 + C_2H_5 = C_4H_9$, $C_2H_4 + C_4H_9 = C_6H_{13}$ usw. wahrscheinlich sind. (J. chem. Physics 10. 22—34. Jan. 1942.)

AHRENS. 400

J. Valyi, A. G. Janssen und H. Mark, *Die Molekülgrößenverteilung vernetzter Polystyrole*. Es werden Mischpolymerisate von Styrol mit 10, 25, 100, 1000 $^{0/100}$ p.p'-Diisopropenyldiphenyl (I) hergestellt. Es ergab sich, daß Proben, die mehr als 300 $^{0/100}$ I enthielten, unlösl. waren. Von den lösl. Polymeren wurden durch Fraktionierung die Molekulargewichtsverteilungskurven ermittelt, wobei sich herausstellte, daß mit steigendem Anteil an I sich das Gewichtschnittmolekulargewicht nach größeren, das häufigste Mol.-Gew. nach kleineren Werten verschiebt u. die Kurve flacher wird. — p.p'-Diisopropenyldiphenyl, $C_{18}H_{18}$, Kp._{1,5} 170° (subl.), F. 173—177°. (J. physic. Chem. 49. 461—71. Sept. 1945. B o o k l y n , N . Y . , Polytechn. Inst.)

W. BROSER. 400

Artur V. Tobolsky und Henry Eyring, *Mechanische Eigenschaften polymerer Materialien*. Qualitativ verhalten sich Nylon u. ähnliche Fasern, natürlicher u. künstlicher Kautschuk (I), Muskelgewebe usw. sehr ähnlich. Es handelt sich um Kettenpolymere mit prim. chem. u. sek. VAN DER WAALS-Querverb., dazwischen frei bewegliche Abschnitte, also eine quasi-fl. Struktur. In den entwickelten Gleichungen wird der Grad der Spannung der prim. u. sek. Bausteine des Netzwerkes ausgedrückt durch mol. Eigg., wie z. B. die Anzahl der Querverbindungen. Auf Grund dieser Beziehungen werden verschied. Sonderfälle betrachtet, so das Nachlassen der Spannung innerhalb des Materials bei konstant gehaltener Dehnungslänge, das Kriechen von I unter Einw. einer konstanten Last, die NEWTONSche Strömung beim Pressen von I durch Röhren, die Wärmeentw. in I durch period. Kraft-einw., das Zerbrennen von Baumwollfäden bei konstanter Temp. als Funktion der Kraft. (J. chem. Physics 11. 125—34. März 1943. Princetown, N. Y., Univ.)

WIECHERT. 400

D₂. Präparative organische Chemie. Naturstoffe.

E. D. Hughes, *Substitution*. Vortrag. Allg. Grundzüge der aliphatischen Substitution; histor. Überblick, verschied. Typen der Substitution (1. dissymm. oder heterolyt. Spaltung, a) nucleophil, b) elektrophil; 2. symm. oder homolyt. Spaltung), Dualität des Mechanismus nucleophiler Substitutionen (einstufig-zweistufig). Anwendung der allg. Prinzipien auf die ster. Hinderung, WAGNERsche Umlagerung, Anionotropie, WALDENsche Umkehrung, Carbonsäureveresterung u. Hydrolyse, aromat. Substitution, Eliminierungs-Rkk., Reaktivität als Funktion des Mechanismus. (J. chem. Soc. [London] 1946. 968—79. Okt.) REITZ. 408

W. E. Bachmann und W. S. Struve, *Die Arndt-Eistert-Synthese*. Das von ARNDT u. EISTERT (C. 1935. I. 1683) angegebene Verf. zur Überführung von Carbonsäuren in ihre nächsthöheren Homologen oder deren Derivv. verläuft im Gegensatz zu anderen Methoden über nur drei Stufen: 1. Umwandlung der Ausgangssäure in ihr Chlorid; 2. Umsetzung des Chlorids mit Diazomethan zum Diazoketon; 3. WOLFFsche Umlagerung des Diazoketons, wobei unter N₂-Abspaltung in Ggw. von W. die nächsthöheren Carbonsäuren, in Ggw. von Alkoholen deren Ester, in Ggw. von Aminen die Carbonamide entstehen: 1. R-COOH + SOCl₂ → R-CO-Cl; 2. R-CO-Cl + 2CH₂N₂ → R-CO-CHN₂ + CH₃Cl + N₂; 3. R-CO-CHN₂ + HOH → HOOC-CH₂-R + N₂. Das Verf. hat sich, wie sein Gegenstück, der CURTIUSSche Abbau, als „ideale Laboratoriumsmeth.“ erwiesen, da es in allen 3 Stufen an einem Tage durchführbar ist, im allg. gute Ausbeuten liefern u. auch auf viele Ausgangsstoffe anwendbar ist, die andere, sonst störende Gruppen enthalten (NO₂, CO u. a.); Dicarbonsäuren lassen sich an beiden Enden „homologisieren“, usf. Die prakt. Ausführung wird durch Vorschriften u. Beispiele erläutert, die sich an die ausführliche Beschreibung durch EISTERT anlehnen (vgl. C. 1941. II. 2075), aber durch neuere Anwendungsfälle (insgesamt 75) u. eigene Erfahrungen der Vff. ergänzt sind. (Org. Reactions 1. 38—62. 1942.) Eistert. 416

A. G. Caldwell und E. R. H. Jones, *Die Darstellung und die bakteriostatischen Eigenschaften einiger von Citral abgeleiteter Amine*. Die aus Citral u. aliphat. oder cycloaliphat. Aminen erhältlichen Aldimine lassen sich mit RANEY-Ni/H₂ (I) leicht zu den gesätt. sek. Aminen hydrieren. Cyclohexylcitralaldimin (II) kann in zwei Stufen hydriert werden. In Cyclohexan erhält man Cyclohexylcitronellylamin u. in Methanol daraus oder aus II Cyclohexyltetrahydrogeranylamin. Die UV-Absorptionsverhältnisse der Aldimine ähneln sehr denen der betreffenden Aldehyde. Die bakteriostat. Aktivitäten der Aminchlorhydrate liegen in derselben Größenordnung wie die der geradkettigen Aminchlorhydrate.

Versuche: Tetrahydrogeranylamin, aus Citraloxim mit RANEY-Ni/H₂ (I) in ammoniakal. A. bei 100° u. 140 atü in 12 Stdn., Fl., Kp.₅ 60—61°, n_D¹⁶ = 1,4382 (60% Ausbeute); Chlorhydrat, C₁₀H₂₀NCl, Platten aus Aceton-Leichtbenzin, F. 104—105°. — Bis-(tetrahydrogeranyl)-amin, neben vorst., Fl., Kp.₅ 140°, n_D¹⁶ = 1,4516 (30%); Chlorhydrat, Krystalle, F. 140—141°. — n-Butylcitralaldimin, C₁₄H₂₈N, aus Citral u. n-Butylamin, 3 Stdn. bei 0°, Fl., Kp.₄ 97—98°, n_D¹⁸ = 1,4879, UV-Absorptionsmaximum 2400 Å, log ε = 4,35. — n-Butyltetrahydrogeranylamin (n-Butyl-3.7-dimethyloctylamin), C₁₄H₃₁N, aus vorst. mit I in Methanol bei 120° u. 140 atü in 9 Stdn., F., Kp.₄ 90—92°, n_D²⁰ = 1,4384; Chlorhydrat, C₁₄H₃₂NCl, Krystalle aus Aceton oder Äthylacetat, F. 196—197°. — N-Cyclohexylcitralaldimin (II), C₁₆H₂₇N, aus Citral u. Cyclohexylamin wie oben, Fl., Kp.₄ 125°, n_D¹⁵ = 1,5101, UV-Absorptionsmaximum 2390 u. 2490 Å, log ε = 4,34 (70%). — Cyclohexyltetrahydrogeranylamin (Cyclohexyl-3.7-dimethyloctylamin) (III), C₁₆H₃₃N, aus vorst. mit I in Methanol bei 120° u. 140 atü in 7 Stdn., Fl., Kp.₄ 103°, n_D¹⁶ = 1,4612; Chlorhydrat, C₁₆H₃₄NCl, Krystalle, F. 153—153,5°. — Cyclohexylcitronellylamin (Cyclohexyl-3.7-dimethylocten-6-ylamin), C₁₆H₃₁N, aus II in Cyclohexan mit I bei 100° u. 90 atü in 10 Stdn., Fl., Kp.₄ 112—113°, n_D¹⁶ = 1,4780; Chlorhydrat, C₁₆H₃₂NCl, Mikrokristalle aus Aceton-Leichtbenzin, F. 125—126°. Gibt mit I in Methanol III, bei der Ozonolyse in Eisessig Aceton (nachgewiesen als 2,4-Dinitrophenylhydraton, F. u. Misch-F. 123—124°). — N,N-Di-n-butyl-3.7-dimethylocta-1.3.6-trienylamin, C₁₈H₃₃N, aus Citral u. Di-n-butylamin, 2 Stdn. bei 0°, hellgelbes Öl, Kp.₄ 144—145°, n_D²⁰ = 1,5129, UV-Absorptionsmaxima bei 2820 u. 2920 Å, log ε = 4,37. — N,N-Di-n-butyltetrahydrogeranylamin (Di-n-butyl-3.7-dimethyloctylamin), C₁₈H₃₉N, aus vorst. mit I in Methanol bei 120° u. 140 atü in 14 Stdn., Fl., Kp.₄ 116—117°, n_D¹⁸ = 1,4431. (J. chem. Soc. [London] 1946. 597—99. Juli. London SW 7, Imp. Coll. of Sci. and Technol.) K. FABER. 588

Charles D. Hurd und Charles H. Rector jr., *Chloracetonycyanhydrin und verwandte Verbindungen*. Chloracetonycyanhydrin (I) wird in guter Ausbeute aus Chloraceton u. Cyanwasserstoff erhalten. Die Rkk. von I mit HCl zu β-Chlor-α-oxyisobuttersäure (II), mit Methanol zu II-Methylester, mit Acetanhydrid oder Keten zu β-Chlor-α-acetozyisobutyronitril, mit SOCl₂ in Pyridin zu β-Chlor-α-methylacrylonitril (III) u. die Zers. durch Dest.

bei Atmosphärendruck oder beim Überleiten über Al_2O_3 bei 350° werden beschrieben. Aus **III** werden durch Hydrolyse bzw. Alkohololyse β -Chlor- α -methylacrylsäure (**IV**) u. ihr Methylester hergestellt.

Versuche (Ausbeuten in Klammern): Chloracetoncyanhydrin (**I**), aus trockenem Chloraceton u. wasserfreiem HCN in Ggw. von wenig wss. KCN-Lsg., Fl., Kp.₂₀ 108—110°, $n_D^{20} = 1,4520$ (87—90%). Zerfällt beim Destillieren bei 760 mm oder Überleiten über Al_2O_3 bei 350° in Chloraceton. — β -Chlor- α -oxyisobuttersäure (**II**), aus **I** mit konz. HCl, 2 Tage bei 20° , dann 10 Stdn. Rückfluß, Kristalle aus Bzl., F. 109—110° (62%). — β -Chlor- α -oxyisobuttersäuremethylester, $\text{C}_5\text{H}_9\text{O}_3\text{Cl}$, aus **I** u. Methanol mit konz. H_2SO_4 , 16 Stdn. Rückfluß, Öl, Kp. 188—190°, $n_D^{20} = 1,4440$, $D_4^{20} = 1,2295$ (54%). Bei kürzerer Reaktionszeit daneben ein nicht identifiziertes Prod., Nadeln aus W., F. 126,5—127,4° (gefundenes Cl 36,14 u. 36,28%), das mit Säure in **II** übergeht. — β -Chlor- α -acetoxyisobutyronitril, $\text{C}_6\text{H}_9\text{O}_2\text{NCl}$, aus **I** mit Keten oder Acetanhydrid in Ggw. von wenig H_2SO_4 , Fl., Kp.₁₇ 107—108°, $n_D^{23} = 1,4390$, $D_4^{25} = 1,191$ (70—75%). — β -Chlor- α -methylacrylsäurenitril (**III**), $\text{C}_4\text{H}_4\text{NCl}$, aus **I** in wasserfreiem Pyridin mit SOCl_2 , 12 Stdn. bei 0° , dann 3 Stdn. bei 80—85°, Fl., Kp. 127—129°, $n_D^{20} = 1,4592$. Daneben entsteht eine Fl., Kp. 160—162°, Kp.₁₆ 55—60°, $n_D^{20} = 1,4568$, vielleicht konstant sd. Gemisch von **III** mit α - β -Dichlorisobutyronitril. **III** gibt mit Ozon Essigsäure, nachgewiesen als *p*-Nitrobenzylester (F. 73—74°). — β -Chlor- α -methylacrylsäure (**IV**), $\text{C}_4\text{H}_5\text{O}_2\text{Cl}$, aus **III** mit konz. HCl, lange Nadeln aus W., F. 58,0—58,5°. — β -Chlor- α -methylacrylsäuremethylester, aus **III** mit Methanol in Ggw. von H_2SO_4 , 3 Stdn. Rückfluß, Fl., Kp. 141—143°, $n_D^{20} = 1,4562$. — β -Chlor- α -acetoxyisobuttersäuremethylester, $\text{C}_7\text{H}_{11}\text{O}_4\text{Cl}$, aus **II**-Methylester mit Keten in Ggw. von wenig H_2SO_4 , Fl., Kp.₁₃ 91—92°, $n_D^{24} = 1,4380$. Gibt bei der Pyrolyse bei 500° IV-Methylester, ebenso mit SOCl_2 in trockenem Pyridin, aber nicht mit SOCl_2 allein, POCl_3 , PCl_5 oder aktiviertem Al_2O_3 bei 250—350°. (J. org. Chemistry 10. 441—48. Sept. 1945. Evanston, Ill.) K. FABER. 681

C. W. Ferry, J. S. Buck und R. Baltzly, 4,4'-Diaminodiphenylsulfon. Die Darst. von 4,4'-Diaminodiphenylsulfon (**I**) erfolgt aus *p*-Acetaminobenzolsulfinsäure (**II**) u. 4-Chlornitrobenzol (**III**) über *p*-Nitro-*p*-acetylaminodiphenylsulfon (**IV**), das mit $\text{SnCl}_2 + \text{HCl}$ unter Abspaltung von CH_3COOH zu **I** red. wird. — Eine Suspension von 155 g **II** in 320 g W. wird mit 31,5 g NaOH in 125 cm³ W. neutralisiert. Ausbeute des Na-Salzes 107—124 g. 48,5 g des Na-Salzes von **II** + 60 cm³ einer Lsg. aus 75 cm³ Äthylenglykol u. 120 cm³ Carbitol werden mit 31,5 g **III** versetzt u. 3½ Stdn. bei 141—143° erhitzt. Nach Abkühlen werden dem Gemisch 20 cm³ W. zugegeben, der Nd. in 250 cm³ A. gelöst, beim Abkühlen kryst. **IV** aus; Ausbeute 32—33 g, F. 226—228°. — Zu einer Lsg. aus 300 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in 300 cm³ konz. HCl werden 96 g **IV** unter Kühlen eingerührt u. 2 Stdn. auf dem Dampfbad erhitzt. Nach Abkühlen wird der Lsg. 1,35 Liter 40%ig. NaOH u. 1,5 kg Eis zugegeben, Temp. 10°. Das rohe Amin wird aus A. umkryst.; Ausbeute an **I** 55—57 g, F. 176°. (Org. Syntheses 22. 31—34. 1942.) TROFIMOW. 1250

C. F. H. Allen und J. W. Gates Jr., *o*-*n*-Butoxynitrobenzol. Die Darst. erfolgt aus *o*-Nitrophenol u. *n*-Butylbromid. — Ein Gemisch von 28 g *o*-Nitrophenol, 30 g *n*-Butylbromid, 28 g K_2CO_3 u. 200 cm³ Aceton wird 48 Stdn. unter Rückfluß erwärmt. Nach Abtreiben des Acetons werden 200 cm³ W. zugegeben u. das Gemisch 2 mal mit 100 cm³ Bzl. extrahiert. Der Extrakt wird mit 10%ig. NaOH-Lsg. gewaschen u. *o*-*n*-Butoxynitrobenzol im Vakuum dest., Kp.₁ 118—121°, Kp.₂ 126—129°, Kp.₁₉ 171—172°; Ausbeute 29—31 g. — Nach gleicher Meth. können hergestellt werden: *m*-*n*-Butoxynitrobenzol, Kp.₂ 120—124°; *p*-*n*-Butoxynitrobenzol, Kp.₅ 150—154°; *p*-Isopropoxynitrobenzol, Kp.₁₀₀ 283—286°; *o*-*n*-Hexoxynitrobenzol, Kp.₁ 145—148°; *p*-*n*-Hexoxynitrobenzol, Kp.₅ 170 bis 174°. Durch Red. mit RANEY-Ni werden aus den Alkoxynitrobenzolen die entsprechenden Alkoxyaniline erhalten: *m*-*n*-Butoxyanilin, Kp.₂ 120—124°; *p*-*n*-Butoxyanilin, Kp.₅ 185—138°; *p*-Isopropoxyanilin, Kp.₂₀ 145—147°; *p*-*n*-Hexoxyanilin, Kp.₅ 155—158°. (Org. Syntheses 25. 9—11. 1945.) TROFIMOW. 1260

W. W. Hartman und H. L. Silloway, 2-Amino-4-nitrophenol. Die Darst. erfolgt durch Red. von 2,4-Dinitrophenol. — Zu 300 g 2,4-Dinitrophenol in 2,5 Liter W. werden unter Rühren 600 g NH_4Cl u. 100 cm³ 28%ig. NH_4OH zugegeben u. das Gemisch bis 85° erwärmt. Nach Abkühlen auf 70° werden 700 g Na_2S in Mengen von 100 g zugegeben, 15 Min. bei 85° erwärmt u. heiß filtriert. Am nächsten Tag werden die ausgeschiedenen Kristalle getrennt, in 1,5 Liter heißem W. gelöst u. die Lsg. mit 100 cm³ Eisessig angesäuert. Das nach dem Abkühlen auskryst. 2-Amino-4-nitrophenol wird 7 Stdn. im Vakuum getrocknet. Nach Umkrystallisieren aus heißem W. F. 142—143°; Ausbeute 147—153 g. (Org. Syntheses 25. 5—7. 1945.) TROFIMOW. 1260

H. E. Ungnade und E. F. Oswoll, 3-Brom-4-oxytoluol. Die Darst. erfolgt durch Zers. von 3-Brom-toluol-4-diazoniumsulfat. — 75 g 3-Brom-4-aminotoluol werden mit einer

heißen Lsg. von 72 cm³ konz. H₂SO₄ in 200 cm³ W. versetzt, auf 15° abgekühlt u. 180 g Eis zugegeben. Das ausgeschiedene Aminsulfat wird bei 75° durch Zugabe von 32,2 g NaNO₂ in 88 cm³ W. diazotiert u. dann zum Gemisch 300 g kaltes W., 3 g Harnstoff u. 300 g Eis zugegeben. Die Zers. der Diazoniumlsg. erfolgt durch Zugabe derselben zu einer heißen (130—135°) Lsg. von 150 g Na₂SO₄ in 200 g konz. H₂SO₄ u. 100 cm³ W., die Dest. wird nach Zugabe von 200 cm³ W. fortgesetzt bis die Destillatmenge 200 cm³ beträgt. Das Destillat wird mit Ae. extrahiert, das Phenol mit 10% ig. NaOH abgetrennt, das Phenolat mit konz. HCl zers. u. das Phenol in Ae. aufgenommen. Nach Abtrennen des Lösungsm. wird das braune Öl im Vakuum dest., Kp.₂₀ 102—104°; Ausbeute 60—69 g. (Org. Syntheses 23, 11—13. 1943.) TROFMOW. 1266

R. C. Fuson, E. C. Hornung, S. P. Rowland und M. L. Ward, Mesitylaldehyd. Die Darst. von *Mesitylaldehyd* erfolgt durch Einw. von Zn(CN)₂ auf Mesitylen in Ggw. von HCl u. AlCl₃. — In ein Gemisch von 102 g Mesitylen, 147 g Zn(CN)₂ u. 400 cm³ Tetrachloräthan wird HCl bis zur völligen Auflsg. im Zn(CN)₂ eingeleitet u. dann unter Eiskühlung 293 g AlCl₃ zugegeben. Das Reaktionsgemisch wird 2½ Stdn. bei 67—72° gehalten u. nach Abkühlen mit salzsauerm Eiswasser zersetzt. Nach Stehen über Nacht wird das Gemisch 3 Stdn. unter Rückfluß gekocht, die organ. Schicht mit 150 cm³ 10% ig. Na₂CO₃-Lsg. gewaschen u. mit Dampf destilliert. Die ersten 800—900 cm³ sind reines Lösungsm., das weitere Destillat wird mit 500 cm³ Bzl. extrahiert u. *Mesitylaldehyd* im Vakuum destilliert. Kp.₁₆ 118—121°, Ausbeute 95—102 g. (Org. Syntheses 23, 57—60. 1943.) TROFMOW. 1535

R. B. Woodward, Oxybenzaldehyd. Die Darst. erfolgt durch Red. von *m*-Nitrobenzaldehyd u. Diazotierung des gebildeten *m*-Aminobenzaldehyds (I). — Zu einer gekühlten Lsg. von 450 g SnCl₂·2H₂O in 600 cm³ konz. HCl werden bei 5° 100 g *m*-Nitrobenzaldehyd zugegeben. Nach Beendigung der stürm. Rk. wird die rote Lsg. gekühlt u. die gelbrote Paste von I u. SnCl₄ getrennt. — Eine Suspension von I in 600 cm³ konz. HCl wird mit 46 g NaNO₂ in 150 cm³ W. diazotiert u. das rotbraune Diazoniumsalz auskryst. u. mit 1,7 Liter sd. W. zersetzt. Die Lsg. wird mit Kohle behandelt u. *m*-Oxybenzaldehyd auskrystallisiert. Hellbraune Krystalle aus Bzl., F. 99—101°; Ausbeute 41—45 g. (Org. Syntheses 25, 55—58. 1945.) TROFMOW. 1542

A. H. Ford-Moore und H. N. Rydon, Die Darstellung von *o*- und *p*-Nitroacetophenon. Zwei Methoden zur bequemen Darst. größerer Mengen von *o*- u. *p*-Nitroacetophenon, ausgehend vom Phenylmethylcarbinol (I) bzw. Äthylbenzol (II), werden beschrieben. — Durch Nitrierung von I in Essigsäureanhydrid + wenig H₂SO₄ mit rauchender HNO₃ bei Raumtemp. erhält man ein öliges Gemisch (III) von *o*- u. *p*-Nitrophenyläthylacetat. Die *p*-Verb., α -(4-Nitrophenyl)-äthylacetat, C₁₀H₁₁O₄N, scheidet sich daraus teilweise ab. Aus PÄe. Prismen, F. 54—55°. — Das restliche Gemisch III wird mit A. + konz. HCl verseift. Kolonnendest. ergibt zwei Fraktionen: Kp.₂ 125—140° (IV) u. Kp.₂ 145—155° (V). Die Überprüfung des Reinheitsgrades an *o*- bzw. *p*-Verb. geschieht durch Beobachtung der Brechungsindizes. Weitere Fraktionierung von IV u. V führt zu den reinen Isomeren: *o*-Nitrophenylmethylcarbinol, C₉H₉O₃N, viscoses, gelbes Öl von süßem Geschmack, Kp.₃ 131 bis 133°, n_D²⁰ = 1,5517. *p*-Nitrobenzoat, C₁₅H₁₃O₆N₂, aus A. blaßgelbe Nadeln, F. 145 bis 146°. — *p*-Nitrophenylmethylcarbinol, süß schmeckendes, viscoses, gelbes Öl, Kp.₄ 161 bis 163°, n_D²⁰ = 1,5621. *p*-Nitrobenzoat, aus A. Blättchen, F. 138°. — Oxydation von IV mit Na₂Cr₂O₇ + H₂SO₄ führt (nach Benzolextraktion) zum *o*-Nitroacetophenon (Reinheitsgrad 80%), Kp.₄ 134—135°. — Reines *p*-Nitroacetophenon wird bei der Oxydation von V (analog IV) erhalten. Aus Methanol Krystalle, F. 79—80°. — Ein Nitrierungsvers. von α -Phenyläthylchlorid mit rauchender HNO₃ bei —10° verlief unter Cl₂-Entw. u. gab α -(4-Nitrophenyl)-äthylnitrat, C₈H₉O₃N₂, aus A. rechteckige Blättchen, F. 50°. — Die Nitrierung von II wird mit HNO₃ + H₂SO₄ bei 25—30° mit anschließendem Erhitzen auf dem Wasserbad ausgeführt. Die Fraktionierung der erhaltenen Prodd. liefert in guter Ausbeute *o*-Nitroäthylbenzol (VI) (Kp.₄ 87—89°, n_D¹⁵ = 1,5388) u. *p*-Nitroäthylbenzol (VII) (Kp.₄ 102—104°, n_D¹⁵ = 1,5459) sowie wenig 2,4-Dinitroäthylbenzol (VIII) (Kp.₃ 148 bis 150°). — VI u. VII können mit Na-tert.-Butylat u. tert.-Butylnitrit gut oximiert werden. Man erhält *o*-Nitroacetophenonoxim (IX) (aus Methanol Krystalle, F. 117°) bzw. *p*-Nitroacetophenonoxim (X) (aus Methanol Krystalle, F. 174°). — Die analog durchgeführte, aber weniger glatt verlaufende Oximierung von VIII gab 2,4-Dinitroacetophenonoxim (XI) aus A. Krystalle, F. 121°. — Die Hydrolyse von IX bzw. X durch Kochen mit verd. H₂SO₄ u. anschließende Chloroformextraktion liefert dann *o*- bzw. *p*-Nitroacetophenon (Kp.₃ 129°, F. 23° bzw. Kp.₁₅ 138°, F. 80°). — Bei gleicher Behandlung gab XI 2,4-Dinitroacetophenon, C₈H₉O₅N₂, Kp.₇ 192°, aus Methanol Krystalle, F. 41—42°. Bei seiner Bromierung in Essigsäure erhält man ω -Brom-2,4-dinitroacetophenon, C₈H₇O₅N₂Br, aus Methanol Krystalle, F. 90—91°. — *o*-Nitroacetophenon (nach der klass. Acetessigestermeth. dargestellt) kann durch längere Abkühlung auf —70° zum Krystallisieren gebracht werden,

F. 24,5°. *Semicarbazon*, C₉H₁₀O₃N₄, aus verd. Essigsäure Krystalle, F. 208—210°. *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, C₁₄H₁₁O₆N₅, aus Eisessig Krystalle, F. 168—170°. (J. chem. Soc. [London] 1946. 679—81. Aug. Porton, Salisbury, Defence Experimental Stat.) HENKEL. 1577

Wilson G. Langley, *2,5-Dinitrobenzoesäure*. 5-Nitro-2-aminotoluol (I) wird mit CARO'scher Säure zu *2-Nitroso-5-nitrotoluol* (II) oxydiert, das anschließend mit K₂CrO₇ + H₂SO₄ *2,5-Dinitrobenzoesäure* (III) ergibt. — Darst. von II. Zu einer Suspension aus 50 g I u. eiskalter Lsg. von 200 cm³ konz. H₂SO₄ in 50 cm³ W. wird unter Rühren CARO'sche Säure (175 cm³ konz. H₂SO₄ + 300 g K₂S₂O₈ + 900 g Eis + 300 cm³ W.) zugegeben, bis 40° erwärmt u. nach 1 Stde. noch 100 g K₂S₂O₈ zugefügt. Nach 2 Stdn. wird mit W. auf 4 Liter verd., der Nd. mit 400 cm³ W. gewaschen, mit 700 cm³ W. versetzt u. einer Wasserdampfdest. unterzogen. Ausbeute an II 30—39 g, F. 135—136°. — Darst. von III. Eine Suspension aus 20 g II in 100 cm³ W. wird mit 50 g K₂Cr₂O₇ vermennt, bei 5° 175 cm³ konz. H₂SO₄ zugegeben u. 1 Stde. bei 65° erwärmt. Nach Zugabe von 250 g Eis wird der ausgeschiedene Nd. mit 35 cm³ Eiswasser gewaschen, in 55—65 cm³ 10%ig. Na₂CO₃-Lsg. gelöst, die Lsg. mit HCl (1:1) angesäuert u. III durch Abkühlen ausgeschieden. Ausbeute 14—17 g Krystalle, F. 174—176°. (Org. Syntheses 22. 44—47. 1942.) TROFIMOW. 1614

R. Q. Brewster, Bill Williams und Ross Phillips, *3,5-Dinitrobenzoesäure*. Die Darst. erfolgt durch Nitrierung von Benzoesäure mit H₂SO₄ u. rauchender HNO₃. Es werden zwei Methoden beschrieben. — A. Zu einer Mischung aus 61 g Benzoesäure u. 300 cm³ konz. H₂SO₄ (D. 1,84) werden bei 70—90° 100 cm³ rauchende HNO₃ (D. 1,54) in Mengen von 2—3 cm³ zugegeben. Nach 4 Stdn. wird das Reaktionsgemisch auf Zimmertemp. abgekühlt u. mit weiteren 75 cm³ HNO₃ versetzt u. 3 Stdn. bei 135—145° gehalten, dann in 800 g Eiswasser 800 cm³ W. gegossen. Nach 30 Min. wird *3,5-Dinitrobenzoesäure* abgenutscht, mit W. gewaschen u. aus 50%ig. A. umkrystallisiert. Ausbeute 57—61 g; F. 205—207°. — B. 200 g Benzoesäure werden in 1 Liter konz. H₂SO₄ eingerührt u. bei 45° 80 cm³ rauchende HNO₃ zugegeben, nach Abfallen der Temp. auf 30° werden noch weitere 240 cm HNO₃ zugegeben u. das Gemisch wird 6 Wochen stehengelassen. Es wird dann bis 145° erhitzt, nach Abkühlen der Lsg. wird das auskryt. Dinitroderiv. abgetrennt. (Org. Syntheses 22. 48—49. 1942.) TROFIMOW. 1614

T. S. Oakwood und C. A. Weisgerber, *Benzoylcyanid*. Die Darst. erfolgt durch Einw. von CuCN auf Benzoylchlorid. — 110 g CuCN u. 143 g gereinigtes Benzoylchlorid werden 1½ Stdn. auf einem Ölbad bei 220—230° erhitzt u. das Reaktionsprod. anschließend destilliert. Ausbeute des rohen Cyanids 100—112 g, Kp.₇₄₅ 207—218°; das Rohprod. wird mit einer WHITMORE-LUX-Kolonne fraktioniert. Kp.₇₄₅ 208—209°, Krystalle, F. 32—33°; Ausbeute 80—86 g. (Org. Syntheses 24. 14—16. 1944.) TROFIMOW. 1705

T. S. Oakwood, *Benzoylameisensäure* (*Phenylglyoxyssäure*). (Vgl. vorst. Ref.) Die Darst. erfolgt durch Hydrolyse von Benzoylcyanid (I) mit HCl. — Eine Lsg. von 50 g I in 500 cm³ konz. HCl wird 5 Tage bei Raumtemp. stehengelassen. Die klare gelbe Lsg. wird dann in 2 Liter W. gegossen u. mit Ae. extrahiert. Nach Abtreiben des Lösungsm. wird der ölige Rückstand über P₂O₅ u. NaOH getrocknet. Die ausgeschiedene rohe Säure, F. 57—64°, wird aus heißem CCl₄ umkryst.; hellgelbe Krystalle, F. 64—66°; Ausbeute 42—44 g. (Org. Syntheses 24. 16—18. 1944.) TROFIMOW. 1705

S. M. McElvain und K. H. Weber, *Äthylbenzoylacetat*. Die Darst. erfolgt aus Acetessigester (I) u. Na-Äthylat über Na-Enolat (II), welches mit Äthylbenzoat (III) zu *Äthylbenzoylacetat* (IV) umgesetzt wird. — Zu einer Lsg. aus 46 g Na in 600 cm³ A. werden langsam 267 g I zugegeben. Nach Abdest. des A. wird der Rest im Vakuum bis zur Trockne eingedampft. Der abgekühlte Rückstand von II wird mit 600 g III versetzt, 6 Stdn. bei 140—160° erhitzt u. anschließend Äthylacetat u. A. abdestilliert. Das Reaktionsgemisch wird unter Köhlen mit 250 cm³ W. u. dann mit 100 cm³ konz. H₂SO₄ in 200 cm³ W. versetzt. Die Esterschicht wird mit gesätt. NaHCO₃-Lsg. u. W. gewaschen, desgleichen die Ätherauszüge der wss. Schichten. Der Überschuß von III u. Acetessigester werden abdest. u. das rohe IV im Vakuum fraktioniert. Kp.₁ 101—106°, Kp.₃ 130—135°; Ausbeute 190—210 g. (Org. Syntheses 23. 35—36. 1943.) TROFIMOW. 1711

R. L. Shriner und F. J. Wolf, *Phthalaldehydsäure*. Die Darst. von *Phthalaldehydsäure* (I) erfolgt durch Bromierung von Phthalid u. anschließende Hydrolyse des *2-Bromphthalids* (II). — Darst. von II. 134 g Phthalid werden bei 135—150° durch Einleiten von Bromdämpfen im CO₂-Strom bromiert. Die Rk. ist in 10—13 Stdn. beendet. Das warme Gemisch wird im Vakuum dest., Kp.₄ 138—142°, Kp.₂ 128—132°, aus CCl₄. F. 75°. — Darst. von I. II wird mit 230 cm³ W. in der Wärme hydrolysiert. Nach Abkühlen wird die ausgeschiedene I mit Eiswasser gewaschen u. aus 400 cm³ heißem W. umkryst., weißes Prod., F. 95—96°; Ausbeute 97—101 g. (Org. Syntheses 23. 74—77. 1943.) TROFIMOW. 1720

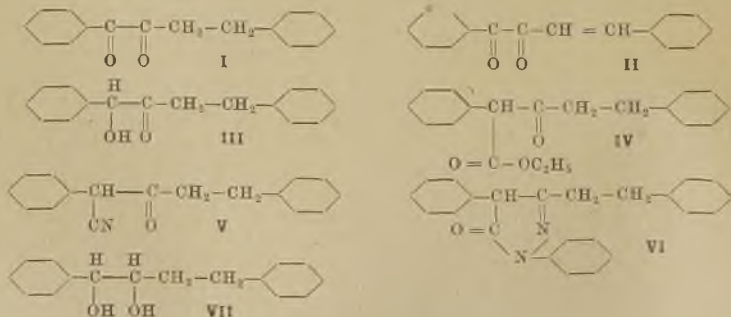
Robert E. Steiger, *dl-α-Aminophenylessigsäure* (*dl-Phenylglycin*). Die Darst. erfolgt aus *Benzaldehyd* über *α-Aminophenylacetonitril* mit anschließender Verseifung mit HCl

(vgl. MARVEL u. NOYES, J. Amer. chem. Soc. 42. [1920.] 2264). — In einer Lsg. von 100 g NaCN in 400 cm³ W. werden 118 g NH₄Cl gelöst u. zu dieser eine Lsg. von 212 g Benzaldehyd in 400 cm³ CH₃OH zugegeben u. 1 Stde. bei 45° gerührt. Das Gemisch wird mit 1 Liter W. verd., mit 1 Liter Bzl. extrahiert u. das Aminonitril mit 6n HCl in Hydrochlorid übergeführt. Das Hydrolysat wird mit W. verd., überschüssiger Benzaldehyd im Vakuum abdest. u. die Aminosäure mit NH₄OH ausgefällt; Ausbeute 98—112 g, Blättchen, F. 270—280° (Zers.). (Org. Syntheses 22. 23—25. 1942.) TROFIMOW. 1746

Robert E. Steiger, *dl-α-Amino-α-phenylpropionsäure (α-Phenyl-dl-alanin)*. Die Darst. erfolgt durch Hydrolyse von *α-Amino-α-phenylpropionitril* (I) mit HCl, das gebildete Hydrochlorid der Aminosäure wird durch Behandlung mit Pyridin in die Aminosäure übergeführt. — Ein Gemisch von 50 g NaCN in 100 cm³ W., 58,9 g NH₄Cl in 140 cm³ W. u. 134 cm³ NH₄OH (D. 0,90) wird mit einer Lsg. von 120 g Acetophenon in 300 cm³ A. versetzt u. 5 Stdn. bei 60° erwärmt. Nach Abkühlen in Eiswasser wird das Reaktionsgemisch in 800 cm³ HCl gegossen u. die Lsg. von I bei 0—5° mit HCl gesättigt. Nach Stehen über Nacht wird das Gemisch mit 1 Liter W. verd. u. 2½ Stdn. unter Rückfluß gekocht. Das Hydrolysat wird im Vakuum eingedampft u. der feste Rückstand 2 mal mit 100 cm³ W. eingedampft u. nach Zerkleinern mit 600 cm³ absol. A. versetzt. Nach kurzem Erwärmen wird die Suspension in Eis gekühlt, filtriert, das Filtrat mit 80—100 cm³ Pyridin versetzt, die entstandene Paste 1 Stde. in Eis gekühlt u. die Aminosäure getrennt. Sie wird mit absol. A. gewaschen u. im Vakuum über NaOH getrocknet. Sublimiert unter Zers. bei 265—270°; Ausbeute 66 g. (Org. Syntheses 24. 9—12. 1944.) TROFIMOW. 1749

E. J. F. Hudson, *1-(m-Oxyphenyl)-3-(p-oxyphenyl)-hexan und 1-(m-Oxyphenyl)-3-(p-oxyphenyl)-hexen*. Auf dem im folgenden beschriebenen Wege stellt Vf. das *1-(m-Oxyphenyl)-3-(p-oxyphenyl)-hexan* (I) dar, das eine geringe östrogene Wirksamkeit zeigt. Zunächst wird *m-Methoxybenzyliden-p-methoxyacetophenon*, C₁₇H₁₆O₃, durch Kondensation von *m*-Methoxybenzaldehyd u. *p*-Methoxyacetophenon mit NaOCH₃ in Methanol dargestellt, aus Methanol blaßgelbe Blättchen, F. 96—97°. — *1-(p-Methoxyphenyl)-3-(m-methoxyphenyl)-propanon-1*, C₁₇H₁₆O₃, wird durch Hydrierung der vorigen Verb. mit PtO₂ in Essigester bei 2° erhalten, aus Methanol Nadeln, F. 49—51°. — *1-(m-Methoxyphenyl)-3-(p-methoxyphenyl)-Δ²* (u./oder Δ³)-*hexen* (II), durch Grignardierung der vorigen Verb. mit *n*-Propyl-MgJ in Ae. u. Wasserabspaltung aus dem so gewonnenen Carbinol mit HCl-gesätt. Essigsäure, bewegliches Öl, Kp.₃₋₄ 204—208°. — *1-(m-Oxyphenyl)-3-(p-oxyphenyl)-Δ²* (u./oder Δ³)-*hexen*, C₁₈H₂₀O₂, aus II mit CH₃MgJ in Ae., nach dem Abdest. des Ae. 1 Stde. auf 175° erhitzt, nach Zersetzen mit Eis + H₂SO₄ Äthylätherextraktion, glasige M., Kp.₅ 250°. — *1-(m-Methoxyphenyl)-3-(p-methoxyphenyl)-hexan* (III) wird durch Hydrierung von II mit Pd-Kohle in Aceton erhalten, bewegliches Öl, Kp.₂ 200—201°. — *1-(m-Oxyphenyl)-3-(p-oxyphenyl)-hexan* (I), C₁₈H₂₂O₂, entsteht durch Spaltung von III mit HJ + Essigsäure, Kp.₁₀ 250—260°, aus CCl₄ weiche Blättchen, F. 80—82°. (J. chem. Soc. [London] 1946. 754—55. Aug. Dartford, Wellcome Chem. Works.) HENKEL. 2513

P. Ruggli, P. Weis und H. Rupe, *Synthesen in der 1.4-Diphenylbutan-Reihe*. XI. Mitt. über Ketone, Ketonensäuren und Enollactone. (X. vgl. Helv. chim. Acta 29. [1946.] 600.) Die Synth. des *1.4-Diphenylbutandion-1.2* (I) wurde auf 3 Wegen versucht: 1. Oxydation von *1.4-Diphenylbutanon-1*, 2. Oxydation von *1.4-Diphenylbutanon-2*, 3. Kondensation von Phenylmethylidiketon mit Benzaldehyd u. anschließende Hydrierung. 1 liefert eine befriedigende Ausbeuten, 2 ergab kein Diketon, 3 ergab das erwartete *1.4-Diphenylbutylen-3.4-dion-1.2* (II) in sehr schlechter Ausbeute, so daß weitere Verss. unterblieben. Bei der katalyt. Hydrierung mit RANEY-Ni entstehen aus I mit 1 u. 2 Mol H₂ das *1.4-Diphenylbutanol-1-on-2* (III) u. das *1.4-Diphenylbutan-1.2-diol*. Aus III entsteht mit Phenylhydrazin das Phenylhydrazon, aber kein Osazon.



Versuche: Diketon (I), gelbe große Kristalle, F. 170°, leicht lösl. in A., Bzl., Chlf. schwer in PAe.; gegen Oxydationsmittel viel beständiger als 1,4-Diphenylbutandion-2,3 oder 1,3-Diphenylpropandion-1,2, luftbeständig, ohne Farb-Rk. mit FeCl₃, schlecht enolisierbar, steht in seinen Eig. dem Phenylmethyldiketon nahe, ergibt mit o-Phenylendiamin ein Chinoxalin, mit Phenylhydrazin 3 isomere Monophenylhydrazone, kein Osazon; *Chinoxalinderiv.*, aus verd. A. Nadeln, F. 69—70°; *Monophenylhydrazone*: a) aus kaltem A. farblose Kristalle, F. 95—96°; labil, geht beim Stehen oder Erwärmen in A. über in b) gelbe Nadeln, F. 124°; diese Form entsteht beim Arbeiten in sd. A.; c) beim Arbeiten in Eisessig + Methanol bei 100° u. großem Überschuß an Phenylhydrazin, gelbe Nadeln, aus A., F. 144—145°. — *α-Phenyl-γ-benzylacetessigester* (IV), aus 1,4-Diphenyl-1-cyanbutanon-2 (V), Öl, Kp._{0,001} 135—137°, nicht ganz rein. — *1,4-Diphenyl-3-β-phenyl-äthylpyrazolon-5* (VI), aus IV, farblose Prismen aus A., F. 163—164°. — *1,4-Diphenylbutylen-3,4-dion-1,2* (II), gelbe Prismen aus PAe., F. 54—55°. Fällt leicht ölig an, leicht lösl. in allen organ. Lösungsmitteln; *Chinoxalinderiv. von II*, hellgelbe prismat. Plättchen, leicht lösl. in Chlf., F. 144—145°. — *1,4-Diphenylbutanol-1-on-2* (III), aus Bzl. + PAe. Nadeln, F. 60—61°, schwer lösl. in Ae. u. PAe., leicht lösl. in Methanol, A., Chlf., Bzl.; *Phenylhydrazon*, gelbe Nadeln aus Methanol, F. 122—123°; *Semicarbazon*, Plättchen aus Methanol + W., F. 122—123°. — *1,4-Diphenylbutandiol-1,2* (VII), aus Bzl. Kristalle, F. 79—80°, schwer lösl. in Ae., PAe., wenig in Bzl., gut in A., Methanol u. Chlf.; *Benzylidenverb.*, aus A. Kristalle, F. 73—74°. (Helv. chim. Acta 29. 1788—98. 2/12. 1946. Basel, Univ., Anst. für organ. Chem.) HELD. 2548

Evelyn M. Hancock und Arthur Cope, *α-Cyclohexylphenylacetonitril*. Die Darst. erfolgt durch Anlagerung von Bromcyclohexan an die aus Benzylcyanid u. Natriumamid gebildete Komplexverb. $\left[\text{C}_6\text{H}_{11}\text{CHCN} \right]^- \text{Na}^+$. — Natriumamid wird aus 200 cm³ fl. NH₃ u. 8,1 g Na in einem Trockeneisbad in Ggw. von 0,2 g Ferrinitrat hergestellt. Zu der gebildeten Lsg. werden unter Kühlung 41 g Benzylcyanid u. nach 15 Min. 200 cm³ Toluol u. 25 cm³ Ae. zugegeben. NH₃ wird durch langsames Erwärmen der Lsg. auf Raumtemp. verdampft. Die warme Lsg. wird mit 65,2 g Bromcyclohexan versetzt u. das Gemisch 2 Stdn. unter Rückfluß erhitzt u. mit 300 cm³ W. gewaschen. Nach Abdest. des Toluols wird das Nitril im Vakuum dest.; Kp.₉ 165—167°, Kp.₁₃ 174—176°. Nach Umkrystallisieren aus Pentan F. 56—58°; Ausbeute 45—55%₀. (Org. Syntheses 25. 25—27. 1945.) TROFIMOW. 2579

J. N. Ashley und J. O. Harris, *Versuche zur Auffindung neuer chemotherapeutisch wirksamer Amidine*. III. Mitt. *Kernsubstituierte Derivate des 4,4'- und 3,3'-Diaminostilbens*. (II. vgl. BARBEE u. SPICKINGS, J. chem. Soc. [London] 1945. 187.) *2-Amino-4,4'-dicyanstilben* (I) wird durch SANDMEYER-Rk. in *2-Chlor-2-Brom-u. 2-Jod-4,4'-dicyanstilben* übergeführt. Daraus werden die entsprechenden *Amidine* gewonnen. *2-Oxy-4,4'-dicyanstilben* wird durch Verkochen von diazotiertem I dargestellt u. daraus *2-Oxy-u. 2-Methoxy-4,4'-diamidinostilben* erhalten. Nach vergleichlichen Vers. zur Darst. von *2,2'-Dioxy-4,4'-diamidinostilben* wird das isomere *6,6'-Dioxy-3,3'-diamidinostilben* aus der durch Kondensation von *5-Brom-2-methoxybenzaldehyd* mit dem Na-Salz der *5-Brom-2-methoxyphenyllessigsäure* erhaltenen *cis-3,3'-Dibrom-6,6'-dimethoxystilben-α-carbonsäure* dargestellt. Die Halogen- u. Monoxyverb. zeigen größere trypanocide Wrkg. als *4,4'-Diamidinostilben* (*Stilbamidin*); das Methoxyderiv. hat ca. dieselbe Wrkg., alle anderen sind weniger wirksam.

Versuche (Ausbeuten in Klammern): *2,4-Dinitro-4'-acetamidostilben*, C₁₆H₁₃O₅N₂, aus *2,4-Dinitrotoluol* u. *4-Acetamidobenzaldehyd* in Ggw. von Piperidin, 1 Stde. bei 140°, orangefarbene Büschel oder Nadeln aus Eisessig, F. 262°. — *2-Nitro-4-amino-4'-acetamidostilben*, C₁₆H₁₅O₃N₃, aus vorst. in sd. wss.-alkoh. NH₃-Lsg. durch Einleiten von H₂S, rote Nadeln aus Eisessig, F. 238—239°. — *2-Nitro-4,4'-diaminostilben*, C₁₄H₁₃O₂N₃, aus vorst., 2 Stdn. in sd. alkoh. HCl, braune Platten oder Prismen aus A., F. 156°. — *2-Nitro-4,4'-dicyanstilben*, C₁₆H₉O₂N₃, a) aus vorst., nach Diazotieren mit CuCN + KCN, b) aus *2-Nitro-4-cyanotoluol* u. *4-Cyanbenzaldehyd* in Ggw. von Piperidin, 36 Stdn. Rückfluß, nach Sublimieren im Vakuum bei 220—240° gelbe Nadeln aus Eisessig oder Nitrobenzol, F. 238° (54%). — *2-Amino-4,4'-dicyanstilben* (I), C₁₆H₁₁N₃, aus vorst. mit SnCl₂ in sd. Eisessig, gelbe Nadeln aus Eisessig, F. 232° (85%). — *2-Acetamido-4,4'-dicyanstilben*, C₁₈H₁₃ON₃, aus vorst. mit Acetanhydrid + Na-Acetat, 1/2 Stde. bei 100°, Nadeln aus Dioxan, F. 285° (52%). — *2-Amino-4,4'-diamidinostilben*, C₁₆H₁₁N₅, aus vorvorst., gelbe Nadeln aus Methanol, F. 250° (30%). — *2-Acetamido-4,4'-diamidinostilbendichlorhydrat*, C₁₈H₁₉ON₅·2 HCl, aus vorvorst., hellgelbe Nadeln aus verd. HCl, F. 321° (Zers.). — *2-Chlor-4,4'-dicyanstilben*, C₁₆H₉N₂Cl, aus diazotiertem I mit HCl in Ggw. von Cu-Bronze, Nadeln aus Nitrobenzol, F. 242°. — *2-Chlor-4,4'-diamidinostilbendichlorhydrat*, C₁₆H₁₅N₄Cl·2 HCl·H₂O, Nadeln aus Methanol oder wss. HCl, F. über 320°. — *2-Brom-4,4'-dicyan-*

stilben, C₁₆H₉N₂Br, aus diazotiertem I mit HBr in Ggw. von Cu-Bronze, Nadeln aus Pyridin, F. 241°. — 2-Brom-4,4'-diamidinostilbendichlorhydrat, C₁₆H₁₅N₄Br · 2 HCl · 2 H₂O, aus vorst., Nadeln aus Methanol. — 2-Jod-4,4'-dicyanstilben, C₁₆H₉N₂J, aus diazotiertem I mit KJ, hellgelbe Nadeln aus Eisessig, F. 237° (59%). — 2-Jod-4,4'-diamidinostilbendichlorhydrat, C₁₆H₁₅N₄J · 2 HCl · H₂O, aus vorst., Nadeln aus W. + Aceton, F. über 320° (60%). — 2,2'-Dinitro-4,4'-dicyanstilben, C₁₆H₈O₄N₄, a) aus 2-Nitro-4-cyantoluol mit NaOH in wss.-alkoh. Pyridin, b) aus 2-Nitro-4-cyanbenzylchlorid mit alkoh. KOH, gelbe Nadeln aus Kresylsäure, F. 342° (11 bzw. 38%). — 2,2'-Diamino-4,4'-dicyanstilben, C₁₆H₁₂N₄, aus vorst. mit SnCl₂ in Eisessig + Salzsäure, gelbe Nadeln aus Dioxan, F. 291 bis 292° (50%). — 2,2'-Dibrom-4,4'-dicyanstilben, C₁₆H₈N₂Br₂, aus tetrazotiertem vorst. mit HBr in Ggw. von Cu-Bronze, federige Nadeln aus Nitrobenzol, F. 314°. — 2-Oxy-4,4'-dicyanstilben, C₁₆H₁₀ON₂, aus diazotiertem I durch Verkothen, gelbe prismat. Nadeln aus A., F. 296° (55%). — 2-Oxy-4,4'-diamidinostilbendichlorhydrat, C₁₆H₁₆ON₄ · 2 HCl, aus vorst., gelbliche Nadeln aus verd. HCl, F. 357° (Zers.) (70%). — 4,4'-Dicyan-2-methoxystilben, C₁₇H₁₂ON₂, aus vorst. mit Dimethylsulfat u. wasserfreiem K₂CO₃ in Aceton, 4 Stdn. Rückfluß, federige Nadeln aus Dioxan, F. 239° (78%). — 2-Methoxy-4,4'-diamidinostilbendichlorhydrat, C₁₇H₁₈ON₄ · 2 HCl · 3 H₂O, aus vorst., Nadeln aus verd. HCl, F. 320° (Zers.) (50%). — 2-Nitro-2-cyanbenzaldehyd, C₈H₄O₃N₂, aus 2-Nitro-4-cyantoluol mit p-Nitrosodimethylanilin u. Na₂CO₃ in A., 4 Tage Rückfluß, nach Spaltung des Anils (F. 206—208°) mit sd. halbkonz. HCl Nadeln aus W., F. 114—115°. — α,β-Dibrom-4,4'-dinitro-2,2'-dimethoxydibenzyl, C₁₆H₁₄O₆N₂Br₂, aus 4,4'-Dinitro-2,2'-dimethoxydibenzyl mit Brom in Eisessig, hellgelbe hexagonale Platten aus Eisessig, F. 251° (Zers.). — 4,4'-Dinitro-2,2'-dimethoxystilben, C₁₆H₁₄O₆N₂, aus vorst. mit CuCl in Pyridin, 2 Stdn. bei 200 bis 220°, gelbe prismat. Nadeln aus Nitrobenzol, F. 275—276° (80%). — 4,4'-Diamino-2,2'-dimethoxystilben, C₁₆H₁₈O₂N₂, aus vorst. mit SnCl₂ + HCl in sd. Eisessig, gelbe Nadeln aus Nitrobenzol, F. 256° (50%). — 5-Brom-2'-nitro-4'-cyan-2-methoxystilben, C₁₆H₁₁O₃N₂Br, aus 5-Brom-2-methoxybenzaldehyd (II) (dargestellt aus 2-Methoxybenzaldehyd mit Brom in Eisessig bei 10° [70% Ausbeute] u. 2-Nitro-4-cyantoluol mit Piperidin, 1½ Stdn. bei 160°, gelbe federige Nadeln aus Eisessig, F. 241° (60%)). — 5-Brom-2'-amino-4'-cyan-2-methoxystilben, C₁₆H₁₃ON₂Br, aus vorst. mit SnCl₂ + HCl in sd. Eisessig, Nadeln aus A., F. 148°. — 5-Brom-2'-amino-5'-(oder -6')-oxy-4'-cyan-2-methoxystilben, C₁₆H₁₃O₂N₂Br, neben vorst., prismat. Nadeln aus A., F. 202°. Gibt mit Dimethylsulfat ein Prod., Rhomben aus Dioxan, F. 178°. — 3,3'-Dibrom-6,6'-dimethoxybenzylidenazin, C₁₆H₁₄O₂N₂Br₂, aus II mit Hydrazin, gelbe Prismen aus Pyridin, F. 234° (47%). — 2-Phenyl-4-(5'-brom-2'-methoxybenzyliden)-oxazol-5, C₁₇H₁₂O₃NBr, aus II u. Hippursäure mit Acetanhydrid + Na-Acetat, 1 Stde. bei 100°, gelbe Nadeln aus Eisessig, F. 179° (70%). — 5-Brom-2-methoxyphenylbrenztraubensäure, C₁₀H₈O₄Br, aus vorst. mit 10% ig. wss. NaOH, 16 Stdn. Rückfluß, Nadeln aus Eisessig, F. 163° (75%). — 5-Brom-2-methoxyphenylessigsäure, C₉H₈O₃Br, aus vorst. mit 20% ig. H₂O₂ in wss. NaOH, 16 Stdn. bei 0—5°, prismat. Nadeln aus Methanol, F. 136° (78%). — cis-3,3'-Dibrom-6,6'-dimethoxystilben-α-carbonsäure, C₁₇H₁₄O₄Br₂, aus vorst. u. II mit ZnCl₂ + Acetanhydrid, 24 Stdn. bei 140—150°, Prismen aus Eisessig, F. 193° (45%). — trans-3,3'-Dibrom-6,6'-dimethoxystilben, C₁₆H₁₄O₂Br₂, aus den alkalilösl. Teilen von vorst., gelbliche Nadeln aus Eisessig, F. 214°. — cis-3,3'-Dibrom-6,6'-dimethoxystilben, C₁₆H₁₄O₂Br₂, aus vorst. mit Kupferchromit u. Chinolin bei 210—220°, Prismen aus Methanol, F. 104° (58%). — cis-3,3'-Dicyan-6,6'-dimethoxystilben, C₁₈H₁₄O₂N₂, aus vorst. mit CuCN in Pyridin, 1½ Stdn. bei 210°, Prismen aus A., F. 153° (60%). — trans-3,3'-Dicyan-6,6'-dimethoxystilben, aus vorst. beim Erhitzen in Nitrobenzol mit Jod, Prismen, F. 241°. — trans-6,6'-Dioxy-3,3'-dicyanstilben, C₁₆H₁₀O₂N₂, aus vorst. oder vorst. mit Pyridinchlorhydrat, 5 Stdn. bei 200°, prismat. Nadeln aus Dioxan, F. 304°. — 6,6'-Dioxy-3,3'-diamidinostilbendichlorhydrat, C₁₆H₁₆O₂N₄ · 2 HCl · 2 H₂O, aus vorst. über den Diiminoäther, Nadeln aus verd. HCl, F. über 320° (J. chem. Soc. [London] 1946. 567—72. Juli. Dagenham, May & Baker Ltd., Res. Labor.)

K. FABER. 2586

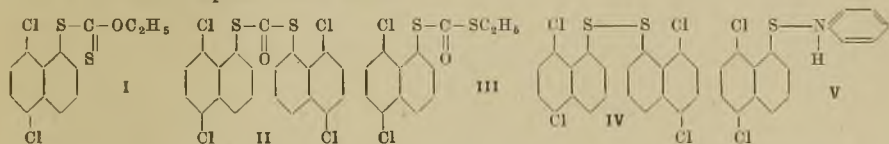
Oliver Grummitt und Allen Buck, 1-Chlormethylnaphthalin. Die Darst. erfolgt durch Einw. von Formaldehyd u. Salzsäure auf Naphthalin. — Ein Gemisch aus 256 g Naphthalin, 110 g Paraformaldehyd, 260 cm³ Eisessig, 165 cm³ 85% ig. H₂PO₄ u. 428 g konz. HCl wird 6 Stdn. bei 80—85° gerührt. Nach Abkühlen auf 15—20° wird das Reaktionsgemisch mit kaltem W., dann mit 500 cm³ 10% ig. K₂CO₃-Lsg. u. wieder mit W. gewaschen. Die untere 1-Chlormethylnaphthalin(I)-schicht wird mit 200 cm³ Ae. aufgenommen, mit K₂CO₃ getrocknet u. im Vakuum destilliert. Nach einem Vorlauf von 35—40 g nichtumgesetztem Naphthalin, Kp.₅ 90—110°, sd. I bei Kp.₅ 128—113°, oder Kp.₁₁ 148—153°; Ausbeute 195—204 g. (Org. Syntheses 24. 30—32. 1944.) TROFIMOW. 2638

Richard Weiss, 1-Phenyldialin. Die Darst. erfolgt durch GRIGNARD-Synth. aus α-Tetralon über 1-Phenyldialin (I). — Zu einer Lsg. von Phenylmagnesiumbromid, her-

gestellt aus 11 g Mg, 75 g Brombenzol u. 175 cm³ Ae., wird langsam eine Lsg. von 58,4 g α -Tetralon in 60 cm³ Ae. zugegeben, das Gemisch $\frac{1}{2}$ Stde. unter Rückfluß erwärmt u. die Komplexverb. mit 250 g Eis + 40 cm³ konz. HCl zersetzt. Die Ätherschicht wird mit Dampf dest., der ölige Rückstand in 80 cm³ Ae. aufgenommen u. mit CaCl₂ getrocknet. Nach Abtreiben des Ae. werden 20 cm³ Acetanhydrid zugegeben, das Gemisch 20—25 Min. auf dem Dampfbad erwärmt u. I im Vakuum dest.; Kp₂ 135—140°, Ausbeute 35—40 g. — 35 g I werden mit 6 g S $\frac{1}{2}$ Stde. bis 250—270° erhitzt u. 1-Phenyl-naphthalin im Vakuum destilliert. Kp₂ 134—135°, Kp₁₂ 189—190°; Ausbeute 32—33 g. (Org. Syntheses 24. 84—87. 1944.) TROFMOW. 2638

C. F. H. Allen und Alan Bell, 3-Amino-2-naphthoesäure. Die Darst. von 3-Amino-2-naphthoesäure (I) erfolgt durch Erhitzen von 3-Oxy-2-naphthoesäure (II) mit NH₃ unter Druck u. ZnCl₂ als Katalysator. — 600 cm³ ig. NH₄OH, 78 g ZnCl₂ u. 167 g II wurden im Autoklaven unter Rühren innerhalb 3 Stdn. auf 195° erhitzt u. 36 Stdn. bei dieser Temp. gehalten. Der Druck beträgt 28 at. Das Reaktionsgemisch wird mit 1400 cm³ W. aus dem Autoklaven gespült u. mit 660 g konz. HCl $\frac{1}{2}$ Stde. gekocht u. heiß filtriert. Der Rückstand wird nochmals mit 500 cm³ W. u. 30 cm³ konz. HCl behandelt. Das aus den vereinigten Filtraten beim Abkühlen sich ausscheidende Hydrochlorid von I wird mit 40% ig. NaOH alkal. gemacht, bis 85° erwärmt, filtriert, das Filtrat mit konz. HCl neutralisiert u. mit 15 cm³ 10% ig. Na-Acetat-Lsg. versetzt u. heiß filtriert. I wird mit 400 cm³ heißem W. gewaschen u. bei 50° getrocknet; gelbe, pulverige Substanz; Ausbeute 110 bis 116 g, F. 214—215°. (Org. Syntheses 22. 19—23. 1942.) TROFMOW. 2706

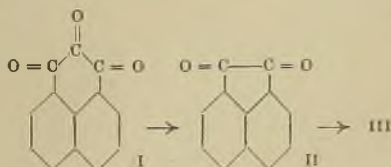
K. Hölzle, Über die Reaktionsprodukte von diazotiertem 5.8-Dichlor-1-naphthylamin mit Kaliumxanthogenat. Ein Beitrag zur Kenntnis der Leuckartschen Xanthogenatmethode. 5.8-Dichlor-1-naphthylamin gab mit K-Xanthogenat nach LEUCKART (C. 1890. I. 758) neben dem n. zu erwartenden 5.8-Dichlornaphthyl-1-xanthogensäureäthylester (I) zu ca. 33% den symm. Dithiokohlensäure-S-S'-bis-[5.8-dichlornaphthyl-1]-ester (II). Ein derartiger Reaktionsverlauf wurde bisher nur einmal beobachtet (LEUCKART, l. c.). Vf. gibt eine Formulierung des Reaktionsverlaufs vom elektronentheoret. Standpunkt aus, nach der das Xanthogenatanion jeweils in der mesomeren, polaren u. der nichtpolarisierten Form an der Rk. teilnimmt u. im 1. Fall zum Dithiokohlensäureester (II), im 2. Fall zum Xanthogensäureester (I) führt. Zum Vgl. mit I wurde der isomere Dithiokohlensäure-S-[5.8-dichlornaphthyl-1]-S'-äthylester (III) dargestellt. Die Ester I, II u. III sind mit alkoh. Alkali leicht verseifbar. Das als Nebenprod. entstehende Disulfid IV ist mit Zn + Eisessig in Pyridin leicht zum entsprechenden Thionaphthol reduzierbar, wobei sich das Pyridiniumsalz V als Zwischenprod. fassen läßt.



Versuche: 5.8-Dichlornaphthyl-1-xanthogensäureäthylester (I), schwachgelbe Krystalldrusen aus Ligroin, F. 99°. — Dithiokohlensäure-S-S'-bis-[5.8-dichlornaphthyl-1]-ester (II), aus Bzl. oder Chlf. derbe Krystalle, F. 207°. — Dithiokohlensäure-S-[5.8-dichlornaphthyl-1]-S'-äthylester (III), aus A. u. Ligroin gelbliche Nadeln, F. 88°. — 5.8-Dichlornaphthyl-1-disulfid (IV), aus Pyridin gelbe Krystalle, F. 218—219°, sehr schwer lösl. in A., Bzl. u. Eisessig. — Pyridiniumsalz des 5.8-Dichlor-1-thionaphthols (V), aus Pyridin große gelbe Krystalle, F. 191—195°, ab 180° Zersetzung. (Helv. chim. Acta 29. 1883 bis 188. 2/12. 1946. Basel, Ciba A. G., Farbendep., Wiss. Abt.) HELD. 2718

Alexander Schönberg, Radwan Moubasher und Akila Mostafa, Synthesen von Acenaphthen. II. Mitt. Acenaphthenchinon (II) kann durch Erhitzen von peri-Naphthantrion (I) mit wasserfreiem AlCl₃ oder Se in guter Ausbeute erhalten werden. I entsteht aus Naphthalin u. Malonylchlorid mit AlCl₃ nach FLEISCHER u. RETZE (Ber. dtsh. chem. Ges. 55. [1922.] 3280). In Verb. mit der früher von SCHÖNBERG (Ber. dtsh. chem. Ges. 54. [1921.] 2838) angegebenen Umwandlung von II in Acenaphthen (III) liegt nun ein gut gangbarer Weg von Naphthalin zu III ohne Pyrolyse vor.

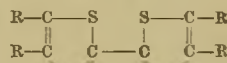
Versuche: Acenaphthenchinon (II), a) aus peri-Naphthantrion (I) durch 1std. Erhitzen mit wasserfreiem AlCl₃ auf 220°, b) aus I-Hydrat durch 2std. Erhitzen mit Se; Ausbeute 60%. — Benzil, aus Diphenyltriketon, durch Er-



werden. Bei Abdunsten des W. beginnt Ausscheidung seidenglänzender Nadeln nach 48 Stunden. Umkrystallisation aus A.—W., F. 174°. Die Fluoreszenzintensitäten von *Thiochrom* (II) u. I verhalten sich bei p_H 7 wie 1:16 (K-Photozelle). Mit dem Auge läßt sich die Fluoreszenz einer wss. Lsg. von 10^{-9} g/cm³ I noch gut erkennen, während die Erkennungsgrenze von II um 10^{-8} g/cm³ liegt. Photoelektr. ist die Fluoreszenz von 1γ I in 100 cm³ W. noch meßbar. I fluoresciert am intensivsten im sauren u. verliert an Intensität im alkal. Gebiet, während II am stärksten im alkal. Bereich fluoresciert, im sauren dagegen gar nicht. Die Absorptionsmaxima von I u. II liegen auffallenderweise ungefähr gleich weit auseinander (354 u. 376 μ) wie die Maxima der Fluoreszenzspektren (415 u. 438 μ); die Absorptionsmaxima ihrer Ausgangssubstanzen, 4-Methyl-5- β -oxyäthylthiazol u. Aneurin, liegen wieder im gleichen Gebiet (254 μ bzw. 235 u. 265 μ). I ist photostabil u. eignet sich als Fluoreszenzstandard. Reine Lsgg. von I zeigen keinerlei Oberflächenaktivität; bei der Bldg. von I durch Bestrahlung muß aber noch ein grenzflächenakt. Prod. gebildet werden. I ist ungiftig u. eignet sich für die Fluoreszenzmikroskopie. Auf einen ähnlichen Stoff, der durch Bestrahlung des Na-Salzes der 2-Mercapto-4-methyl-5-thiazolcarbonsäure entsteht, wird hingewiesen. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 1, 265—73. 1943. Bern, Physiol. Inst., Hallerianum.) HELLMANN. 3138

P. Karrer und Friedel Forster, *Über 4.4'.5.5'-Tetraphenyldithiazolyl-2.2' und 4.4'.5.5'-Tetradiphenyldithiazolyl-2.2'*. (Vgl. C. 1944, II. 943.) Durch Kondensation von Rubeanwasserstoff mit Chlorbenzol bzw. mit 4.4'-Diphenylchlorbenzol wurden 4.4'.5.5'-Tetraphenyldithiazolyl-(2.2') (I) u. 4.4'.5.5'-Tetradiphenyldithiazolyl-(2.2') (II) dargestellt. I u. II geben mit SbCl₅, AsCl₅, Trichloressigsäure u. ZnCl₂ in Chlf. sowie beim Lösen in konz. H₂SO₄ ausgeprägte Farbreaktionen.

Versuche: 4.4'.5.5'-Tetraphenyldithiazolyl-(2.2') (I), C₂₆H₂₀N₂S₂, aus Rubeanwasserstoff (III) u. Chlorbenzol in absol. A., 20 Stdn. Rückfluß, Krystalle aus Benzol. — 4.4'-Diphenylbenzol, C₂₆H₂₀O₂, aus Diphenyl-4-aldehyd mit KCN in 50% ig. A., 1 Stde. Rückfluß, Krystalle aus Eisessig, F. 161—163°. — 4.4'-Diphenylchlorbenzol, C₂₆H₁₆OCl, aus vorst. mit SOCl₂, 4 Stdn. bei 60°, Krystalle aus Bzl., F. 163°. — 4.4'.5.5'-Tetradiphenyldithiazolyl-(2.2') (II), C₅₄H₃₈N₂S₂, aus vorst. u. III in A. + Bzl., 17 Stdn. Rückfluß, Krystalle aus Bzl., F. 335°. (Helv. chim. Acta 28, 315—18. 15/3. 1945. Zürich, Univ., Chem. Inst.)



I R = C₆H₅

II R = C₆H₄·C₆H₅

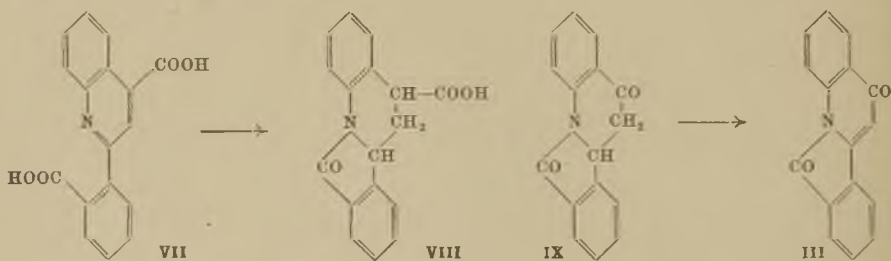
K. FABER. 3141

G. M. Bennett und J. F. Grove, *Nebenprodukte bei der Nitrierung aromatischer Körper. II. Mitt. Nitrierung von Diphenyl, Chinolin und Benzophenon.* (I. vgl. C. 1939, I. 1844.) Die bei der früheren Unters. beobachteten Nebenprod. vom Charakter der Nitrophenole treten auch bei der Nitrierung von Diphenyl (I), Chinolin (II) u. Benzophenon (III) auf. Nach der Lage der Substituenten ist anzunehmen, daß bei der Bldg. der Nebenprod. zuerst die Hydroxylgruppe eingeführt wird. Die Nitrierung der entsprechenden Phenole bestätigt dies u. dient zur Charakterisierung der Verbindungen. So entsteht aus I bei der Nitrierung als Nebenprod. 3.5.4'-Trinitro-4-oxydiphenyl, das n. Reaktionsprod. bei der Nitrierung von 4-Oxydiphenyl. II liefert einen phenol. Anteil, der aus 6.8-Dinitro-5-oxychinolin besteht. Bei III finden sich als Nebenprod. der Nitrierung nur m- u. p-Nitrobenzoesäure. Sie entstehen bei der oxydativen Spaltung von 3.3'-Dinitrobenzophenon u. 3.4'-Dinitrobenzophenon. Eine phenol. Substanz läßt sich nur im Modellvers. bei der weiteren Nitrierung von 3.3'-Dinitrobenzophenon erhalten. Es handelt sich vermutlich um 2.5.3'-Trinitro-3-oxylbenzophenon.

Versuche: Nebenprod. bei der Nitrierung von I. I 1 Monat bei Raumtemp. mit HNO₃ (D. 1.45) behandelt. Aus dem alkalilösl. Anteil des Reaktionsprod. ca. 2% 3.5.4'-Trinitro-4-oxydiphenyl, C₁₂H₇O₂N₃, aus Aceton + W. blaßgelbe Krystalle, F. 197°. Gleicher Körper beim Nitrieren von 4-Oxydiphenyl. Spaltung durch Chromsäure unter Bldg. von p-Nitrobenzoesäure. — Nebenprod. bei der Nitrierung von II. Beim Eintragen von Chinolinnitrat in konz. H₂SO₄ unter folgendem Zusatz von rauchender H₂SO₄ (vgl. DUFTON, J. chem. Soc. [London] 61, [1892.] 782), Ausfällung des 6.8-Dinitro-5-oxychinolins, C₉H₆O₅N₂, beim Eintragen des Reaktionsgemisches in W., aus konz. HNO₃ in gelbbraunen Krystallen, F. 293° (Zers.). Gleicher Körper aus 5-Oxychinolin mit rauchender HNO₃. Die Identität wurde noch durch Überführung in das Chlorsubstitutionsprod. mit PCl₅ unter Zusatz von etwas POCl₃ nachgewiesen. In beiden Fällen Bldg. von 5-Chlor-6.8-dinitrochinolin, C₉H₅O₄N₂Cl, aus A. u. PAe. blaßgelbe Nadeln, F. 145,5°. Die Nitrierung von 5-Chlorchinolin mit rauchender HNO₃ + rauchender H₂SO₄ führt nur zu 5-Chlor-8-nitrochinolin, C₉H₅O₂N₂Cl, F. 135°. Zum Vgl. wurden noch hergestellt: 5.7-Dinitro-8-oxychinolin aus 8-Oxychinolin, F. 318° (Zers.); mit PCl₅ nicht in das Halogenid umwandelbar. 8-Nitro-7-oxychinolin, C₉H₆O₃N₂,

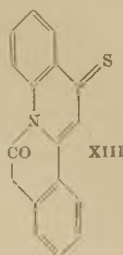
aus 7-Oxychinolin mit rauchender HNO_3 + rauchender H_2SO_4 , F. 255° (Zers.). Nicht identifiziert ein Körper vom F. 202°, der beim Umkrystallisieren des Nebenprod. der Nitrierung von II in Eisessig auftritt. — Nebenprod. bei der Nitrierung von III. Trotz Verwendung verschied. Nitrierungsmethoden nur ca. 1% eines Gemisches von m- u. p-Nitrobenzoesäure isolierbar. Darst. von 3,3'-Dinitrobenzophenon aus III durch Lösen in rauchender H_2SO_4 u. Zusatz von rauchender HNO_3 , Temp. erst auf 25–30°, dann 1 Stde. bei 75° gehalten. Umkrystallisieren aus Aceton u. Eisessig. In der Mutterlauge 3,4'-Dinitrobenzophenon. Bei weiterer Nitrierung des 3,3'-Dinitrobenzophenons in der alkalilösl. Fraktion neben m-Nitrobenzoesäure 2,5,3'-Trinitro-3-oxycarbonylbenzophenon, $\text{C}_{16}\text{H}_7\text{O}_8\text{N}_3$, aus m-Kresol mikrokrystallines Pulver, F. 285°. (J. chem. Soc. [London] 1945. 378–80. Juni. London, King's Coll.) ZOPFF. 3378

Henri de Diesbach, Gérald Rey-Bellet und Tao-Shing Kiang, *Untersuchung über die Benzoylderivate des Indigos*. VII. Mitt. (VI. vgl. C. 1941. II. 196.) Für das beim Behandeln von Indigo mit Benzoylchlorid entstehende „Höchster Gelb R“ haben HOPE, KERSEY u. RICHTER (J. chem. Soc. [London] 1933. 1002) u. HOPE u. ANDERSEN (J. chem. Soc. [London] 1936. 1474) Konstitutionsformeln vorgeschlagen, die auf den Ergebnissen des Abbaues des Farbstoffes mit sd. KOH beruhen. Hierbei liefert Höchster Gelb R außer 1 Mol. Benzoesäure u. 1 Mol. Anthranilsäure eine Verb., der diese Autoren die Formel III zuerteilen. Vff. haben nun III, das Lactam des 2-(o-Carboxyphenyl)-4-oxo-1,4-dihydrochinolins, auf 2 Wegen synthetisiert: 1. Isatin wird mit Acetophenon-o-carbonsäure nach NEUMANN u. ZELTNER (C. 1923. IV. 665) zur 2-(o-Carboxyphenyl)-chinolin-4-carbonsäure (VII) kondensiert u. das Reaktionsprod. mit Na-Amalgam zu dem Lactam VIII reduziert. Bei der Oxydation von VIII mit CrO_3 in Essigsäure entsteht das Lactam des 2-(o-Carboxyphenyl)-4-oxo-1,2,3,4-tetrahydrochinolins (IX), welches leicht durch Halogenieren u. Abspaltung von Halogenwasserstoff oder durch Behandeln mit Se oder SeO_2 oder S zu der gesuchten Verb. III dehydrierbar ist. 2. o-Aminoacetophenon gibt beim Erhitzen mit Phthalsäureanhydrid das o-Phthaloylaminoacetophenon (X), das unter diesen Bedingungen spontan zu der Verb. III cyclisiert. Die Eigg. des synthetisierten Prod. sind mit denen des nach HOPE u. Mitarbeitern (l.c.) erhaltenen Abbauprod. des Höchster Gelbs R in einer Tabelle verglichen. Die beiden Verbb. sind nicht ident. u. damit sind auch die HOPEschen Formeln für das Höchster Gelb R u. das aus diesem durch Behandeln mit H_2SO_4 entstehende Höchster Gelb U hinfällig. Einige Halogen- u. Nitroderiv. der in diesem Zusammenhang dargestellten Verbb. werden beschrieben.

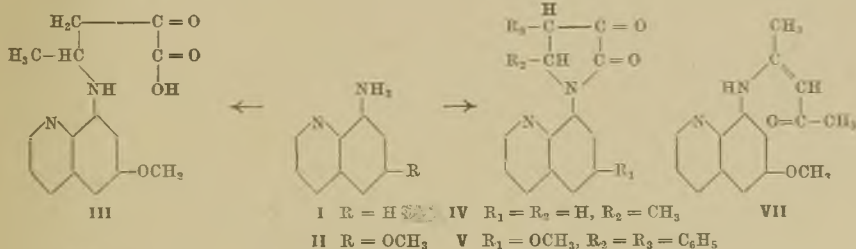


Versuche: Lactam VIII, $\text{C}_{17}\text{H}_{13}\text{O}_3\text{N}$, beim Behandeln von VII mit 3% ig. Na-Amalgam in wss. Na_2CO_3 bei Zimmertemp., aus A. Krystalle, F. 239°; Methyl ester, $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N}$, aus VIII mit CH_3OH u. HCl , kleine weiße Krystalle, F. 175°. — Durch Decarboxylierung von VIII entsteht das Lactam des 2-(o-Carboxyphenyl)-1,2,3,4-tetrahydrochinolins durch Erhitzen über den F., aus Essigsäure Krystalle, F. 140°. — Lactam IX, $\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{O}_2\text{N}$, durch Oxydation von VIII in Eisessig mit CrO_3 auf dem Wasserbad, aus A. Krystalle, F. 168°; Phenylhydrazon, $\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{ON}_3$, aus IX mit Phenylhydrazin, in Eisessig, weiße Nadelchen aus A. oder Eisessig, F. 222°; Kondensationsprod. von IX mit Benzaldehyd, $\text{C}_{23}\text{H}_{15}\text{O}_2\text{N}$, aus IX mit Benzaldehyd u. einer Spur Piperidin bei 170–180°, aus Eisessig u. A. weiße Nadeln, F. 228°; 3-Bromverb., $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_2\text{NBr}$, aus IX mit Br in CHCl_3 in der Wärme, aus Eisessig gelbliche Krystalle, F. 257°. — Lactam III, $\text{C}_{16}\text{H}_9\text{O}_2\text{N}$, lösl. in A. u. Eisessig, Xylol, Pyridin, Nitrobenzol, gelbliche Krystalle, F. 263°; freie Säure $\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{O}_3\text{N}$, beim Sieden von III mit 10% ig. alkoh. KOH, geht beim Sieden in Nitrobenzol wieder in das Lactam über, aus verd. A. weiße Krystalle, F. 263°, unter Ringschluß zu III; Methyl ester der freien Säure $\text{C}_{17}\text{H}_{13}\text{O}_3\text{N}$, aus CH_3OH weiße Krystalle, lösl. in Alkalien u. Mineralsäuren, F. 314°; 3-Bromverb., von III, $\text{C}_{16}\text{H}_8\text{O}_2\text{NBr}$, aus IX beim Bromieren in CHCl_3 oder Eisessig u. Zersetzen des anfangs gebildeten Perbromids durch Erwärmen, gelbliche Krystalle aus Pyridin oder Amylacetat, F. 233°; Lactam des 2-(o-Carboxyphenyl)-

4-thio-1,4-dihydrochinolins (XIII), C₁₆H₉ONS, aus **III** mit P₂S₅ in Bzl., lösl. in Eisessig, Chinolin, Cyclohexanol u. in Pyridin, violett-schwarze Krystalle, F. 253—254°; **Phenylhydrazon**, C₂₂H₁₅ON₃, beim Sieden von **XIII** mit überschüssigem Phenylhydrazin in 30 Teilen Pyridin, aus Bzl. rote Krystalle, F. 224—225°; **5(?) - Bromverb.** von **VIII**, C₁₇H₁₀O₃NBr, aus **VIII** beim Behandeln mit Brom in 20 Teilen Eisessig bei 100°, aus Eisessig Nadeln, F. 257°. Gibt beim Oxydieren mit alkal. KMnO₄ Phthalsäure. — **5(?) - Bromverb.** von **IX**, C₁₆H₁₀O₂NBr, beim Oxydieren der vorst. in Eisessig mit CrO₃, gelbliche Krystalle, F. 202°; **Phenylhydrazon**, C₂₂H₁₅ON₃Br, gelbliche Krystalle, F. 247—248°. **Kondensationsprod. der vorst. mit Benzaldehyd**, C₂₃H₁₄O₂NBr, Krystalle, F. 231—232°. — **5(?) - Bromverb.** von **III**, C₁₆H₈O₂NBr, aus der Bromverb. von **IX** beim Bromieren in CHCl₃ mit 1 Mol Brom u. Abspaltung von HBr in sd. Pyridin, aus Pyridin gelbe Krystalle, F. 261°. — **5(?) - 3-Dibromverb.** von **III**, C₁₆H₈O₂NBr₂, aus vorst. beim Bromieren in Essigsäure (das erst entstehende Pebrimid zers. sich beim Erwärmen), aus Pyridin Krystalle, F. 272°. — **5(?) - Nitroverb.** von **VIII**, C₁₇H₁₂O₅N₂, durch Nitrieren von **VIII** in 10 Teilen sd. HNO₃ (D. 1,40), aus Eisessig schwachgelbe Krystalle, F. 260° (Zers.). — **5(?) - Nitroverb.** von **IX**, C₁₆H₁₀O₄N₂, beim Oxydieren der vorst. in sd. Eisessig mit CrO₃, Krystalle, F. 309—310°. Da die Verb. mit Phenylhydrazin nicht reagiert, ist wahrscheinlich bei der Oxydation gleichzeitig Dehydrierung zur **5(?) - Nitroverb.** von **III** eingetreten. Das erwartete Phenylhydrazon der nicht dehydrierten Verb. konnte aus den Mutterlaugen der Oxydation mit CrO₃ isoliert werden, rote Krystalle, F. 264°. — **3-Nitroverb.** von **III**, C₁₆H₈O₄N₂, beim Behandeln von **IX** mit 10 Teilen sd. HNO₃ (D. 1,4) u. Entfernen der Nebenprod. durch Erhitzen mit Benzaldehyd u. einer Spur Piperidin auf 160°, aus Eisessig gelbe Krystalle, F. 253°. (Helv. chim. Acta 26. 1869—85. 15/10. 1943. Freiburg [Schweiz], Univ., Chem. Inst.) HELD. 3390



Fernanda Misani und Marston Taylor Bogert, *Die Suche nach besseren Heilmitteln gegen Tropenkrankheiten*. III. Mitt. *Weitere Versuche in der Chinolinreihe*. (II. vgl. C. 1946. I. 948.) Die DOEBNER-Rk. von **8-Aminochinolin (I)** mit Paraldehyd u. Brenztraubensäure (**VI**) führt zu **1-(Chinoly-8')-2-methyl-4,5-diketopyrrolidin (IV)**. Aus **8-Amino-6-methoxychinolin (II)** konnte mit Benzaldehyd u. Phenyl-VI **1-(6'-Methoxychinoly-8')-2,3-diphenyl-4,5-diketopyrrolidin (V)** erhalten werden. Die als Zwischenprod. anzunehmende



substituierte Valeriansäure konnte bei der Rk. von **II** mit Acetaldehyd u. **VI** als **α -Keto- γ -(6-methoxychinoly-8-amino)-valeriansäure (III)** gefaßt werden. Die in Analogie zu der DOEBNER-Rk. von Anilin mit Paraldehyd u. **VI** zu erwartende Phenanthroincarbon-säure konnte nicht erhalten werden. Die abweichenden Ergebnisse werden auf Stereo-interferenz zurückgeführt. Bei der COMBES-Rk. zwischen **II** u. Acetylaceton entstand **4-(6'-Methoxychinoly-8'-amino)-penten-3-on-2 (VII)**, das sich nicht zu dem entsprechenden Phenanthrolin cyclisieren ließ.

Versuche (Alle FF. korr., Ausbeuten in Klammern): **1-(Chinoly-8')-2-methyl-4,5-diketopyrrolidin (IV)**, aus **8-Aminochinolin** mit Paraldehyd u. **Brenztraubensäure (VI)** in absol. A., 2 Stdn. Rückfluß, isoliert als **Pikrat**, C₂₆H₁₅O₉N₅, gelbe Nadeln aus A., F. 217 bis 218° (5%). — **α -Keto- γ -(6-methoxychinoly-8-amino)-valeriansäure (III)**, C₁₅H₁₆O₄N₂, aus **6-Methoxy-8-aminochinolin (II)** mit Paraldehyd u. **VI** in absol. A., 5 Stdn. Rückfluß, weiße Nadeln durch Fällen aus alkal. Lsg., F. 196—197° (15—20%); **n-Butylester**, C₁₉H₂₄O₄N₂, aus vorst. mit n-Butanol + H₂SO₄, Nadeln aus A. oder Aceton, F. 166,5—168,5° (85%). Läßt sich mit SOCl₂ in Ac. nicht cyclisieren. — **1-(6'-Methoxychinoly-8')-2,3-diphenyl-4,5-diketopyrrolidin (V)**, C₂₆H₂₀O₃N₂, aus **II** mit Benzaldehyd u. Phenyl-VI in absol. A., 37 Stdn. Rückfluß, Krystalle aus Ae., F. 257° (4%). — **4-(6'-Methoxychinoly-8'-amino)-penten-3-on-2 (VII)**, C₁₅H₁₆O₂N₂, aus **II** u. Acetylaceton in Ggw. von Diäthyl nach JOHNSON u. MATHEWS (J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 210), rhomb. Prismen aus A.

oder Aceton, F. 151—152° (85%). Läßt sich mit P₂O₅ oder H₂SO₄ nicht cyclisieren. (J. org. Chemistry 10. 458—63. Sept. 1945. New York 27, N. Y.)

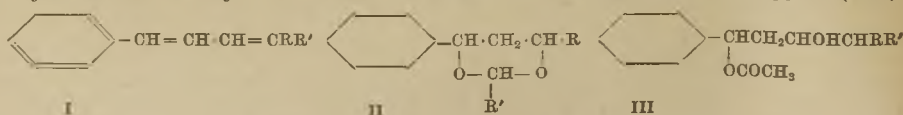
K. FABER. 3395

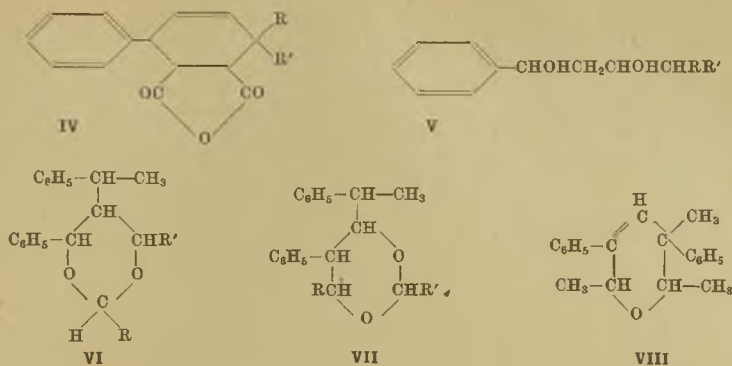
W. O. Kermack und W. Tebrich, *Synthese von 4-Oxy-[5.6:2'.3']-pyridochinolin (4-Oxy-m-phenanthrolin)*. Da das aus *m*-Phenanthrolin (I) mit Perbenzoesäure erhaltliche N-Oxyd mit POCl₃ 2-Chlor-*m*-phenanthrolin (II) u. nicht das gewünschte 4-Chlorisomere liefert u. mit SO₂Cl₂ sogar ein Dichlorprod. entsteht (vgl. hierzu auch MEISENHEIMER, Ber. dtsh. chem. Ges. 59. [1926.] 1852 u. MAGLIDSSON u. RUBZOV, C. 1938. I. 3774) wird das 4-Oxy-*m*-phenanthrolin (III) nach SKRAUP aufgebaut. Das hierzu notwendige 5-Amino-4-oxychinolin (IV) konnte über dessen 2-Carbonsäure aus *m*-Aminoacetanilid u. Natriumoxalessigester erhalten werden. Die Stellung der NH₂-Gruppe im IV konnte einwandfrei sichergestellt werden. So ergab z. B. die Diazob. des IV ein 4.5-Dioxychinolin (V), das mit dem von MUSAJO u. MINCHILLI (C. 1942. II. 1459) beschriebenen V ident. war. Die hierbei beobachtete Stabilität der Diazob. des IV wird auf die Ausbildg. eines Oxydiazinringes zurückgeführt, was mit der 4.5-Substitution im Einklang steht.

Versuche: *m*-Phenanthrolin-N-oxyd, C₁₂H₉ON₂, aus I vom F. 75° in Chlf. mit Perbenzoesäure bei 0° u. Extrahieren mit verd. HCl, nach dem Fällen mit NaOH aus W. Nadeln, F. 188°; Dichlorhydrat (VI), gelbe Nadeln, F. 229°. Hieraus mit POCl₃ unter Selbstwärmung (bis 55°), später auf dem Wasserbad II, F. 150° (vgl. C. 1942. II. 2790). — Dichlorphenanthrolin, C₁₂H₈N₂Cl₂, aus VI mit SO₂Cl₂ im Rohr auf dem Wasserbad, aus Bz. Nadeln, F. 187°. — 5-Acetamino-4-oxychinolin-2-carbonsäureäthylester, C₁₄H₁₄O₄N₂, aus *m*-Aminoacetanilid u. Oxalessigester in sd. A. in Ggw. einer Spur HCl, Eindampfen der alkoh. Lsg. unter vermindertem Druck u. Cyclisieren des rohen *m*-Acetaminoanilinfumarsäureäthylesters in vorgeheiztem Paraffin bei 240°, nach dem Abkühlen als Nd., aus A., F. 240°. — 5-Amino-4-oxychinolin-2-carbonsäure, C₁₀H₈O₃N₂, durch Verseifen des Letztgenannten in sd. 3,5 n HCl zunächst als Chlorhydrat, mit Na-Acetat, F. 303°; Sulfat, F. 270—275°. — Hieraus IV, C₉H₈ON₂, mit Cu-Chromit in sd. Chinolin u. Eindampfen der Lsg. im Vakuum, aus W. mit 1 Tropfen NH₃ Nadeln, F. 189°; Chlorhydrat, Prismen, F. 251—255°. — III, C₁₂H₉ON₂·H₂O, aus IV in 69%ig. H₂SO₄, 90%ig. Glycerin u. 80%ig. Arsensäure bei 170—180° (1 Stde.), nach dem Verdünnen mit W. u. Fällen mit NH₃ schwach gelbbraune Nadeln, F. 107 bis 108°; die HCl-saure Lsg. fluoresciert blau. — V, C₆H₇O₂N, aus IV durch Diazotieren in H₂SO₄ u. Kochen mit Cu-Bronze, nach dem Neutralisieren mit Ba(OH)₂, Eindampfen der Lsg. u. Sublimieren bei 180—200°/0,005—0,0025 mm Hg F. 210—215°. (J. chem. Soc. [London] 1945. 375—78. Juni. Edinburgh, Royal Coll. of Physicians, Res. Labor.)

GOLD. 3430

William S. Emerson, *Die Reaktion von Styrol mit Aldehyden*. Nach PRINS (Chem. Weekbl. 16. [1919.] 1510) wurde in Ggw. von konz. H₂SO₄ u. Eisessig Styrol mit Acetaldehyd, Propionaldehyd, Butyraldehyd u. Isobutyraldehyd kondensiert. Es werden Diene (I), Dioxane (II), Glykolacetate (III) u. ein hochsd. Öl isoliert. Die gebildeten I wurden mit Maleinsäureanhydrid in bekannte DIELS-ALDER-Addukte (IV) übergeführt; das Dien aus der Umsetzung mit Isobutyraldehyd reagierte nicht mit Maleinsäureanhydrid. Kein Dioxanderiv. wurde bei der Kondensation mit *n*-Butyraldehyd erhalten. Die anderen II wurden durch Pyrolyse bei 425—575° über H₃PO₄ auf Silicagel in die entsprechenden I umgewandelt; deswegen u. wegen ihrer Synth. aus den entsprechenden Glykolestern werden erstere als 2.6-Dialkyl-4-phenyl-1.3-dioxane formuliert. Die Umsetzung von Styrol mit Acetaldehyd ergab in der Hauptsache 1-Phenyl-1.3-butylenglykoldiacetat, verunreinigt mit etwas Monoacetat, die durch fraktionierte Dest. nicht getrennt werden konnten. Die Ester aus den anderen Kondensationen waren alle Monoacetate der entsprechenden Glykole; ihre Pyrolyse über H₃PO₄ auf Silicagel bei 496—575° ergab Diene, mit 10%ig. wss. KOH wurden sie zu den entsprechenden Glykolen (V) verseift. Letztere lieferten mit den entsprechenden Aldehyden (+ CaCl₂ u. etwas HCl) die bei der ursprünglichen Kondensation erhaltenen II, mit Ausnahme von 1-Phenyl-1.3-hexylenglykol. Das entsprechende Dioxanderiv. wurde auch bei der ursprünglichen Kondensation nicht erhalten. Bei den bei den Kondensationen isolierten hochsd. Nebenprod. handelt es sich wahrscheinlich um Kondensationsprod. des dimeren Styrols mit den entsprechenden Aldehyden, die als Dioxane vom Typus VI oder VII formuliert werden. Das bei der Kondensation von Styrol mit Acetaldehyd isolierte hochsd. Prod. ist vermutlich ein Dihydropyran (VIII).



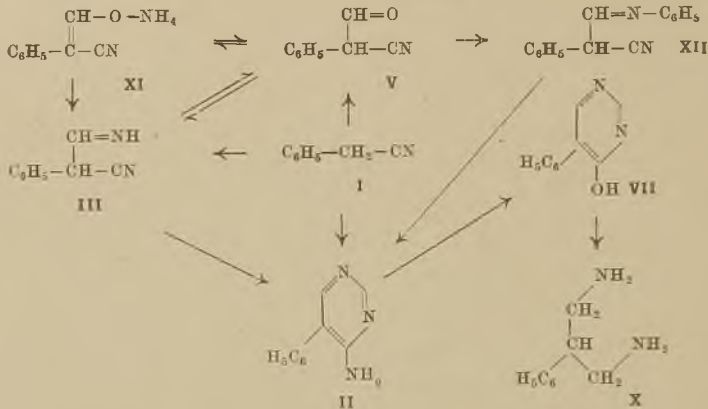


Versuche. Folgende Verb. werden beschrieben: *Phenylbutadiene* (I), $R=R'=H$ Kp.₁₄ 89–94°, $n_D^{25}=1,6010$; $R=CH_3$, $R'=H$, Kp.₁₁ 98–125°, $n_D^{25}=1,5952$; $R=C_2H_5$, $R'=H$, Kp.₁₁ 127–130°, $n_D^{25}=1,5917$; $R=R'=CH_3$, Kp.₁₁ 125–130°, $n_D^{25}=1,5985$. — *3-Phenyl-6-alkyl- Δ^4 -tetrahydrophthalsäureanhydride* (IV): $R=R'=H$, F. 115–116°; $R=CH_3$, $R'=H$, F. 156–157°; $R=C_2H_5$, $R'=H$, F. 152–153°. — *2,6-Dialkyl-4-phenyl-1,3-dioxane* (II): $R=R'=CH_3$, Kp.₁₄ 125–130°, $n_D^{25}=1,5070$, $D_{20}^{25}=1,031$; $R=R'=C_2H_5$, Kp.₁₄ 150–155°, $n_D^{25}=1,5006$, $D_{20}^{25}=1,012$; $R=R'=CH(CH_3)_2$, Kp.₁₁ 159–162°, $n_D^{25}=1,4923$, $D_{20}^{25}=0,999$. — *1-Phenyl-1,3-butylenglykolmonoacetat* (III): $R=R'=H$, Kp.₁₄ 162–164°, $n_D^{25}=1,4883$, $D_{20}^{25}=1,075$; $R=CH_3$, $R'=H$, Kp.₁₄ 169–171°, $n_D^{25}=1,4902$, $D_{20}^{25}=1,057$; $R=C_2H_5$, $R'=H$, Kp.₁₁ 179 bis 181°, $n_D^{25}=1,4867$, $D_{20}^{25}=1,038$; $R=R'=CH_3$, Kp.₁₁ 175–176°, $n_D^{25}=1,4941$, $D_{20}^{25}=1,045$. — *1-Phenyl-1,3-butylenglykole* (V): $R=R'=H$, Kp.₁₃ 173–174°, $n_D^{25}=1,5319$, $D_{20}^{25}=1,073$; $R=CH_3$, $R'=H$, Kp.₁₆ 180–183°, $n_D^{25}=1,5241$, $D_{20}^{25}=1,051$; $R=C_2H_5$, $R'=H$, Kp.₁₁ 170–172°, $n_D^{25}=1,4955$, $D_{20}^{25}=1,020$; $R=R'=CH_3$, Kp.₁₄ 181–183°, $n_D^{25}=1,5133$, $D_{20}^{25}=1,035$. — *Dioxane aus dimerem Styrol* (VI u. VII): $R=R'=CH_3$, Kp.₁₁ 203–213°, $n_D^{25}=1,5762$, $D_{20}^{25}=1,035$; $R=R'=C_2H_5$, Kp.₁₄ 220 bis 235°, $n_D^{25}=1,5451$, $D_{20}^{25}=1,038$; $R=R'=(CH_2)_2CH_3$, Kp.₁₁ 222–232°, $n_D^{25}=1,5505$, $D_{20}^{25}=1,019$; $R=R'=CH(CH_3)_2$, Kp.₁₁ 222–229°, $n_D^{25}=1,5478$, $D_{20}^{25}=1,024$. — *1-Phenyl-1,3-hexylenglykolmonoacetat*, aus 1-Phenyl-1,3-hexylenglykol mit Essigsäureanhydrid (+Na-Acetat), Kp.₁₂ 169–181°, $n_D^{25}=1,4905$ –1,4859. — Die Acetylierung von 1-Phenyl-4-methyl-1,3-amylenglykolmonoacetat, Kp.₁₁ 175–176°, $n_D^{25}=1,4941$, gelang nicht. (J. org. Chemistry 10. 464–69. Sept. 1945. Monsanto Chem. Co., Central Res. Dep.)

HUMMEL. 3460

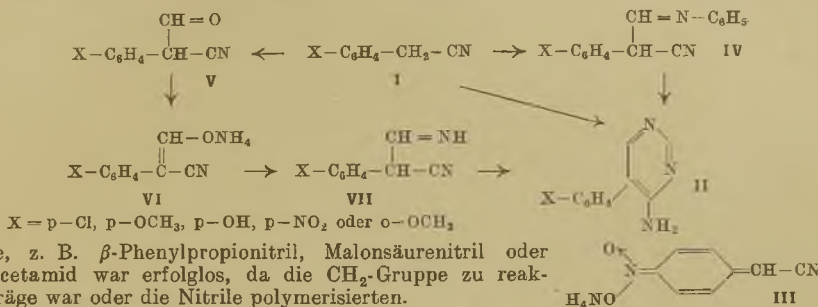
W. H. Davies und H. A. Piggott, *Eine neue Pyrimidinsynthese*. I. Mitt. *4-Amino-5-phenylpyrimidin*. Die Umsetzung von Phenylacetonitril (I) mit Formamid bei 180° im NH_3 -Strom liefert *4-Amino-5-phenylpyrimidin* (II) neben α -Iminomethylphenylacetonitril (III), aber kein Phenylacetamid, das ohne NH_3 in einer sauer werdenden Reaktionsmischung gebildet wird (vgl. auch NOVELLI, An. Assoc. quim. argentina 31. [1943.] 23. 29). Andere Amide zeigen diese Rk. nicht. Die Darst. von II aus α -Formylphenylessigsäureäthylester (IV) oder α -Formylphenylacetonitril (V) war bisher ergebnislos gewesen; die Umsetzung von III mit Furamid lieferte *4-Oxy-2-furyl-5-phenylpyrimidin* (VI), das bei der $KMnO_4$ -Oxydation Zers. erlitt. — Die Konst. des II ergab sich aus den Eigg. u. denen der dargestellten Derivate. Mit konz. HCl entsteht *4-Oxy-5-phenylpyrimidin* (VII), aus dem mit $POCl_3$ *4-Chlor-5-phenylpyrimidin* (VIII) erhalten werden kann; VIII liefert mit NH_3 II zurück. Während die Red. von VIII mit Zn in wss. Na-Phosphat (vgl. A. P. 2. 242 079. C. 1942. II. 316) erfolglos war, verläuft die Hydrierung mit Pd $CaCO_3$ unter Bldg. von *5-Phenyltetrahydropyrimidin* (IX) (?), dessen Konst. nicht einwandfrei festgestellt werden konnte. Eine Red. von VII mit Na in A. lieferte α - γ -Diamino- β -phenylpropan (X) (vgl. auch JOHNSON, J. Amer. chem. Soc. 38. [1916.] 1385. 1855); II lieferte nur NH_3 . — Die Konst. des III, das als Zwischenprod. bei der Bldg. von II anzusehen ist, ergab sich aus der Hydrolyse zu V u. NH_3 (vgl. hierzu DAINS, Ber. dtsh. chem. Ges. 35. [1902.] 2496), aus denen es in sd. Xylol oder Toluol über das bei tiefen Temp. beständige Ammoniumsalz $C_6H_5 \cdot C(CN) = CH - O - NH_4$ (XI), wiedergewonnen werden kann. In höher sd. Lösungsmitteln ist das sek. Amin $[C_6H_5 \cdot C(CN) = CH -]_2NH$ das Hauptreaktionsprod., das auch aus I u. HCN gebildet wird (vgl. auch WALTER u. SCHICKLER, J. prakt. Chem. 55. [1897.] 305). III liefert mit Formamid II neben I; ähnlich verhalten

sich IV, α -Phenyliminomethyl-phenylacetonitril (XII) u. α -Acetylphenylacetonitril. — Einige Derivv. von II, VII u. VIII werden beschrieben. Während VIII mit Methylat 4-Methoxy-5-phenylpyrimidin (XIII) liefert, entstehen bei der Methylierung von VII mit Dimethylsulfat im wesentlichen die beiden isomeren 5-Phenyl-N(1 oder 3)-methylpyrimidone (XIV), von denen das höher schm. aus dem Jodmethylat des II mit Alkalien gebildet wird. Die Imino-dihydropyrimidin- bzw. Pyrimidonform scheint daher wahrscheinlicher zu sein.



Versuche: II, C₁₀H₉N₃, aus I u. Formamid bei 180° im NH₃-Strom als Nd. u. Extrahieren des mit W. versetzten Filtrats mit Ae., nach dem Umfällen aus verd. HCl, aus Methanol oder Cyclohexan Prismen, F. 152,5—153,5°, Kp. 332; Ausbeute 54%. III, C₉H₈N₂, als Nebenprod. aus dem hochsd. Rückstand, aus W. Platten, F. 133—134°. — II-Jodmethylat, C₁₁H₁₂N₃J·H₂O, aus II mit CH₃J in sd. Methanol, aus W., F. 170—172° (Zers.). — 4-Acetylmino-5-phenylpyrimidin, C₁₂H₁₁ON₂, aus II in sd. Essigsäureanhydrid, aus Bzl., F. 139—140°; mit Acetylchlorid in Essigsäureanhydrid bei 95° entsteht eine Diacetylverb., Chlorhydrat, C₁₄H₁₃O₂N₂·HCl, F. 200—204° (Zers.). — VII, C₁₀H₈ON₂, aus II in 36%ig. HCl auf dem Wasserbad im HCl-Strom, als Chlorhydrat, C₁₀H₈ON₂·HCl·H₂O, aus 36%ig. HCl, F. 272° (Zers.); Ausbeute 94%, nach dem Behandeln mit NaOH u. Fällen mit CO₂, aus W., F. 173—174°; Ausbeute 91%. — VIII, C₁₀H₇N₂Cl, aus VII in sd. POCl₃ aus PAe., F. 71—72°, Kp. 156—158°; Ausbeute 93%. Hieraus mit alkoh. NH₃ bei 150—160° II. — XIII, C₁₁H₁₀ON₂, aus VIII mit Methylat in sd. Methanol, aus PAe., F. 49—50°; Ausbeute 78%. — XIV, C₁₁H₁₀ON₂, aus VII in 2 n NaOH mit Dimethylsulfat bei 10 ± 2° u. Extrahieren mit Chlf. aus Aceton, F. 171—172°, u. aus der acet. Mutterlauge ein weiteres XIV, aus W., F. 111—112°; Ausbeute 45% bzw. 14%; das bei 171—172° schm. XIV aus dem II-Jodmethylat in 2 n NaOH unter Entw. von NH₃. — IX(?), aus VIII durch Hydrieren in Methanol bei Zimmertemp. in Ggw. von Pd/CaCO₃; Pikrat, C₁₈H₁₅O₇N₅, aus W. gelbe Prismen, F. 201—202°. — 2,4-Dioxy-5-phenylpyrimidin, C₁₀H₈O₂N₂, aus IV u. Harnstoff in Ggw. von wss. NaOH, F. 360° (Zers.). — 2,4-Dichlor-5-phenylpyrimidin, C₁₀H₈N₂Cl₂, aus dem Letztgenannten mit sd. POCl₃, Kp. 181—182°, aus Cyclohexan, F. 78—80°; liefert durch Hydrieren, wie für VII beschrieben, gleichfalls IX. — X, aus VII mit Na in A., nach dem Abdampfen der HCl-sauer gestellten Reaktionslg. als Chlorhydrat in Form eines braunen Pulvers; Dipikrat, C₂₂H₂₀O₁₄N₄·H₂O, aus W., F. 244 bis 246° (Zers.); Dibenzoylderiv., C₂₃H₂₂O₂N₂, F. 176—177°. — V, aus VII mit 1 n HCl, aus Toluol, F. 156—159°; Ausbeute 81%. — VI, C₁₄H₁₀O₂N₂, aus Furamidinchlorhydrat in 35%ig. NaCl-Lsg. mit IV bei 14 ± 2°, nach Zugabe von A. u. später von W. als Nd., aus Methanol Nadeln, F. 222—223°. — XI, C₉H₁₀ON₂, aus V in fl. NH₃ bei -40° (6 Stdn.) nach dem Abdampfen des NH₃, aus A. unter geringer Zers. Prismen, F. 137—138° (Zers.). — III durch Destillieren von XI in Toluol unter Entw. von NH₃ u. W., aus Bzl. Platten, F. 134—135°. — II gleichfalls aus III u. Formamid bei 180° im NH₃-Strom, F. 152—154°; Ausbeute 52%, neben 28% I, Kp. 103—107°, das mit Ae. extrahiert werden konnte. Aus V entstehen analog 45% II u. 30% I u. aus XII u. Formamid bei 180° im NH₃-Strom 38,5% II u. 20,5% I. 27% II u. 31% I werden aus α -Acetylphenylacetonitril u. Formamid bei 180° gebildet. Mit Acetamid ist die Bldg. von 4-Amino-5-phenyl-2,6-dimethylpyrimidin (?), F. 180—190°, wahrscheinlich. (J. chem. Soc. [London] 1945. 347—51. Juni. Manchester 9, Imp. Chem. Ind. Ltd. Res. Labor.)

W. H. Davies, A. W. Johnson und H. A. Piggott, *Eine neue Pyrimidinsynthese*. II. Mitt. *4-Amino-5-arylpurimidine*. (I. vgl. vorst. Ref.) Nach dem in der I. Mitt. (I. c.) beschriebenen Verf. werden aus substituierten Phenylacetonitrilen (I) die *4-Amino-5-arylpurimidine* (II) dargestellt. Die geringe Ausbeute von 4,5% bei der Darst. des *4-Amino-5-(p-nitrophenyl)-pyrimidins* (II, X = p-NO₂) wird darauf zurückgeführt, daß p-Nitrophenylacetonitril unter den Versuchsbedingungen ein chinoides NH₄-Salz III bildet. Bei der Darst. über das mit Diphenylformamidin erhältliche IV (X = p-NO₂) (vgl. GROTHAUS u. DAINS, J. Amer. chem. Soc. 58. [1936.] 1334) durch Umsetzen mit Formamid wurden 20% erhalten. Der Reaktionsweg I → V → VI → VII wurde für die Gewinnung von *4-Amino-5-(p-chlorphenyl)-pyrimidin* (VIII) u. *4-Amino-5-(p-methoxyphenyl)-pyrimidin* (IX) gewählt. Bei dem in der Rk. VI → VII gebildeten Nebenprod. handelt es sich offenbar um das Diamin [Ar.C(CN) = CH-]₂NH. Die Ausdehnung der Formamid-Rk. auf weitere



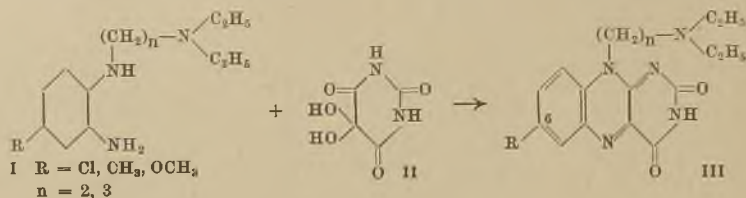
Nitrile, z. B. β -Phenylpropionitril, Malonsäurenitril oder Cyanacetamid war erfolgreich, da die CH₂-Gruppe zu reaktionsträge war oder die Nitrile polymerisierten.

Versuche: *p*-Methoxyphenylacetonitril (X), durch Methylieren von *p*-Oxyphenylacetonitril (XI) (vgl. KOESSLER u. HANKE, J. biol. Chemistry 39. [1919.] 586) mit Dimethylsulfat in verd. NaOH bei 50°, schwach gelbes Öl, Kp.₁₇ 154–156°; Ausbeute 90,5%. — *p*-Chlorphenylacetonitril, aus *p*-Aminophenylacetonitril durch Zers. des Diazoniumsalzes mit CuCl, gelbe Nadeln, Kp.₁₅ 139–141°, F. 30°. — *o*-Methoxyphenylacetonitril, aus dem aus der Bisulfitverb. des *o*-Methoxybenzaldehyds mit KCN in 97,3%ig. Ausbeute erhältlichen Cyanhydrin vom F. 71° (aus Bzl.), in Chlf. mit SOCl₂ u. Behandeln der entstandenen Chlorverb. in sd. A. u. verd. Essigsäure mit Zn-Staub, als Öl, Kp.₁₅ 141–142°, aus PAe. Nadeln, F. 67–68°; Ausbeute 66,5%. — Ammoniumsalz des *p*-Chlor- α -formylphenylacetonitril (XII), C₉H₈ON₂Cl, aus dem Nitril in fl. NH₃ bei –40° u. Abdampfen des NH₃, F. 129–131° (Zers.); Ausbeute 97,7%. — *p*-Chlor- α -iminomethylphenylacetonitril, C₉H₇N₂Cl, aus vorst. durch Eindampfen der Suspension in Toluol im NH₃-Strom; nach dem Waschen mit verd. NaOH aus Toluol, F. 139–140°; Ausbeute 27,5%. — Ammoniumsalz des *p*-Methoxy- α -formylphenylacetonitril, C₁₀H₁₂O₂N₂, F. 130–132° (Zers.); Ausbeute 97,1%. — *p*-Methoxy- α -iminomethylphenylacetonitril (XIII), C₁₀H₁₀ON₂, aus Bzl. Platten, F. 138°. — IX, C₁₁H₁₁ON₃, aus X u. Formamid bei 180° im NH₃-Strom u. Extrahieren des Reaktionsprod. in Ae. mit verd. HCl zunächst als Chlorhydrat, neben 32% unverändertem Nitril aus der äther. Lsg., nach der Zers. mit NaOH aus Methanol Platten, F. 164–165°; Ausbeute 38,3%; Chlorhydrat, C₁₁H₁₂ON₃Cl, aus 1 n HCl, F. 268–270°, — VIII, C₁₀H₉N₃Cl, aus Methanol Platten, F. 203–204°; Ausbeute 51,1%. — *4*-Amino-5-(*p*-oxyphenyl)-pyrimidin, C₁₀H₉ON₃, analog unter Entw. von HCN, aus Methanol Platten, F. 289–291°; Ausbeute 24,7%; Chlorhydrat, C₁₀H₁₀ON₃Cl, aus 1 n HCl Prismen, F. 300–301°. — *4*-Amino-5-(*o*-methoxyphenyl)-pyrimidin, C₁₁H₁₁ON₃, aus Methanol Platten, F. 176–177°; Ausbeute 17%. — II (X = p-NO₂), C₁₀H₈O₂N₄, auf dem gleichen Wege als gelbes amorphes Pulver, aus A., F. 234–239° (sintert bei 231°). — 49% IX ebenfalls aus XIII u. Formamid bei 180° im NH₃-Strom u. Extrahieren mit verd. H₂SO₄, F. 164 bis 166°; VIII, analog aus XII, F. 202–204°; II (X = p-NO₂) aus *p*-Nitro- α -phenyliminomethylphenylacetonitril (IV, X = p-NO₂) vom F. 274–276° (vgl. GROTHAUS u. DAINS, I. c.) u. Reinigen über das Chlorhydrat, nach der Zers. aus A. u. Dioxan gelbe Nadeln, F. 241 bis 243°; löst sich prakt. farblos in Dioxan; Chlorhydrat, C₁₀H₉O₂N₄Cl, aus 1 n HCl, F. 302–304°; Ausbeute 20%. (J. chem. Soc. [London] 1945. 352–54. Juni.)

GOLD. 3505

F. E. King und R. M. Acheson, *Neue möglicherweise chemotherapeutisch wirksame Verbindungen*. V. Mitt. *Basisch-substituierte Isoalloxazine*. (IV. vgl. J. chem. Soc. [London] 1946. 92.) Durch Kondensation von substituierten *o*-Phenylendiaminen (I), die durch katalyt. Red. aus 4-substituierten 2-Nitro-N-alkylanilinen gewonnen werden, mit *Alloxan* (II) in alkoh. Salzsäure wurden bas.-substituierte *Isoalloxazine* (III) erhalten. Die zur Synth. benötigten 4-substituierten 2-Nitro-N-alkylaniline wurden entweder aus N-acy-

lierten Nitranilinen durch Alkylieren mit Diäthylaminoalkylchloriden u. nachfolgende Hydrolyse der Acylgruppe oder durch Kondensation von o-Chlornitrobenzolen mit Diäthylaminoalkylaminen dargestellt.

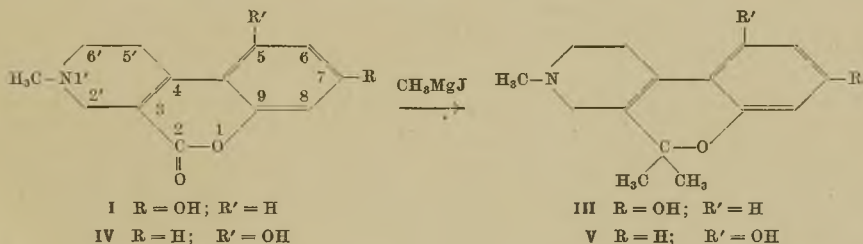


Versuche (Ausbeuten in Klammern): *2-Nitro-N-β-diäthylaminoäthyl-p-toluolsulfanilid*, aus *β-Chloräthyl-diäthylaminchlorhydrat* u. *2-Nitro-p-toluolsulfanilid* in A. mit Natrium, 36 Stdn., 100°, hellbrauner Sirup; *Pikrat*, C₁₉H₂₅O₄N₃S · C₆H₃O₇N₃, gelbe Prismen aus A. + Aceton, F. 152—154°. — *2-Nitro-β-diäthylaminoäthylanilin*, C₁₉H₁₉O₂N₃, aus vorst. mit 90% ig. H₂SO₄, 20°, rotes Öl, Kp._{0,05} 164—166°; *Pikrat*, C₁₂H₁₉O₂N₃ · C₆H₃O₇N₃, orangegelbe Büschel aus Aceton + A., F. 158°. — *9-β-Diäthylaminoäthylisoalloxazinchlorhydrat*, C₁₆H₁₉O₂N₅ · HCl, aus vorst. nach Red. mit RANEY-Ni/H₂ u. II durch Erhitzen in verd. alkoh. HCl, glitzernde gelbe Platten, F. 282—283°; *Pikrat*, C₁₆H₁₉O₂N₅ · C₆H₃O₇N₃, gelbgrüne Prismen aus A. + W., F. 226°. — *β-Diäthylaminoäthylamin* (IV), aus *Diäthylaminomethylcyanid* mit RANEY-Ni/H₂ in ammoniakal. Ae., Fl., Kp. 144—150° (61,5%); *Dipikrat*, C₆H₁₆N₂ · 2 C₆H₃O₇N₃, Krystalle, F. 211° (Zers.). — *3-Nitro-p-N-(diäthylaminoäthyl)-toluidin* (V), C₁₃H₂₁O₂N₃, aus *4-Chlor-3-nitrotoluol* u. IV durch Erhitzen mit wasserfreiem Na-Acetat, 7 Stdn., 100—140°, dunkelrotes Öl, Kp._{0,033} 125—135°; *Pikrat*, C₁₃H₂₁O₂N₃ · C₆H₃O₇N₃, gelbe Nadeln aus A. + Bzl., F. 176°. — *3-Nitro-p-N-(diäthylaminoäthyl)-N-acetyltoluidin*, C₁₅H₂₃O₂N₃, aus *3-Nitroacet-p-toluidid* u. *β-Chloräthyl-diäthylamin* (VI) mit NaNH₂ in Toluol, 4 Stdn., 100—110°, gelbrotes Öl, Kp._{0,33} 170—180° (49,4%). Gibt bei Hydrolyse mit konz. HCl vorst. Verb.; *Pikrat*, C₁₅H₂₃O₂N₃ · C₆H₃O₇N₃, gelbe Prismen aus wss. A., F. 119°. — *6-Methyl-9-β-diäthylaminoäthylisoalloxazinchlorhydrat*, C₁₇H₂₁O₂N₅ · HCl · 3 H₂O, aus V nach Red. mit RANEY-Ni/H₂ oder Pd-Kohle/H₂ u. II wie oben oder in Eisessig + B₂O₃, kleine Plättchen aus wss. A., F. 259° (Zers.) (62%). Gibt im Hochvakuum bei 120° das Kristallwasser ab; *Pikrat*, C₁₇H₂₁O₂N₅ · C₆H₃O₇N₃ · H₂O, orangegelbe Prismen aus wss. A., F. 225—227° (Zers.). — *3-Nitro-p-N-(γ-diäthylamino-n-propyl)-toluidin*, C₁₄H₂₃O₂N₃, aus *4-Chlor-3-nitrotoluol* u. *γ-Diäthylamino-n-propylamin* (VII) mit wasserfreiem Na-Acetat, 5 Stdn., 100—140°, dickes orangefarbenes Öl, Kp._{0,1} 145—155°; *Pikrat*, C₁₄H₂₃O₂N₃ · C₆H₃O₇N₃, gelbrote Platten aus wss. A., F. 155,5°. — *6-Methyl-9-γ-diäthylamino-n-propylisoalloxazinchlorhydrat*, C₁₈H₂₅O₂N₅ · HCl · 2 H₂O, aus vorst. nach Red. mit RANEY-Ni/H₂ mit II wie oben, gelbrote Platten aus wss. A., F. 286° (Zers.) (48,8%). Gibt im Vakuum stufenweise Kristallwasser ab; *Pikrat*, C₁₈H₂₅O₂N₅ · C₆H₃O₇N₃, rote Prismen aus wss. A., F. 258—260° (Zers.). — *4-Chlor-2-nitro-N-(β-diäthylaminoäthyl)-acetanilid*, C₁₄H₂₀O₃N₃Cl, aus *4-Chlor-2-nitroacetanilid* u. VI mit NaNH₂ in sd. Toluol, gelbes Öl, Kp._{0,35} 170° (67,5%); *Pikrat*, C₁₄H₂₀O₃N₃Cl · C₆H₃O₇N₃, gelbe Prismen aus wss. A., F. 144°. — *4-Chlor-2-nitro-N-(β-diäthylaminoäthyl)-anilin*, C₁₂H₁₈O₂N₃Cl, aus vorst. mit konz. HCl, 5 Stdn., 100°, oder aus *2,5-Dichlornitrobenzol* u. IV mit Na-Acetat, 5 Stdn., 100—135°, Fl., Kp._{0,4} 158—163°, erstarrt zu dunkelroten Prismen, F. 53—55° (88,6 u. 50,4%); *Pikrolonat*, C₁₂H₁₈O₂N₃Cl · C₁₆H₃O₅N₄, orangegelbe Platten aus wss. A., F. 205° (Zers.). — *6-Chlor-9-β-diäthylaminoäthylisoalloxazinchlorhydratmonohydrat*, C₁₆H₁₉O₂N₅Cl · HCl · H₂O, aus vorst. nach Red. mit RANEY-Ni/H₂ in Methanol mit II wie oben, glänzende braungelbe Nadeln aus A. + W., F. 252—253° (Zers.) (42,5%). Gibt im Vakuum bei 120° Kristallwasser ab; *Pikrat*, C₁₆H₁₉O₂N₅Cl · C₆H₃O₇N₃, gelbe Prismen aus A. + W., F. 241—243° (Zers.). — *4-Chlor-2-nitro-N-(γ-diäthylamino-n-propyl)-anilin*, C₁₃H₂₀O₂N₃Cl, aus *2,5-Dichlornitrobenzol* u. VII mit wasserfreiem Na-Acetat, 3 Stdn., 100—140°, dickes Öl, Kp._{0,33} 164—165°, erstarrt zu großen Prismen, F. 38°; *Pikrat*, C₁₃H₂₀O₂N₃Cl · C₆H₃O₇N₃, orangefrote Platten aus A. + W., F. 168,5°. — *6-Chlor-9-γ-diäthylamino-n-propylisoalloxazinchlorhydratmonohydrat*, C₁₇H₂₀O₂N₅Cl · HCl · H₂O, aus vorst. nach Red. mit RANEY-Ni/H₂ u. II wie oben, gelbe Platten aus A. + W., F. 285—286° (Zers.) (49,1%). Verliert im Vakuum bei 120° Kristallwasser; *Pikrat*, C₁₇H₂₀O₂N₅Cl · C₆H₃O₇N₃, hellbraune Prismen aus A. + W., F. 263° (Zers.). — *3-Nitro-4-acet-β-diäthylaminoäthylamidoanisol*, aus *3-Nitro-4-acetamidoanisol* u. VI mit NaNH₂ in Toluol, braunes Öl; *Pikrat*, C₁₅H₂₃O₂N₃ · C₆H₃O₇N₃, gelbe rhomb. Täfelchen aus A., F. 156—157° (Zers.). — *3-Nitro-4-β-diäthylaminoäthylaminoanisol*, aus vorst. mit konz. HCl; *Pikrat*, F. 181°. — *6-Methoxy-9-β-diäthylaminoäthylisoalloxazinchlorhydratmonohydrat*, aus vorst. nach Red.

mit Pd-Kohle/H₂ u. II wie oben, feine orange Nadeln aus W., F. 247° (Zers.); *Pikrat*, C₁₇H₂₁O₃N₅·C₆H₃O₇N₃·3 H₂O, rote Platten aus W., F. 182° (Zers.). — 3-Nitro-4-p-toluol-sulfon-(γ-diäthylamino-n-propyl)-amidoanisol, aus 3-Nitro-4-p-sulfonamidoanisol u. γ-Chlor-n-propyldiäthylaminchlorhydrat in absol. A. mit Na, Krystalle aus Leichtbenzin, F. 75 bis 76°; *Pikrat*, C₂₁H₂₆O₅N₃S·C₆H₃O₇N₃, gelbe Nadeln aus A. + Aceton, F. 118°. — 3-Nitro-4-γ-diäthylamino-n-propylaminoanisol, aus vorst. mit 90% ig. H₂SO₄, 24 Stdn., 0°, dunkelrotes Öl; *Pikrat*, C₁₄H₂₃O₃N₃·C₆H₃O₇N₃, blutrote feine Nadeln aus A. + Aceton, F. 113°. — 6-Methoxy-9-γ-diäthylamino-n-propylisoalloxazinchlorhydrat, aus vorst. nach Red. mit Pd-Kohle/H₂ mit II wie oben, orange Nadeln aus W. + A., F. 300° (als *Hydrat*, Zers.); *Pikrat*, C₁₈H₂₃O₃N₅·C₆H₃O₇N₃·2 H₂O, rote Tafelchen aus A. + W., F. 261° (Zers.). — 2,4-Dinitro-γ-diäthylamino-n-propylanilin, C₁₃H₂₀O₄N₄, aus 2,4-Dinitrochlorbenzol u. VII, tiefgelbe Platten aus wenig Methanol, F. 87—88°. Konnte nicht in ein Isoalloxazin-deriv. übergeführt werden; *Chlorhydrat*, C₁₃H₂₀O₄N₄·HCl, chromgelbe Prismen aus A., F. 190—191°. (J. chem. Soc. [London] 1946, 681—85. Aug. Oxford, Dyson Perrins Labor.)

K. FABER. 3575

R. M. Anker und A. H. Cook, *Versuche in der Piperidinreihe*. III. Mitt. (II. vgl. J. chem. Soc. [London] 1915, 917; IV. vgl. C. 1949, I. 887.) Bei der Kondensation von Resorcin mit *N*-Methyl-4-piperidon-3-carbonsäureäthylester (II) entsteht 7-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-cumarin (I). Das isomere 5-Oxycumarin (IV) entsteht bei der Kondensation von Resorcin mit 3-Cyan-1-methyl-4-piperidon. Mit Orcin u. Olivetol bilden sich entsprechende Cumarine (IV, R=CH₃ bzw. C₆H₁₁), während 4-n-Hexylresorcin eine Substanz nicht aufgeklärter Struktur liefert. Beim Umsetzen mit überschüssigem Methylmagnesiumjodid gehen die Cumarine in die Chromene (III, V) über. Das 7-Amylhomologe von V nimmt bei der katalyt. Hydrierung 2 Atome H auf u. geht in das entsprechende Chroman über, dem wegen seiner Ähnlichkeit mit Cannabinol als möglicherweise analget. wirkende Substanz Interesse zukommt.



Versuche: 7-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-cumarin (I), C₁₃H₁₃O₃N, aus *N*-Methyl-4-piperidon-3-carbonsäureäthylesterchlorhydrat (II) u. Resorcin durch Verühren unter Kühlung mit konz. Schwefelsäure 24 Stdn., nach Chlf.-Extraktion hellgelbe Prismen aus A., F. 220° (Zers.); Absorptionsmaximum in A. λ = 217,324 μ; E_{1cm}^{1%} = 740, 730 (25% Ausbeute). — I-Methyläther, C₁₄H₁₆O₃N, aus I mit Diazomethan in Methanol-Ae. neben den beiden folgenden Prodd., nach Krystallisieren aus Äthylacetat oder Acetonitril Prismen aus Äthylacetat-Ligroin, F. 134°. — Substanz vom F. 155° (Zers.), gefunden C = 74,2%, H = 6,2%, Krystalle aus Äthylacetat. — Substanz C₁₅H₂₁O₃N, hellgelbe Nadeln aus A., F. 210° (Zers.). — 7-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-2,2-dimethyl-α-chromen (III), C₁₅H₁₉O₂N, aus I mit 2 Mol Methyl-MgJ in Pyridin-Anisol, 2 Stdn., 100°, hellgelbes Krystallpulver aus A., F. 239° (Zers.). — 5-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-cumarin (IV), C₁₃H₁₃O₃N, aus 4-Imino-3-cyan-1-methylpiperidinchlorhydrat oder 3-Cyan-1-methyl-4-piperidonchlorhydrat u. Resorcin durch Rühren mit konz. H₂SO₄ + POCl₃ wie oben, Prismen aus A., F. 223°; Absorptionsmaximum in A. λ = 218,324 μ, E_{1cm}^{1%} = 770,750. — IV-Methyläther, C₁₄H₁₅O₃N, aus IV mit Diazomethan in Ae., 3 Tage, Nadeln aus A., F. 215°. — 5-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-2,2-dimethyl-α-chromen (V), C₁₅H₁₉O₂N, aus IV mit Methyl-MgJ in Pyridin-Anisol, 16 Stdn., 65—85°, nach Hochvakuumsublimation bei 150° mkr. Prismen, F. 257°. — 5-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-7-methylcumarin, C₁₄H₁₅O₃N, aus Orcin-Hydrat u. II wie oben, Kuben aus Butanol, F. 232° (Zers.). — 5-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-2,2,7-trimethyl-α-chromenhydrojodid, C₁₆H₂₂O₂NJ, aus vorst. mit Methyl-MgJ in Pyridin-Anisol, 16 Stdn., 65°, rhomb. Prismen aus Butanol, F. 267° (Zers.). — 5-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-7-n-amylocumarin, C₁₈H₂₃O₃N, aus Olivetol u. II wie oben, Prismen aus Äthylacetat, F. 170°. — 5-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-2,2-dimethyl-7-n-amylo-α-chromenhydrojodid, C₂₀H₃₀O₂NJ, aus vorst. mit Methyl-MgJ in Anisol, 2 Stdn.,

85°, rechtwinklige Platten aus A., F. 268°; freie Base, C₂₀H₂₉O₂N, Krystalle aus Äthylacetat, F. 169°. — 5-Oxy-3,4-(1'-methyl-1'.'2'.5'.6'-tetrahydro-3'.4'-pyrido)-2,2-dimethyl-7-n-amyloxy- α -chromanacetat, C₂₂H₃₅O₂N, aus vorst. mit PtO₂/H₂ in Eisessig, rhomb. Platten aus Äthylacetat, F. 162°; freie Base, C₂₀H₃₁O₂N, hellgelbe mkr. Prismen aus Ligroin, F. 147°. — Substanz C₂₂H₃₁O₂NS, aus 4-n-Hexylresorcin u. II wie oben, Krystalle aus Glykollmonomethyläther, F. 218°. (J. chem. Soc. [London] 1946. 58—60. Jan. London, Imp. Coll. of Sci. and Technol.) K. FABER. 3615

Archie E. Barkdoll und William F. Ross, *Einige Versuche über die Bildung von Thyroxin aus Dijodtyrosin in vitro*. Vf. liefern neue experimentelle Beiträge zur Bldg. von Thyroxin (II) aus 3,5-Dijodtyrosin (I) in vitro.

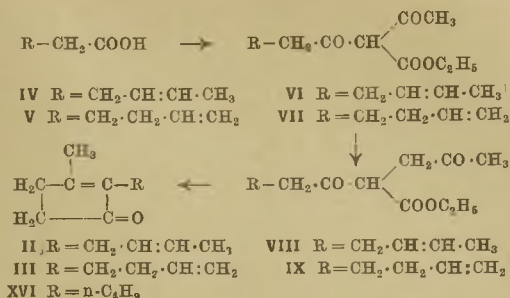
Versuche: Darst. von I nach BAUER u. STRAUSS (vgl. C. 1935. II. 1708), F. des Dihydrates 198° (Zers.). — 14 g I in 325 ccm 0,1 n NaOH (pH 8,8) ergaben nach 14tägigem Stehen im Brutschrank (vgl. auch MUTZENBECHER, C. 1940. I. 891, u. BLOCK, C. 1941. I. 389) 25—40 mg II. — Zur Prüfung auf etwa vorhandenes II wurde die Lsg. von I in NaOH wiederholt mit Butylalkohol extrahiert. II war nicht nachweisbar. — Die Alkalibehandlung von analysenreinem I (14 g) vom F. 202° (Zers.), das durch Fällen der mehrfach mit Tierkohle behandelten salzsauren Lsg. von I durch Na-Acetat erhalten worden war, ergab 24 mg II vom F. 228° (Zers.). Die Verss. zeigen, daß die Bldg. von II während der Bebrütung erfolgt. — In einem anderen Vers. verwandte man als Ausgangsstoff ein aus früheren Ansätzen, die bereits II ergeben hatten, regeneriertes Präparat. Der gleiche Ansatz lieferte 39 mg II. — Die Bldg. von II bleibt aus, wenn man unter Luftausschluß arbeitet. Durchleiten von CO₂-freier Luft erhöhte die Ausbeute an II. Bei der Behandlung von I in Ggw. von K₃[Fe(CN)₆] wurden nur dunkle amorphe Prodd. erhalten. — In Ggw. von 3,5-Dijod-4-oxybenzoesäure blieb die Bldg. von II aus. In Ggw. von 2,4,6-Trijodphenol (III) war die Ausbeute an II unverändert: Zu einem Gemisch von 10 g I u. 2,28 g III fügte man 280 ccm 0,1 n NaOH u. ließ das Reaktionsgemisch 15 Tage im Brutschrank stehen. Es wurde täglich durchgeschüttelt. Am 11. Tage betrug der pH-Wert 8,9, er wurde erneut auf 8,9 gebracht. Isolierung in der üblichen Weise. Ausbeute an II 29 mg, F. 227° (Zers.). — Die Identifizierung von II erfolgte durch Analyse bzw. biol. Testverss. (Kaulquappen). Zu diesem Zweck wurde das synthet. Prod. wiederholt über das K-Salz gereinigt. F. des analysenreinen Präp. 233° (Zers.). (J. Amer. chem. Soc. 66. 898—99. Juni 1944. Harvard Univ. and Radcliffe Coll., Chem. Laborr.) SCHULTE. 4000

R. Stämpfli, *Über fluoreszierende Bestrahlungsprodukte des Thiazols*. Das im Aneurinmol. enthaltene 4-Methyl-5-oxäthylthiazol ergibt bei Bestrahlung mit UV-Licht das blau fluoreszierende Vitachrom (I), das große Ähnlichkeit mit Thiochrom (II) hat. I beeinflusst auch in konz. Lsgg. die physiol. Herzaktion des Frosches nicht. Es setzt die Oberflächenspannung herab, wird durch langwelliges UV nicht zerstört u. ist kochbeständig; seine Fluoreszenz ist tiefblau ohne die weiße Farbnuance des II. Mit letzterem hat I die reversible Reduzierbarkeit zu einer Leukoverb. u. die Möglichkeit, mit Isobutylalkohol aus alkal. Lsgg. extrahiert werden zu können, gemeinsam. Auch andere Thiazolderivv. können bei UV-Bestrahlung verschied. blaue Fluoreszenzstoffe liefern, die in bezug auf die pH-Abhängigkeit ihrer Fluoreszenz sich teils wie I, teils wie II verhalten. Folgende Stoffe geben positives Bestrahlungsergebnis: 2-Mercapto-4,5-dimethylthiazol (Fluoreszenzabhängigkeit vom pH wie I, Maximum im sauren pH), 2-Mercapto-4-methyl-5-acetoxyäthylthiazol (wie I, Maximum im sauren pH), 2-mercapto-4-methylthiazolcarbonsaures Na (wie II, Maximum im alkal. pH), 2-Mercapto-4-methylthiazol (wie II, Maximum im alkal. pH), 4,5-Dimethylthiazol fluoresciert schon als Reinsubstanz intensiv blau, u. seine Bestrahlung liefert keinen neuen Fluoreszenzstoff. Folgende Thiazolderivv. ergaben kein positives Bestrahlungsergebnis: 4-Methylthiazol, 4-Methylthiazolnitrat, 2-Amino-4-methylthiazolnitrat, 3-Benzyl-4-methyl-5-oxäthylthiazoliumchlorid, 3,4-Dimethyl-5-oxäthylthiazoliumchlorid, 3-(Acetoxyäthyl)-4-methylthiazoliumbromid, 3-Diäthylaminoäthyl-4-methyl-5-oxäthylthiazoliumchlorid, 4-Methylbenzylthiazoliumchlorid. Demnach scheinen Thiazolderivv. mit 3-wertigem N u. Methylrest in 4-Stellung bei Bestrahlung blaue Fluoreszenzstoffe zu geben, deren Fluoreszenz nach Art des Substituenten in 2- u. 5-Stellung variiert. I übertrifft an Intensität u. Beständigkeit der Fluoreszenz alle anderen. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 1. C 54—55. 1943. Bern, Hallerianum.) HELLMANN. 4000

F. Mauthner, *Die Synthese von Pflanzenstoffen*. Übersicht über die vom Vf. in den letzten 35 Jahren durchgeführten Unterss. auf dem genannten Gebiet. (Wiener Chemiker-Ztg. 47. 1—12. Jan. 1944. Budapest, Petrus Pázmány-Univ.) BUSCH. 4050

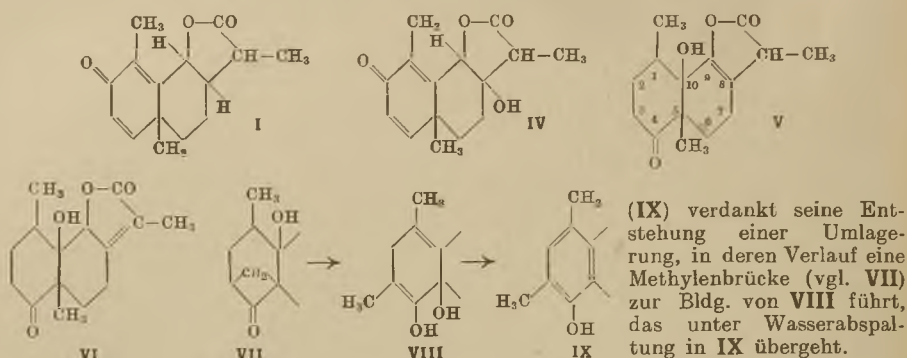
B. Stanley H. Harper, *Versuche über die Synthese von Pyrethrinen*. II. Mitt. *Die Struktur des Cinerons*. Um einen Einblick in die Konst. der Seitenkette des Cinerons (I) zu gewinnen, werden die beiden isomeren 3-Methyl-2-butenyl- Δ^2 -cyclopentenone II u. III dargestellt. Die Säurechloride der Hexensäuren IV u. V ergaben bei der Konden-

sation mit Acetessigester die Ketoester VI u. VII, die nach der Säurespaltung u. Umsetzung der Na-Verbb. der erhaltenen Ketoester mit Bromaceton über die Diketoester VIII u. IX zu II u. III ringgeschlossen werden konnten. II u. III waren mit dem von LAFORGE u. BARTHEL (vgl. C.1946. I. 220) beschriebenen I, das die Konst. II besitzen sollte, nicht identisch. Die Möglichkeiten für die Konst. des I werden diskutiert.



Versuche: Δ^3 -Hexensäure, aus n-Butyraldehyd u. Malonsäure; Chlorid (X) mit SOCl_2 , Kp.₁₇ 50°, Kp.₂₀ 54°. Δ^4 -Hexensäure (IV), aus Crotylchlorid u. Malonester; Chlorid (XI), Kp.₂₀ 56°. Δ^5 -Hexensäure (V), aus Δ^3 -Butenylbromid u. Malonester; Chlorid, Kp.₁₅ 50°. n-Hexoylchlorid, Kp.₂₀ 54°. — α - Δ^4 -Hexenylacetessigsäureäthylester (VI), $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{O}_4$, aus XI mit Na-Acetessigester in A. in der Kälte, Kp.₁₅ 143°; Ausbeute 65%. α - Δ^5 -Hexenylacetessigsäureäthylester (VII), $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{O}_4$, Kp.₁₆ 148°; Ausbeute 60%. α -n-Hexylacetessigsäureäthylester (XII), $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_4$, Kp.₁₅ 145°; Ausbeute 79%. Der aus X erhaltene Ester neigt bei der Dest. zur Zers.; Kp.₂₀ 140–155°, als gelbes Öl, Kp._{0.5} 100–110°; Ausbeute 41%. γ - Δ^2 -Butenylacetessigsäuremethylester (XIII), $\text{C}_9\text{H}_{14}\text{O}_3$, aus VI mit Na-Methylat in kaltem Methanol, Zers. mit verd. H_2SO_4 u. Extrahieren mit Ae., Kp.₁₅ 118°; Ausbeute 65%. γ - Δ^3 -Butenylacetessigsäuremethylester (XIV), $\text{C}_9\text{H}_{14}\text{O}_3$, analog aus VII, Kp.₂₃ 125°; Ausbeute 71%. γ -n-Butylacetessigsäuremethylester (XV), $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{O}_3$, aus XII, Kp.₁₅ 114°, Kp.₂₀ 120°; Ausbeute 64%. Die FeCl_3 -Rk. von XIII, XIV u. XV ist purpurrot. — Die Spaltung des aus X u. Na-Acetessigester erhaltenen Kondensationsprod. mit Methylat liefert $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$, Kp.₁₇ 135–155°, Kp._{0.3} 100–105°. α -Hexenoyllävulinsäuremethylester (VIII u. IX), aus den Na-Verbb. von VI u. VII mit Bromaceton in sd. Ae., nach der Zers. mit Eis u. H_2SO_4 aus der äther. Schicht; IX zers. sich bei der Dest. etwas, Kp.₂₀ 165–170°. II, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$, aus dem rohen VIII mit 30%ig. NaOH bei 70°, Ansäuern der kalten Lsg. mit H_2SO_4 u. Extrahieren mit Ae.; Kp.₂₀ 110–130°; Semicarbazon, $\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{ON}_3$, nach HALLER u. LAFORGE (C. 1937. I. 166), F. 220° (Zers.), Misch.-F. mit I-Semicarbazon 210° (Zers.), erweicht bei 200°, λ_{max} = 2660 Å. (ϵ = 21800) (in A.). III, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$, analog aus IX, Semicarbazon, $\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{ON}_3$, F. 188° (Zers.). 3-Methyl-2-n-butyl- Δ^2 -cyclopentanon (XVI), $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}$, aus XV; Semicarbazon, $\text{C}_{11}\text{H}_{19}\text{ON}_3$, F. 193° (Zers.). — II, aus seinem Semicarbazon mit sd. wss. Oxalsäure u. Herauslösen mit PAe., Kp.₁₅ 119°, n_D^{25} = 1,4983, D_4^{25} = 0,9472, $[\text{R}_L]_D$ = 46,51; p-Nitrophenylhydrazon, $\text{C}_7\text{H}_{19}\text{O}_2\text{N}_3$, aus Methanol rote Prismen, F. 162°, Misch.-F. mit I-p-Nitrophenylhydrazon 135–140°; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_4\text{N}_4$, aus A. cremefarbene Nadeln, F. 161°; Oxim, $\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{ON}$, aus PAe. Platten, F. 123°. III, Kp.₁₃ 110°, n_D^{25} = 1,4948, D_4^{25} = 0,9407, $[\text{R}_L]_D$ = 46,54; p-Nitrophenylhydrazon, aus wss. Methanol rote Prismen, F. 127°; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, aus A. cremefarbene Nadeln, F. 146°. — I, n_D^{29} = 1,5067, n_D^{31} = 1,4978; Semicarbazon, F. 214–215°; p-Nitrophenylhydrazon, F. 148°, bzw. 140–142°. — XVI, Kp.₁₀ 105°, n_D^{25} = 1,4794, D_4^{25} = 0,9192, $[\text{R}_L]_D$ = 46,99; p-Nitrophenylhydrazon, aus Methanol rote Prismen, F. 133°; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, aus A. cremefarbene Nadeln, F. 155°. — Dihydrocineron (XVII), Kp.₁₇ 115°, n_D^{24} = 1,4800, D_4^{24} = 0,9150, $[\text{R}_L]_D$ = 47,25; Semicarbazon, F. 191,5–192,5°; p-Nitrophenylhydrazon, F. 128–131°; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, F. 149–151° (Zers.). — Die Ozonolyse von II in CCl_4 bei 0° liefert Acetaldehyd, Dimedonderiv., F. 140,5°; Ausbeute 29%; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, F. 168° (aus A.); Ausbeute 32%. III liefert analog 28% Formaldehyd. — Die Hydrierung von II-Semicarbazon in Essigester mit ADAMS Katalysator liefert XVI-Semicarbazon, F. 193°. — Eine aus A. kristallisierte Mischung der Semicarbazone von II u. III schm. bei 215° (Zers.), unter vorherigem Erweichen bei 200° u. Braunfärbung bei 190°. Eine analoge Mischung der Semicarbazone von I, II u. III schm. ähnlich bei 202°. (J. chem. Soc. [London] 1946. 892–95. Okt. Southampton, Univ. Coll.) GOLD. 4050

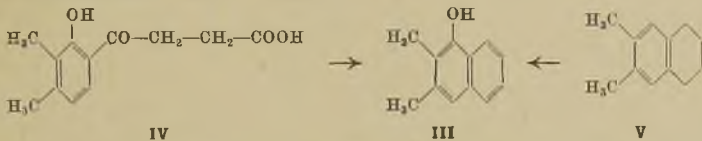
G. R. Cleo und Wesley Cocker, Die Konstitution von Pseudosantonin. I. Mitt. Neben I- u. β -Santonin (I u. II) läßt sich aus einer Reihe von Artemisiaarten das linksdrehende Pseudosantonin (III) isolieren (vgl. z. B. J. chem. Soc. [London] 1934. 1343), das sich von I, II u. Artemisin (IV) durch seine Farb-Rkk. mit konz. H_2SO_4 u. mit alkal. Nitroprussidnatrium unterscheidet. Aus vergleichenden Unters. ließ sich ableiten, daß III ein ungesätt. Lacton darstellt, dem nach den im Versuchsteil im einzelnen beschriebenen Verss. die Konst. V oder VI zugeschrieben werden kann; die Lage der Doppelbindung ist noch ungeklärt. Das bei den Aromatisierungsverss. isolierte 2,4-Dimethyl-1-naphthol



Versuche: **III**, $C_{15}H_{20}O_4$, aus A. rhomb. Prismen, F. 183–184°, $[\alpha]_D^{20} = -169^0$ ($c = 2,49$ in Chlf.); *Oxim*, $C_{15}H_{21}O_4N$, aus W. Prismen, F. 203–204°; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, $C_{21}H_{24}O_7N_4$, aus A. gelbe Prismen, F. 257°. Die Kondensation von **III** mit *o*-Aminobenzaldehyd in A. u. 20%ig. NaOH liefert ein *Chinolinderin* (?), $C_{22}H_{23}O_3N$, aus verd. A. Nadeln, F. 210°. *Acetylpsudosantonin*, $C_{17}H_{22}O_6$, aus **III** in sd. Essigsäureanhydrid, aus verd. Essigsäure Platten, F. 187°, $[\alpha]_D^{20} = -69,2^0$ ($c = 2,24$ in Chlf.); *Oxim*, $C_{17}H_{23}O_5N$, aus verd. A. Prismen, F. 196–197°. Die Hydrolyse mit verd. NaOH liefert $C_{15}H_{20}O_4$, F. 205–207°, nicht ident. mit **III**. — *Dihydropsudosantonin* (**X**), $C_{15}H_{22}O_4$, aus **III** in Eisessig durch Hydrieren in Ggw. von Pd/Kohle bei wenig mehr als 1 at oder in sd. W. mit aktiviertem Cu in Ggw. von NaOH u. NH_3 , aus verd. A. Nadeln, F. 188–189°, $[\alpha]_D^{20} = -239^0$ ($c = 0,96$ in Eisessig); *Methylster*, $C_{16}H_{24}O_4$, aus dem Na-Salz in sd. CH_3J , Kp. 181°, aus Ligroin lange Nadeln, F. 77°; *Oxim*, $C_{15}H_{23}O_4N$, aus A. Prismen, F. 229–230°; entsteht auch bei der katalyt. Red. des **III**-Oxims. In Ggw. von ADAMS Katalysator werden 3 bzw. 3,4 Mol H_2 aufgenommen. — *Anhydrodihydropsudosantonin*, $C_{15}H_{20}O_3$, aus **X** in sd. Essigsäureanhydrid in Ggw. von Na-Acetat, aus verd. A. Nadeln, F. 158°; *Hydroxamsäure*, aus verd. A. Prismen, F. 209–210° (Zers.); *Oxim*, $C_{15}H_{21}O_3N$, aus Bzl. + Ligroin Nadeln, F. 188°. — *Hexahydropsudosantonin*, $C_{15}H_{26}O_4$, aus **III** in Eisessig mit ADAMS Katalysator u. 15 at H_2 , aus verd. Essigsäure Nadeln, F. 191–192°. — *Acetylanhydropsudosantonin*, $C_{17}H_{26}O_4$, in sd. Essigsäureanhydrid aus A. Nadeln, F. 125°. — *Tetrahydropsudosantonin*, $C_{15}H_{24}O_4$, aus **X** in sd. A. mit 4%ig. Na-Amalgam, aus W. Prismen, F. 189–190°. *Acetylanhydrotetrahydropsudosantonin*, $C_{17}H_{24}O_4$, aus verd. A. Prismen, F. 104°. — *Tribrompsudosantonin*, $C_{15}H_{19}O_4Br_3$, aus **III** in Chlf. mit 3 Mol Brom bei Zimmertemp., aus A. lange Nadeln, F. 243°. — *Monobrompsudosantonin*, $C_{15}H_{19}O_4Br$, analog, oder aus dem Letztgenannten in Eisessig bei 35° durch Hydrieren in Ggw. von Pd-Kohle bei 1 at, aus Ligroin Nadeln oder Prismen, F. 198 bis 199°; *Oxim*, $C_{15}H_{20}O_4NBr$, aus verd. A. Platten, F. 251° (Zers.). Beide Br-Verbb. liefern in sd. A. mit Zn **III** zurück. — *Desmotropopsudosantonin* (**XI**), $C_{15}H_{19}O_3$, mit verd. H_2SO_4 bei 48–55° oder in sd. 98%ig. Ameisensäure, aus 80%ig. A. Nadeln, F. 185–186°, $[\alpha]_D^{20} = +67,9^0$ ($c = 2,461$ in Chlf.); kuppelt mit p-Nitrobenzoldiazoniumchlorid; *Benzoat*, $C_{22}H_{22}O_4$, aus verd. A. Nadeln, F. 164°; *Acetat*, $C_{17}H_{20}O_4$, aus verd. A. Platten, F. 233°; *Methyläther*, $C_{16}H_{20}O_3$, mit Dimethylsulfat, aus verd. A. Nadeln, F. 159–160. — $C_{15}H_{22}O_5$, in Soda lösl., aus **III** mit konz. HCl, aus Essigsäure Nadeln, F. 175–176°, $[\alpha]_D^{20} = +25,2^0$ ($c = 1,8$ in Chlf.); hieraus mit Hydroxylamin in Na-Acetat $C_{15}H_{22}O_5NNa$, aus wenig W. Nadeln, ist bei 400° noch nicht geschmolzen; liefert mit 55%ig. H_2SO_4 **XI**. — **IX**, $C_{12}H_{12}O$, durch Kalischmelze von **XI** bei 310–320°, aus Ligroin Nadeln, F. 81 bis 82°; *Carbanilat*, $C_{19}H_{17}O_2N$, aus Ligroin Nadeln, F. 174–175°; *Pikrat*, $C_{18}H_{15}O_6N_3$, aus verd. A. dunkelrote Nadeln, F. 143–144°. — *1-Methyl-7-äthyl-naphthalin*, durch CLEMMENSEN-Red. von **X**, Selendehydrierung des dabei erhaltenen Prod. vom Kp. 140° bei 340–350° u. Destillieren des mit Ligroin extrahierten Prod. über Na, neben einem Öl vom Kp. 80°, aus dem Rückstand als Pikrat, orange Nadeln, F. 96°. — Bei der Ozonolyse von **III** wurde Acetaldehyd gefunden. — *N-p-Toluolsulfonyl-N- β -oxyisobutylacetylhydroxamsäure*, $C_{13}H_{20}O_4N_2S$, aus p-Toluolsulfonyl-6,6-dimethylmorpholin in sd. A. mit $NH_2OH \cdot HCl$ u. wasserfreiem Na-Acetat, aus verd. A. Prismen, F. 105° (Zers.). — β -2-Oxyphenylacrylylhydroxamsäure, $C_9H_9O_3N$, analog aus Cumarin, aus A. Prismen, F. 252° (Zers.). — *Cyclohexanon-2- β -propionsäurelacton* liefert eine hyroskop., N-haltige Verb., aus A. u. Ae. Platten, F. 115–116°. — *Cyclohexanon-2-carbäthoxy-2- α -propionsäureäthylester*, $C_{14}H_{22}O_5$, aus Cyclohexanon-2-carbonsäureäthylester, α -Brompropionsäureäthylester u. Na-Äthylat in sd. A., Kp. 158–163°. — *Cyclohexanon-2- α -propionsäure* (**XII**), $C_9H_{14}O_3$,

durch Erwärmen mit Ba(OH)₂ in wss. Methanol, Kp._{0.25} 153—156°, aus Ligroin Nadeln, F. 135°; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₁₅H₁₆O₆N₄, aus A. orange Nadeln, F. 244°; Semicarbazon, (C₁₀H₁₇O₃N₃)₂·H₂O, aus W. Prismen, F. 185—186° (Zers.). Eine Fraktion vom Kp._{0.25} 94—96° als Nebenprod. bei der Hydrolyse; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₁₅H₁₆O₆N₄, aus A. gelbe Platten, F. 154°. Die Red. von XII in A. mit Na liefert ein Lacton, C₉H₁₄O₂, Kp._{0.5} 106—108°. (J. chem. Soc. [London] 1946. 30—36. Jan. Newcastle-upon-Tyn, Univ. of Durham.) GOLD. 4050

Wesley Cocker, Die Konstitution von Pseudosantonin. II. Mitt. Die Darstellung einiger Dimethylnaphthole. (I. vgl. vorst. Ref.) Für Vergleichszwecke werden von den Dimethylnaphtholen, die CH₃- u. OH-Gruppen in einem Kern tragen, das noch unbekannt 1,3- u. 3,4-Dimethyl-2-naphthol (I u. II) u. 2,3-Dimethyl-1-naphthol (III) dargestellt. Die allg. Synth. besteht in der Kondensation des entsprechenden Xylylmethyläthers mit Bernsteinensäureanhydrid, CLEMMENSEN-Red. der erhaltenen Ketonsäure, Ringschluß zum cycl. Keton, dessen Red. u. Aromatisierung. Da die Kondensation in p-Stellung zur OCH₃-Gruppe erfolgt, war für die Darst. des III eine o-Ketonsäure IV notwendig, die durch FRIESSche Verschiebung des Phenolesters mit AlCl₃ bei 130—140° erhalten werden konnte (vgl. hierzu ROSENMUND u. SCHNURR, Liebigs Ann. Chem. 460. [1928.] 56). Die Tatsache, daß AlCl₃ die Wanderung einer CH₃-Gruppe verursacht (vgl. z. B. BADDELEY, C. 1945. II. 1462) konnte nicht beobachtet werden. Der Vers., durch Nitrieren von 6,7-Dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin (V) zu III zu gelangen, war ergebnislos, da nur wenig einer Mono- bzw. Dinitroverb. erhalten wurden.



Versuche: 2,6-Dimethylphenolmethyläther, aus 2,6-Dimethylphenol vom Kp.₁₇ 92°, F. 44—45°, mit Dimethylsulfat, F. 180—183°. — β-(4-Methoxy-3,5-dimethylbenzoyl)-propionsäure, C₁₅H₁₆O₄, aus dem Methyläther mit Bernsteinensäureanhydrid in Bzl. bei 10° in Ggw. von AlCl₃, nach der Zers. mit Eis u. HCl u. Umfällen aus einer sodaalkal. Lsg. aus W. Prismen, F. 114—115°; p-Nitrobenzylthiuroniumsalz, C₂₁H₂₅O₆N₃S·H₂O, aus 50%ig. A. Nadeln, F. 142°. — γ-(4-Methoxy-3,5-dimethylphenyl)-buttersäure, C₁₅H₁₈O₄, aus der Ketonsäure mit amalgamiertem Zn in sd. verd. HCl, Extrahieren mit Ae. u. Behandeln des Verdampfungsrückstandes mit Dimethylsulfat, aus Ligroin Prismen, F. 72°, p-Nitrobenzylthiuroniumsalz, C₂₁H₂₇O₅N₃S, aus verd. A. Nadeln, F. 131—132°. — 1-Keto-7-methoxy-6,8-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin, C₁₅H₁₆O₂, aus der Buttersäure mit konz. H₂SO₄ bei 65—70°, Kp.₁ 141—142°, aus Ligroin Platten, F. 40°; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₁₅H₂₀O₅N₄, aus Bzl. orange Nadeln mit violetterm Glanz, F. 246—247° (Zers.). — 7-Methoxy-6,8-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin, C₁₃H₁₈O, aus dem Keton in sd. wss. alkoh. HCl mit amalgamiertem Zn, nach dem Behandeln mit Dimethylsulfat Kp._{0.2} 109°. — 7-Oxy-6,8-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin, C₁₂H₁₆O, durch Spalten des Methyläthers mit sd. HJ(D. 1,7), aus verd. A. Nadeln, F. 97,5—98°; Carbanilat, C₁₉H₂₁O₂N, aus wss. A. Prismen, F. 181,5—182,5°. — I, C₁₂H₁₂O, mit Se bei 330—340°, aus verd. A. Nadeln, F. 89—90°; Pikrat, C₁₈H₁₅O₈N₃, aus Ligroin scharlachrote Nadeln, F. 132—133°; p-Toluolsulfonat, C₁₉H₁₈O₃S, aus Ligroin Prismen, F. 85—86°; Carbanilat, C₁₉H₁₇O₂N, aus A. Platten, F. 197°. — o-3-Xylidin, durch katalyt. Red. des aus o-Xylol durch Nitrieren nach EMERSON u. SMITH (C. 1941. I. 900) erhaltenen 3-Nitro-o-xylols vom Kp.₁₅ 127 bis 130° in Ggw. von RANEY-Ni u. 110°/100 at. Kp. 222—224°. — o-3-Xylenol, durch Eingießen der aus dem Xylidin bei —10 bis 0° erhaltenen Diazolsg. in eine schwefelsaure CuSO₄-Lsg., aus Ligroin Platten, F. 72°. — β-(4-Methoxy-2,3-dimethylbenzoyl)-propionsäure, C₁₃H₁₆O₄, aus A. Prismen, F. 174°. — p-Nitrobenzylthiuroniumsalz, C₂₁H₂₅O₆N₃S, aus verd. A. Nadeln, F. 153° (Zers.). — γ-(4-Methoxy-2,3-dimethylphenyl)-buttersäure, C₁₃H₁₈O₄, aus verd. A. Platten, F. 119—120°; p-Nitrobenzylthiuroniumsalz, C₂₁H₂₇O₅N₃S, aus verd. A. gelbe Prismen, F. 148—149° (Zers.). — 1-Keto-7-methoxy-5,6-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin, C₁₃H₁₆O₂, aus Ligroin Nadeln, F. 78—79°; Semicarbazon, C₁₄H₁₅O₂N₃, aus A. Nadeln, F. 258—259°. — 7-Methoxy-5,6-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin, C₁₃H₁₈O, Nadeln, nach der Sublimation F. 65°. — 7-Oxy-5,6-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin, C₁₂H₁₆O, nach der Sublimation Prismen, F. 114—115°; Carbanilat, C₁₉H₂₁O₂N, aus A. Nadeln, F. 174—175°; p-Toluolsulfonat, C₁₉H₂₂O₃S, aus Ligroin Nadeln, F. 108 bis 109°. — II, C₁₂H₁₂O, aus Ligroin Prismen, F. 113°; p-Toluolsulfonat, C₁₃H₁₆O₃S, aus Ligroin Nadeln, F. 128°. — 5-Amino-6,7-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin, durch Red. der Nitroverb. C₁₂H₁₅O₂N, vom Kp.₁₋₂ 142—143°, die durch Nitrieren von V in

Essigsäureanhydrid mit HNO_3 (D. 1515) in exothermer Rk. erhalten worden war, mit Fe-Pulver Kp.₋₁ 130°; *Acetylverb.*, $\text{C}_{14}\text{H}_{19}\text{ON}$, aus verd. A. Nadeln, F. 201°; *Chloroplatinat*, $\text{C}_{24}\text{H}_{36}\text{O}_2\text{Cl}_6\text{Pt}$, aus W. schwachgelbe Prismen, F. 224—225° (Zers.). Eine *Dinitroverb.* $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{O}_4\text{N}_2$, entsteht aus V in konz. H_2SO_4 mit HNO_3 (D. 1,4) bei -10° u. Extrahieren der nach dem Fällen mit W. erhaltenen dunkelgrünen M. mit A., aus Bzl. + Ligroin, Prismen F. 203°. — *Saurer Bernsteinsäure-o-3-xylylester*, $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{O}_4$, aus den Komponenten bei 130°, nach dem Umfällen aus Bzl. + Ligroin Prismen, F. 72—73°. — β -(6-Oxy-4,5-dimethyl-benzoylpropionsäure (IV), $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{O}_4$, aus dem Ester mit AlCl_3 bei 130°, später bei 140°, aus verd. A. Nadeln, F. 188—189°. — γ -(6-Oxy-4,5-dimethylphenyl)-buttersäure, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_3$, aus verd. A. Nadeln, F. 109—110°. — *8-Oxy-1-keto-6,7-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin*, $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{O}_2$, durch Cyclisieren mit 80%ig. H_2SO_4 , aus Ligroin, F. 153—154°; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, $\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{O}_5\text{N}_4$, aus A. scharlachrote Nadeln, F. 290°; *Acetat*, $\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{O}_3$, aus Ligroin Nadeln, F. 98°. — *8-Oxy-6,7-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin*, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_3$, aus verd. A. Nadeln, F. 83,5°. — III, $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{O}$, aus verd. A. Nadeln, F. 84°; *Pikrat*, $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N}_3$, aus Bzl. + Ligroin scharlachrote Nadeln, F. 143—144°; *p-Nitrophenylazo-III*, $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N}_3$, aus verd. Essigsäure dunkelrubinrote Nadeln, F. 225—226° Zers.). (J. chem. Soc. [London] 1946. 36—39. Jan.) GOLD. 4050

R. V. V. Nicholls, An introduction to practical organic chemistry. Sir Isaac Pitman and Sons. 1946. (IX, 187 S.) 2,25.

Hansjürgen Staudinger, Über natürliche Glykogene. (110 gez. Bl. m. Tab.) 4° (Maschinenschr.) Freiburg, Naturwiss.-math. F., Hab.-Schr. v. 22/2. 1946.

E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

E₁. Allgemeine Biologie und Biochemie.

A. Seybold und A. Weissweiler, *Spektrophotometrische Messungen an Blumenblättern*. (Vgl. C. 1944. I. 359.) Vff. bestimmten die Reflexions- (R) u. Transmissions-(T) Kurven im sichtbaren Spektralbereich. Die Reflexion weißer Blumenblätter beträgt bei 700—450 $\mu\mu$ 50—60% u. sinkt dann bis 400 $\mu\mu$ stark ab auf 15—25%. Die starke Abnahme im Violett dürfte auf der dort beginnenden Absorption von Flavonolen u. farblosen Pseudobasen der Anthocyane beruhen, die in fast allen weißen Blumenblättern enthalten sind. Bei gelb gefärbten Blüten sind R u. T von 700—550 $\mu\mu$ beträchtlich, der steile Abfall erfolgt, entsprechend der beginnenden Absorption, bei ca. 500 $\mu\mu$. Eine Absorption des grünen Spektralbereiches bringt den Eindruck rot zustande. Der Abfall der R- u. T-Kurven tritt meist bei 560 $\mu\mu$ auf; wird das ganze Gebiet von 560—400 $\mu\mu$ gleich stark absorbiert, dann ist die Farbe rein rot, bei teilweiser Reflexion im blauviolettten Bereich dagegen resultiert eine purpurne Färbung. Die meisten blauen Blumenblätter weisen neben ihrem R-Maximum bei ca. 460 $\mu\mu$ erhebliche Rotreflexion auf, obwohl das Auge den Eindruck eines reinen Blau hat. Die Anthocyane liefern in vitro Absorptionsspektren mit stärker ausgeprägten Banden als in den Blüten, da sie sich im Zellsaft in anderer Verteilung befinden als in wss. Lösung. Im Gegensatz zu den Kurven gelber u. roter Blüten zeigen die blauen Blumenblätter oft unstetige R-Kurven mit mehreren A-Banden, entsprechend der Konst. der anwesenden Anthocyane. — Da das Verh. der Blumenblätter gegen UV-Strahlung in physiol. Hinsicht wichtig ist, wurden mit einer geeigneten App. einige Messungen gemacht. Es zeigte sich in Übereinstimmung mit LOTMAR (Z. vergleich. Physiol. 19. [1933.] 673), daß es bei allen Farben (einschließlich weiß) stark u. schwach UV-reflektierende Arten gibt. Die Oberfläche der Blätter ist dabei von ausschlaggebender Bedeutung. — Die Arbeit enthält reiches Kurvenmaterial. Übereinstimmende u. abweichende Ergebnisse anderer Forscher werden jeweils erwähnt u. zu erklären versucht. (Botanisches Arch. 45. 358—86. 1944. Heidelberg, Univ., Botan. Inst. u. Ludwigshafen, Physikal. Labor. der I. G. Farben Akt.-Ges.) ERXLBEN. 4102

Mona Spiegel-Adolf und H. T. Wycis, *Spektrophotometrische Untersuchungen an der Cerebrospinalflüssigkeit im Ultraviolett*. Die Rückenmarks-Fl. von Patienten mit cerebralen Erschütterungen oder epilept. Anfällen zeigt bei 2650 Å eine Absorptionsbande. Vff. erklären sie durch die patholog. Anwesenheit von *Nucleinsäuren* oder ihren Derivv., die durch Zerfall von Zellen entstanden sind. Der Vgl. der Absorption von solchen Cerebrospinal-Fl. mit der von reinem Na-Thymonucleat läßt auf eine durchschnittliche Nucleinsäurekonz. von 0,1 mg/cm³ in den patholog. Cerebrospinal-Fl. schließen. (J. physic. Chem. 50. 447—52. Nov. 1946. Philadelphia, Pa., Temple Univ., Med. School, Dep. of Coll. Chem.) A. REUTER. 4102

Karl Umrath und Friedl Weber, *Elektrische Potentiale an durch Colchicin oder Heteroauxin hervorgerufenen Keulenwurzeln*. An durch Colchicin oder Heteroauxin bedingten Keulenwurzeln von Lupinus verschwindet mit dem Wachstum auch das elektr. Potential.

maximum. Wächst beim Verbringen der Keulenwurzeln in W. die Wurzelspitze durch, so tritt an ihr wieder ein Maximum des elektr. Potentials ein. Im Original 6 instructive Kurvenbilder. (Protoplasma 37. 522—26. Juni 1943.) GRIMME. 4102

I. Opatowski, *Über die Bestrahlung von Mikroorganismen mit verschiedener Empfindlichkeit*. Kurzmitt. über die Entw. einer Meth., nach der Empfindlichkeitsschwankungen bei der Bestrahlung von Mikroorganismen, die durch n. Lebensprozesse (z. B. Wachstum) verursacht werden können, bei Standardtypen berechnet werden können. Bekannte Methoden zur Abschätzung des „Empfindlichkeitsgrades“, d. h. des Zustands der Molekülaggregate, durch welche die Bestrahlung den beobachteten Effekt hervorruft, wurden auf den Fall der Empfindlichkeitsschwankung übertragen u. für einige Unterr. mit Röntgenstrahlen in Anlehnung an KOYENUMA (Z. Physik 120. [1943.] 185) angewendet. (Physic. Rev. [2] 70. 114. 1/15. 7. 1946. Chicago, Univ.) W. ENGEL. 4102

S. Strugger, *Aufnahme und Speicherung des Auramins durch lebende Pflanzenzellen*. Auramin fluoresciert in dissoziierter wss. Lsg. vom sauren Bereich bis pH 6 sehr schwach trüb gelbgrün. Die grell gelbe Fluorescenz tritt erst im adsorbierten Zustand ein. Im alkal. Bereich (pH 9) ist Auramin nicht dissoziiert, zeigt die blaugrüne Fluorescenz der Farbbasenmoleküle. Die gelbe Eigenfarbe ist nur den Kationen eigen. Daher ist Auramin geeignet zur Vitalfärbung lebender Protoplasmen. Bes. aus schwach sauren bzw. neutralen Lsgg. erfolgt eine starke Farbstoffaufnahme in die Zellen. Die Zellmembran speichert auf elektroadsorptivem Wege die Farbkationen, das Cytoplasma zeigt Mischfluorescenz zwischen Gelb u. Blau, woraus gefolgt wird, daß sowohl Farbkationen in den hydroiden als auch Farbbasemoll. in den lipiden Phasen gespeichert werden. Das Karyotengerüst des Zellkerns speichert den Farbstoff elektroadsorptiv in Kationenform. Im Zellsafräum wird Auramin im neutralen Bereich diffus gelb gespeichert ohne Fluorescenz, also in Form der Kationen in freier wss. Lösung. — KCNS bildet mit Auramin sofort einen in W. unlösl. mikrokryst. Nd., welcher grell goldgelb fluoresciert. (Protoplasma 37. 429—38. Juni 1943. Hannover, TH, Botan. Inst.) GRIMME. 4150

Torbjörn Caspersson, „*Chromosomin*“ und *Nucleinsäuren*. Vf. präzisiert seine eigenen Anschauungen gegenüber denen von STEDMAN u. STEDMAN (vgl. C. 1944. I. 159) u. stellt fest, daß die Ergebnisse der UV-Absorption u. anderer Methoden der Cytochemie weder für, noch gegen die Annahme eines Proteins nach Art des *Chromosomin* im Zellkern sprechen. Auch werden die neueren Ergebnisse über die Zus. des Zellkerns u. seinen Protein- u. Nucleinsäuregeh. u. dessen Verteilung durch die Annahme des Chromosomins nicht beeinträchtigt. (Nature [London] 153. 499—500. 22/4. 1944. Stockholm, Karolinska Inst., Dep. of Chem.) JUNKMANN. 4150

Friedl Mairold, *Studien an colchicinierten Pflanzen*. Aus den langjährigen Verss. ergab sich, daß bei colchicinierten Algen die Zellteilung nicht n. verläuft, z. B. bei Spirogyra kommt es zu Störungen der Querwandbildg., desgl. bei Zygnuma u. Cladophora. Bei colchicinierten Helodea-, Allium- u. Spirogyrazellen zeigte sich eine Verkürzung der Plasmolysezeit, während in dein Internodialzellen von Chara u. Nitella, in Blattzellen von Helodea u. in Wurzelhaaren von Nasturtium, Tradescantia u. Callisia die Cytoplasmaströmung selbst bei relativ hohen Colchicinkonz. ungestört fortgeht. Bei 26—30° treten am Hypokotyl von Lupinus albus durch Colchicin Gewebszerreißen auf. Bei Blaualgen war Colchicin ohne Einwirkung. — An Keimlingen von Lupinus albus ergaben phytopharmakol. Studien folgendes: Die Verdünnung 1 : 90000 wirkt auf das Wurzelwachstum bei Zimmertemp. hemmend, zunehmend mit zunehmender Einwirkungszeit bis endlich zur vollständigen Wachstumseinstellung. Auch die Erhöhung der Alkaloidsg. bis zu 0,005% steigert die Wachstumshemmung. Unter 0,001% zeigt sich keine Hemmung, sondern Wachstumförderung, am stärksten zwischen 0,0001 u. 0,0002%. Temperaturerhöhung steigert die Hemmung beträchtlich. Auch die Keulenbildg. an den Wurzeln wird durch Temperaturerhöhung während der Colchicineinw. gefördert u. beschleunigt. Diese Keulenbildg. zeigte sich auch an Wurzelhaaren von Tradescantia u. Nasturtium. Colchicin kryst. u. amorph wirken auf den Plasmolysenablauf prakt. gleich, der Chloroformgeh. spielt demnach dabei keine Rolle. Colchicinwurzeln werden durch Colchicin nicht beeinflusst, wohl aber andere, angeblich colchicinhaltige Liliaceen (Tofieldia, Asphodelus, Ornithogalum). Bei Keimlingen von Brassica chinensis steigt durch Colchicinierung der C-Vitamingeh. auf das Doppelte. (Protoplasma 37. 445—521. Juni 1943. Graz, Univ., Pflanzenphysiol. Inst.) GRIMME. 4150

Hans Neurath, Jesse P. Greenstein, Frank W. Putnam und John O. Erickson, *Die Chemie der Proteindenaturierung*. Übersicht mit 418 Zitaten. (Chem. Reviews 34. 157—266. April 1944. Durham, N. C., Duke Univ. u. Bethesda, Md., Nat. Cancer Inst.) BEHRLE. 4160

F. A. Swerdlowa, *Eiweißstoffwechsel bei der Entwicklung maligner Neubildungen*. 2. Mitt. *Zur Frage der Harnstoffbildung bei Kaninchen mit eingetmpftem Krebs*. Nachdem

in einer früheren Arbeit des Vf. (C. 1940. II. 1031) festgestellt worden war, daß 9—10 Tage nach Inokulation einer BROWN-PEARCE-Geschwulst bei Kaninchen eine starke Verminderung der Harnstoff(I)-N-Ausscheidung auftritt, wird in vorliegender Arbeit untersucht, inwieweit diese Erscheinung mit einer Störung der I-Bldg. zusammenhängt. Nach Verabfolgung von $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ u. Glykokoll (II) an Kaninchen mit BROWN-PEARCE-Geschwulst tritt ein krasser Unterschied der Einwirkungen von $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ u. II zutage: $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ruft bei den Versuchstieren die gleiche Erhöhung des I-Geh. im Blut wie bei n. Kontrolltieren hervor, während II nur bei den n. eine solche Erhöhung des I-Geh. bewirkt. (Архив Биологических Наук [Arch. Sci. biol.] 61. 54—58. 1941. Allunions-Inst. für experimentelle Med., Abtlg. für physiol. Chem.) V. PEZOLD. 4160

David E. Green, Currents in Biochemical Research. New York: Interscience Publishers. 1946. (486 S.) \$ 5.—.

William Marias Mallott, Dictionary of Biochemistry. New York: Philosophical Libr. 1943. (579 S.) \$ 7.50.

E₂. Enzymologie. Gärung.

H. J. Koepsell und Marvin J. Johnson, Umwandlung der Brenztraubensäure durch zellfreie Präparate von *Clostridium butylicum*. Von einer 12 Std.-Kultur von *Clostridium butylicum* wurden aus 96 Litern durch Zentrifugieren 159 g feuchte Zellen mit 22,5% Trockensubstanz gewonnen und 12 Tage durchgefroren. Dann wurden 85 g dieser Zellen durch Suspendieren in frisch dest. eiskaltem W. (250 cm³) 10 Min. extrahiert. Die Zellreste wurden durch Zentrifugieren abgetrennt. Die Fl. wurde im Eis-Aceton-Bad gefroren u. im Hochvakuum getrocknet. Ausbeute: 5,28 g graues Pulver. Dieses Enzympräp. (I) wirkt katalyt. auf die Spaltung von Brenztraubensäure (II) in Essigsäure, CO₂ u. H₂, optimal bei pH 6,5 (anaerob). Es katalysiert nicht die Spaltung von Ameisensäure oder Glucose. Die H₂-Entw. aus II ist proportional der Konz. des zugegebenen anorgan. Phosphates (0,02 Mol). Phosphorylierungsprodd. wurden nicht gefunden. I zeigt einen deutlichen Verdünnungseffekt, der durch Zugabe von gekochtem Frischleberextrakt oder von gefrorenen Zellen ausgeglichen wird. Coenzym I, Cocarboxylase, Flavinadenindinucleotide, Muskeladenylsäure oder Mg oder zweiwertiges Mn können diesen Verdünnungseffekt nicht aufheben. Die Enzym-Rk. wurde mit 12,5—50,0 Millimol. redest. II, 125 Millimol Phosphatpuffer u. 0,3 cm³ frischem Rattenleberextrakt u. der Enzym-Lsg. im WARBURG-App. durchgeführt. Die Gasentw. wurde manometr. gemessen. (J. biol. Chemistry 145. 379—86. Okt. 1942. Madison, Univ. of Wisconsin, Coll. of Agriculture, Dep. of Biochem.) CARLS. 4210

C. Neuberg, H. Lustig und R. N. Cagan, Enzymatische Reduktion von Furoil und Furoin. Im Anschluß an frühere Befunde über phytochem. Red. (NEUBERG u. NOBD, Ber. dtsch. chem. Ges. 52. [1919.] 2248) wird die Red. von Furoil u. Furoin zu Hydrofuroin beschrieben. Von Furoil ausgehend wird Furoin als Zwischenprod. nachgewiesen. Diese Rk. kann als Vorlesungsvers. angestellt werden, wofür eine genaue Vorschrift gegeben wird. (Arch. Biochemistry 1. 391—95. 1943. New York, N. Y., Univ.) HESSE. 4210

D. Nachmansohn und B. Meyerhof, Die Beziehung zwischen elektrischen Veränderungen während der Nerventätigkeit und der Cholinesterase-Konzentration. Vergleicht man in den elektr. Organen des Rochens, *Torpedo marmorata*, u. des Zitteraales, *Gymnotus electricus*, Spannung u. Zahl der elektr. „Platten“ pro cm mit der Konz. der Cholinesterase (I), so findet man eine enge Parallelität zwischen EMK. u. Enzymaktivität. Die starken elektr. Organe können sich 100—200mal/Sek. entladen. 100 g Organ vermögen 200—300 g Acetylcholin (II) in 60 Min. zu spalten. Die I-Konz. im elektr. App. von *Torpedo occidentalis* Storer gleicht der des Rochens. Dies stimmt damit überein, daß in den größeren Organen von *T. occidentalis* die EMK. mehrmals größer als in den kleinen des Rochens ist. Zwischen der I-Konz. der Nerven, die mit den elektr. Organen in Verb. stehen, u. der in anderen Teilen des Zentralnervensystems von *T. occidentalis* bestand kein Unterschied. Die nervöse Versorgung des elektr. App. hat cholinerg. Charakter. Während der Reizung wird II frei. Injektion von II ruft eine Entladung hervor. *Berin*, das allein ohne Wrkg. ist, vervielfacht die durch II verursachte Entladung. 2,5 γ II wirkten auf das eserinierte Organ stärker als 100 γ vor der Eserinisation. Die maximale Entladungsstärke beim Rochen ist ca. 40—60, beim Zitteraal 400—600 V. Ihre elektr. Organe können in 1 Sek. 50—100 u. 500—1000 μ g II spalten. I-Bestimmungen, die an der Riesennervenfaser des Tintenfisches *Zoligo paaalii*, für Scheide u. Axoplasma getrennt durchgeführt wurden, zeigten, daß fast das gesamte Enzym in der Hülle, also an oder nahe der Oberfläche der Nervenzelle lokalisiert ist. Der Anstieg der Konz. an den Synapsen steht mit der Vermehrung der Oberfläche in Zusammenhang. Im Kopfganglion des Tintenfisches wurde eine I-Konz. festgestellt, die höher ist als in allen bislang untersuchten Geweben. Es liegt die Annahme nahe, daß die während der Nerventätigkeit beobachteten Potentialdifferenzen

eng mit dem II-Stoffwechsel an oder in der Nähe der Oberfläche der Nervenzelle in Verb. stehen. (J. Neurophysiology 4. 348—61. Juli 1941. New Haven, Conn., Yale Univ., School of Med., u. Woods Hole, Marine Biol. Labor.) K. MAIER. 4210

David Nachmansohn, Hedda M. John und M. Berman, *Untersuchungen über Cholinacetylase*. 2. Mitt. Die Bildung von Acetylcholin im Nervenaxon. Es wird ein Vert. zur Extraktion von Cholinacetylase aus dem Hüftnerve der Ratte beschrieben. Eine Lsg. aus 1 g dieser Nerven bildet pro Stde. 70—90 γ Acetylcholin (I), während vergleichsweise Lsgg. aus Ratten- oder Meerschweinengehirn 150—200 γ I pro Stde. liefern. Die Ggw. des komplexen, energieverbrauchenden Enzymsyst. im Nervenaxon, also dem Teil des Neurons, das keine Nervenenden u. Zellkörper enthält, wird als weitere Stütze der Annahme angesehen, daß I nicht allein wichtig ist zur Übertragung der Nervimpulse quer zur Synapse, sondern auch zur Weiterleitung längs des Axons. In der ausgelösten Nervenfasernimmt die Enzymaktivität langsam ab. 48 Stdn. nach der Sektion sind lediglich 20—25% der ursprünglichen Aktivität verschwunden. 78 Stdn. nach der Sektion, wenn das Leitvermögen verschwunden ist, hat die Aktivität um zwei Drittel abgenommen, 6 Tage nach der Sektion ist sie verschwunden. Aus diesen Ergebnissen wird geschlossen, daß freigesetztes I u. Leitvermögen miteinander verbunden sind. (J. biol. Chemistry 163. 475—80. 2/5. 1946. New York, Columbia Univ., Dep. of Neurology, Coll. of Physicians and Surgeons.) SCHORMÜLLER. 4210

M. Klingler und O. Wiss, *Über die Aktivierung der d-Aminosäureoxydase durch Bluteiweißkörper*. EDLBACHER u. WISS (vgl. C. 1946. I. 502. 503) haben gezeigt, daß Aminosäuren u. Eiweißkörper beim Abbau von d-Alanin durch d-Aminosäureoxydase als Effektoren wirken. In der Hoffnung, auf der unterschiedlichen Effektorenwrkg. verschied. Eiweißkörper auf empir. Wege eine Meth. für die Klinik aufbauen zu können, untersuchten Vf. die Wrkg. von menschlichen Seren auf das genannte Enzym (Seren von 69 gesunden Personen u. 134 Patienten). Die empir. Normalwerte streuen über eine unbedeutende Breite; in einzelnen patholog. Fällen, vorwiegend bei rasch progredienten bösartigen Geschwülsten, wurden sichere Abweichungen von der Norm festgestellt. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 4. 531—38. Dez. 1946. Basel, Univ., Med. Klinik u. Physiol.-Chem. Inst.) HELLMANN. 4210

J. H. E. Hessels, *Über ein thermophiles Ferment der Proteine der Kautschukmilch der Hevea*. (C. 1941. I. 3449.) (Rev. gén. Caoutchouc 22. 197—200. Okt. 1945.) OVERBECK. 4210

A. Guilliermond, *Die Vitalfärbung von Hefezellen*. (Vgl. C. 1941. II. 1632.) Über die weiteren Unters. des Vf. u. seiner Mitarbeiter wird zusammenfassend berichtet: Oxydoreduktionspotential der Kulturmedien mit Zusatz von Vitalfarbstoffen in Ggw. der Hefen, das Verf. der r_g-Messung in den Hefezellen, Wirkungen einiger Leukoderivv. der Vitalfarbstoffe auf die Hefen, Absorption der Vitalfarbstoffe in Abhängigkeit vom p_H-Wert, Verss. zur Klärung der Frage, ob die Anhäufung der Farbstoffe durch die lebenden Hefen ein Adsorptionsvorgang ist. (Annales Fermentat. 5. 513—26. Juli/Dez. 1940.) SCHWAIBOLD. 4270

Edward J. Conway, Mary F. O'Brien und P. J. Boyle, *Austausch der Ammonium- und Kaliumionen in Muskel und Hefe*. Auf Grund der Ergebnisse von Verss. über den Austausch von K- u. NH₄-Ion in verschied. Konz. bei Froschmuskel ergibt sich, daß das NH₄-Salz eine spezif. Wrkg. auf die Muskelmembran besitzt. Bei Hefe fehlt diese Wrkg., u. das K-Ion kann vollständig durch das NH₄-Ion ersetzt werden u. umgekehrt; damit dieser Vorgang abläuft, ist Durchblasen von CO₂ notwendig. (Nature [London] 148. 662. 29/11. 1941. Dublin, Univ. Coll.) SCHWAIBOLD. 4270

E₃. Mikrobiologie. Bakteriologie. Immunologie.

Selman A. Waksman, H. Robinson, H. J. Metzger und H. Boyd Woodruff, *Toxizität von Actinomycin*. Actinomycin ist ein starkes bakterioostat. u. baktericides Agens in vitro. Die Ggw. von Serum vermindert die Wirksamkeit nicht. Jedoch besteht kein Schutz bei Mäusen, die mit Kulturen von *Streptococcus hämolyticus* oder *Pneumococcus Typ 1*, bzw. bei Meerschweinchen, die mit *Brucella abortus* geimpft wurden. Dieses Nachlassen der Aktivität in vivo mag durch das rasche Verschwinden des Actinomycins aus dem Blut bedingt sein. Die Substanz ist außerordentlich tox. gegen alle Tierarten, der Tod tritt durch Atemlähmung ein. Die Mehrzahl der letalen Ausgänge erscheint erst 15—20 Stdn. nach der Impfung mit Actinomycin. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 47. 261—63. Juni 1941. Rahway, Merck Inst. for med. Res.) BAERTICH. 4340

F. Lieb und W. Nothhacksberger, *Über Plasmagerinnung durch Wirkung des Staphylococcus pyogenes aureus*. Nach kurzer Besprechung der bisher über die Plasmagerinnung durch *Staphylococcus pyogenes aureus* vorliegenden Literatur u. der Tatsachen, die eine Identität des unter dem Einfl. der „Staphylokinase“ entstandenen Gerinnsels mit Fibrin

(I) unwahrscheinlich erscheinen lassen, wird über eigene Verss. berichtet. Das durch Einw. von Staphylokokken auf menschliches Citratplasma erhaltene, mit dest. W. gewaschene Gerinnsel (II) löst sich innerhalb einer Pufferreihe zwischen pH 3,3 u. 4,1, während I unter diesen Bedingungen zwischen pH 3,3 u. 7,0 vollkommen ungelöst bleibt. Die Lsgg. von II ergaben Ndd. mit Sulfosalicylsäure, in der Hitze lösl., Nd. mit Ferrocyankalium in der Wärme, negative Kochprobe, negative Biuretrk. u. kaum Ndd. mit 50%iger Ammonsulfat-Lsg., verhalten sich demnach wie Albumosenlösungen. Wenn das Plasma vor der Staphylokokkeneinw. $\frac{1}{2}$ Stde. bei 56° inaktiviert wird, erfolgt keine Gerinnung mehr, u. auch Zusatz von Meerschweinchenkomplement reaktiviert nicht. Es wird angenommen, daß durch die Hitzebehandlung eine thermolabiler Rezeptor am Eiweiß zerstört wird, so daß die Rk. mit dem Ferment der Staphylokokken nicht mehr eintreten kann. (Arch. Hyg. Bakteriol. 131. 31—34. 16/11. 1943. Graz, Univ., Hyg. Inst.)

JUNKMANN. 4370

P. Grabar und D. Dervichian, *Quantitative Beziehungen zwischen Antigenen und Antikörpern in den spezifischen Präcipitaten im Vergleich mit der Molekularstruktur*. Die von DERVICHIAN früher (C. 1941. I. 3083; II. 1862; 1942. II. 1249) entwickelten Vorstellungen über die Proteidstruktur werden zur Ableitung der Spezifität u. der quantitativen Verhältnisse von Antigen-Antikörper-Fällungen benutzt. Die scheibchenförmig gedachten Proteidmoll. sollen bei Antigenen u. Antikörpern in 3zähliger Symmetrie angeordnete akt. Bereiche besitzen, deren Spezifität von der Anzahl der sie bildenden Aminosäuren abhängt. Über diese gewissermaßen als Valenzen wirkenden akt. Bereiche erfolgt in vorausgehendem stöchiometr. Verhältnis entsprechend der entwickelten Vorstellung über die räumliche Zusammenlagerungsmöglichkeit Bldg. der Präcipitate. (Ann. Inst. Pasteur 68. 74—79. Jan. 1942. Inst. Pasteur.)

GIBIAN. 4371

L. M. Chatenewer, *Tularin als Präparat für die spezifische und schnelle Diagnose von Tularämie*. Vf. beschreibt Anwendung, Eigg. u. Wrkg. von Tularin, das als Mikrobenallergen bei subcutaner Einführung allen Anforderungen der spezif. allerg. Diagnose der Tularämie genügt. Tularin zeigt die Krankheit bis zu 10 Tagen früher als das übliche Tularämie-Diagnosticum an, weswegen seine Verwendung in der ärztlichen Praxis empfohlen wird. (Архив Биологических Наук [Arch. sci. biol.] 61. 3—12. 1941. Allunions-Inst. für experimentelle Med., Abtlg. für bes. gefährliche Infektionen.)

V. PEZOLD. 4371

T. S. Savarisan, *Quantitative Bestimmung der Wechselwirkung von Virusarten in Pflanzen*. Mischt man den Saft gesunder Pflanzen *in vitro* mit Kartoffelvirus Xs oder Aucubamosaikvirus, so beobachtet man eine Verminderung oder Aufhebung der Schädigungen an Nicotiana Tabacum u. N. sylvestris. Säfte mit nicht verwandten Virusarten wirken ebenfalls reduzierend auf die Infektionsfähigkeit, sie übertreffen sogar die Wrkg. gesunder Säfte. Weitere Verss. zeigten, daß das Einimpfen nicht verwandter Virusarten *in vivo* hemmend auf weiteren Befall wirkt. Der Grad der Hemmung von Aucubamosaikvirus ist direkt proportional zur Zahl akt. Einheiten von Tabakmosaikvirus im Blattgewebe zur Zeit der Impfung. (Ann. appl. Biol. 27. 359—67. Aug. 1940. Harpenden.)

GRIMME. 4374

W. L. Ryshkow, *Der Stoffwechsel bei Viruskrankheiten der Pflanzen*. Vf. gibt einen Überblick über die verschied. Arten pflanzlicher Viruskrankheiten, sowie die Änderungen der chem. Zus. der Organe der von ihnen befallenen Pflanzen. An Hand von 40 Literaturstellen wird der Stoffwechsel bei Viruskrankheiten eingehend behandelt. (Труды Института Физиологии Растений имени К. А. Тимирязева [Arb. Timirjasew Inst. Pflanzenphysiol.] 4. 200—06. 1946. Moskau, Mikrobiol. Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.)

V. PEZOLD. 4374

E₅. Tierchemie und -physiologie.

W. Dobrynina, *Zur Frage der altersmäßigen Änderungen im Aminosäuregehalt des Eiweißes des Gehirnes des Menschen*. Bei vergleichenden Unterss. der Proteine der Hirnhemisphären u. des Kleinhirns von Menschen verschied. Alters (Neugeborenen, 9jährigen, 23—27jährigen u. 63jährigen) wurden Änderungen des Aminosäuregeh. festgestellt. Der Tryptophan-Geh. der Hirnproteine sinkt mit steigendem Alter langsam, während der Cystin (I)-Geh. zwischen Geburt u. 9. Lebensjahr ansteigt u. dann auf dem erreichten Niveau stehenbleibt u. der Arginin-Geh. sich nach dem 9. Lebensjahr geringfügig verringert. Der I-Geh. der Kleinhirnproteine steigt in der Periode zwischen Geburt u. 9. Lebensjahr dagegen beträchtlich an. — Der I- u. Lysin-Geh. der Hirnhemisphären unterscheidet sich wesentlich von dem des Kleinhirns bei Menschen aller untersuchten Altersgruppen. (Физиологический Журнал СССР [J. Physiol. USSR] 29. 220—24. 1940. Moskau, II. Med. Inst., Lehrst. für Biochem.)

V. PEZOLD. 4520

C. Montigel, *Die Wirkung von Steroidhormonen auf die Glykogenphosphorylierung im Muskelbrei*. Die im Muskel von adrenaletomierten Tieren verringerte Phosphorylierung von Glykogen wird durch geringe Dosen von *Desoxyzorticosteron* wiederhergestellt. *Progesteron* wirkt ähnlich, aber schwächer; *Testosteron* gering u. unsicher, *Östradiol* in den untersuchten Konzz. überhaupt nicht. (Helv. chim. Acta 28. 42—50. 1/2. 1945. Basel, Univ.) HESSE. 4553

Hansjürgen Oettel, *Der Einfluß von organischen Redoxsystemen auf den Blutzucker*. In Vers. mit Hydrochinon u. a. organ. Redoxsystemen bei Kaninchen u. diabet. Hunden sowie in Unterss. an Diabetikern (mit Methylenblaulorid) wurde festgestellt, daß dem Hydrochinon gegenüber anderen Systemen eine geringe blutzuckersenkende Wrkg. zukommt. Die Bedeutung der erhaltenen Befunde für die therap. Möglichkeiten beim Diabetiker u. für die Klärung des Wirkungsmechanismus des Insulins wird erörtert. (Z. ges. exp. Med. 109. 200—11. 8/7. 1941. Berlin, Charité, II. Med. Klinik.)

SCHWAIBOLD. 4564

G. Je. Wladimirow, *Das Gas-Elektrolyt-Gleichgewicht im Blut des Hühnerembryos*. Hühnerembryonen überleben einen 20 Min. langen Aufenthalt in einer reinen CO₂-Atmosphäre, wobei der p_H-Wert ihres Blutes beträchtlich unter 7 liegen muß. Ausgeschlüpfte Küken gehen dagegen bei einem CO₂-Geh. von 22% schon nach wenigen Min. zugrunde. Dieser große Unterschied in der Widerstandsfähigkeit hängt wohl in erster Linie vom Zentralnervensyst. ab, das beim Embryo die Grundfunktionen des Lebens noch nicht reguliert. Bzgl. des Stoffwechsels befinden sich die embryonalen Gewebe in einem Zustand der Selbstregulierung (Autoergie), insofern, als das Zentralnervensyst. u. endokrine Drüsen noch nicht den Anteil wie beim erwachsenen Organismus haben. Unter n. embryonalen Entwicklungsbedingungen ändert sich die Zus. von Blut u. Geweben dank einem bestimmten Vorrat an Nährstoffen, einer bestimmten Resorptionsgeschwindigkeit u. einem bestimmten Gasumsatz im Laufe der Entw. ebenfalls in festgelegter Weise, was sich aus den Ziffern für K, Ca, Milchsäure, Zucker, Fett u. Rest-N ergibt. Im Falle bedeutender Abweichungen in dieser Zus. leiden die vegetativen Funktionen der in der Entw. befindlichen Gewebe nicht in dem Maße wie beim ausgewachsenen Individuum. (Физиологический Журнал СССР [J. Physiol. USSR] 29. 215—19. 1940. Leningrad, Militärmed. Kirow-Akad., Lehrst. für Biochem.) V. PEZOLD. 4572

Jane M. Leichsenring und **Alice Biester**, *Das Blutbild bei hämorrhagischer Anämie*. Durch Blutentnahme wird an 19 Hunden hämorrhag. Anämie erzeugt. Die Tiere werden bei synthet. Eiweiß-Kohlenhydrat-Fett-Diät gehalten, die zusätzlich Trockenhefe, Lebertran u. neben den üblichen Salzen CuSO₄ u. Eisencitrat enthält. Die Werte für Plasmavol., Serumweiß, Fibrinogen, Gesamt-Ca u. Gesamt-P im Plasma kehren relativ schnell zur Norm zurück, die für Erythrocytenvol. u. -durchmesser, Gesamtzellvol., Hämoglobin, Serumglobulin u. Eiweiß-N erst nach längerer Zeit, während die Werte für Leukocytenzahl, Nichteiweiß-N, Harnstoff, Kreatinin u. Aminosäure-N kein eindeutiges Bild ergeben. Das Blutbild nach der Blutentnahme u. in der Rekonvaleszenz zeigt weitgehende Ähnlichkeit mit dem einer idiopath. hypochromen Anämie des Menschen (69 Tabellen, ca. 230 Literaturangaben). (Univ. Minnesota, agric. Exp. Stat., techn. Bull. 1939. 9—120. Juni.) SCHLOTTMANN. 4572

G. Robert Greenberg und **Maxwell M. Wintrobe**, *Eine labile Eisenverbindung*. Es werden Radioaktivitätsbestimmungen an roten Blutzellen nach intravenösen Gaben von ⁵⁹Fe durchgeführt. Da nicht alles gegebene radioakt. Fe in den Erythrocyten wiederzufinden ist, wird von Vf. angenommen, daß das Hämoglobin über ein labiles Eisenreservoir entsteht. (J. biol. Chemistry 165. 397—98. Sept. 1946.) HERDT. 4573

Rachil Leibsson, *Der Einfluß von Methylenblau auf die Atmung der Erythrocyten des sich entwickelnden Organismus*. *Methylenblau* (I) zeigt auf die Atmung der Erythrocyten von Kaninchen- u. Meerschweinchenembryonen einen relativ geringeren Einfl. als bei ausgewachsenen Tieren. Die Differenzierung der Erythrocyten in der Embryogenese ist ebenso wie ihre Regeneration beim erwachsenen Organismus von einer Erniedrigung des energet. Umsatzes begleitet, wobei die allg. von den Erythrocyten entwickelte Energiemenge sich auf Kosten einer scharfen Erniedrigung der Intensität der oxydativen Prozesse vermindert. Die Intensität der anaeroben Prozesse wird hierbei nicht verändert. — Vf. betrachtet die Größe der „allg. Respiration“ in Ggw. von I als Index den Wirkungsgrad des *Dehydroase*-Syst., die Intensität der n. Respiration dagegen als Index den Wirkungsgrad des *Oxydase*-Syst., woraus unter Einbeziehung der Versuchsergebnisse folgt, daß im Maße der Reifung des Organismus beide Systeme der oxydativen Fermente einer Red. unterworfen sind. (Физиологический Журнал СССР [J. Physiol. USSR] 29. 200—10. 1940. Leningrad, Pädiatr. med. Inst., Physiol. Labor.) V. PEZOLD. 4573

R. Bucher, *Mikroskopische Unterschiede im Fibrinnetz verschiedener Tierarten*. Die Darstellungsmeth. der Fibrinnetze wird beschrieben u. die charakterist. Netzbilder, die

für jede Tierart verschieden sind, werden angegeben. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 1. C. 38—39. 1943. Zürich, Univ.) HELLMANN. 4573

Hans Glatzel, *Vom Säure-Basen-Haushalt des Körpers und der basenüberschüssigen Kost*. Zusammenfassende Besprechung, bes. mit Hinsicht auf die Bedeutung dieser Vorgänge im kranken Organismus. Auf die Unschädlichkeit des Säureüberschusses einer Nahrung an sich wird hingewiesen. (Z. Volksernähr. 15. 335—37; 16. 80—81. 1941.) SCHWAIBOLD. 4586

J. P. McGowan, *Einige Bemerkungen über die Standards des Calciumbedarfs*. Krit. Betrachtungen über den Wert der experimentellen Grundlagen der von einigen Autoren aufgestellten Standards des Ca-Bedarfs. (Edinburgh med. J. 48. 494—500. Juli 1941.) SCHWAIBOLD. 4586

A. Paraf, *Das Interesse an der Brenztraubensäure in der Klinik*. Die als Intermediärprod. in beiden Phasen der Glykolyse auftretende Brenztraubensäure ist bei fehlender Cocarboxylase (Vitamin B) im Blut erhöht u. bei sachgemäßer Durchführung der Best. (z. B. in Muskelruhe) geeignet, B₁-Hypovitaminosen erkennen zu lassen (Osteopathien, Polyneuritiden, Neuralgien, Ödeme, infantile Akrodynie). (Presse méd. 51. 543—44. 2/10. 1943.) LANGECKER. 4587

Wm. M. Govier und **C. M. Greer**, *Untersuchungen über den durch Hämorrhagie verursachten Schock*. I. Mitt. *Die Wirkung von Thiamin auf die Überlebenszeit*. Bei Hunden mit Schock durch Blutentzug unter Äthyläthernarkose wurde die Überlebenszeit durch Behandlung mit Thiamin erheblich verlängert, wobei in den meisten Fällen zugleich auch eine deutliche Steigerung des Blutdruckes auftrat. (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 72. 317—20. Aug. 1941. Nashville, Univ. School Med., Dep. Pharmacol.) SCHWAIBOLD. 4587

Wm. M. Govier und **C. M. Greer**, *Untersuchungen über den durch Hämorrhagie verursachten Schock*. II. Mitt. *Die Wirkung von Thiamin auf Störungen des Kohlenhydratstoffwechsels*. (I. vgl. vorst. Ref.) Bei den Versuchstieren wurde eine deutliche Zunahme der Ketosäuren im Blut neben einer Hyperglykämie u. Hyperlactacidämie beobachtet. Durch Behandlung mit Thiamin wurde ein langsamer Abfall des erhöhten Ketonsäurepiegels bewirkt. Die vermutete Wrkg. des Ae. wurde in der Weise bestätigt, daß die durch Thiamin erhöhte Überlebenszeit bei Tieren mit Lokalanästhesie erheblich größer ist als bei solchen mit Äthyläthernästhesie. Durch letztere für sich allein können in geringem Maße die beim Schock festgestellten Veränderungen auftreten, die ebenfalls durch Thiamin beeinflusst werden. (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 72. 321—30. Aug. 1941.) SCHWAIBOLD. 4587

F. Sciclounoff und **P. Alphonse**, *Beitrag zur Untersuchung der Wirkung des Lactoflavins auf die Resorption der Zucker im Darm*. Beschreibung eines Falles, bei dem seit der Kindheit Darmstörungen bestanden, die gekennzeichnet werden. Durch Behandlung mit Lactoflavin intraperitoneal (1 mg täglich) wurde die ursprünglich sehr flache Blutzuckerkurve nach Zuckerbelastung normalisiert u. der Allgemeinzustand wesentlich gebessert. Zufuhr des Vitamins per os hatte keine derartige Wirkung. In diesem Fall bestand demnach eine Resorptionsstörung hinsichtlich Lactoflavin u. Zucker; die des letzteren wurde durch ersteres nach dessen parenteraler Zufuhr behoben. (Schweiz. med. Wschr. 71. 657 bis 659. 24/5. 1941. Genf, Univ., Med. Klinik.) SCHWAIBOLD. 4587

Jesse W. Huff und **William A. Perlzweig** (unter techn. Mitarbeit von **Rachel Forth** und **Frances Spilman**), *Untersuchungen über den Nicotinsäurestoffwechsel*. III. Mitt. *Stoffwechsel und Synthese der Nicotinsäure bei der Ratte*. Bei einer Nahrung, mit der täglich 5 g Protein u. ca. 180 γ Nicotinsäure je Tier aufgenommen wurde, war die Ausscheidung 120 γ Nicotinsäure u. deren Deriv., davon ca. 100 γ Trigonellin; nach 5 Tagen Hungern wurden noch 90 γ ausgeschieden. Nach Zufuhr von 1,5 mg Trigonellin wurden 20—40% davon wieder im Harn ausgeschieden (viel weniger als beim Menschen, bei Hund u. Kaninchen). Nach Zufuhr von Nicotinsäure (1,5—3,0 mg) wurde ein Teil davon unverändert wieder ausgeschieden, ein erheblicher Teil aber als freie Nicotinsäure u. Trigonellin (im Gegensatz zu den genannten Arten); bei Zufuhr von Nicotinamid sind die Verhältnisse ähnlich. Nach Zufuhr von 3 mg Nicotinsäure werden ca. 30% davon in 24 Std. wieder ausgeschieden, 70—80% dieser Ausscheidung in Form von Trigonellin, der Rest als Nicotinsäure, etwas Nicotinursäure u. Nicotinamid. Bei proteinfreier Ernährung mit einem täglichen Geh. von 7 γ Nicotinsäure wurden 25—75 γ Nicotinsäure u. Deriv. im Harn ausgeschieden, 40—90 γ in den Faeces; bei Zulage von Protein oder Aminosäuren oder Cholin stieg die Ausscheidung im Harn sofort erheblich (parenterale oder orale Zufuhr der Zulagen). Nach Zufuhr großer Mengen Nicotinsäure (1 g je kg Tier) während 7 Tagen wurden $\frac{2}{3}$ davon im Harn wieder ausgeschieden, in den Faeces u. im Organismus fanden sich nur geringe Mengen. (J. biol. Chemistry 142. 401—16. Jan. 1942. Durham, Univ. School Med., Dep. Biochem.) SCHWAIBOLD. 4587

H. Jausion, R. Calop und G. Carlier, *Antipellagravitamine und Licht*. Pellagra, eine Anicotinose, die oft von Photopathie u. Porphyrinurie begleitet ist, wird durch *Vitamin P-P* (I) geheilt. Über den Wirkungsmechanismus von I ist wenig bekannt; reine Filterwrkg. gegen Sonnenstrahlen durch Nicotinamidämie ist jedoch dafür nicht verantwortlich. Durch eigene Verss. fanden Vff., daß das I als Antiphotokatalysator wirkt, wenn es nicht beschleunigend in den Antiporphyrinmechanismus eingreift. In einer doppelten Versuchsserie wurden an 4 Patienten, die vor u. nach der 4tägigen Behandlung einer sensitometr. Kontrolle unterworfen wurden, entweder 160 (cg) I durch Injektion oder 320 peroral angewandt. Vff. erzielten eine sehr deutliche Erhöhung, wenn nicht sogar einen Spitzenwert, der Erythemaschwelle, je nachdem, ob bei dem Patienten vorher Porphyrinurie bestand oder nicht. — Tabellar. Versuchsprotokolle. (Paris méd. 33. 157—59. 20/6. 1943.)

ROTTER. 4587

Ed. Frommel, A. D. Herschberg und J. Piquet, *Beziehungen zwischen Cholinesterase und Ascorbinsäure*. Verss. an Meerschweinchen beweisen, daß die Beziehungen zwischen *Ascorbinsäure* (I) u. *Cholinesterase* (II) einsinnig sind: Tox. oder Mangel-Hypovitaminose C verursacht Inaktivierung der Serum-II, aber Inhibierung des Fermentes durch Eserin beeinflusst nicht die Menge von I im Organismus. I aktiviert nicht die Funktion einer normalen II, wie Verss. am nichteserinierten Blutegehmuskel, am Rectus abdominis des Frosches u. am Herzen der Weinbergsschnecke zeigen. Zu analogen Schlüssen führen Titrationsbest. in vitro nach der Meth. von HALL u. LUCAS u. toxikolog. Verss. an Meerschweinchen. I reaktiviert in vivo eine zuvor tox. inaktivierte II. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 1. 229—39. 1943. Genf, Univ., Therapeut. Inst.)

HELLMANN. 4587

R. Sarez, *Vitamin C und Blut*. Nach Beobachtungen des Vf. an mehreren Formen von Anämie ist das *Vitamin C* (I) an der Blutbildg. beteiligt. Wenn auch I kaum unmittelbar an der Hämoglobinbildg. teilnimmt, so beeinflusst es sicher die Stoffe für dessen Synthese. Die Beobachtungen von ROHMER u. BINDSCHEDLER bzgl. der kombinierten Wrkg. von Fe u. I bei der Heilung bestimmter Anämien bekräftigen diese Annahme. — Da das Blut der Sitz äußerst wirksamer Oxydoreduktionen ist, spielt I die Rolle des H-Überträgers u. beeinflusst die Wirksamkeit der verschiedenen Enzymkomplexe des Blutes. Endlich sei noch der Einfl. hervorgehoben, den I auf die Proteinzus. des Blutes ausübt. — Die gleichzeitige Verwendung von I u. Fe bei der Heilung bestimmter Anämien läßt auf die Möglichkeiten einer Einw. des I auf das Fe im Organismus schließen. (Arch. franç. Pédiatrie 1. 121—25. 1943. Strasbourg, Clinique infantile.)

BARZ. 4587

Miles E. Drake, Charles M. Gruber, Victor G. Haury und E. Ross Hart, *Die Wirkungen von Natriumdiphenylhydantoinat (Dilantin) auf den Blutascorbinsäurespiegel bei Meerschweinchen*. (Vgl. C. 1942. I. 1900.) Bei Tieren mit C-freier Ernährung u. täglicher Zulage von 13 mg Ascorbinsäure wurde der Blutascorbinsäurespiegel durch tägliche Dosen von 13 mg Dilantin per os rasch u. fortschreitend gesenkt; nach Absetzen der Behandlung erfolgte innerhalb von 3 Wochen wieder ein Anstieg zu n. Höhe. (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 72. 383—85. Aug. 1941. Philadelphia, Jefferson Med. Coll., Dep. Pharmacol.)

SCHWAIBOLD. 4587

H. Albers, *Fördert Ascorbinsäure die Eisenresorption?* Vf. weist auf eigene, schon früher mitgeteilte Unterss. (vgl. C. 1942. II. 2286) hin, die die Annahme einer Förderung der Resorption von Ferroeisen durch *Ascorbinsäure* unwahrscheinlich machen. Die durch letztere bewirkte Erhöhung des Serumeisens ist vielmehr als Ausdruck einer Beeinflussung des intermediären Eisenstoffwechsels aufzufassen. (Zbl. Gynäkol. 67. 1625—27. 23/10. 1943. Leipzig, Univ., Frauenklinik.)

JUNKMANN. 4587

Aa. Videbaek und G. Alsted, *Der Gehalt an Serumeisen bei Skorbut und der Einfluß von Ascorbinsäure auf die Eisenresorption bei Chlorose und primärer hypochromer Anämie*. Vff. beschreiben 4 Fälle eines klass. Skorbutes mit Hauthäorrhagie u. Anämie; bei diesen Fällen wurden niedrige Serum-Fe- u. Serum-Ascorbinsäure- (I) Werte gefunden. Nach Verabreichung von Ferrotartrat u. I stiegen die Serum-I-Werte stark, die Serum-Fe- u. Blut-Fe-Werte nur wenig. Ferrisalze hatten keine Wrkg., sondern stets nur Ferroverbindungen. Wenn auch die niedrigen Werte für Serum-Fe bei Skorbut auf einen abnormen Fe-Stoffwechsel hinweisen, kann diese Krankheit niemals als Fe-Mangelkrankheit bezeichnet werden. Andererseits hat die Mischung I allein oder I u. Ferrisalze keinen Einfl. auf die einfache Fe-Mangelanämie, selbst wenn man hier auch niedrige Werte für I findet. Man muß daher annehmen, daß Skorbutanämie u. Fe-Mangelanämie pathogenet. zwei verschied. Zustände darstellen. (Acta med. scand. 114. 403—13. 1943. Kopenhagen, Frederiksboerg Hosp., Med. Dep.)

BAERTICH. 4587

Raoul Lecoq, *Die Rolle der Alkalose bei der Entstehung der experimentellen und alimentären Rachitis*. Bei der alimentär bedingten Rachitis infolge vorzeitigen Abstillens u. der Verwendung einer unzureichenden Ernährung sowie bei der experimentellen

Rattenrachitis scheint die Alkalose intestinalen Ursprunges eine wichtige Rolle zu spielen, wie die Beeinflussung der Störungen in dem einen oder anderen Fall durch Anwendung von *Milchsäure* oder Stoffen, die Acidose auslösen, bestätigt. Die Verschlechterung der Knochenveränderungen läßt sich durch verschied. zusätzliche Maßnahmen herbeiführen, wie bei der experimentellen Rachitis durch Sr-Carbonat oder Störungen des P/Ca-Verhältnisses. Bei der Rachitis der Kinder können Intoxikationen u. Infektionen gleichfalls intervenieren. (Presse méd. 51. 541—42. 2/10. 1943.) LANGECKER. 4587

H. Mollard, H. Maschas und M. Duret, *Kritische Untersuchung der Verwendung von Vitamin D in starken Gaben bei Lungentuberkulose*. Den Vff. erscheint *Vitamin D* in kräftigen Gaben bei Lungentuberkulose als wertvolles Therapeuticum, wenn reichlicher Kalkmangel vorliegt (was nicht leicht nachzuweisen ist) u. bei latenter u. offensichtlicher Tetanie. Als Allgemeinmittel bei Tuberkulose ist es abzulehnen. (Rev. Tuberculose [5] 7. 149—51. März/Mai 1942.) BARZ. 4587

A. Trautmann und Th. Asher, *Resorption und Exkretion von Traubenzucker im Dickdarm der Wiederkäuer*. In Verss. an Ziegen wurden mit zunehmenden Mengen in den Blinddarm eingeführter Glucose nach 7—9 Stdn. steigende Anteile reduzierender Stoffe in den Faeces nachgewiesen. Bei intravenöser Zufuhr steigender Mengen von Glucose wurde nach 6—7 Stdn. das Maximum an reduzierenden Stoffen in den Faeces nachgewiesen, deren Anteile gering waren. Es erscheint möglich, daß prim. größere Anteile des Zuckers durch das Dickdarmepithel ausgeschieden werden, die dann rückresorbiert oder vergoren werden. (Dtsch. tierärztl. Wschr. 49. 585—89. 29/11. 1941. Hannover, Tierärztl. Hochschule, Physiol. Inst.) SCHWAIBOLD. 4596

N. A. Ssytschew, *Über die Assimilierbarkeit der natürlichen d-Xylose durch den tierischen Organismus*. a) Vers. mit Xylosesirup. Der Sirup war aus Roggenstroh hergestellt, die sauren Hydrolytate wurden nach Entfärbung mit Aktivkohle auf nichtflüchtige Säuren mit CaCO₃ neutralisiert, das Neutralisat im Vakuum auf 55—60% Trockensubstanz eingeeengt u. gipsfrei filtriert. Es bildet einen dunklen, vollkommen klaren Sirup mit 39,21% Xylose, 2,36% Rohprotein (1,67% Reineiweiß) u. 2,4% Asche. Fütterungsverss. mit Schafen zeigten, daß nicht nur die Xylose restlos ausgenutzt wird, sondern daß durch die Xylosebefütterung auch die Ausnutzung der Futterpentosane gesteigert wird, desgl. die Ausnutzung der Proteine. — b) Verss. mit kryst. d-Xylose. Das in den Vers. übernommene Prod. enthielt bei 0,05% W., 98,5% Xylose (nach TOLLENS). Als Versuchstiere dienten Schweine (Xyloseausnutzung 68,3%) u. Schafe (97,75%). (C. R. [Doklady] Acad. Sci. URSS [N. S.] 30. 152—55. 20/1. 1941. Tscheboksary, Landw. Inst., Abtlg. für organ. u. biol. Chem.) GRIMME. 4596

Chalmers L. Gemmill, *Die Wirkung einer Stimulation auf den Fett- und Kohlenhydratgehalt des Gastrocnemius bei der phlorrhizinierten Ratte*. In Unterss., bei denen versucht wurde, den Kohlenhydratbestand im Organismus derart zu verringern, daß die Fettoxydation bis zu einem meßbaren Ausmaß beschleunigt würde, wurde kein positives Ergebnis erzielt. Die mittleren Fettgehh. des ruhenden u. des gereizten Muskels waren auch nach Hungern oder Phlorrhizinvergiftung nicht wesentlich verschieden. Dagegen war der Kohlenhydratgeh. des gereizten Muskels in allen Fällen verringert. Falls daher Fett für Muskelarbeit verwendet wird, so geschieht dies nur mittelbar. Der Weg dieser möglichen mittelbaren Verwendung wird erörtert. Eingehendere Besprechung des Schrifttums. (Bull. Johns Hopkins Hosp. 66. 71—89. Febr. 1940. Johns Hopkins Univ., Dep. Physiol.) SCHWAIBOLD. 4596

Torasaburo Kondo, *Experimentell-pathologische Untersuchung der intravasculären Fettverdaugung*. III. Mitt. Bei Infusion von Fettkügelchen (Milch) wurde bei n. Kaninchen immer ein paralleles Verh. bzgl. der Ansammlung der Fettkügelchen u. der Cholesterinsteatose beobachtet. Dieses Verhältnis wurde auch bei einer Reihe von patholog. Zuständen untersucht, wobei vielfach eine Veränderung desselben festgestellt wurde. (Transactions Soc. pathol. japon. 28. 517—23. 1938. [Orig.: dtsh.]. Kyoto, Univ., Pathol. Inst.) SCHWAIBOLD. 4596

H. A. Krebs und L. V. Eggleston, *Stoffwechsel der Acetessigsäure im tierischen Gewebe*. An Schafherz u. Schafniere wird der Stoffwechsel von *Acetessigsäure* (I) in Ggw. von *Oxalessigsäure* (II) unter Best. dieser beiden Säuren u. von β -*Oxybuttersäure* (III), *Citronensäure* (IV), *Isocitronensäure* (V), *cis-Aconitsäure* (VI), α -*Ketoglutar Säure* (VII), α -*Oxyglutar Säure* (VIII), *Bernsteinsäure* (IX), *Fumarsäure* (X), *Brenztraubensäure* u. *Milchsäure* verfolgt. Obwohl in Ggw. von II die Ausbeute an IV erhöht ist, ist dieser Befund doch nicht als eine Bestätigung der Auffassung von BREUSCH u. von WIELAND u. ROSENAL zu deuten. Unter aeroben Bedingungen wird die gesamte verschwendene I als III wiedergefunden, u. zwar nicht als Folge einer direkten Rk. zwischen I u. II, sondern deshalb, weil im Gewebe aus II *Äpfelsäure* (XI) u. VII entstehen, die ihrerseits mit I reagieren

nach folgenden Schemen: 1. XI + I → II + III oder 2. VII + I → IX + III. Das Ausmaß der Red. von II zu XI im Gewebe schwankt zwischen 25 u. 70%, der nicht red. Rest liefert neben CO₂ IV, V u. VI sowie VII. Die Rk. kann z. B. nach folgenden Schemen verlaufen: 3. 3 II → (X + XI) + (IV, V, VI) + 2 CO₂ oder 4. 4 II → 2 (X + XI) + VII + 3 CO₂. Wird 1 mit 3 oder 4 kombiniert, so wird aus XI II regeneriert, die wieder nach der Gleichung 3 oder 4 reagieren kann. Das Endergebnis ist nach 1 + 3: 5. 2 II + I → (IV, V, VI) + 2 CO₂ + III oder nach 1 + 4: 6. 2 II + 2 I → VII + 3 CO₂ + 2 III. Bei Kombination von 2 + 6 entsteht folgendes Gesamtbild: 2 II + 3 I + H₂O → IX + 4 CO₂ + 3 III. — II hat danach keinen Einfl. auf den oxydativen Abbau von I. (Nature [London] 154. 209—10. 12/8. 1944. Sheffield, Univ., Dep. of Biochem.) JUNKMANN. 4596

V. Zagami und G. Sarzana, *Über das Verhalten des säurelöslichen Phosphors in Muskeln von Tauben bei bilateraler Vagotomie*. Durch Verss. an Tauben zeigten Vf., daß der säurelös. P und die Hauptbestandteile, aus denen er sich zusammensetzt, im Herzen in geringerer Menge vorhanden sind als in den Brustmuskeln. Als Folge der doppelseitigen Vagotomie waren im Herzen u. in den Brustmuskeln das Phosphokreatin, die Pyrophosphate u. die Phosphorsäureester verringert, die Orthophosphate dagegen nahmen zu. Es besteht keine klare Beziehung zwischen Prozentsatz u. Veränderungen des Muskelglykogens u. Prozentsatz u. Veränderungen des säurelös. P u. der verschied. chem. Komponenten, aus denen er sich zusammensetzt. (Arch. Scienze biol. 29. 69—78. Mai 1943. Palermo, Univ., Ist. di Fisiologia Umana.) BARZ. 4596

Jan M. Patterson, N. B. Keevil und E. W. McHenry, *Cholin und die Verhütung von Nierenhämorrhagien bei der Ratte*. II. Mitt. *Bestimmung des Phospholipoidumsatzes mit radioaktivem Phosphor*. In einer früheren Arbeit (J. biol. Chemistry 145. [1942.] 207) war gezeigt worden, daß junge Ratten bei einer cholinfreien Diät durch 10 Tage in Niere u. Leber einen geringeren Geh. an Phospholipoid aufweisen als Kontrolltiere. Damit schien eine Erklärung für die Nierenschäden gefunden: ein Versagen der Phospholipoidbildung, in einer Zeit, in der sie für die wachsende Niere benötigt wird. Mit Hilfe des radioakt. Phosphors (³²P) wird an n. u. cholinarmen Ratten der Umsatz in Niere u. Leber ermittelt. Gruppen von 10 Tieren erhielten eine cholinfreie Grunddiät bzw. 3 mg Cholin/g Futter als Zulage; am 9. Versuchstag erhielten die Tiere nach einer Karenz von 12 Stdn. 1 cm³ einer isoth. Lsg. von Na₂HPO₄, enthaltend radioakt. Phosphor. 5 Stdn. danach wurden die Tiere getötet u. in Leber u. Niere die Best. durchgeführt. In einer 3. Serie von 45 Ratten wurde innerhalb von 80 Tagen der Phospholipoidumsatz verfolgt u. der höchste Bedarf u. Umsatz am 6. Versuchstag gefunden; an älteren Tieren ist der Umsatz reduziert. Daher ist der Cholinbedarf von über 35 Tage alten Ratten geringer. Die Zeit des großen Umsatzes fällt zusammen mit der kurzen Periode, in der ein Cholinmangel Nierenläsionen hervorruft, was die Annahme stützt, daß die Nierenveränderungen eine Folge des ungenügenden Phospholipoidangebots sind. (J. biol. Chemistry 153. 489—93. Mai 1944. Toronto, Canada, Univ., School of Hygiene u. Dep. of Phys.) LANGECKER. 4596

Richard F. Riley, *Stoffwechsel des Phosphorylcholins*. II. Mitt. *Verteilung des Phosphorylcholin-Phosphors auf die Blutphosphatfraktionen*. III. Mitt. *Verteilung des Phosphorylcholinphosphors auf die Organe*. IV. Mitt. *Anteil des Phosphorylcholinphosphors an den Organlipoiden*. (I. vgl. C. 1945. II. 1034.) Für die Unterss. wurde Phosphorylcholin (I) benutzt, das radioakt. Phosphor enthielt. Der I-Phosphor erscheint rasch als anorgan. P im Blutkreislauf der Ratte nach intraperitonealer Injektion des Esters, der Ester verschwindet auch rasch. Diese Labilität in vivo steht in Kontrast zur Stabilität in vitro. I-P wird langsamer ausgeschieden als anorgan. P. Die Verteilung in den Organen (Gehirn, Hoden, Blut, Muskel, Auge, Herz, Nieren, Milz, Leber u. Darm) weicht gegenüber anorgan. P nur wenig ab. Die Verss. sprechen dafür, daß I den Umsatz des Gesamtphospholipoiden in der Leber hemmt. Die Hemmung bezieht sich auf die Nichtcholin-Phosphatid-Fraktion. Es konnte kein Anhaltspunkt dafür erbracht werden, daß I bei der Synth. der Phospholipide verwendet wird. (J. biol. Chemistry 153. 535—49. Mai 1944. Rochester, N. Y., Univ., School of Med. and Dentistry, Dep. of Biochem. and Pharmacol.) LANGECKER. 4596

I. Abelin, *Zur Frage der Sterinbildung im tierischen Körper*. I. Mitt. *Öle und Fette in ihrer Beziehung zum Cholesteringehalt der Nebenniere und anderer Organe*. Obwohl Fette u. Öle fast gleich gut verdaulich, resorbierbar u. energet. verwertbar sind, erwiesen sie sich in bezug auf die Beeinflussung des Organcholesterins als verschieden. In gleichen, nicht übermäßigen Mengen an weiße Ratten verabreicht, führen die Öle viel höhere Ablagerungen von Nebennierencholesterin als die Fette herbei. Andere Organe wie Leber u. Muskulatur, enthalten bei Ölzufuhr ebenfalls mehr Cholesterin als unter Fetteinfluß. Außerdem veranlaßten die Öle höhere u. regelmäßigere Zunahmen des Körpergewichts als die Fette. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 4. 551—67. 1946. Bern, Univ., Med.-chem. Inst.) HELLMANN. 4596

R. A. Lemkul, *Vergleichende Untersuchungen über den Stickstoffumsatz normaler und enthirnter Tauben*. Beim Vgl. des N-Umsatzes n. u. enthirnter Tauben stellte Vf. fest, daß er bei natürlicher Beleuchtung u. N-haltiger Nahrung (Erbsen) bei enthirnten Tauben unverändert blieb. Dieses galt auch für Verss. unter Anwendung tagelanger ununterbrochener künstlicher Beleuchtung, die die Aktivität der Vögel bedeutend steigerte. Bei gleicher Versuchsanordnung, aber mit Verabfolgung N-freier Nahrung war die N-Ausscheidung enthirnter Tauben etwas geringer als bei normalen. Dies kann jedoch nicht als direkte Folge des Großhirnmangels angesehen werden. (Физиологический Журнал СССР [J. Physiol. USSR] 30. 109—15. 1941. Rostow a. Don, Staatl. med. Inst., Physiol. Labor.) v. PEZOLD. 4596

L.B. Winter, *Die Absorption der Serumproteine aus dem Dünndarm von sensibilisierten Meerschweinchen*. Vf. hatte bereits zur Prüfung der Frage, ob auch nicht abgebautes Eiweiß vom Darm resorbiert wird, durch Eingabe von Pferdeserum (I), von Albumin (II) u. Globulin (III) bei sensibilisierten Tieren Verss. durchgeführt (vgl. C. 1945. II. 1047). Zur Weiterführung dieser Unterrss. werden in das Duodenum von Meerschweinchen I, II, III u. Serum in minimalen Dosen, um den Uterus zu desensibilisieren, injiziert. Nach 15 bis 30 Min. wurden die Tiere getötet u. die Prüfung des Uterus auf Sensibilität vorgenommen, wobei nur für Serum eine entsprechende Resorption erkennbar war. (J. Physiology 102. 484—90. 4/4. 1944.) BAERTICH. 4596

Ernest Borek und Heinrich Waelsch, *Der Stoffwechsel des Methionins und seiner Derivate bei Gewebsschnitten*. (Vgl. C. 1942. I. 377.) Als Hauptprod. bei der ersten Umwandlung des d,l-Methionins im Stoffwechsel wurde wie früher die entsprechende Ketsäure festgestellt. Die Bldg. von Sulfat entsprach ca. 2% des zugesetzten Methionins, möglicherweise entsprechend dem entmethylierten Anteil. Eine Zunahme der Nitroprussidnatriumrk. wurde nicht beobachtet. Homocystin u. Homocystein werden durch Gewebsschnitte nicht desaminiert. Homocystein bildet H_2S . (J. biol. Chemistry 141. 99—103. Okt. 1941. New York State Psychiatric Inst. and Hosp.) SCHWAIBOLD. 4596

Alberto C. Taquini, *Das Auftreten einer druckerhöhenden Substanz durch die totale Ischämie der Niere*. Die Wiederherstellung der Zirkulation einer vorher totalen Ischämie der Niere erzeugt ein Ansteigen des arteriellen Druckes; dieser wird verursacht durch die Bldg. einer druckerhöhenden Substanz, die sich während der totalen Ischämie in der Niere gebildet hat. Diese Substanz wirkt direkt auf die peripheren Gefäße, verursacht eine Zusammenziehung der Gefäße u. dadurch eine Hypertension. (Amer. Heart J. 19. 513—18. Mai 1940. Buenos Aires, Argentinien.) BAERTICH. 4597

D. Je. Alpern, *Chemische Selbstregulierung in der Tätigkeit des vegetativen Nervensystems*. Der Anteil spezif. chem. Faktoren bei der Reizleitung in den Nerven erschöpft sich nicht im Freiwerden histohormonaler Substanzen, wie *Acetylcholin*, *Adrenalin* oder *Sympathin*; gleichfalls eine wichtige Rolle spielen Prozesse der Regulierung, die das Maß des Freiwerdens u. die Aktivität des chem. Mediators bestimmen. Diese Prozesse werden durch fermentative Substanzen, die bzgl. des Mediators im Moment seiner Bldg. akt. sind, sowie durch die Wechselwirkungen zwischen den eigentlichen Mediatoren u. den zwischen letzteren u. Elektrolyten gelenkt. Ganz allg. reguliert der chem. Zustand des Gewebemediums des effektor. App. nicht nur Freisetzung, sondern auch Aktivität der chem. Faktoren der Nervenreizung. So vollziehen sich im effektor. App. komplizierte Regulationsprozesse, die in engster Weise mit dem Prozeß der Realisierung der Nervenreizung zusammenhängen, bes. ausgeprägt treten sie bei Funktionsstörungen des vegetativen Nervensyst. hervor. In diesem Fall wird oft deutlich, daß letztere sich in noch größerem Maße als in den quantitativen Abweichungen des Geh. der chem. Mediatoren in der entsprechenden biol. Fl., in die diese aus dem effektor. Syst. gelangen, in der Störung der Prozesse der „Gegenregulierung“ widerspiegeln. — Vf. bringt eine schemat. Darst. der Wechselbeziehungen zwischen den verschied. Faktoren der vegetativ-nervösen Regulierung u. Gegenregulierung. (Архив Биологических Наук [Arch. Sci. biol.] 61. 13—17. 1941. Charkow.) v. PEZOLD. 4597

Herbert Jasper und Theodore C. Erickson, *Cerebraler Blutdurchfluß und pH bei übermäßiger Rindenenladung, hervorgerufen durch Metrazol und elektrische Reizung*. Eine durch *Adrenalin*, *Metrazol* (I) (*Pentamethylentetrazol*) oder Stoffwechselprodd. vermehrter Nerventätigkeit hervorgerufene Vergrößerung des lokalen cerebralen Blutstroms führt zu einer Steigerung des örtlichen pH der Rinde. Die vaskuläre Dilatation, die von gesteigerter lokaler Acidität infolge neuronaler Entladung herrührt, hat das Bestreben, ein konstantes pH der Rinde aufrechtzuerhalten. Eine übermäßige neuronale Aktivität kann die zirkulator. Regulierung soweit erschöpfen, daß ein deutlicher Abfall des Rinden- pH hervorgerufen wird. Der Beginn einer I-Entladung ist zunächst durch eine gesteigerte Nerventätigkeit gek., dann folgt eine Tendenz des pH zum sauren Bereich hin, gefolgt

von einer solchen zum alkal., falls der Blutdurchfluß vergrößert ist. Letzteres wird bei I-Entladungen nur dann beobachtet, wenn das Tier in gutem Allgemeinzustand ist. Anfang, Intensität, Dauer u. Art der I-Entladung wurden durch Änderungen des Rinden- p_H zwischen 7,0 u. 7,5, hervorgerufen durch Hyperventilation, CO_2 -Einatmung u. durch Injektion alkal. oder saurer Lsg. in den Blutstrom, nicht merklich beeinflusst. p_H -Änderungen im Gefolge spontaner Zyklen verlängerter epileptiformer Entladungen abwechselnd mit Perioden verminderter Rindentätigkeit nach einmaliger I-Injektion können alle durch die Wrkg. der „Säure“ produzierenden Nerventätigkeit u. durch die Gegenwrkg. infolge vermehrten Blutdurchflusses erklärt werden. Zwischen dem p_H u. dem Auftreten verlängerter epileptiformer Entladungen nach einer mäßigen I-Gabe bestand anscheinend keine Beziehung. Die Wrkg. von I, *Strychnin* u. Nervenimpulsen, hervorgerufen durch elektr. Reizung der Rinde, ist prim. nicht einer Steigerung des örtlichen p_H der interstitiellen Rindenflüssigkeit zuzuschreiben, da bei einem mit vermehrter Tätigkeit der Rindenneuronen auftretenden p_H -Anstieg gleichzeitig ein vermehrter örtlicher Blutdurchfluß vorhergeht. Ein gesteigertes p_H ist anscheinend einer Gefäß-Rk. zuzuschreiben, die durch vergrößerte Neuronentätigkeit hervorgerufen wird. (J. Neurophysiologie 4, 333—47. Juli 1941. Montreal, McGill Univ., Dep. of Neurol., and Neurol. Inst.) K. MAIER. 4597

R. S. Harris and K. V. Thimann, Vitamins and Hormones. Advance in Research and Applications. Vol. IV. New York: Academic Press. 1946. ((XVIII + 406 S.) \$ 6,80.

H. Tschmann-Duplessis, Corrélations Hypophyso-Endocrines chez le Triton: Déterminisme Hormonal des Caractères, Sexuels Secondaires, Histophysiologie. Vol. IX. Paris: Hermann & Cie. 1945. (199 S. m. Abb.) fr. 300,—.

M. de Visser, La Régulation Hormonale du Métabolisme et la Vitamine. Paris: Masson & Cie. 1946. (192 S.) fr. 250,—.

E₆. Pharmakologie. Therapie. Toxikologie. Hygiene.

Robert Tiffeneau, *Die Anwendung von Aerosolen in der Thermaltherapie*. Die physikal. u. physiol. Hauptteig. der *Aerosole* (I). Die Flüssigkeitsteilchen können die Alveolarräume, wie histolog. Lungenschnitte zeigen, gut erreichen. Die Anwendung der I in der Thermaltherapie, d. h. der Behandlung mit den gepulverten Bestandteilen von Thermalwässern, kann sich auf die Behandlung lokaler Affektionen der Atemwege, wie Asthma, chron. Bronchitis, in der Oto-, Rhino- u. Laryngologie usw. auf Allgemeinbehandlung erstrecken. Beschreibung der prakt. Ausführung der Methoden. (Paris méd. 33, 137—39. 30/5. 1943.)

ROTTER. 4600

Hei-U Ko, *Eine experimentelle Untersuchung über die durch photodynamische Wirkung verursachten Augenschädigungen*. I. Mitt. *Photodynamische Wirkung der elektrischen Lampe auf den Fundus oculi des Kaninchens*. Während bei n. Tieren durch entsprechende Bestrahlung keine Veränderung eintrat, wurde bei Tieren, die intravenös mit Panseptin behandelt worden waren, ein charakterist. lokales Ödem der Retina oder eine Ablösung derselben verursacht. (Jap. J. med. Sci., Sect. X 2, 557. März 1940 [nach engl. Auszug ref.]. Keijo, Univ., Med. Fac., Pathol. Dep.)

SCHWAIBOLD. 4604

Jean Levesque, *Röntgenologische Anomalien der Knochen nach Wismutbehandlung*. Vf. beobachtete am Röntgenbild eines 6 Wochen alten Säuglings, daß alle Epiphysen einige mm von den Knochenenden entfernt einen opaken Querstreifen von 0,5—1 mm Stärke zeigten. Die kurzen Knochen, bes. Würfel- u. Fersenbein, wiesen einen zentr., dunklen, ringförmigen Streifen auf, der von n. Knochen umgeben war. Vf. führt diese Anomalie auf eine *Wismut* (I)-Behandlung der Mutter während der Schwangerschaft zurück. Nach CAFFEY, der zuerst über derartige Erscheinungen an Knochen berichtet hat, handelt es sich nicht um einfache Depots von I oder auch *Blei*. Die Metalle legen *Phosphor* fest u. verhalten sich dann wie Ca-P-Verbindungen. Ca ist in der Erzeugung von Röntgenshatten 9—14mal so wirksam wie I. Vf. weist auf einige patholog. Erscheinungen hin, die ähnliche Röntgenbilder liefern. (Paris méd. 31, 337—40. 10/12. 1941.)

K. MAIER. 4606

Obdulio Fernandez, *Ein Kriterium für die Pharmakodynamie (therapeutische Wirkung der Salicylate)*.-Betrachtungen über chem. Struktur u. therapeut. Wirkung. (Farmac. nueva 9, 249—53. Mai 1944. Madrid. Facultad de Farmacia.)

HOTZEL. 4608

A. Dorodnitzyna, *Motorische Nahrungs- und Abwehrreaktion bei Cocainanästhesie der Mundschleimhaut beim Hunde*. Unter Anwendung einer Meth. zur graph. Registrierung der Kieferbewegungen untersucht Vf. an Hunden die motor. Rk. bei Verabfolgung von Nahrungsmitteln, z. B. Milch, u. Reizmitteln, wie HCl, NaCl, Chinin u. a. bei n. u. anästhesierter Mundschleimhaut. Im n. Zustande verläuft die Kurve der Nahrungs-Rk. regelmäßig u. mit größerer Frequenz als die der Abwehr-Rk., die ungleichmäßig ist, während bei Cocainanästhesie der Mundschleimhaut dieser Unterschied nicht auftritt. (Физио-

логический Журнал СССР [J. Physiol. USSR] 30. 40—44. Rostow a/Don, Staatl. Pädagog. Inst., Physiol. Labor.) V. PEZOLD. 4614

H. Krieger Lassen, *Versuch der Behandlung von akutem Pleuraempyem mit wiederholter Aspiration des Eiters und Injektion von wasserlöslichem Sulfonamid*. Bericht über 10 Fälle der Behandlung mit *Alfasol*, dessen Spiegel im Eiter dann zwischen 60 u. 475 mg % u. im Blut zwischen 0,5 u. 14,3 mg % lag. (Ugeskr. Laeger 107. 127—33. 15/2. 1945. Blegdamshospitalet.) KANITZ. 4619

Kaj Larsen, *Sind Sulfonamide indiziert bei Tonsillitis acuta, Abscessus peritonsillaris, Tonsillitis ulcerosa und Mononucleosis infectiosa?* Bei unkompliziertem Verlauf dieser akuten Erkrankungen des Rachens liegt keine Indikation zur Behandlung mit *Sulfathiazol (I)* oder *Sulfanilamid (II)* u. den ihnen nahestehenden Chemotherapeutica vor. Die ausführliche statist. Bearbeitung des Krankengutes zeigte, daß unter II mehr als unter I unerwünschte Nebenwirkungen auftraten, bes. bei Patienten zwischen 5 u. 17 Jahren. (Ugeskr. Laeger 107. 179—86. 1/3. 1945. Blegdamshospitalet.) KANITZ. 4619

M. Allgöwer, *Vorkommen, Natur und Bedeutung von Sulfonamidantagonisten (Inhibitoren) in Körpermedien*. Für die Wirkungstheorie der Sulfonamide ist vor allem der Antagonismus gegenüber *p-Aminobenzoesäure (I)* als wichtig bezeichnet worden. Vf. findet in Körpermedien, d. h. möglichst unveränderten Organpreßsäften, eine antagonist. Wrkg., die aber nicht auf einen einzigen Antagonisten in verschied. Form oder Menge zurückgeführt werden kann. Bes. sprechen folgende Versuchsergebnisse gegen eine hauptsächlich oder alleinige Rolle der freien I in Körpermedien: Das Ultrafiltrat der Körpermedien zeigt wesentlich geringeren Antagonisteneffekt als der Ultrafiltratrückstand; dies spricht gegen kristalloid gelöste Stoffe wie die I als Ursache. Zugabe von I zu verd. Körpermedien läßt nicht den Inhibitionstypus der unverd. Körpermedien entstehen. Ähnliche Inhibition kann nur durch wesentlich höhere, chem. nachweisbare Konz. der I erreicht werden. Diese hohen Konz. können aber in Organpreßsäften nicht nachgewiesen werden. Zugabe von I zu synthet. Medien gibt einen anderen Inhibitionstypus in Abhängigkeit von der Konz. als der in den verschied. Körpermedien vorliegende. Die verschied. Bindung der freien I bzw. des Sulfathiazols (II) an Bakterien einerseits u. die Körperkolloide andererseits kann nicht allein erklären, daß die in vivo u. in Körpermedien vorhandene Inhibition der II-Wrkg. auf Grund von Adsorptions- oder Bindungsgleichgewichtsverschiebungen zwischen I u. II zustande kommt, obwohl ihr eine gewisse Bedeutung zukommt. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 2. 569—89. 1944. Basel, Ciba, Wiss. Labor.) HELLMANN. 4619

Irving L. Ershler und Irl H. Blaisdell, *Massive Hämaturie nach Anwendung von Heparin bei Thrombose des Sinus cavernosus*. Bericht über einen Fall einer 22jährigen Studentin, die wegen Thrombose des Sinus cavernosus mit großen Gaben *Sulfathiazol* (Gesamt-dosis 106 g) u. zusätzlich mit Infusion von Heparin behandelt wurde. Die Infusionsgeschwindigkeit wurde nach der Gerinnungszeit eingerichtet, indem eine Gerinnungszeit von 2 Stdn. angestrebt wurde. 2 Tage nach Beginn der Heparinbehandlung trat massive Hämaturie auf, die wegen des Fehlens von Kristallen im Sediment auf die Wrkg. des Heparins bezogen wurde. Einige Zeit nach dem Absetzen der Heparinbehandlung trat Besserung der Hämaturie ein, u. eine nunmehr wegen eines neuerlichen Schüttelfrostes wieder erfolgende Verabreichung von *Sulfathiazol* führte zu keiner neuen Hämaturie. Die Gefahren der hämorrhag. Diathese nach Heparin u. andererseits die Vorteile, die die Kombination *Sulfathiazol*-Heparin bei der Behandlung der Sinusthrombose besitzt, werden gegeneinander abgewogen. (J. Amer. med. Assoc. 117. 927—30. 13/9. 1941. Syracuse, Univ., Student Health Service and Dep. of Otolaryngology.) JUNKMANN. 4628

F. Ross Stansfield, *Die Behandlung der puerperalen Hirnthrombophlebitis mit Heparin*. Zusammenfassende Darstellung des Krankheitsbildes der puerperalen Hirnthrombophlebitis u. Mitt. eines erfolgreichen, mit Heparin behandelten Falles. (Brit. med. J. 1942. I. 436—38. 4/4. East Suffolk and Ipswich Hospital.) ZIPE. 4628

M. A. Dussert, *Das Natriumcitrat als Mittel gegen die Pleurasymphyse*. 44 Pneumothoraxfälle, 5—6 Jahre alt, mit kleinen Ergüssen ohne Fieber. Es wurden 5 cm³ *Natriumcitrat-Lsg.* (3,8%ig, pH 4,6) wöchentlich während 2—3 Monaten in die Pleura injiziert. In 81% wurde keine Symphyse festgestellt. Bei 25 schweren febrilen Pleuritiden gelang es in 21 Fällen; die Symphyse zu vermeiden, so daß der Pneumothorax wirksam werden konnte. (Rev. Tuberculeuse [5] 7. 155—57. März/Mai 1942.) BARZ. 4628

G. D'Alessandro, *Untersuchungen an rekoneszenten S. typhi-Trägern. Möglichkeiten, mit Tetraiodphenolphthalein Keimfreiheit zu erzielen*. Vf. behandelte 13 Typhusrekoneszenten mit *Tetraiodphenolphthalein* peroral. Die Substanz übt zwar vorübergehende Wrkg. aus, vermag aber nicht die Dauer der Keimausscheidung in den Faeces zu verkürzen. In einem Falle vermochte die Verb. trotz wiederholter Verabreichung u. regel-

mäßiger Ausscheidung durch die Gallenwege (radiolog. festgestellt) nicht zu verhindern, daß der Patient zum chron. Ausscheider wurde. (Boll. Ist. sieroterap. milanese 22. 73—80. März 1943. Palermo, Univ., Ist. di Hyg.) BAERTICH. 4628

A. Plichet, P. Hennion und N. Giraud, *Die durch Diphenylhydantoinnatrium bedingte Stomatitis*. In der Epilepsiebehandlung mit *Diphenylhydantoin* (I) treten als Nebenwirkungen gastr. Erscheinungen u. vielfach Stomatitiden auf. Hier wird ein Fall schwerer hyperplast. Stomatitis bei einem 12jährigen Kind beschrieben, das 13 Monate lang täglich 2—3 Tabletten 0,1 g I erhalten hatte. Ascorbinsäure (300 mg intravenös täglich) hatte einen guten Einfl. auf den Ablauf der Gingivitis. Es wird die Hypothese aufgestellt, daß I einen Karenzzustand an Vitamin C infolge Epilepsie verstärkt zum Ausdruck bringt. (Presse méd. 51. 631. 20/11. 1943.) LANGECKER. 4628

Bernard Kronenberg, *Behandlung flechtenartiger Keratitis mit Äther*. Behandlung von flechtenartiger Hornhautentzündung mit Äther erwies sich einer solchen mit Jodtinktur als sehr überlegen. Eine Erklärung für diese spezif. Wrkg. des Äthers auf den Virus konnte bisher nicht gegeben werden. (Arch. Ophthalmology 26. 247—49. Aug. 1941. New York.) GOTTFRIED. 4628

A. Harrestrup Andersen und J. Fosdal, *Nitrosegasvergiftung*. Vff. beschreiben 2 Nitrosegasvergiftungen mit dem typ. Bild anfänglichen Reizstadiums, worauf eine 6 Stdn. währende Latenz u. schließlich akutes Lungenödem folgte, dem ein Fall erlag. Kurzer Überblick über Pathogenese, Symptomatologie u. Behandlung der Vergiftung. (Nordisk Md. 32. [IV.] 2239—42. Okt./Dez. 1946. Kopenhagen, Bisperjerg Hosp., Med. Abtlg.) LANGECKER. 4650

M. Marchand, *Durch Calciumnitrat hervorgerufene Nasenperforationen*. In zwei Fabriken, die *Kalksalpeter* herstellen, traten bei 10 bzw. 38% der Arbeiter Perforationen der Nasenscheidewand auf. Sie sind eine Folge der Hygroskopizität u. Ätzwirkg. des *Kalksalpeters*. In Ammonsalpeterfabriken wurden solche Schädigungen nicht beobachtet, in Salpetersäurefabriken nur wenig. Prophylakt. Maßnahmen: Fabrikation in geschlossenen Gefäßen, Staubbeseitigung, Atemmasken, Reinhaltung der Hände u. Nase. (Arch. Maladies profess. Méd. Travail sécurité soc. 5. 167—69. 1943.) BARZ. 4650

M. Duvoir, H. Griffon und L. Dérobert, *Versuche über Vergiftung durch Acetoncyanhydrin*. Das *Acetoncyanhydrin* (*Oxyisobutyronitril*) (I) erwies sich, unabhängig von der Art der Verabfolgung, im Tiervers. (Meerschweinchen, Ratte) als stark tox., bes. bei Einatmung. Letale Dosis 0,005 mg/g Versuchstier. I enthält rund 30% HCN, die durch alkal. Körpersäfte im Organismus schnell abgespalten wird. Die beobachteten Schädigungen durch I sind die gleichen wie bei anderen erstickend wirkenden Giften, bes. akutes Lungenödem u. Hepatonephritis. I wirkt tox. durch die leicht abspaltbare HCN u. durch seinen Molekülkomplex als Ganzes. Gasmasken mit Aktivkohlefiltern bieten gegen I wirksamen Schutz. (Arch. Maladies profess. Méd. Travail Sécurité soc. 5. 14—22. 1943.) BARZ. 4650

H. Schmidt, T. T. Christian und W. M. Smotherman, *Ist Phenothiazin giftig für Pferde?* Kurzer Bericht über Intoxikationserscheinungen bei 7 Tieren, die mit *Phenothiazin* (I) (60 g für Pferde, 30 g für Füllen) behandelt worden waren. 3 Tiere starben nach einiger Zeit unter den Erscheinungen einer akuten hämolyt. Anämie, während sich die übrigen erholten. In demselben Pferdebestand waren vorher 4 Tiere mit bestem Erfolg u. ohne Nebenwirkungen mit I behandelt worden. Die Autoren diskutieren, ob Verunreinigungen der Handelsware oder irgendwelche unbekannte Einflüsse, vielleicht aus dem Futter, für diese Intoxikationen verantwortlich zu machen sind. In einer anschließenden Bemerkung betont **Benjamin Schwarz**, daß unter den bisher behandelten 600 Pferden unter genauer Beobachtung keine Todesfälle oder Erkrankungen durch I vorgekommen sind. Die neuere Literatur läßt erkennen, daß eine Gabe von 30 g (= 0,066 g je kg) vollkommen ausreichend u. ungefährlich ist. (J. Amer. veterin. med. Assoc. 99. 225—29. Sept. 1941. Waco u. Huntsville, Tex., Coll. Stat.) JUNKMANN. 4650

Catherine L. Clark und E. G. C. Clarke, *Katalytische Wirkung von Kupfer bei der Zerstörung von Ricin-Agglutinin durch Wasserstoffsuperoxyd*. (Vgl. BOQUET, C. 1942. II. 687.) Die Verss. sollten die Frage klären, ob *Ricin-Agglutinin* u. *Ricin-Toxin* ident. sind, da bei Blut, das durch Ricin agglutiniert worden ist, nur das Agglutinat Giftwrkg. zeigt, jedoch nicht die überstehende Fl., u. da das Toxin vom Nd. durch HCl getrennt werden kann. Obgleich weder Cu-Salze noch H₂O₂ entgiftende Wrkg. zeigen, zerstört H₂O₂ in Ggw. von Cu-Spuren das Toxin. Zur Feststellung, ob auch das Agglutinin zerstört wird, ließ man Proben von je 5 cem 0,2%ig. Ricinlsg. mit u. ohne H₂O₂, CuSO₄ (1:1000000) u. H₂O₂ + CuSO₄ zunächst 18 Stdn. bei 37° stehen u. prüfte dann ihre agglutinierende Wrkg. gegenüber Schellacksuspensionen. CuSO₄ allein zerstört diese nicht, H₂O₂ allein wenig, H₂O₂ + CuSO₄ dagegen restlos. Reduktionsmittel wie H₂S bewirken kein Wiederauftreten

der Agglutination, die Rk. ist also irreversibel. Daraus wird geschlossen, daß Ricin-Toxin u. Ricin-Agglutinin ident. sind, da beide unter denselben Bedingungen zerstört werden. Das verwendete Ricin wurde nach OSBORNE, MENDEL u. HARRIS (Amer. J. Physiol. **14**. [1905.] 259) dargestellt. (Pharmac. J. **157** ([4] 103.). 410. 28/12. 1946.) KALIX. 4650

Horst Strassburger, *Botulinusintoxikation nach Genuß von Schnittbohnenkonserven*. Bericht über die bakteriolog. u. toxikolog. Unters. von Bohnenkonserven, die zu einer Intoxikation geführt hatten, die aus dem klin. Bild nicht ohne weiteres als Botulinusintoxikation erkennbar war (Brechdurchfälle mit langdauernder nachfolgender Schwäche). Als Ursache konnte Botulinusintoxikation sehr wahrscheinlich gemacht werden. (Arch. Hyg. Bakteriol. **131**. 35—38. 16/11. 1943. München, Univ., Hygien. Inst.) JUNKMANN. 4650

Henri Heim de Balsac und **G. Rullier**, *Vergiftungen durch Enteneier. Wichtigkeit ihrer Verhinderung für die Eierproduktion*. Enteneier aus den verschiedensten Gegenden Frankreichs zeigten in sehr zahlreichen Fällen eine Infektion mit äußerst giftigen *Salmonella*-Keimen. Das erzeugte Krankheitsbild wird beschrieben. Die Giftwrkg. wird aufgehoben durch langes Kochen (15—18 Min.). Auch eine Verwendung in Backwerk ist wegen der hohen Backtemp. ungefährlich. (C. R. heb. Séances Acad. Agric. France **30**. 64—66. 1944.) GRIMME. 4650

M. Duvoir und **L. Dérobert**, *Oxydoreduktionen und gewerbliche Gifte. Beitrag zur Pathogenese der gewerblichen Vergiftungen*. Vff. geben nach Erläuterungen des Begriffes der Oxydoreduktionsvorgänge im Organismus einen Überblick über die durch einige Gifte (HCN, Cyanide, CO, H₂S, Methylalkohol, Hämoglobingifte, Pb, A., CS₂, Bzl.) im Organismus ausgelösten Veränderungen u. kommen zu dem Schluß, daß nicht nur die paradoxen Vergiftungserscheinungen, sondern die Vergiftungen selbst nur auf einer Veränderung der Oxydoreduktionsvorgänge im Körper beruhen. Resistenz gegen die Vergiftungen oder eine besondere Disposition dafür hängen nur von der Größe der Gewebeaktivität ab. Jeder Organismus reagiert gemäß seinem Oxydoreduktionsvermögen. (Arch. Maladies profess. Méd. Travail sécurité soc. **5**. 125—55. 1943.) BARZ. 4671

H. Gerbis, *Schwere Arsenwasserstoffvergiftung in einer Offsetdruckerei*. Ein Offsetdrucker hatte an 2 aufeinanderfolgenden Tagen seine Stahlwalzen mit einer As-haltigen HCl gereinigt u. erkrankte an schwerer Arsenwasserstoffvergiftung. (Arbeitsschutz **1944**. III. 175—76. 25/10. Berlin.) GRIMME. 4671

F. Pharmazie. Desinfektion.

N. V. „Was“ Import-Export-Fabricatie V. N. De Wit Hzn., Holland, *Salbengrundlage*. Man chloriert natürliche oder synthet. bei gewöhnlicher Temp. feste Paraffine bei erhöhten Temp., bis die gewünschte salbenartige Konsistenz erreicht ist, u. entfernt dann den in der M. noch enthaltenen Chlorwasserstoff. Die erhaltenen Prodd. können ohne Hautschädigungen zu Salben, Pomaden u. ähnlichen kosmet. Erzeugnissen verwendet werden. — Man erhitzt 100 kg synthet. Paraffin mit einem F. von 85° auf ca. 120°, leitet ½ Sde. lang einen starken Cl₂-Strom durch die Schmelze u. neutralisiert dann durch Waschen mit einer verd. Na-Carbonat-Lösung. Das erhaltene Prod. ähnelt in allen seinen Eigg. der Vaseline u. kann in gleich guter Weise wie diese zu Salben u. ähnlichen Prodd. verarbeitet werden. (F. P. 902 591 vom 11/3. 1944, ausg. 4/9. 1945. Holl. Prior. 19/3. 1943.)

ROICK. 4797

* **Croda Ltd.**, übert. von: **Edgar S. Lower**, *Wollfettpräparat für pharmazeutische Zwecke*. *Wollwachsalkohole* oder ihre natürlichen oder synthet. Ester werden zusammen mit *hydrierten Glyceriden* in W. emulgiert u. gegebenenfalls noch andere pharmazeut. wirksame Stoffe zugesetzt. Die Emulsion wird als solche verwendet oder durch geeignete Zusätze zu einem Salbengrundstoff verarbeitet. (E. P. 572 318, ausg. 2/10. 1945.) KALIX. 4797

Jacques Baisse, Frankreich, *Herstellung stabiler Wismutsalösungen in Öl*. Nach dem Beispiel wird zunächst eine alkoh. Lsg. von Na-Alkoholat mit Abietinsäure u. Glycerin (I) versetzt; Lsg. A. Als Lsg. B wird Bi-Nitrat in I u. absol. A. gelöst, u. dann werden beide Lsgg. vereinigt. Der Nd. wird separiert u. in n-Hexan gelöst, geklärt u. zur Trockne verdampft. Das erhaltene Prod. ist lösl. z. B. in Olivenöl u. injizierbar. (F. P. 905 564 vom 29/6. 1944, ausg. 7/12. 1945.)

SCHINDLER. 4805

Air Reduction Co., Inc., New York, übert. von: **Hoke S. Miller**, Stamford, Conn., V. St. A., *Herstellung von Äthylen durch Wasserabspaltung aus Äthylalkohol und Diäthyläther*, wobei diese in Dampfform bei 275—375° über säureakt. Ton geleitet werden. Man geht z. B. von Bentonit oder Montmorillonit aus u. behandelt diese mit einer heißen verd. Säure, z. B. mit 25%ig. H₂SO₄. Das erhaltene Äthylen ist frei von CO u. a. Verunreinigungen. Es ist geeignet zur Anästhesie. — Zeichnung. (A. P. 2 378 236 vom 2/5. 1944, ausg. 12/6. 1945.)

F. MÜLLER. 4807

Karl Arvid Johannes Wretling, Schweden, *Herstellung von Aminosäurepräparaten für die intravenöse Zuführung von Nährstoffen*. Die durch enzymat. Proteolyse von Proteinen gewonnenen Aminosäuren werden von höhermolekul. Proteinbestandteilen durch Dialyse oberhalb 45°, jedoch nicht oberhalb 85°, zweckmäßig bei 70—80°, getrennt. Bei diesen Temp. entwickeln sich keine Mikroben u. verläuft die Dialyse ohne zu weitgehenden Abbau der Aminosäuren u. Dunkelfärbung. — Beispiel für den Abbau von Casein oder Bluteiweiß mit Trypsin oder anderen Proteasen u. anschließende Dialyse. (F. P. 909 412 vom 23/2. 1945, ausg. 8/5. 1946.) DONLE. 4807

F. Hoffmann-La Roche & Co., Akt.-Ges., Schweiz, Herstellung von Polysaccharid-derivaten. In Polysaccharide, wie Cellulose, Stärke, Pektin, Chondrosin usw. werden zunächst ätherartig gebundene Säuregruppen eingeführt, u. dann werden die noch freien Oxygruppen mit H_2SO_4 verestert. Man setzt also z. B. Cellulose zunächst in Glykolsäureäther $(C_6H_7O_4 \cdot OCH_2COOH)_x$ u. diese dann in Polyschwefelsäureester $[C_6H_7O_2(OCH_2COONa)(OSO_3Na)]_x$ um. Anstatt der Glykolsäureäthergruppen können auch andere Säurereste, z. B. mit β -Bromäthansulfonsäure, eingeführt werden. Es entstehen dann etwa Cellulose- β -oxyäthansulfonsäureäther $(C_6H_7O_4 \cdot OCH_2CH_2SO_3Na)_x$ u. zugehörige Polyschwefelsäureester $[C_6H_7O_2(OCH_2CH_2SO_3Na)(OSO_3Na)]_x$. Es ist nicht nötig, genau eine Säuregruppe pro Polysaccharideinheit, d. h. pro Gruppe $C_6H_{10}O_6$, einzuführen; vielmehr eignen sich auch Prodd., die mehr oder weniger Äthersäurereste enthalten, für die Herst. von Polyschwefelsäureestern. Auch brauchen nicht alle Oxygruppen, die noch übrig sind, durch H_2SO_4 verestert zu sein. — Die neuen Verbb. verhindern wirksam die Blutkoagulation u. sind wenig toxisch. — Z. B. werden 3 Teile Celluloseglykolsäureäther (COWDHURY, Biochem. Z. 148, [1924.] 76) in 30 (Vol.-Teilen) Pyridin u. 7 $ClSO_3H$ 5 Stdn. bei 85° gerührt, das Gemisch mit Eis zers., aus der leichter in W. lösl. Schicht der Celluloseglykolsäureätherpolyschwefelsäureester mit A. gefällt, in W. gelöst, die Lsg. mit NaOH neutralisiert, das Na-Salz in A. gefällt, dialysiert u. aus der wss., konz. Lsg. wieder mit A. gefällt. S-Geh. ca. 14,5%. — Weitere Beispiele für die Umsetzung von Cellulose mit β -bromäthansulfonsäurem Na (I) zum Na-Salz von Cellulose- β -oxyäthansulfonsäureäther u. einem Polyschwefelsäureester (17,2% S); von lösl. Stärke mit Chloressigsäure u. Na-Salz von Stärkeglykolsäureäther u. dann zum Schwefelsäureester (Na-Salz); von Glykogen mit I zu Glykogen- β -oxyäthansulfonsäureäther u. zum Schwefelsäureester. (F. P. 894 508 vom 8/5. 1943, ausg. 27/12. 1944. Schw. Prior. 21/8. 1942.) DONLE. 4807

Diwag Chemische Fabriken Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung von Phenol-Alkanolamin-Kohlensäureestern. Man setzt ein Phenol in Ggw. einer organ. Base mit einem Chlorkohlensäurehalogenalkylester um u. läßt auf das Reaktionsprod. ein Alkylamin, z. B. Trimethylamin, einwirken. Die Rk. verläuft z. B. wie folgt: $Br \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot O \cdot CO \cdot Cl$ (I) + $C_6H_5 \cdot OH \rightarrow Br \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot O \cdot CO \cdot OC_6H_5 \xrightarrow{N(CH_3)_3} (CH_3)_3N \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot O \cdot CO \cdot OC_6H_5$ (IV).

Geht man von Diäthylstilböstrol (II) u. I aus, so ergibt sich folgendes Reaktionsbild:

$$2Br \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot O \cdot CO \cdot Cl + HO \cdot C_6H_4 \cdot \overset{C_2H_5}{\underset{|}{\dot{C}}} : C \cdot C_6H_4 \cdot OH \rightarrow Br \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot O \cdot CO \cdot O \cdot C_6H_4 \cdot \overset{C_2H_5}{\underset{|}{\dot{C}}} :$$

$$C \cdot C_6H_4 \cdot O \cdot OC \cdot O \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot Br \text{ (V)} \rightarrow (CH_3)_3N \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot O \cdot CO \cdot OC_6H_4 \cdot \overset{C_2H_5}{\underset{|}{\dot{C}}} : C \cdot C_6H_4 \cdot O \cdot \overset{C_2H_5}{\underset{|}{\dot{C}}} :$$

$$OC \cdot O \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot N \{ (CH_3)_3 \text{ (III)}. \text{ — Z. B. werden 9,4 g Phenol u. 7,9 g Pyridin in } 100 \text{ cm}^3$$

wasserfreiem Bzl. gelöst, in die Lsg. 18,75 g Chlorkohlensäure- β -bromäthylester tropfenweise eingerührt, die Lsg. einige Stdn. am Rückfluß zum Sieden erhitzt, filtriert, mit Eiswasser u. verd. NaOH gewaschen u. das Bzl. verjagt. Zu 20,5 g des öligen Rückstandes, Kohlensäurephenol- β -bromäthylester, gibt man 70 cm³ Bzl., versetzt die Lsg. mit 60 cm³ einer 15%ig. Lsg. von Trimethylamin in Bzl., erhitzt im verschlossenen Rohr auf 60—70°, usw.; Phenolcholinbromidkohlensäureester, IV, F. 124—126° (Zers.). — Ein weiteres Beispiel für die Herst. von Diäthylstilböstrolcholinbromidkohlensäureester (III) aus *trans-4,4'-Di-oxy- α , β -diäthylstilben* (II) u. I [als Zwischenprod. entsteht Dioxy- α , β -diäthylstilben- β -bromäthylkohlensäureester (V), F. 122—125°]. F. von III 196—197,5° (Zers.). III wird als Heilmittel verwendet. (F. P. 897 840 vom 6/9. 1943, ausg. 3/4. 1945. D. Prior. 30/12. 1941.)

DONLE. 4807

* **Kurt I. Jacobsohn**, *Antisepticum*. Ein *Aryldioxybenzol* oder *Arylchloroxybenzol* wird in einem wss. Medium dispergiert, dem als Emulgator ein wasserlös. Alkylsulfat oder Sulfonat zugesetzt wird, dessen Alkylgruppe mindestens 8 C-Atome enthält. Die Emulgierung muß so geregelt werden, daß das W. die kontinuierliche Phase bleibt. Dann kann die Dispersion mit jeder beliebigen Menge W. verd. werden, ohne sich dabei zu trüben. (E. P. 572 368, ausg. 4/10. 1945.)

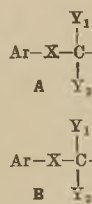
KALIX. 4807

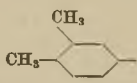
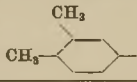


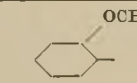
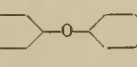
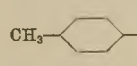
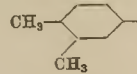
* **Wellecome Foundation Ltd. und Walter M. Duffin**, *Dibenzyl-derivate*. α,α' -Diäthyl-4-oxydibenzyl, ein baktericides Mittel, wird entweder durch Red. von α,α' -Diäthyl-4-oxystilben oder durch Hydrolyse des entsprechenden 4-Äthers des α,α' -Diäthyl-dibenzyls hergestellt. (E. P. 558 273, ausg. 30/12. 1943.)

SCHWECHTEN. 4807

I. R. Geigy A. G., Schweiz, *Herstellung von Aminoalkyläthern von Alkoholen der aromatisch-aliphatischen Reihe* der nebenst. allg. Formel A, in der Ar einen Arylrest,

X eine direkte Bindung oder einen organ. Rest, der auch Heteroatome enthalten kann, Y_1 Wasserstoff oder ebenso wie Y_2 einen KW-stoff-Rest u. Z einen N-disubstituierten Aminoalkylrest bedeuten, nach an sich bekannten Methoden aus Alkoholen der nebenst. Formel B oder ihren funktionellen Derivv. mit N-disubstituierten Aminoalkoholen oder ihren funktionellen Derivaten; oder durch Umsetzung von Alkylenhalogenhydrinen oder Alkylen-dihalogeniden mit den genannten Alkoholen oder ihren Derivv. u. Behandlung der entstehenden Halogenalkyläther mit sek. oder tert. Aminen. Die N-disubstituierten Aminolalkyläther können quaternär gemacht werden. — Z. B. läßt man in eine Suspension von 20 (Teilen) NaNH_2 in 300 Bzl. 75 *n*-Propylphenylcarbinol eintropfen, rührt 1 Stde. bei 60°, erhitzt mit 70 β -Chloräthyl-diäthylamin (II) 6 Stdn. am Rückfluß, versetzt mit W., extrahiert mehrmals mit 10%ig. HCl, macht mit KOH alkal., löst die ausfallende Base in Ae. u. destilliert. Kp.₁₂ 139—142°. Die gleiche Verb. durch Umsetzung von Diäthylaminoäthanol in Ggw. von Na u. Bzl. mit α -*n*-Propylbenzylchlorid. Geht man anstatt von *n*-Propylphenylcarbinol von anderen Alkylphenylcarbinolen aus, so erhält man folgende Verb.: A (Alkylrest des Alkylphenylcarbinols) = CH_3 , Kp.₁₄ 134—136°; A = $\text{CH}_2\cdot\text{CH}_3$, Kp.₁₂ 135—139°; A = $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$, Kp.₁₂ 132—135°; A = $\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}(\text{CH}_3)_2$, Kp.₁₂ 152—156°; A = $\text{CH}_2\cdot\text{CH}(\text{CH}_3)_2$, Kp.₁₂ 135—139°. — Aus



Ar	Y	Kp.	Druck (mm Hg)
	$-(\text{CH}_2)_2\cdot\text{CH}_3$	165—170	12
	$-(\text{CH}_2)_3\cdot\text{CH}_3$	123—126	0,7
	$-(\text{CH}_2)_2\cdot\text{CH}_3$	167—171	12
	$-(\text{CH}_2)_2\cdot\text{CH}_3$	138—144	0,02
	$\begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{CH}_2 \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{CH}_2 \quad \text{CH} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_2-\text{CH}_2 \end{array}$	161—163	0,9
	$-(\text{CH}_2)_2\cdot\text{CH}_3$	160—162	0,08
	$-\text{C}_6\text{H}_5$	144—146	0,1
	$-\text{C}_6\text{H}_5$	153—155	0,08

Äthylenchlorhydrin (I) u. α -Isobutylbenzylchlorid (aus Isobutylphenylcarbinol u. SOCl_2) in Ggw. von Na Chloräthyl- α -isobutylbenzyläther, Kp.₁₅ 122—125°; hieraus mit Diäthylamin Diäthylaminoäthyl- α -isobutylbenzyläther, Kp.₁₂ 143—149°. I kann durch Äthylenbromhydrin ersetzt werden. — Aus Diäthylaminoäthyl-*n*-propylbenzyläther u. Benzylchlorid oder $\text{C}_2\text{H}_5\text{J}$ quaternäre Basen. — Aus *n*-Propylphenylcarbinol-Na u. β -Chloräthylpiperidin eine Base vom Kp._{0,4} 128—130°. — Aus Isobutylphenylcarbinol-Na u. γ -Chlorpropyläthylamin eine Verb. vom Kp.₁₂ 166—167°. In analoger Weise kann man von sek.-Butylphenylcarbinol ausgehen. — Aus Benzhydröl u. II in Ggw. von Na eine Verb. vom Kp._{0,15} 140 bis 142°; Hydrochlorid, F. 142°. Entsprechender Cyclohexylphenyläther, Kp._{0,6} 130—132°; Cyclopentylphenyläther, Kp._{1,6} 130—133°; Cycloheptylphenyläther, Kp._{1,5} 151—156°. — Aus Isobutyl-*o*-methylphenylcarbinol (III), Kp.₁₂ 120—125°, F. 68—69°, u. II in Ggw. von NaNH_2 eine Verb. vom Kp.₁₂ 158—161°. An Stelle von III kann man sek.-Butyl-*o*-methylphenylcarbinol verwenden. In analoger Weise entstehen Verbb. $\text{Ar}-\text{CH}(\text{Y})-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$, die in der nebenst. Tabelle zusammengefaßt sind.

Aus *n*-Propyl-(phenyläthyl)-carbinol-Na u. II ein Prod. vom Kp._{0,07} 119—121°; hieraus durch Hydrierung mit Pt u. RANEY-Ni der entsprechende *n*-Propyl-(phenyläthyl)-carbinoläther, Kp._{0,15} 113—115°. Diese Verb. auch aus Dihydrozimaldehyd. — Aus *n*-Propyl-(phenoxy-methyl)-carbinol u. II eine Base vom Kp.₁₂ 175—177°. — Aus *n*-Propylbenzylcarbinol-Na u. II eine Verb. vom Kp.₁₂ 155—159°. In analoger Weise Phenylbenzylcarbinyl-diäthylaminoäthyläther, Kp._{1,9} 171—173°. — Aus Cyclohexylmethylphenylcarbinol-Na u. II ein Aminoäther vom Kp._{0,1} 152—155°. — Weiter sind genannt: Styrylbenzyl- oder Chlorbenzylcarbinyl-diäthylaminoäthyläther; *o*- u. *p*-Tolylbenzylcarbinyl-diäthylamino- oder -dimethylaminoäthyläther; Cyclohexyl- oder Cyclopentylbenzylcarbinyl-diäthyl- oder -dimethylaminoäthyläther. — Die Prodd. haben eine antispasmod. Wrkg. wie Atropin, bes. auf die glatte Eingeweidemusculatur, ferner eine papaverinartige, eine anästhesierende u. baktericide Wirkung. (F. P. 898 245 vom 22/9. 1943, ausg. 13/4. 1945. Schwz. Prior. 23/9. 1942.)

DONLE. 4807

F. Hoffmann-La Roche & Co., Akt.-Ges., Schweiz, Herstellung von 3,4-Di-(*p*-oxyphenyl)-hexadien-(2,4) (I). 3,4-Di-(*p*-oxyphenyl)-hexandiol-(3,4) (II) wird in seine *Meso*-u. seine *rac.* Form zerlegt u. dann jede dieser Formen für sich mit Essigsäureanhydrid oder -chlorid behandelt. — Z. B. werden 10 (Teile) rohes II (durch Red. von *p*-Oxypropionphenon gewonnen) 20 Min. mit 40 Essigsäureanhydrid erhitzt. Durch Filtrieren der abgekühlten Lsg. erhält man die *Meso*form von 3,4-Di-(*p*-acetoxyphenyl)-hexandiol-(3,4), F. 208—210°, durch Eindampfen der Mutterlauge die *rac.* Form vom F. 83—84°. 10 einer der beiden Formen werden mit je 50 Essigsäureanhydrid u. -chlorid 4 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Hexandiäcetat, F. 122—123°, das zu 3,4-Di-(*p*-oxyphenyl)-hexadien-(2,4) (I), F. 226—228°, hydrolysiert werden kann. (F. P. 912 371 vom 16/7. 1945, ausg. 7/8. 1946. Schwz. Prior. 5/12. 1944.)

DONLE. 4807

* Distillation Products Inc., Vitamin-A-Präparat. Fischlebertran wird verseift u. aus dem unverseifbaren Anteil durch eine nichtdestruktive Hochvakuumdest. bei Temp. nicht über 150° die vitamin-A-haltige Komponente abgeschieden. Das so erhaltene Öl wird dann durch längeres Erhitzen auf 150—300° aktiviert. (E. P. 560 077, ausg. 20/5. 1945.)

KALIX. 4809

* Kinya Nagao, Gewinnung von Vitamin B₂. Reiskeime werden 3 Stdn. in W. oder 0,1%ig. Essigsäure eingeweicht, die äußerlich anhaftende Fl. durch Zentrifugieren entfernt, die feuchte, feste M. mit Dampf behandelt u. dann mit *Eremothecium Ashbyi* impft. Nach 3—4 tägiger Inkubation bei 28—30° enthält die getrocknete Kultur im Gramm 5000—7000 γ Riboflavin. (Jap. P. 162 364, ausg. 2/3. 1945.)

KALIX. 4809

Pyridium Corp., Edmond Thomas Tisza, Bernard Francis Duesel und Harris Leonard Friedman, V. St. A., Herstellung von Nicotinsäureamid (I) durch alkal. Hydrolyse von 3-Cyanpyridin (II). Die anfallende Menge I steht im umgekehrten Verhältnis zur Alkalität der Hydrolysierungslösung. Man erhitzt daher die II-Lsg. in Ggw. geringer Mengen an alkal. Stoffen, wie NH_3 , Alkalihydroxyd, -bicarbonat, -carbonat, -borat, saurem Alkaliphosphat, Alkalinicotinat, -acetat, Erdalkalihydroxyd, Trimethyl-, Triäthylamin usw. Arbeitet man unter Druck, so kann auch W. allein die Hydrolyse bewirken. Die „partielle“ Hydrolyse von II zu I ist beinahe quantitativ, d. h. es bildet sich nur eine geringe Menge nicotinsaures Alkali. — Z. B. werden 110 g II (98%ig.) in 110 ccm W. am Rückfluß zum Sieden erhitzt u. die sd. Lsg. langsam mit 28 ccm NaOH -Lsg. versetzt ($\frac{1}{2}$ Stde.). Dann läßt man noch eine weitere halbe Stde. sd., dest. 80—85 ccm W. ab u. dampft die konz. Lsg. auf dem Dampfbad zur Trockne. Der Rückstand wird in 1300 ccm sd. Aceton gelöst, filtriert, entfärbt u. abgekühlt. Ausbeute: 75 g Kristalle vom F. 128,5—129,5°. — Weitere Beispiele. (F. P. 913 468 vom 20/8. 1945, ausg. 11/9. 1946. A. Prior. 28/8. 1942.)

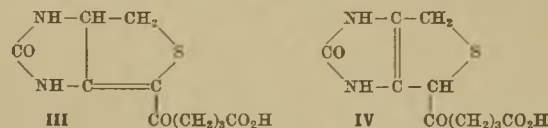
DONLE. 4809

* Merck & Co., Inc., Synthese von Vitamin B₆. 2-Methyl-3-amino-4-(äthoxymethyl)-5-(aminomethyl)-pyridin (oder ein Hydrohalogenid davon) wird durch Erhitzen mit

Halogenwasserstoffsäure in ein Dihydrohalogenid von 2-Methyl-3-amino-4-(halomethyl)-5-(aminomethyl)-pyridin verwandelt, das Reaktionsprod. zur Umsetzung der Halomethyl- in die Oxymethylgruppe mit W. gekocht u. dann zu Vitamin B₅ diazotiert. Es kann auch so verfahren werden, daß man 3-Cyan-4-(äthoxymethyl)-6-methyl-2(1)-pyridon nitrirt, das Reaktionsprod. zur entsprechenden Aminoverb. red., diese mit PCl₅ behandelt, wobei 2-Methyl-3-amino-4-(äthoxymethyl)-5-cyan-6-chlorpyridon entsteht, mit H₂ in Ggw. eines Katalysators red., das Reaktionsprod. zu 2-Methyl-3-amino-4-(oxymethyl)-5-(aminomethyl)-pyridin hydrolysiert u. dieses schließlich diazotiert. (E. PP. 557 804 u. 557 805, ausg. 7/12. 1943.) KALIX. 4809

Merck & Co., Inc., V. St. A. (Erfinder: Dorothea Heyl, Stanton A. Harris und Karl Folkers), Herstellung von 2-Methyl-3-oxo-4-aminomethyl-5-oxymethylpyridin (I). Ein 2-Methyl-3-oxo-4-alkoxymethyl- oder -aryloxy-methyl- oder -aralkoxy-methyl-5-oxymethylpyridin wird mit NH₃, vorzugsweise in einem niedrigen aliphat. Alkohol bei etwa 140° umgesetzt. — Z. B. erhitzt man 30 g 2-Methyl-3-oxo-4-methoxymethyl-5-oxymethylpyridinhydrochlorid, 400 ccm Methanol u. 400 ccm fl. NH₃ unter Druck 16 Stdn. auf 140°, verjagt dann Methanol u. NH₃. Das rohe I wird in W. unter Zugabe von NaOH (pH 8–9) gelöst, das NH₃ unter vermindertem Druck vertrieben, der beim Abkühlen ausfallende Nd. in verd. Säure gelöst, mit Kohle behandelt, die Lsg. filtriert und mit NaOH versetzt. I, F. 193–193,5°. Dihydrochlorid, F. 226–227°; Hydrobromid; Sulfat. — I oder seine Salze können in 2-Methyl-3-oxo-4,5-bis-(oxymethyl)-pyridin (Vitamin B₅) (II) übergeführt werden: z. B. gibt man zu einer Lsg. von 1 g I in 13 ccm nHCl eine Lsg. von 0,3 g NaNO₂ in W., zerstört nach einigen Min. überschüssige salpetrige Säure mit Harnstoff u. engt die Lsg. unter vermindertem Druck ein. Hydrochlorid von II. — Die wachstumsfördernde Wrkg. von I auf gewisse Organismen ist derjenigen von II mehrere hundertmal überlegen. (F. P. 917 278 vom 13/11. 1945, ausg. 31/12. 1946. A. Prior. 14/7. 1944.) DONLE. 4809

* **F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Bicyclische Schwefelverbindungen.** Zwischenprod. zur Herst. von Wuchsstoffen mit der Wrkg. des Biotins erhält man durch Behandlung von Thioäthern von 5-(Mercaptomethyl)-hydantoinen mit die Abspaltung von W. erleichternden Kondensationsmitteln. — Erhitzt man 1 (g) 5-(Carboxymethylmercaptomethyl)-hydantoin u. 7 POCl₃ 2 Stdn. auf einem Dampfbad, so kryst. das bicycl. Kondensationsprod. in tafelnähnlichen Krystallen, F. 202–204°, aus. Erhitzt man in ähnlicher Weise 1 5-(5-Carboxy-2-oxopentylmercaptomethyl)-hydantoin mit 5 konz. H₂SO₄, so erhält man ein in Alkalien lösl. Kondensationsprod., F. 338–342°, von der Zus. I oder II mit einem Lactonring in der Seitenkette. E. P. 576 494 befaßt sich mit der Herst. einer freien Oxosäure der Zus. III



freien Oxosäure der Zus. III oder IV. Man behandelt das 5-(5-Carboxy-2-oxopentylmercaptomethyl)-hydantoin mit einem die Abspaltung von W. erleichternden Kondensationsmittel. Das erste Kondensationsprod. ist I bzw. II. Als zweite Fraktion erhält man die freie Oxosäure, C₁₀H₁₂O₄N₂S, farblose Krystalle, F. 196–198°. (E. PP. 576 489 u. 576 494, ausg. 5/4. 1946.) ROICK. 4809

F. Hoffmann-La Roche & Co., Akt.-Ges., Schweiz, Herstellung von Pantothensäure und ihren Salzen. Man läßt Oxydationsmittel auf das 3'.4'-Dioxybutylamid von α,γ -Dioxy- β,β -dimethylbuttersäure (I) oder seine im Buttersäurerest diacylierten Derivv. einwirken. Geht man von der (+)-Verb. aus, so entsteht die natürliche d(+)-Pantothensäure. Bes. geeignete Oxydationsmittel sind Permanganate. — Mit mäßig wirkenden Oxydationsmitteln, wie Perjodsäure u. ihren Salzen, gelingt es, den entsprechenden Aldehyd, nämlich d(+)- α,γ -Dioxy- β,β -dimethylbuttersäure-(3'-oxopropyl)-amid (II), zu fassen. Dieser kann mit Ag₂O in Ggw. von Alkali- oder Erdalkalihydroxyden weiter oxidiert werden. — Beispiele für die Herst. von pantothensaurem Ca aus I mittels Ba(MnO₄)₂, dann CaCO₃, oder direkt mit Ca(MnO₄)₂, von II mit KJO₄. Kp._{0,05} von II 130°. Aus II mit Ag₂O u. Ba(OH)₂ Ba-d(+)-Pantothemat. (F. P. 904 297 vom 16/5. 1944, ausg. 31/10. 1945. Schwz. Priorr. 6/9. u. 7/9. 1943.) DONLE. 4809

Niederlandsche Organisatie voor Toegepastnatuurwetenschappelijk Onderzoek ten Behoeve van de Voeding, Holland, Herstellung von Ketogulonsäure (I) und ihren Estern. Bei der

direkten Oxydation von Sorbose (II) mit HNO_3 bilden sich u. a. Nebenprodd. auch Ester von I mit HNO_3 , die nach einiger Zeit in der neutralisierten u. im Vakuum eingeengten Lsg. unter Entw. nitroser Gase die Entstehung von Oxydationsprodd. u. eine erhebliche Verminderung der Ausbeute verursachen. Sie können mit Hilfe von Reduktionsmitteln, wie SO_2 , Zn u. Säure u. bes. mit H_2S , zers. werden. Die unerwünschten Nebenprodd. werden ganz oder zum großen Teil dadurch abgetrennt, daß nach der Oxydation die neutrale oder schwach saure Lsg. der Oxydationsprodd. mit Pb-Verbb., bes. mit Pb-Acetat, behandelt wird, wobei die Begleitstoffe ausfallen. Das Filtrat wird mit H_2S oder H_2SO_4 von den Pb-Verbb. befreit. Man kann die Pb-Salze auch v. o. den Reduktionsmitteln einwirken lassen. Wird mit H_2S red., so bewirkt er in diesem Falle gleichzeitig die Ausfällung der Pb-Ionen u. damit eine Vereinfachung des Verfahrens. I wird z. B. dadurch isoliert, daß man sie in der Reaktionslsg. mit Methylalkohol veräthert u. als Methyläther nach Einengung auskristallisieren läßt. Die Lsg. kann auch direkt auf Ascorbinsäure verarbeitet werden. — Z. B. werden 5 g II in 10 ccm W. gelöst, auf dem sd. Wasserbad mit 10 ccm HNO_3 (D. 1,4), die auf 100° erhitzt wurde, versetzt, das Gemisch nach 5 Min. auf Eis gegossen, mit CaCO_3 neutralisiert, filtriert, im Vakuum auf 20 ccm eingeengt, in 150 A. gegossen, der Nd. mit A. gewaschen. 3,45 g Ca-Salz. Wird in die Lsg. nach der Neutralisierung jedoch H_2S eingeleitet, so steigt die Ausbeute auf 3,5 g. Wird nun das Ca durch Oxal- oder Schwefelsäure entfernt u. das Filtrat mit Methanol veräthert, so erhält man nur ausnahmsweise den Methyläther von I, meist dagegen einen dunklen, nicht kristallisierenden Sirup. Zur Reinigung werden 2 g Ca-Salz nach wiederholter Fällung mit A. in 3 ccm W. gelöst, die Lsg. mit einer Lsg. von 0,8 g $\text{Pb}(\text{OOC-CH}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ in 3 ccm W. versetzt, der Nd. abzentrifugiert, in W. suspendiert, wieder zentrifugiert, die Restfl. mit H_2S von Pb befreit, im Vakuum stark eingeengt, in A. gegeben, der Nd. abfiltriert. Gewicht 1,35 g; Geh. an I 37%, an Ca 10,07%. — Weitere Beispiele. (F. P. 896 913 vom 2/8. 1943, ausg. 7/3. 1945. Holl. Prior. 27/7. 1942 u. 3/7. 1943.) DONLE. 4809

Niederländische Centrale Organisatie Voor Toegepast-Natuurwetenschappelijk Onderzoek Holland, Ascorbinsäure aus Derivaten der 1-Keto-2-gulonsäure. Man kann in leichter Weise u. guter Ausbeute Ascorbinsäure (I) dadurch erhalten, daß man Ester von Monomethylenäthern der 1-Keto-2-gulonsäure (II), z. B. die Methyl-, Äthyl- oder Butylester der Monoaceton-1-keto-2-gulonsäure, in W. bei Temp. über 120° , vorteilhaft um 140° , erhitzt. — Man erhitzt 87,5 g Monoacetonketogulonsäureäthylester u. 1 Liter W. 100 Min. bei $135\text{--}140^\circ$ in einem Autoklav. Man erhält I in einer Ausbeute von 59% der Theorie. — Die als Ausgangsverbb. dienenden Ester der Monomethyläther der II erhält man leicht durch Erhitzen der Bimethylenäther der II, z. B. Diacetonketogulonsäure, mit einem Alkohol, einer kleinen Menge eines Veresterungskatalysators, wie H_2SO_4 , u. gegebenenfalls einer geeigneten Hilfsfl., wie Bzl., für die anschließende azeotrop. Dest., wobei Veresterung u. Aufspaltung des Bimethylenäthers zum Monomethylenäther eintritt. (F. P. 906 192 vom 31/7. 1944, ausg. 26/12. 1945. Holl. Prior. 4/8. 1943.) ROICK. 4809

Chinoin, Gyógyszer és Vegyészeti Termékek Gyára R. T. (Erfinder: Dr. Kereszty, Dr. Wolf und Dr. Zoltán Földi), Herstellung von Vitamin C. Als Ausgangsprodd. werden die Ketogulonsäure, ihre Monomethylenäther oder ihre Salze benutzt, vorzugsweise die Diacetonketogulonsäure. Man unterwirft sie in wasserfreier Umgebung ohne Erwärmung der Einw. einer Cl-haltigen Säure, z. B. von trockenem HCl-Gas in Ggw. von (wasserfreier) Ameisensäure. Das HCl-Gas wird unter Eiskühlung eingeleitet, bis eine bestimmte Gewichtszunahme eingetreten ist, dann läßt man das Gemisch 8 Tage bei n. Temp. stehen. Anschließend vertreibt man HCl u. Ameisensäure durch Einleiten von CO_2 , worauf ein braunes Öl hinterbleibt. Dieses wird mit Butylalkohol vermischt, worauf sich nach einiger Zeit ein Reaktionsprod. mit dem F. 179° (aus Ae. umkryst.) ausscheidet. Titration mit Jod ergibt einen Geh. von 96% Vitamin C. (F. P. 899 801 vom 16/11. 1943, ausg. 12/6. 1945. Ung. Prior. 7/5. 1942.) KALIX. 4809

G. Analyse. Laboratorium.

I. Amdur und C. F. Glick, *Die stationäre Empfindlichkeit eines Vakuumbolometers.* Die Theorie über die Empfindlichkeit eines Vakuumbolometers als Funktion der Arbeitstemp. wurde bisher aus der Gleichung für die Wärmeleitfähigkeit entwickelt ohne Berücksichtigung der Wärmeleitfähigkeit des Drahtes selbst u. dessen Widerstandsänderung bei Temperaturzunahme, die bis zu 50% betragen kann gegenüber dem Anfangswiderstand. Die von Vff. entwickelte Theorie entspricht sehr gut den experimentellen Ergebnissen an Bolometern mit geschwärzten Drähten. In einem Anhang werden die Verss. auch an Bolometern im gasgefüllten Raum beschrieben, in dem die Wärmeleitung durch die Moll. vorherrscht. (Rev. sci. Instruments 16. 117—124. Mai 1945. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol., Res. Labor. of Phys. Chem.) ROEDER. 5016

L. Kofler und Maria Brandstätter, *Molekulargewichtsbestimmung unter dem Mikroskop*. Mit Hilfe des Mikro-F.-Geräts (C. 1942. II. 2510) können Kryoskop. Molekulargewichtsbestimmungen auf 2 Arten ausgeführt werden: 1. zwischen Objektträger u. Deckglas. Die Best. ist mit Campher als Lösungsm. wegen seiner großen Flüchtigkeit nicht möglich; dagegen erweist sich Bornylchlorid als brauchbar; 2. in zugeschmolzenen F.-Capillaren auf dem Heizmikroskop. Dabei kann Campher u. jedes andere Lösungsm. verwendet werden. Eine Entmischung durch Sublimation verhindert man, indem man das Capillarröhrchen in einen dünnen, mit einem Beobachtungsfenster versehenen Metallblock einführt, der auf der schiefe gestellten Heizplatte des Mikro-F.-Geräts aufliegt. Diese Anordnung bietet den Vorteil, daß man unter dem Mikroskop das Schmelzen der letzten Krystallreste leichter u. sicherer verfolgen kann als durch Beobachtung mit freiem Auge oder mit der Lupe. (Mikrochemie 33. 20—24. 24/10. 1946.) WESLY. 5018

S. J. Gregg, *Eine elektrische Sorptionswaage*. Die in ihrer Ausführung genauer beschriebene, zur Selbstherst. geeignete Waage mit einem Waagebalken aus Pyrexglas (Abb.) ist bes. für die Unters. von Adsorptions-Desorptions- u. Dissoziationsvorgängen geeignet. Die Best. der M. erfolgt nicht durch Vgl. mit Gewichten, sondern durch Messung der Stromstärke in zwei Spulen, von denen die eine, am Waagebalken hängende, in eine weitere konzentr. hineingezogen wird. Das Gerät befindet sich in einem Glasrohrmantel mit Anschluß an die Vakuumeitung. Bei einer Gesamtbelastung von 10—20 g beträgt die davon unabhängige Empfindlichkeit 0,0003 g. (J. chem. Soc. [London] 1946. 561—62. Juli. Exeter, Univ. Coll.) HENTSCHEL. 5022

S. J. Gregg, *Eine elektrische Sorptionswaage nebst Calorimeter*. (Vgl. vorst. Ref.) Die in der vorangehenden Mitt. beschriebene elektr. Sorptionswaage wird durch Einbau einer thermoelektr. Vorr. noch vielseitiger benutzbar. Mit dieser App. kann man dann die Best. der differentiellen Adsorptionswärme gleichzeitig mit einer Messung des Adsorptionsvorganges verbinden, falls der Gasdruck über 1 mm Hg beträgt. Ihre Leistungsfähigkeit wurde durch Messung der differentiellen Adsorptionswärme des W. an akt. Al_2O_3 erprobt. Dabei stimmen die Ergebnisse befriedigend mit denen überein, wie man sie aus der Adsorptionsisotherme mittels der Gleichung nach CLAUSIUS-CLAPEYRON berechnen oder aus Messungen der Benetzungswärme ermitteln kann. Für den Adsorptionsbereich von 0,10—0,20 g Wasserdampf pro g Al_2O_3 liegt der Wert der differentiellen Adsorptionswärme innerhalb 5% über der latenten Kondensationswärme. (J. chem. Soc. [London] 1946. 563—67. Juli. Exeter, Univ. Coll.) HENTSCHEL. 5022

E. Newton Harvey und Aurin M. Chase, *Das Phosphoreszenzmikroskop*. Es werden 4 verschied. Ausführungsformen zur mkr. Beobachtung der Phosphoreszenz an Mikrostrukturen von Zellen oder organ. oder anorgan. Mikrokrystallen beschrieben. Dazu müssen die Objekte weitgehend trocken sein u. zur Beobachtung kurzwelliges UV, wie etwa durch Kondensatorlentagen in Luft oder Hg oder mittels des Fe-Lichtbogens benutzt werden. Es werden Beobachtungen an verschied. Materialien, wie Querschnitten von Zähnen sowie Sexualhormonen, beschrieben. Manche Proteinteilchen, bes. Casein, müssen erst kurze Zeit bestrahlt werden, bevor sie deutlich luminescieren, u. verlieren diese Eig. rasch beim Aufbewahren im Dunkeln. (Rev. sci. Instruments 13. 365—68. Aug. 1942. Princeton, N. J., Univ.) HENTSCHEL. 5056

J. W. Farnham, J. E. Edwards und F. C. Blake, *Anwendung des Spektrographen mit gekrümmtem Krystall zur Messung des vollständigen Spektrums aller Ordnungen, das erhalten wird, wenn die Kamera um eine geeignete Achse rotiert*. Es wird versucht, die BRAGG-Winkel verschied. Ordnungen der Flächen 100 u. 110, gemessen mit der Pulvermeth. u. der Meth. des Spektrographen mit gekrümmtem Krystall, zu vergleichen. Die Linien 2. Ordnung von 130 u. 310 erscheinen nicht, da die O- u. Si-Atome sich hier prakt. neutralisieren. (Physic. Rev. [2] 69. 48—49. 1/15. 1. 1946. Ohio State Univ.) A. REUTER. 5063

R. A. Oetjen, Chao-Lan Kao und H. M. Randall, *Der Infrarot-Prismenspektrograph als Präzisionsinstrument*. Es wird ein selbstregistrierender Prismenspektrograph für das Infrarotgebiet beschrieben, der sich für Präzisionsmessungen eignet. Die Arbeitsbedingungen werden genau beschrieben. Mit diesem Instrument wurde die Feinstruktur einiger Absorptionsbanden von CO_2 , NH_3 u. H_2O gemessen. (Rev. sci. Instruments 13. 515—23. Dez. 1942. Ann Arbor, Mich., Univ.) GOTTFRIED. 5063

Howard L. Andrews, *Ein einfaches Meßgerät für ultraviolette Lichtintensitäten*. Niederdruckquecksilberlampen senden einen großen Teil ihrer Energie mit der Wellenlänge 2537 Å aus. Da bei medicin. Unterss. aus Sicherheitsgründen eine bestimmte Strahlungsintensität nicht überschritten werden darf, wurde ein Gerät konstruiert, das die einfallende Energie mit einer Photozelle messen konnte. Diese Photozelle hatte die Eig., bei 2537 Å gut anzusprechen, aber über 3000 Å sehr unempfindlich zu sein. Dadurch wurde es möglich, mit ihr auch bei Tageslicht zu arbeiten. Diese amerikan. Photo-

zelle WL 775 besteht aus einer reinen Tantalelektrode. Es wird eine Schaltung mit einer Doppeltriode angegeben, bei der das eine Gitter durch die Photozelle, das andere durch eine definierte Hilfsspannung gesteuert wurde. Diese war ein Maß der auf die Photozelle gelangenden ultravioletten Strahlungsenergie. (Rev. sci. Instruments 16. 253—54. Sept. 1945. Bethesda, Md., U. S. Public Health Service, Industrial Hygiene, Res. Lab.)

ROEDER. 5063

Wheeler P. Davey, F. Raymond Smith und Samuel W. Harding, *Vollautomatische Röntgenstrahlen-Beugungsapparatur*. Die von den Vff. entwickelte Röntgenstrahlen-Beugungsapp. arbeitet vollautomatisch. Im Halbwellenbetrieb wird ein gewöhnliches Röntgenrohr mit Mo-Antikathode bei 43 kV betrieben. In jeder Halbwellen wird automat. abwechselnd ein Zr- u. ein Sr-Filter in den Strahlengang gebracht, so daß 30 mal je Sek. ein Zr- u. 30 mal ein Sr-gefiltertes Spektr. erscheint. Die beiden Spektren werden — ebenfalls vollautomat. — subtraktiv zusammgelegt, so daß als Resultat ein sehr reines Spektr. der Mo-K_α-Linie entsteht, das an einem Steinsalzkrystall gebeugt, mit einem Quantenzähler aufgenommen u. mittels einer Registriervorr. auf Koordinatenpapier aufgeschrieben wird. Als Anwendungsbeispiel wird das Beugungsdiagramm von Steinsalzpulver wiedergegeben. Die gesamte App. mit sämtlichen automat. Vorrichtungen wird eingehend beschrieben, die Schaltungen werden erläutert. (Rev. sci. Instruments 15. 37—45. Febr. 1944. State Coll. of Pennsylvania, Dep. of Phys.)

REUSSE. 5063

Otto H. Müller, *Die Charakterisierung der Capillaren für die Quecksilbertropfelektrode bei polarographischen Untersuchungen*. Zur vollständigen Kennzeichnung aller Arten für die polarograph. Unters. mit Hg-Tropfelektroden verwendeten Capillaren sind 2 Faktoren als einfache Hilfsmittel empfohlen worden, da der Fall ideal kalibrierter Capillaren, für deren Kennzeichnung Länge u. lichte Weite ausreichen, selten gegeben ist: 1. Der Radius der Capillarenmündung u. 2. die Capillarkonstante k, die den Druck des Hg (in cm) bezeichnet, der erforderlich ist, um 1 mg Hg pro Sek. durch die Capillare zu treiben. Für die Best. dieser Kenngrößen werden verschied. einfache Verf. beschrieben, die als Kontrolle für das richtige Verh. der Capillaren dienen können. Auf einige Anomalien im Verh. solcher Capillaren wird hingewiesen, wie die Unterschiede beim Austropfen in Luft oder H₂ im Vgl. zu A. oder einer verd. Elektrolytlösung. (J. Amer. chem. Soc. 66. 1019—23 Juni 1944. New York.)

HENTSCHEL. 5066

a) Elemente und anorganische Verbindungen.

Manfred Pollack, Peter Pringsheim und Dolores Terwoord, *Eine Methode zur Bestimmung kleiner Sauerstoffmengen*. Die Meth. von KAUTSKY u. HIRSCH (C. 1935. I. 3166), die darin besteht, daß O₂ die Anregungsenergie durch Licht angeregter Farbstoffadsorbate (I) übernimmt u. so deren Nachleuchten löst, wird so modifiziert, daß man die Entw. kleiner O₂-Mengen zeitlich verfolgen kann. In der Versuchsansp. strömt mit N₂ als Trägergas der zu messende O₂ vom Ort seiner Entstehung in das Rohr mit dem I. dieses Rohr befindet sich in einem BEQUEREL-Phosphoroskop mit ca. 6 U/sec, worin ein kleines Stück I durch eine Glühlampe erregt wird; das von ihm emittierte Licht wird mit einem Sekundärelektronenvervielfacher mit Photokathode in Verb. mit einem Galvanometer von 4·10⁻⁹ Amp/mm gemessen. Nach stundenlangem Betrieb zerstörtes I kann durch unzerstörtes ersetzt werden, indem man das Rohr mit I verschiebt. Die ausführlich mitgeteilten Meßbeispiele zeigen, daß man bei Atmosphärendruck noch 5·10⁻⁸ cm³/min O₂ messen kann. (J. chem. Physics 12. 295—99. Juli 1944. Chicago, Ill., Univ., Dep. of Chem.)

BRAUER. 5100

W. Leithe, *Zur iodometrischen Sauerstoffbestimmung in Gasen*. Zur Best. sehr geringer O₂-Geh. (0,001—0,01 Vol-%) wird folgendes Verf. empfohlen. Erforderliche Reagenzien: Lsg. I: 35 g NaOH, 115 g Seignettesalz u. 3,5 g KJ zu 1 Liter lösen. Lsg. II: 100 g kryst. MnCl₂ u. einige Tropfen HCl zu 1 Liter gelöst. Lsg. III: Wss. Lsg. von Nekal BX (1%). Ausführung der Best.: Eine trockene BUNTE-Bürette (ca. 120 cm³ Inhalt) wird ohne Sperrfl. mit dem strömenden Gas bis zu einem geringen Überdruck gefüllt. Diesen entläßt man durch die mit etwas W. beschickte Vase ins Freie, ohne daß W. oder Luft in die Bürette gelangen. Nach Entleerung der Vase wird durch einen aufgesetzten durchbohrten Gummistopfen samt Schlauchansatz 1 cm³ Lsg. III in die Vase gedrückt, ohne daß Luft eintritt. Auf die gleiche Weise werden 18 cm³ Lsg. I eingeführt, wobei der Überdruck des Gases nach u. nach ins Freie entspannt wird. Dann wird die Vase mit W. gespült, das Spülwasser verworfen; es werden 6 cm³ Lsg. II eingedrückt, wobei zum Schluß der Gasüberdruck entspannt wird. Gasvol. = Vol. der Bürette — 25 (= Vol. der Lsgg.). Man schüttelt die Bürette 5 Min. in der Längsrichtung, gibt 5 cm³ H₂SO₄ (50%) in die Bürette, entleert die Fl. in einen Erlenmeyer u. spült 2mal mit je 10 cm³ W. nach. Hierauf titriert man sofort mit 0,01 n Na₂S₂O₃-Lösung. Zur Best. des in den Reagenzien gelösten O₂ gibt man in einen trockenen Erlenmeyer 1 cm³ Lsg. III, 6 cm³ Lsg. II, leitet einen

kräftigen Strom eines O₂-armen Gases (<0,2% O₂), wie H₂ oder N₂, darüber, ohne das Einleitungsrohr in die Lsg. einzutauchen, setzt bei anhaltendem Gasstrom 18 cm³ Lsg. I zu, mischt vorsichtig ohne Schütteln u. setzt nach 10 Sek. 5 cm³ H₂SO₄ (50%) zu. Nach Abstellung des Gasstromes wird sofort mit 0,01 n Na₂S₂O₃-Lsg. titriert. 1 cm³ entspricht 0,056 cm³ O₂ (0°, 760 mm). Vol.-% O₂ = cm³ Na₂S₂O₃ Hauptvers. — cm³ Blindvers./cm³ Gas (0°, 760 mm) — 25·5,6. (Mikrochemie 33. 42—45. 24/10. 1946. Linz, Labor. der Österr. Stickstoffwerke A. G.) WESLY. 5100

W. Leithe, *Ein oxydimetrisches Schnellverfahren zur Nitratbestimmung*. Erfordernisse Reagenzien: Lsg. I: 55 g FeSO₄·7 H₂O (reinst) werden in 100 cm³ W., das einige Tropfen H₂SO₄ (50%) enthält, gelöst u. mit H₂SO₄ (D. 1,4) auf 1 Liter aufgefüllt. Lsg. II: H₃PO₄ (70—80%ig). Lsg. III: Ferroinlsg. (MERCK, 0,025 mol.). Lsg. IV: 0,1 n K₂Cr₂O₇. Zur Best. größerer NO₃'-Mengen löst man 1 g der Probe in 500 cm³ W., gibt 25 cm³ in einen 300 cm³-Erlenmeyer, fügt genau 25 cm³ Lsg. I, 25 cm³ konz. H₂SO₄, 3 kleine Tonscherben zu, erhitzt zum Kochen u. läßt 3 Min. sieden. Nach gelindem Abkühlen setzt man 3—5 cm³ Lsg. II u. 50 cm³ W. zu, kühlt auf lauwarm ab, fügt 2 Tropfen Lsg. III zu u. titriert mit Lsg. IV bis zum Farbumschlag von braun auf blaugrün. Zur Blindwertbest. wird ebenso verfahren; statt der 25 cm³ Probelsg. werden 25 cm³ W. angewandt. 1 cm³ Lsg. IV entspricht 2,067 mg NO₃'. Die Best. kleinerer Mengen, 3 bis 0,03 mg NO₃', wird in ähnlicher Weise ausgeführt; die angewandten Lsgg. weisen ¹/₁₀ der oben angegebenen Stärken auf. (Mikrochemie 33. 48—50. 24/10. 1946. Linz, Labor. der Österr. Stickstoffwerke A. G.) WESLY. 5100

Giovanni Venturolo, *Nachweis und Bestimmung des Berylliums und Magnesiums auf chromatographischem Wege*. Be u. Mg lassen sich, auch neben größeren Mengen Al, chromatograph. bestimmen. Die mit Al₂O₃ beschickte Adsorptionskolonne wird nach Zugabe von 1 cm³ Probelsg. gut mit dest. W. gewaschen; dann gibt man einige cm³ 2 n NaOH u. eine Lsg. von 0,05% Chinalizarin in 2 n NaOH zu. Die Adsorptionszone des Mg ist dann durch einen dunkelblauen Ring gek., die des Be durch einen hellblauen Ring; beide heben sich deutlich von dem rosaviolettten Grund der übrigen Kolonne ab. Für die quantitative Best. eignen sich am besten die Sulfate. Die Höhe der Zonen steht in direkter Beziehung zur Menge; diese Beziehung läßt sich mittels Standardlsgg. derart ermitteln, daß die Fehler 10% bei Be u. 7% bei Mg nicht übersteigen, eine Genauigkeit, die für die meisten Verhältnisse der Praxis genügt. (Ric. sci. Progr. tecn. 14. 256—60. Mai/Juni 1943. Turin, TH, Inst. für allg. u. angew. Chem.) R. K. MÜLLER. 5100

—, *Bestimmung des Eisengehaltes. Eine neue Methode für Aluminiumlegierungen*. Zur colorimetr. Best. von Fe in Al-Legierungen wird die Probe in verd. HCl gelöst, zur Red. von Fe⁺⁺⁺ mit 10%ig. Hydroxylaminlsg. versetzt u. hierauf ein Überschuß von 0,25%ig. wss. o-Phenanthrolinlsg. zugefügt. Die erhaltene orangefarbene Lsg. wird photometriert u. die gefundene Lichtabsorption mit der von Standardlsgg. verglichen. (Metal Ind. [London] 69. 112. 9/8. 1946.) GOTTFRIED. 5278

H. Angewandte Chemie.

I. Allgemeine chemische Technologie.

L. W. Needham und **S. Lynch**, *Die Benutzung von Suspensionen an Stelle schwerer Flüssigkeiten*. Das bekannte Verf. zur Trennung von Mineraliengemischen auf Grund ihrer D.-Unterschiede unter Benutzung geeigneter (organ.) Fl. von genügend hoher D. wird dadurch in techn. Maßstab ausführbar, daß man als schwere Fl. geeignete wss. Suspensionen feinteiliger Stoffe (Sand, Schwerspat, Magnetit) benutzt, die durch Hindurchblasen von Luft stabil gehalten werden. Zur Klassierung von Kohle u. ihrer Reinigung von Schiefer hat sich bes. das BARVOYS-Verf. bewährt, das eine Suspension von Schwerspat u. Ton verwendet. (Trans. Instn. chem. Engr. 23. 93—105. 1945.) HENTSCHEL. 5828

Tomáš Zdichynec, *Beitrag zur Bewertung von Katalysatoren*. Tabelle mit den vom Vf. geforderten 5 Faktoren eines Katalysators: Selektivität, Wirksamkeit, Leistungsfähigkeit, Resistenz, Billigkeit. Nach angegebenen Formeln (ohne Ableitung) sind diese Faktoren zu berechnen. (Chem. Listy Vědu Průmysl 37. 257—58. 10/11. 1943.) ROTTER. 5896

Soc. An. Etablissements Phillips & Pain, Frankreich, *Herstellung fester Kunstharz-anionenaustauscher*. Aldehyde, wie Form-, Acet-, Paraform- u. Benzaldehyd, bes. aber Furfurol u. Acrolein, werden zusammen mit Nitroparaffin-KW-stoffen, wie Nitromethan, Nitroäthan, 1-Nitropropan, 1-Nitrobutan u. 1-Nitro-2-methylpropan, in annähernd äquimol. Mengen der Rk.-Partner, kondensiert, was in Ggw. eines bas. Katalysators oder mehrerer solcher, z. B. Erdalkalioxyde u. -hydroxyde, Alkalihydroxyde, ferner Pyridin, Piperidin u. Äthylamin, vonstatten geht u. wobei die Temp. unterhalb 50°

liegt, damit zunächst noch keine Polymerisation stattfindet. Die Nitroverb. wird nun polymerisierend red. unter Verwendung von Red.-Mitteln, wie SnCl_4 in salzsaurer Lsg., verschied. Metalle, die mit Säuren naszierenden H liefern, Hydrierungskatalysatoren u. H_2 in der Hitze unter Druck. — Man mischt z. B. 26,700 kg 1-Nitropropan u. 28,800 kg Furfurol mit 5 kg CaO u. überläßt das Gemisch 2 Wochen lang sich selbst bei n. Temperatur. Die pastenförmige M. wird nun mit 50 kg $\text{SnCl}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ u. einem Überschuß von konz. HCl 3 Stdn. auf 100° erhitzt. Das Rk.-Prod. ist ein Kunstharz von dunkler Färbung, man wäscht es u. behandelt es noch mit einer 14%ig. ammoniakal. Lsg. (F. P. 891 039 vom 20/6. 1942, ausg. 24/2. 1944. A. Prior. 12/4. 1941.) PROBST. 5829

American Cyanamid Co. und Jack Theo Thurston, V. St. A., *Reinigung von Flüssigkeiten*, wie W., rohen Rohrzuckerlsgg. u. dgl. — Man verwendet als kationenbindende Mittel Substanzen, die man durch Verharzung von durch einen Furfylrest substituierten Sulfonaten mit mindestens einem Aldehyd, bes. Furfural (I), erhält. Geeignete Sulfonate entstehen z. B. bei der Kondensation von I mit eine akt. Methyl- oder Methylengruppe enthaltenden Verb. u. Behandlung der entstehenden Prodd. mit einem Bisulfit. — 136 (Teile) *Furfurylidenacetone* (III), 113 K-Metabisulfit u. 150 W. werden 6 Stdn. am Rückfluß zum Sieden erhitzt, das Prod. bei 25 mm Hg dest., der Rückstand, 1-(α -furyl)-3-ketobutansulfonsaures K vom F. 212—213° (II), durch Umkrystallisieren usw. gereinigt. 103 II werden nun in 100 W. gelöst, die Lsg. mit 77 I u. 24 HCl (37%ig) 12 Stdn. stehen gelassen, das sich bildende schwarze Gel 4 Stdn. bei 100° behandelt, zerkleinert u. gesiebt. — Weitere Beispiele erläutern die Verharzung von *furfurylidenacetonsulfonsaurem Na* (aus III u. NaHSO_3) mit I; von *di-(α -furyl)-3-ketopentan-1,5-disulfonsaurem Na* (aus *Disfurfurylidenacetone* u. NaHSO_3) mit I; von *1-(α -furyl)-3-keto-3-phenylpropan-1-sulfonsaurem Na* (aus *Furfurylidenacetophenone* u. NaHSO_3) mit I; von *cyclohexanon-2,6-bis-(α -furylmethansulfonsaurem K)* (IV) mit I (IV wird aus K-Metabisulfit u. *Disfurfuryliden-cyclohexanon* hergestellt); von *1-(α -furyl)-3-ketopentansulfonsaurem K* (aus *Furfurylidenmethyläthylketone* u. K-Metabisulfit) mit I; von *furfurylmethylfurfuryl-äthylketondisulfonsaurem K* (aus *Furfurylidenmethylfurfurylidenäthylketone*, das man aus Methyläthylketone u. 2 Mol I gewinnt) mit I; von *1-(α -furyl)-2-nitroäthansulfonsaurem K* (aus *Furfuryliden-nitromethan* u. K-Metabisulfit) mit I; von *3-Sulfokalium-3-(α -furyl)-propionsäureäthylester* (aus *Furylacrylsäureäthylester* u. K-Metabisulfit) mit I; von *3-Sulfonsäure-3-(α -furyl)-propionsäure-Na* [aus *3-(α -Furyl)-acrylsäure* u. NaHSO_3] mit I; von *2-Sulfokalium-2-(α -furyl)-propionaldehyd* [aus *2-(α -Furyl)-acrolein* u. K-Metabisulfit] mit I; von *2-Cyan-3-sulfokalium-[3-(α -furyl)]-propionamid* (aus *Furfurylidencyanacetamid* u. K-Metabisulfit) mit I, usw. Die Sulfonsäuren können in ihre Metall-, NH_4 -, Aminalsalze übergeführt werden. — Zahlreiche Varianten des Verf. sind denkbar. (F. P. 916 781 vom 3/11. 1945, ausg. 16/12. 1946. A. Prior. 1/8. 1942.) DONLE. 5829

* Research Corp., übert. von: Joseph W. Spiselmann, *Hygroskopische Flüssigkeit*. Für die Trocknung von Luft ist *Triäthylenglykol* bes. geeignet. Die Fl. wird auf 100 — 212° F (38 — 100° C) erwärmt u. die Luft darübergeleitet. Nach der Trocknung wird sie bis zu einer Temp. abgekühlt, bei der sie mit Wasserdampf gesätt. ist. Dann scheiden sich auch die mitgerissenen Anteile von *Triäthylenglykol* aus u. können aus dem Kondensat wieder gewonnen werden. (E. P. 557 689, ausg. 1/12. 1943.) KALIX. 5847

Standard Oil Development Co., V. St. A., *Herstellung von Katalysatoren*. Zur Erzeugung von Katalysatoren aus SiO_2 - oder Al_2O_3 -Gelen oder Gemischen davon in Form von Kugeln von 0,25—5,0 mm Durchmesser läßt man Sole von SiO_2 oder Al_2O_3 durch eine Siebplatte mit Löchern von entsprechendem Durchmesser in eine hohe Säule einer mit W. nicht mischbaren Fl. fallen, die eine etwas geringere D. als das Sol hat, so daß die Tropfen langsam zu Boden sinken, ohne sich abzuplatzen, u. dabei erstarren. Als Fl. zur Gelierung verwendet man Gasöl, Petroleum, Schwernaphtha, Xylol, Steinkohlenteeröl usw. Zur Regelung der D. kann man Acetyltetabromid oder CCl_4 zusetzen, zur Beschleunigung der Erstarrung organ. Basen, wie Morpholin, außerdem wird zu letzterem Zwecke die Temp. des Sols bis auf ca. 100° erhöht. Diese Faktoren u. die Höhe der Flüssigkeitssäule werden so geregelt, daß die Erstarrung in 1—2 Min. beendet ist. Am unteren Ende der Ölsäule befindet sich eine Schicht W., durch die aus den Kugeln die bei der Ausfällung gegebenenfalls entstandenen Salze ausgewaschen werden. In weiteren Gefäßen werden sie mit einer Lsg. des Katalysators, z. B. mit Al-Sulfat, getränkt u. derselbe, z. B. mit NH_3 , ausgefällt oder „fixiert“. Dann werden die Kugeln nochmals gewaschen u. schließlich endgültig getrocknet. Vorher überzieht man sie mit einer feinen Ölschicht, damit die Trocknung bei 25 — 49° ausgeführt werden kann, ohne daß die Kugeln platzen. Zur Herbeiführung der Erstarrung kann man auch ein Öl mit einer größeren D. als das Sol anwenden u. die Kugeln darin aufsteigen lassen; wenn nicht kontinuierlich gearbeitet werden muß, kann man das Sol auch in einen Ölbehälter tropfen lassen u. darin eine Zeitlang lassen, bis

Synärese eingetreten ist. Man stellt z. B. ein SiO₂-Sol aus 90 ccm Na-Silicat von 25° Bé u. 25 ccm 38,6% ig. HCl her, das die D. 1,21 besitzt, u. läßt es in ein Schmieröl tropfen, dessen D. durch Zusatz von Dibromäthan auf etwas weniger als 1,21 eingestellt worden ist. Die Erstarrung tritt unter diesen Bedingungen nach 4 Min. ein. Die weitere Behandlung erfolgt wie oben beschrieben, die endgültige Trocknung in einem Muffelofen bei 482° (F. P. 914 032 vom 4/9. 1945, ausg. 26/9. 1945. A. Prior. 16/2. 1944.) KALIX. 5897

II. Feuerschutz. Rettungswesen.

Troteanu, Petrone, N. Renescu und P. Voina Zosin, *Vergleichende Untersuchungen über das Adsorptionsvermögen der gewöhnlichen Holzkohle und verschiedener Arten von Aktivkohle gegenüber Gasen*. Die Verss. wurden ausgeführt mit 3 verschied. Arten üblicher Handelsholzkohle (I) u. 3 verschied. Sorten Aktivkohle (II). Als Adsorptionsgas diente Chlor in einer Konz. von 1⁰/₁₀₀. Gewöhnliche I hat ein sehr geringes Adsorptionsvermögen (5—6 mg Cl/20 g I). Das Adsorptionsvermögen der II ist umgekehrt proportional ihrem Feuchtigkeitsgeh. u. ihrer Korngröße. Das Adsorptionsvermögen der in Luft calcinierten I erreicht bzw. übersteigt das Adsorptionsvermögen der II. Die einfache Calcinierung der I erhöht ihr Adsorptionsvermögen erheblich u. macht sie wegen ihres geringen Preises bes. geeignet für Gasschutzfilter in Schutzräumen. (Rev. méd. chirurg. 53. 452—65. 1942.) BARZ. 5910

Hack, *Entnebelungsanlagen in industriellen Arbeitsräumen*. Das wirtschaftliche Entnebelungssyst. beruht auf der Grundlage der Raumlufttrocknung, verbunden mit gleichzeitiger Lufterneuerung. Um Entstehung des Nebels zu verhindern, muß dem Raum so viel trockne, warme Luft unter zugfreier Verteilung zugeführt werden, daß der Sättigungsgrad der Raumluft nicht unter den Taupunkt kommen kann. Die Entnebelungsanlage ist nur wirksam, wenn das Sättigungsdefizit der eingeführten trocknen Warmluft genügt, um den überschüssigen Wasserdampf aufzunehmen. Gemeinsam mit der Belüftung muß für eine gründliche u. sachgemäße Entlüftung der mit W. geschwängerten Luft gesorgt werden durch Anordnung von Saug- u. Drucklüftern. (Chemiker-Ztg. 68. 62—63. 12/4. 1944. Besigheim a. N.) GRIMME. 5912

K. W. Jötten, *Die Bekämpfung der Silicose, besonders durch Leitstäube*. Ein krit. Literaturbericht. Einen gewissen Erfolg zeitigten als Leitstäube neben Al-Metall Bolus alba, Ca(OH)₂ u. Gips. (Arbeitsschutz 1944. III. 169—72. 25/10. Münster.) GRIMME. 5912

H. E. Cox, *Die Chemikalien in Fabriken und ihre Reizmöglichkeit auf die Haut*. Vf. bespricht eine große Anzahl chem. Substanzen, bei deren Verarbeitung die Haut in Mitleidenschaft gezogen wird. Es werden die Möglichkeiten besprochen, durch Gesetzgebung eine Abhilfe zu schaffen. (Proc. Roy. Soc. Med. 35. 27—33. Nov. 1941. London.) BAERTICH. 5912

Louis Schwartz, Leon H. Warren und Frederick H. Goldman, *Schutzmittel gegen Giftsumach*. Die Schutzcreme gegen Giftsumach besteht aus Hautcreme, der man 10% Natriumperborat oder 2% Kaliumperjodat, beide fein gepulvert, zusetzt. Die Creme bietet vollen Schutz gegen Sumachextrakt u. -blätter. (Sci. American 163. 127. Sept. 1940. Washington, D. C., U. S. Public Health Service.) BARZ. 5912

Mearl Corp., New York, N. Y., übert. von: **Harry E. Mattin**, Brooklyn, N. Y., und **G. M. Timpson**, Plainfield, N. J., V. St. A., *Luftreinigung*. In Räumen, deren Luft giftige Gase enthält, wird eine Lsg. versprüht, die einerseits Na- oder Ca-Chlorite oder -Hypochlorite u. andererseits Seife oder Netzmittel, z. B. sulfonierten Laurylalkohol oder Mischungen von K-, Triäthanol- u. Morpholinlauren enthält, so daß beim Verteilen ein Schaum entsteht, der Wände u. Fußboden bedeckt u. die Gase durch Oxydation, Neutralisation oder andre chem. Rkk. unschädlich macht. Ein Gemisch besteht z. B. aus 62,5 g Schaummittel, 125 g 10% ig. techn. NaClO₂-Lsg. u. 1250 ccm Wasser. Es ist zweckmäßig, den pH-Wert solcher Mischungen mit HCl auf ca. 4 zu bringen. (A. P. 2 392 936 vom 2/7. 1942, ausg. 15/1. 1946.) KALIX. 5917

* **Sandor Vajna**, Ungarn, *Staubentfernungsmittel*. Hygroskop. Stoffe, wie MgCl₂, CaCl₂, usw., werden mit Desinfektionsmitteln wie NaF u. K-Dinitrocresolat oder p-Dichlorbenzol gemischt. (Ung. P. 128 897 ausg. 2/1. 1942.) KALIX. 5921

Joseph Marie François Bouillon, Monaco, *Nichtgefrierende Lösung für CO₂ entwickelnde Feuerlöschgeräte*. Der sauren Lsg. wird ein Gemisch aus 70 (Teilen) NaCl u. 30 KCl zugesetzt. Die saure Lsg. enthält als saure Verb. z. B. AlCl₃-Hydrat oder ein Gemisch von Al-Sulfat, Oxalsäure u. Weinsäure, denen das Gemisch von NaCl u. KCl zugesetzt wird. (F. P. 893 565 vom 6/1. 1943, ausg. 4/8. 1944.) F. MÜLLER. 5933

V. Anorganische Industrie.

Tennessee Valley Authority, übert. von: **Geo L. Frear**, Sheffield, Ala., V. St. A., *Oxydation von Phosphor*. Der in den Phosphat-Reduktionsofengasen im Gemisch mit CO vorhandene elementare P wird durch Erhitzen auf 400—600° mit einem O₂-Überschuß oxydiert, dessen Menge u. Einwirkungszeit so geregelt werden, daß gleichzeitig CO nur in geringer Menge zu CO₂ oxydiert wird, damit es zu Heizzwecken verwendet werden kann (3 Diagramme). Bei Abgasen aus elektr. Reduktionsöfen mit 7—8% P soll z. B. der O₂-Überschuß 20—40%, bei Hochofengasen mit 0,7—0,8% P 50—100% betragen. Das Temperaturoptimum liegt im ersten Falle bei 400—500°, im letzten Falle bei 450—550°. Die Temp. wird prakt. durch Zumischen von zurückgeführten, P₂O₅-freien Gasen oder von Wasserdampf geregelt. Die Strömungsgeschwindigkeit des Gasgemisches durch die Reaktionszone soll stündlich 350 cu.ft. auf 1 cu.ft. Raum u. höchstens 2,5 lbs. elementaren P betragen. (A. P. 2 374 188 vom 30/12. 1940, ausg. 24/4. 1945.) KALIX. 6103

* **M. M. Bykow**, *Ammoniumphosphate*. Eisenphosphate, wie Vivianit u. Kertschenit, behandelt man mit einer Lsg. von NH₄-Sulfid oder -Polysulfid u. filtriert das Fe₂S₃ ab. (Russ. P. 65 184, ausg. 31/8. 1945.) ROICK. 6103

United States Vanadium Corp., übert. von: **Blair Burwell**, Uravan, Co., V. St. A., *Herstellung von Vanadiumoxyd* in Flockenform. Das Oxyd wird geschmolzen u. in dünner Schicht auf eine gekühlte Metallplatte aufgegossen, von der es nach dem Erstarren mittels eines Schabers oder dgl. entfernt u. in kleine Stückchen zerbrochen wird. Infolge Vermeidung von Verstaubungsverlusten bei der Weiterverarbeitung des Oxyds, z. B. zu Ferrovanadin, wird das V-Ausbringen gesteigert. Außerdem wird die Handhabung des Oxyds erleichtert, da der sonst entstehende Staub gesundheitsschädlich ist. (A. P. 2 298 464 vom 11/4. 1940, ausg. 13/10. 1942.) GEISSLER. 6105

Gesellschaft für Elektrometallurgie Dr. Hans Gehm, Deutschland, *Gewinnung von Vanadinsäure*. Die bei der Auslaugung von vanadinhaltigen Schlacken mit NaOH erhaltenen Lsgg. werden auf 95° erhitzt u. zu konz. Lsgg. von Mineralsäuren zugesetzt, statt wie bisher umgekehrt die Säure zur vanadinhaltigen Lauge zuzugeben. Hierdurch erhält man einen leichter filtrierbaren Nd. als bei dem früheren Verf., außerdem bleibt hierbei das Phosphat in Lösung. Die Rk. ist beendet, wenn das Gemisch im Liter ca. 2—5 g freie Säure enthält. Man verwendet dazu vorzugsweise konz. H₂SO₄. Das Verf. ist für alle normalerweise vorkommenden Vanadinkonz. mit einem Verluste von nur 0,3—0,4 g V im Liter Lauge durchführbar. (F. P. 901 094 vom 11/1. 1944, ausg. 17/7. 1945. D. Prior. 12/1. 1943.) KALIX. 6105

Hercules Powder Co., übert. von: **Alfred L. Rummelsburg**, Wilmington, Del., V. St. A., *Rückgewinnung von Borfluorid*. Aus den bei der Synth. von Kunstharzen entstehenden Reaktionsgemischen kann das als Katalysator verwendete BF₃ wiedergewonnen werden, wenn man sie zunächst mit W. extrahiert u. dieser BF₃-Lsg. eine solche von Metallsalzen zusetzt, die in W. unlösl. Salze von HBF₄ bildet, wobei eine möglichst niedrige Temp. angewandt werden soll. Hierzu sind am besten die Chloride, Nitrate u. Sulfate von K, Rb u. Cs geeignet; günstig ist es, wenn man bei der Ausfällung eine geringe Menge von Hydroxyden oder Carbonaten der genannten Metalle zusetzt. Die ausgefällten Alkali-Borfluoride werden getrocknet u. mit 6 Mol B₂O₃ u. H₂SO₄ im Überschuß zur Abspaltung von gasförmigem BF₃ behandelt. Die Ausbeute ist fast quantitativ. (A. PP. 2 374 957 u. 2 374 958 vom 13/2. 1942, ausg. 1/5. 1945.) KALIX. 6107

Soc. Industrielle et Commerciale des Aciers, Frankreich, *Herstellung von Borcarbid*. Zur Herst. von C-freiem Borcarbid von gleichmäßiger Korngröße red. man Borsäureanhydrid zunächst mit Mg, Ca oder Al-Pulver zu einem sauerstoffärmeren Gemisch von Boroxyden mit mindestens 70% Borgehalt. Dieses wird dann in der üblichen Weise mit C in Borcarbid umgewandelt, wobei nur Temp. von 1400—2100° angewandt zu werden brauchen. Bei diesen Temp. schm. Borcarbid noch nicht u. kann infolgedessen keinen C lösen. Die Red. kann zugleich mit der Carburierung ausgeführt werden, wenn man das Borsäureanhydrid mit den berechneten Mengen von Metallen u. C mischt u. auf Temp. über 1400° erhitzt. Die Red., die oft heftig verläuft, wird in diesem Falle durch die Ggw. von C gemildert, bei getrennter Red. setzt man zu diesem Zwecke MgO als „Verdünnungsmittel“ für die Metalle zu, das bei Ggw. von C zu Mg red. werden u. das Borcarbid verunreinigen würde. (F. P. 896 823 vom 28/7. 1943, ausg. 5/3. 1945. D. Prior. 4/8. 1942.) KALIX. 6107

Léon Frédéric Garnier, Frankreich, *Herstellung von Calciumcarbid*. Die Gewinnung von CaC₂ erfolgt nach 3 verschied. Rkk. in 3 getrennten elektr. Öfen. Zunächst wird in einem Widerstandsofen CO₂ beliebiger Herkunft mit C zu CO red., wobei dauernd ein schwaches Vakuum aufrechterhalten wird, da die Rk. unter Volumenzunahme erfolgt. Das so erhaltene CO wird durch Einw. von Entladungen hochgespannter Ströme mit N₂

nach der Gleichung $2\text{CO} + \text{N}_2 = 2\text{NO} + 2\text{C}$ red., u. zwar unter Druck, da mit dieser Rk. Volumenabnahme verbunden ist. Dieser C wird in einem an sich bekannten elektr. Ofen mit geringen Abänderungen in bekannter Weise mit CaO zu CaC_2 umgesetzt, so daß sich die 3 Rkk. in folgende Gleichung zusammenfassen lassen: $3\text{CO}_2 + 3\text{N}_2 + \text{CaO} = \text{CaC}_2 + 6\text{NO} + \text{CO}$. Das bei der 2. Rk. als Nebenprod. entstehende NO wird aufgefangen u. zur Herst. von HNO_3 weiterbenutzt. Die verwendete App. wird ausführlich beschrieben, — 4 Abbildungen. (F. P. 52 325₁ vom 30/12. 1941, ausg. 1/2. 1944. Zusatz zu F. P. 885 104.)

KALIX. 6109

Aktivkohle-Union, Verwaltungs-Ges. m. b. H., Deutschland, *Gegen hohe Temperaturen widerstandsfähige Basenaustauschaktivkohle* erhält man dadurch, daß man Aktivkohle bei Temp. unter 250° mit H_2SO_4 oder Oleum im Gemisch mit einem Oxydationsmittel, vorteilhaft HNO_3 , behandelt. Die HNO_3 kann man durch ihre in W. lösl. Salze, durch Nitrite oder andere wasserlösl. anorgan. Oxydationsmittel, wie Chromsäure oder Chromate, ersetzen. Man kann auch die Aktivkohle vorher mit dem Oxydationsmittel imprägnieren u. dann die H_2SO_4 oder das Oleum allein auf die Kohle einwirken lassen. — 60 (kg) einer Aktivkohle trägt man in 300 eines Säuregemisches ein, das zu 85 Teilen aus 96%ig. H_2SO_4 u. zu 15 Teilen aus 60%ig. HNO_3 besteht, erhitzt 1 Stde. unter Rühren auf $160-170^\circ$, läßt erkalten, trägt das Reaktionsprod. in W. ein, filtriert, wäscht zuerst mit W. u. dann mit einer Na_2CO_3 -Lsg., bis das Prod. neutral ist, u. trocknet bei ca. 105° . Das Adsorptionsvermögen für CaO nimmt bei einer so behandelten Aktivkohle gegenüber einer nur mit 20%ig. Oleum behandelten Kohle um 50% zu. — Nach F. P. 900 235 verfährt man in der Weise, daß man auf die Aktivkohle bei Temp. unter 250° SO_3 in dampfförmiger Phase einwirken läßt. Man kann so verfahren, daß man die Aktivkohle in Ggw. von O_2 mit H_2S , SO_2 oder anderen S-Verbb. behandelt, die durch Oxydation in SO_3 übergeführt werden können. Zusätzlich können Oxydationsmittel, wie HNO_3 , Nitrate, Nitrite oder andere anorgan. Oxydationsmittel, wie Chromsäure oder Chromate, gleichzeitig oder vor der Behandlung mit SO_3 oder seinen Gemischen mitverwendet werden. Die Reaktionstemp. bei dem gegebenenfalls im geschlossenen Kreislauf durchgeführten Verf. kann durch Zufuhr von inerten Gasen oder Wasserdampf entsprechend eingestellt werden, um eine zu heftige Rk. zu vermeiden. (F. P. 900 234 u. 900 235 vom 30/11. 1943, ausg. 22/6. 1945. D. Prior. 25/11. u. 26/11. 1942.)

ROICK. 6109

Dr. Alexander Wacker, Ges. für Elektrochemische Industrie (Erfinder: Paul Ernst, Hans Scheidemandel, Mathias Thoma und Hugo Zieberlein), *Gewinnung von wasserfreien Ätzalkalien aus konzentrierten Lösungen*. Die Lsgg. werden in Behältern aus Stoffen eingedampft, die von Ätzalkalien nicht angegriffen werden, z. B. solchen aus Kohle, Graphit u. geschmolzener Magnesia. Die Eindampfgefäße sind in Eisenbehälter eingehängt, die einen erheblich größeren Raum einnehmen. Der Zwischenraum zwischen beiden Gefäßen ist mit festen Ätzalkalien ausgefüllt, die als Wärmeüberträger dienen. Auf diese Weise wird die direkte Beheizung der Eindampfkessel vermieden, da ihr Material meist therm. u. mechan. wenig widerstandsfähig ist. Der Zufluß der konz. Lsg. erfolgt kontinuierlich von oben, die Ableitung der geschmolzenen Ätzalkalien vom Boden des Gefäßes aus durch eine Hebevorrichtung. (F. P. 897 146 vom 12/12. 1942, ausg. 13/3. 1945. D. Prior. 13/12. 1941.)

KALIX. 6117

Warner & Co., Philadelphia, übert. von: Geo E. Walker, Paoli, Pa., V. St. A., *Trennung von Calcium- und Magnesiumverbindungen*. Ein Material, das Ca u. Mg nebeneinander enthält, z. B. Dolomit, wird zunächst in $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (oder MgO) + $\text{Ca}(\text{OH})_2$ übergeführt u. das Gemisch in W. suspendiert. Dann wird so lange H_2S eingeleitet, bis kein Gas mehr absorbiert wird u. der Überschuß entweicht. Dann ist das gesamte Ca in $\text{Ca}(\text{SH})_2$ u. eine geringe Menge von Mg in $\text{Mg}(\text{SH})_2$ übergeführt. Das letztere wird durch Erhitzen der Lsg. auf $75-80^\circ$ zerstört, wobei $\text{Ca}(\text{SH})_2$ noch nicht zers. wird. Die $\text{Ca}(\text{SH})_2$ -Lsg. wird vom $\text{Mg}(\text{OH})_2$ abfiltriert u. das $\text{Ca}(\text{SH})_2$ darin durch Einleiten eines Gemisches von $\text{CO}_2 + \text{N}_2$ mit 27–35% CO_2 in CaCO_3 umgewandelt. Der dabei entweichende H_2S wird aufgefangen u. im Verf. wieder verwendet. Beschreibung der App., 2 Abbildungen. (A. P. 2 374 632 vom 29/10. 1942, ausg. 24/4. 1945.)

KALIX. 6131

Dyckerhoff Portland-Zementwerke Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Alkalialuminatlösungen*. Die Auslaugung von Ca-Aluminat, das in der üblichen Weise durch Glühen von Bauxit oder anderen Al-haltigen Stoffen mit CaO erhalten worden ist, wird erheblich erleichtert, wenn sie in Ggw. von Thiosulfat (I) ausgeführt wird. In den meisten Fällen bedarf es keines besonderen Zusatzes von I, da das Ausgangsmaterial u. die zum Glühen verwendeten Kohlen S enthalten, der zu Sulfiden red. wird, die beim Auslaugen in Lsg. gehen. Es genügt dann ein kurzes Einblasen von Luft, um diesen in I zu verwandeln. Die Ausfällung von $\text{Al}(\text{OH})_3$ aus der Aluminatlg. mit CO_2 darf in Ggw. von I nicht vollständig erfolgen, da durch einen CO_2 -Überschuß auch das letztere zers. wird. Andererseits kann durch Einleiten von CO_2 beim Arbeiten im Kreislaufverf. der I-Geh. der Lsg. ge-

regelt werden, damit sich darin nicht zuviel I anhäuft. In diesem Falle leitet man solange CO₂ ein, bis eine genügende Menge I zers. ist, wobei Sulfite u. aus diesen Sulfate entstehen. Die letzteren werden nach dem im F. P. 906 266 (s. vorst. Ref.) beschriebenen Verf. entfernt. (F. P. 906 267 vom 3/8. 1944, ausg. 28/12. 1945. D. Prior. 25/10. 1943.)

KALIX. 6135

National Lead Co., New York, übert. von: **Francis I. Williams**, Port Washington, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Bariumaluminat*. 700 lbs. Baryt (97,8% BaSO₄, 0,1% Al₂O₃, 0,9% Fe₂O₃ u. 1,2% SiO₂) von einer Korngröße, daß 15% auf dem 325-Maschensieb zurückbleiben, werden mit 160 lbs. Bauxit [63,0 (Gewichtsteile) Al₂O₃, 8,7 SiO₂ u. 2,3 Fe₂O₃] (Korngröße 2% Rückstand auf dem 100-Maschensieb) gemischt u. mit W. zu einem Brei angerührt. Die Mischung wird dann in ein Rührgefäß eingebracht u. 4 Stdn. gerührt. Die M. wird getrocknet, u. 100 lbs. werden in einen kleinen mit Öl beheizten Drehofen gebracht, der mit einem noch Al₂O₃-haltigen feuerfesten Material ausgekleidet ist. Der Ofen wird unter Oxydation erhitzt, in Umdrehung gebracht. In ca. 3½ Stdn. ist eine Temp. von 1500° erreicht. Nach 1std. Erhitzen bei dieser Temp. wird bei gleicher Temp. 1 Stde. reduzierend erhitzt. Man erhält ein Prod. aus 3,0% BaSO₄, 3,8% SiO₂, 21,8% Al₂O₃ u. 71,4% BaO. Je nach Auswahl der Anteile von Baryt u. Bauxit werden Prodd. hergestellt, die ein Verhältnis von BaO : Al₂O₃ = 1 : 1 bis 6 : 1 aufweisen. (A. P. 2 375 715 vom 24/10. 1941, ausg. 8/5. 1945.)

BEWERSDORF. 6135

Aktieselskapet Norsk Aluminium Co., übert. von: **Magnus Hafstad**, Norwegen, *Herstellung von Calciumaluminat aus Aluminiumsilicaten*. Zur Gewinnung eines Ca-Aluminates, das leicht auf Al(OH)₃ verarbeitet werden kann, aus Fe-armen Al-Silicaten, wie *Labradorit* u. *Andalusit*, auf elektrotherm. Wege erhitzt man das Ausgangsmaterial mit Koks u. einem aus CaO, SiO₂ u. Fe₂O₃ bestehenden Flußmittel. Das letztere hat z. B. folgende Zus.: 975 kg Kalkstein, 10 kg Labradorit, 300 kg Eisenerz u. 130 kg Koks. Die Bestandteile werden bis zu einer Korngröße von 3—5 mm zerkleinert, zusammengesmolzen u. 850 kg des Gemisches im Elektroofen mit 450 kg Labradorit von ca. 5 mm Durchmesser u. 75 kg Koks erhitzt. Man erhält dabei 1 t Ca-Aluminatschlacke mit 58% CaO, 14,4% Al₂O₃, 25,3% SiO₂, 1,1% MgO, 0,9% Fe₂O₃, 0,5% TiO₂ u. 0,3% CaS u. 210 kg Roheisen mit 4,6% C, 1% Si, 1,7% Ti + Mn + V, 0,003% P u. Spuren von S u. a. Elementen bei einem Stromverbrauch von 1100 kWh für die Gewinnung von 1 t Schlacke. (F. P. 900 624 vom 25/9. 1943, ausg. 4/7. 1945. Norw. Prior. 10/3. 1942.)

KALIX. 6135

Dyckerhoff Portland-Zementwerke Akt.-Ges., Deutschland, *Entfernung von Schwefelverbindungen aus Aluminatlösungen*. Die aus Bauxit u. a. Al-haltigen Materialien gewonnenen Aluminatlsgg. enthalten meist etwas Sulfat-S, der aus dem Rohmaterial oder der zur Verarbeitung benutzten Kohle herrührt u. hauptsächlich während der Filtration in Form von 3 CaSO₄ · 3 CaO · Al₂O₃ oder CaSO₄ · 3 CaO · Al₂O₃ ausfällt, wodurch das Filter verkrustet u. Al verlorengeht. Zur Vermeidung der Anreicherung von Sulfaten in den Aluminatlsgg. beim kontinuierlichen Verf. läßt man sie durch den unlösl. Auslaugungsrückstand absorbieren, was am einfachsten durch Erhöhung der Alkalität der Lsgg. erreicht werden kann. Wenn z. B. zur Auslaugung einer feingemahlten Schlacke mit 14,3% Al₂O₃, 56,0 CaO, 23,3 SiO₂, 5,4 Fe₂O₃, 0,3 SO₃ u. 0,2 S die berechnete Menge von 5 g Na₂CO₃ auf 1 Liter Lsg. von 50° verwendet, so enthält die Aluminatlsg. 610 mg SO₃ im Liter; extrahiert man jedoch mit 5,2 g Na₂CO₃ im Liter, so verbleiben in der Lsg. nur 90 mg SO₃ im Liter. (F. P. 906 266 vom 3/8. 1944, ausg. 28/12. 1945. D. Prior. 22/10. 1943.)

KALIX. 6135

Charlotte Chemical Laboratories Inc., übert. von: **Thomas C. Oliver**, Jackson Heights, N. Y., **Ralph D. Long** und **Leo H. Crosson**, Charlotte, N. C., V. St. A., *Herstellung von Ferrochlorid*. Aus Abfall-Ferrosulfatlsgg. wird FeSO₄ · 7 H₂O auskryst. u. davon eine nahezu gesätt. Lsg. hergestellt, die je nach der Menge der anhaftenden Säure einen pH-Wert von 1—3 hat. Hierzu gibt man eine fast gesätt. Lsg. eines Erdalkalichlorids, vorzugsweise eine solche von CaCl₂ bei 70°. Das ausfallende CaSO₄ wird abfiltriert u. die FeCl₂-Lsg. eingedampft. Sie kann auch, nachdem sie etwas konz. worden ist, mit Cl₂ zu FeCl₃ oxydiert werden. (A. P. 2 374 453 vom 27/3. 1941, ausg. 24/4. 1945.)

KALIX. 6141

VI. Silicatchemie. Baustoffe.

W. A. Deringer, *Verhalten einiger gebräuchlicher Eisensorten in bezug auf Emaillierung*. Sieben verschied. Eisensorten werden nach dem Sandstrahlen emailliert (zum Teil mit Grundemail) u. auf typ. Emaillierfehler geprüft (Aufkochen, Blasenbildg., Fischschuppen). Die Befunde zeigen, daß eine enge Beziehung zwischen dem Verh. gegen H₂ u. den Emaillierungseigg. der Eisensorten besteht. Diese Beziehung läßt sich am besten auf Grund des Diffusionsvorganges des atomaren H erklären u. wird in keiner Weise durch den Gesamtkohlenstoffgeh. oder durch Stabilisierung des C durch Carbiddbg., außer Eisen-carbid, beeinflußt. Die zugesetzten metall. Elemente (Ti u. in noch wirksamerer Weise

Cr) vermindern die Diffusionsfähigkeit des H_2 durch Stahl auf zweierlei Weise: 1. indem sie eine vergiftende oder antikatalyt. Wrkg. auf die Wasserstoffdiffusion ausüben u. 2. indem sie die Lücken in dem Krystallgitter „verstopfen“ u. dadurch das Metall gegen Diffusion von atomarem H undurchlässig machen. (J. Amer. ceram. Soc. 29. 332—40. 1/11. 1946. Milwaukee, Wis., A. O. Smith Corp.) HENTSCHEL. 6174

Don S. Wolford und Glenn E. Selby, *Die versteifende Wirkung des Emails auf Eisenblech*. I u. II. Mitt. Es werden Prüfmeth. beschrieben, nach denen die Biege- u. Druckfestigkeit des Emails (mit Grundierung) u. des Eisens bei emaillierten flachen Blechen getrennt bestimmt werden kann. Die Biegeunters. wurden an emaillierten Eisenblechen von 0,016—0,050 in. Stärke u. bei Emailsichtdicken von 0,004—0,025 in. vorgenommen u. die Verhältnisse zwischen Biege-, Zug- u. Druckfestigkeit auf Standard-eisenblech von 0,016 in. bezogen. Für die Messung der Zerreiß- u. Abblätterungsspannung des Emails wurden Drahtspannvorr. benutzt, u. die Reißbildg. wurde durch die Widerstandsänderung einer in die Ritze eindringenden Salzlsg. ermittelt. Auch zur Unters. über den Einfl. des Emails auf das Biegeverh. von Wellblech wurden Prüfungen vorgenommen. Ferner wurden Formeln abgeleitet, um die Eigg. des zweischichtigen Materials mit gleichstarkem Emailüberzug auf beiden Seiten des Eisenbleches zu überprüfen u. die wichtigsten Zahlenwerte tabellar. zusammengestellt. Die Werte des Elastizitätsmoduls für Email auf Eisen liegen niedriger als die Literaturwerte für das Email, wahrscheinlich wegen der im aufgebrannten Email stets vorhandenen Mikrohöhlräume. Für das Eisenblech von 0,016 in. Stärke mit einer 0,025 in. dicken Emailsicht betrug die Zunahme der Steifigkeit u. der Biegefestigkeit 1500 bzw. 500%. Eine Emailsicht von 0,009 in. (wie sie bei manchen Zwecken üblich ist) erhöht diese Eigg. auf 190 bzw. 150%. Die Erhöhung der Steifigkeit u. der Biegefestigkeit für Wellblech ergab sich in diesen Unters. zu 5—7% bzw. 9—27%, u. die so experimentell bestimmten Beziehungen dieser mechan. Eigg. für flaches u. Wellblech stehen in guter Übereinstimmung mit den theoret. ermittelten. Die als Verhältnis der Gesamtdicke zur Dicke des Eisenbleches eingeführte Kennzahl R ist zur Steifigkeit, dem Biegemoment u. dem Gewicht der flachen Bleche in der dritten bzw. zweiten u. ersten Potenz umgekehrt proportional. Für den Steifheitsgrad u. die Biegefestigkeit werden Formeln u. Kurven mitgeteilt, um diese Kennwerte schnell für flaches emailliertes Eisenblech u. Wellblech ermitteln zu können, desgleichen für das Gewicht des Eisenbleches. Obwohl somit der Einfl. des Emailüberzugs auf die Festigkeitswerte des Bleches recht bedeutend sein kann, ist darauf hinzuweisen, daß prakt. die Dicke der Emailsicht begrenzt ist, weil sie zum Abblättern neigt, u. weil die Gegenstände sich beim Brennen sonst leicht verziehen. (J. Amer. ceram. Soc. 29. 162 bis 175. 1/6. 1946. Middletown, O., American Rolling Mill Co.) HENTSCHEL. 6174

F. V. Tooley und R. L. Tiede, *Einfluß der Mischzeit und Korngröße der Gemenge auf die Homogenität von Soda-Kalk-Silicatgläsern*. Vf. berichten über Laboratoriumsvers., die zeigen, daß die Mischzeit des Gemenges nur wenig Einfl. auf die Homogenität des Glases hat, daß diese jedoch bei Verkleinerung der Korngrößen des Gemenges besser wird. Schmelzen im geneigten drehbaren Tiegel hatten nach 4 Std. n. eine bessere Homogenität als solche im stehenden Tiegel nach 8 Stunden. (J. Amer. ceram. Soc. 29. 197—99. 1/7. 1946.) KÜHNERT. 6210

Louis Navias und R. L. Green, *Dielektrische Eigenschaften des Glases gegenüber ultrahohen Frequenzen und ihre Beziehung zur Zusammensetzung der Gläser*. Um die Grundlagen zu schaffen für die Entw. von Gläsern mit geringen dielekt. Verlusten, guter chem. Widerstandsfestigkeit u. Ausdehnungskoeff., die eine einwandfreie Glas-Metall-Verb. ermöglichen, haben Vf. Vers. mit 10- u. 3 cm-Wellen durchgeführt u. die Ergebnisse mit der Zus. der untersuchten 104 Glassorten in Beziehung gesetzt. Sie stellen fest, daß das feste u. kontinuierliche Netzwerk der SiO_2 - u. der B_2O_3 -Gläser für Zentimeterwellen relativ durchlässig ist. Alkali-Ionen in den Gläsern verursachen hohe dielekt. Verluste; allerdings geben Gläser mit mehreren Alkalien geringere Verluste als solche mit nur einem. Viel geringere Absorption bewirken alkal. Erden u. Blei, jedoch zeigen auch Gläser mit BaO u. PbO hohe Verluste, die aber in Ggw. von Alkali-Ionen verringert werden. (J. Amer. ceram. Soc. 29. 267—76. 1/10. 1946.) KÜHNERT. 6210

S. L. Meyers, *Die chemische Zusammensetzung und Wasserempfindlichkeit von Zementen für Erdölbohrlöcher*. Es wird die Wasserempfindlichkeit von Zementen bei konstanter Kalksättigung $K = 0,98$ nach der Formel von LEA u. PARKER $K = 100 \times CaO / (2,8 SiO_2 + 1,18 Al_2O_3 + 0,65 Fe_2O_3)$ in Abhängigkeit vom SiO_2 -Modul ($SiO_2/Al_2O_3 - Fe_2O_3$) u. vom Al_2O_3/Fe_2O_3 -Verhältnis untersucht u. in Diagrammen dargestellt. Zemente mit mittleren Moduli binden im Gegensatz zu Zementen mit extremen Moduli langsam ab. Hocheisenhaltige Zemente sind wasserempfindlicher als die Al-Zemente. — Lsgg. von 0,5% $AlCl_3$ oder 3,5% $CaCl_2$ setzen die Wasserempfindlichkeit herab, dagegen sind 0,5 bis 1,5% ig. $CaCl_2$ -Lsgg. ungünstig. — Für prakt. Zwecke müßten noch die Verhältnisse

unter höheren Drücken u. Temp., wie sie in Bohrlöchern auftreten, untersucht werden. (Petrol. Engr. 10. 100. 102—103. Sept. 1939.) LECKE. 6230

R. T. Vanderbilt Co., Inc., New York, übert. von: **Ira E. Sproat**, Westport, Conn., V. St. A., *Keramische Körper*. Es werden Zuss. verwendet, die neben den üblichen keram. Bestandteilen eine Mischung von Pyrophyllit, der Serizit beigemischt ist, u. Brucit enthalten. Die günstigsten Resultate werden mit einer Zus. aus 65% Pyrophyllit, der ca. 1,8—2% Serizit enthält, u. 35% Brucit erhalten. Die Stoffe finden in einer Korngröße von ca. 325 Maschen-Sieb Verwendung. So werden für Mauerziegel Mischungen aus 16 bis 40% der günstigsten Pyrophyllit-Brucit-Zus., 10—20% Flint, 2—6% Feldspat, 25—32% Ton (ball-clay), 23—26% Kaolin fertiggestellt. Zur Herst. von elektr. Porzellan, Fußbodenplatten, sanitären Porzellangegegenständen benutzt man Mischungen aus 17% Flint, 15% Feldspat, 9% Ton (ball-clay), 34% Kaolin u. 25% Brucit-Pyrophyllit oder 24% Feldspat, 16% Ton (ball-clay), 30% Kaolin u. 30% Brucit-Pyrophyllit. Die Mischungen werden durch Gießen, Trockenpressung oder Walzen geformt u. die Formlinge in üblicher Weise gebrannt. Die hergestellten Körper weisen eine niedrige Wärmeausdehnung, hohen Widerstand gegen Hitzestöße u. plötzliche Abkühlung u. verbesserte Festigkeit auf. (A. P. 2 380 198 vom 2/11. 1943, ausg. 10/7. 1945.) BEWERSDORF. 6223

Soc. Industrielle et Commerciale des Aciers, Frankreich, *Herstellung feuerfester Steine*. Die Widerstandsfähigkeit der im Hauptpatent beschriebenen feuerfesten Steine aus Quarz u. Tonerde vom Typus der Chamotesteine wird gegenüber fl. Stahl bedeutend erhöht, wenn man der *M. Ferrosilicium, Silicium* oder *Calcium-Silicium* zusetzt. Man verwendet hierzu z. B. Ferrosilicium mit mindestens 90% Si in Mengen von 10% der Steinmasse. Zur Ersparung des Zusatzmaterials können ferner die Steine so gepreßt werden, daß nur die eine Seite, die mit dem fl. Stahl in Berührung kommt, aus Material mit Zusatz an Si- oder Si-Legierungen besteht. (F. P. 53 390 vom 10/3. 1944, ausg. 17/10. 1945. D. Prior. 13/3. 1943. Zusatz zu F. P. 897 389.) KALIX. 6223

* **British Thomson-Houston Co. Ltd.**, *Herstellung von Glimmertafeln*. Die einzelnen Glimmerteilchen werden mit einer Lsg. behandelt, die als Bindemittel einen *Polyvinylester* u. ein *Alkydharz* enthält. Die Glimmerplättchen werden nun aufeinander gelegt u. in einer Presse so hoch erhitzt, daß das Bindemittel härtet. Man erhält eine unlösl., nichtschmelzbare Glimmerplatte. (E. P. 558 186, ausg. 22/12. 1943.) SCHWECHTEN. 6225

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Verzögerung des Festwerdens von Gips*. Schon geringe Mengen von Nitrilotriessigsäure, von analogen, in W. lösl. Säuren oder von wasserlösl. Salzen dieser Säuren verzögern das Festwerden von Gips. Die Zusätze können dem Gips nach dem Brennen, sogar bei hohen Temp., z. B. um 180°, oder dem zum Anrühren dienenden W. zugegeben werden. — Rührt man 1500 Teile Gips mit 1000 W. u. 1 der unten angeführten Zusatzmittel an, so beträgt die zur Verarbeitung zur Verfügung stehende Zeit: beim nitrilotriessigsäurem Na 82 Min., beim nitrilotripropionsäurem Na 62 Min., beim Na-Acetat 16 Min., bei Albuminspaltungsprodd. 40 Min. u. beim bernsteinsäurem Na 40 Minuten. (F. P. 892 975 vom 30/3. 1943, ausg. 25/5. 1944. D. Prior. 17/2. 1941.) ROICK. 6235

Johns-Manville Corp., New York, N. Y., übert. von: **Manuel R. Ximenez**, Plainfield, N. J., V. St. A., *Hartmachen der Oberfläche von Mineralwolle*. Man imprägniert dünnes Asbestpapier mit nicht mehr als 25% eines härtbaren, mit Tritolyphosphat plastifizierten Phenolharzes in Form einer Lsg. u. klebt nach dem Trocknen das in mehrere Lagen geschichtete u. unter Druck u. Hitze gehärtete Papier mit Hilfe von Caseinleim oder Klebmitteln' aus Celluloseäther- oder Alkydharzemulsionen auf Mineralwolle. Die harte Oberfläche des erhaltenen *Wärmeisolators* kann noch mit Farbe, Firnis oder Lackemail überzogen werden. (A. P. 2 393 947 vom 4/8. 1942, ausg. 29/1. 1946.) HANS HOFFMANN. 6237

Hercules Powder Co., übert. von: **Robert W. Lawrence**, Wilmington, Del., V. St. A., *Wärmeisolierendes Material*. Um die Druckfestigkeit kornförmiger poriger organ. Stoffe, wie z. B. Kork u. Bagasse, sowie ihre Fließfähigkeit zu erhöhen, werden die auf —12+100 Maschen gesiebten Rohstoffe gegebenenfalls nach vorangehender Trocknung mit einem durch Hitze härtbaren Kunstharzüberzug versehen, der 25—40% des Gewichts der organ. Isolierstoffe ausmachen soll. In Frage kommen Harnstoff- oder Phenolformaldehydharze, die nach dem Aufsprühen auf den Isolierstoff polymerisiert werden. (A. P. 2 375 008 vom 19/9. 1942, ausg. 1/5. 1945.) HANS HOFFMANN. 6237

VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung.

K. Scharrer, *Wesen und Probleme der neuzeitlichen Düngung*. Der mikrobielle Abbau der organ. Substanz läßt den Dauer- u. Nährhumus entstehen. Braunhuminsäuren haben Schutzkolloidwirkung. Die N-haltigen u. mit Ca gesätt. Grauhuminsäuren verbinden sich

mit den Tonkomplexen u. erhöhen die Sorptionskapazität u. Garebildg. des Bodens. Organ. Dünger müssen reich an Dauerhumus sein, vor allem viel Grauhuminsäuren, die durch Ca-Zusatz erhalten werden. — Eine geregelte Kalkdüngung verhindert das Auftreten des Al-Ions im Boden u. die Festlegung des gedüngten P_2O_5 in Form von $AlPO_4$. Vermehrung der organ. u. Erhaltung der anorgan. Bodenkolloide als Sorptionsträger für Pflanzennährstoffe sind neuzeitliche Gesichtspunkte. Die Wrkg. der Kat- u. Anionen des betreffenden Düngesalzes auf die Pflanze bzw. auf den Boden ist zu berücksichtigen. Na-Ion drosselt die Wasserergiebigkeit u. erhöht den krit. Wassergeh. des Bodens; Ca-Ion wirkt umgekehrt. K-Ion fördert die Wasseraufnahme u. setzt die Transpiration herab. Cl-Ion hat ähnliche Eigenschaften. Das hydrophobe SO_4 -Ion hemmt die Wasseraufnahme u. fördert die Transpiration der Pflanzen. Diese Tatsachen sind wichtig für die Bekämpfung der Dürreerscheinungen. (Chemiker-Ztg. 68. 75—78. 17/5. 1944. Giessen, Univ., Agrikulturchem. Inst.) HANNEMANN. 6304

D. Donald Sherman und **Charles K. Fujimoto**, *Einfluß von Kalkung, Verteilungs- und Abdeckmitteln auf die Löslichkeit von Mangan in Hawaii-Böden*. Kalkung verminderte das austauschbare Mn, u. zwar auf $\frac{1}{5}$ bei Anwendung von 2 t Ca-Hydrat/acre. Abdeckmittel erniedrigte die Oberflächentemp. u. erhielt die Feuchtigkeit des Bodens u. verminderte austauschbares Mn auf ca. $\frac{1}{6}$. Auftrag von 2 t Kalk sowie Abdecken setzte das austauschbare Mn auf ca. $\frac{1}{14}$ herab. Anwendung von Chlorpikrin u. Verteilungsmitteln (z. B. D'-D'-Mischung) bewirkte keine Herabsetzung des austauschbaren Mn u. erhöhte das austauschfähige Fe. Ernteerträge erhöhten sich mit abnehmendem Geh. des Bodens an austauschbarem Mn. (Proc. Soil Sci. Soc. America 11. 206—10. 1946. Honolulu, Univ. of Hawaii, Hawaii Agric. Exp. Stat.) SCHEIFELE. 6304

M. E. Weeks und **Alice Walters**, *Der Einfluß der Phosphordüngung auf die chemische Zusammensetzung und Phosphorformen in reifen Maispflanzen*. Auf mäßig saurem Boden gezogener Mais wurde untersucht auf anorgan. u. Gesamt-P (durch Heißwasserextraktion), anorgan., lösl. organ. (hauptsächlich Phytin) u. unlösl. organ. (Nucleinsäure, Nucleoproteine) Anteile (durch Extraktion mit 0,5n HCl) sowie auf Lipoid-P (durch Extraktion mit Ae.-A. 2:8). Resultate: Die Zus. der Körner variierte weniger als die der übrigen Pflanzenbestandteile, doch schwankt der P-Geh. je nach der Düngung zwischen 10 u. 55%. Der Mineralgeh. beider Pflanzenbestandteile war ohne Düngung vielfach höher als bei Düngung. (Proc. Soil Sci. Soc. America 11. 189—94. 1946. Lexington, Ky., Agric. Exp. Stat.) SCHEIFELE. 6308

B. P. Strogonow und **L. A. Osstapenko**, *Der Einfluß einer Bodenübersäuerung auf den Stickstoffumsatz der Baumwollpflanze*. Bei zu hohem Salzgeh. des Bodens wird die N-Versorgung der Baumwollpflanze wahrscheinlich nicht beeinträchtigt; die Salze wirken in erster Linie auf die Wachstumsprozesse des sich entwickelnden Organismus. Einen bes. ungünstigen Einfl. hat eine hohe Konz. leicht lösl. Salze im Boden auf die Periode der Quellung u. Keimung der Samen; die Saat geht schlecht auf u. die sich entwickelnden Pflänzchen machen einen welken Eindruck. In der Vegetationsperiode wird der in die Organe der Pflanze gelangende N nicht vollständig ausgenutzt. Infolge der durch die Salze bewirkten Unterdrückung der Wachstumsprozesse geht das Eintreten von N schneller vor sich als seine Verwendung bei den synthet. Prozessen, was durch die einer Salzgehaltsteigerung im Boden parallellaufende Erhöhung des N-Geh. der Trockensubstanz bewiesen wird. Für diese Anschauung sprechen auch Unters. von SCHMALFUSS (Phytopathol. Z. 3. [1932.]), der an Kalimangelpflanzen infolge der Unterdrückung des Wachstums der Triebe im Vgl. zu dem der Wurzeln eine Zunahme des N-Geh. beobachtete. — Eine Möglichkeit, die schädigende Wrkg. stark salzhaltiger Böden auf den keimenden Samen teilweise zu kompensieren, sieht Vf. in der Zuführung von Spurenelementen, die die Wachstumsprozesse stimulieren. — Ausgewachsene Blätter absorbieren mehr N u. synthetisieren in höherem Maße Eiweißverb. als junge, was dadurch erklärt werden kann, daß erstere die Quelle der N-Verb. für die jungen wachsenden Pflanzenteile sind. Der in mineral. Form in die ausgewachsenen Blätter gelangende N erleidet dort prim. Umwandlungen u. tritt in organ. Form in die jungen Triebe ein. Beim Übergang der Baumwolle in die reproduktive Phase nehmen die neu entstehenden fruchtbildenden Organe die N-Substanzen der unteren Blätter ebenfalls intensiv auf, wodurch letztere geschwächt werden. (Труды Института Физиологии Растений имени К. А. Тимирязева [Arb. Timirjasew Inst. Pflanzenphysiol.] 4. 56—67. 1946. Moskau, Timirjasew-Inst. für Pflanzenphysiol. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) v. PEZOLD. 6308

W. L. Browzyna, *Der Einfluß der Bodenübersäuerung auf die Struktur der Blätter der Baumwollpflanze*. Welkheit u. Zwerghaftigkeit der Baumwollpflanzen bei zu hohem Salzgeh. des Bodens sind die Folgen der Veränderung der Wachstumsprozesse der einzelnen Zellen. Findet die Formierung der Organe unter diesen Bedingungen statt, so wird die Teilung der Zellen stärker unterdrückt als ihr Größenwachstum. Da die Ausmaße der

Organe, bes. der Blätter, hauptsächlich von der Anzahl der in ihnen enthaltenen Zellen abhängen, sind die Blätter von Baumwollpflanzen, die in Böden mit zu hohem Salzgeh. wachsen, kleiner, jedoch dicker u. sukkulenter als die von n. Pflanzen. (Труды Института Физиологии Растений имени К. А. Тимирязева [Arb. Timirjasew Inst. Pflanzenphysiol.] 4. 243—51. 1946. Moskau, Timirjasew-Inst. für Pflanzenphysiol. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) v. PEZOLD. 6308

A. F. Parker-Rhodes, *Untersuchungen über den Mechanismus fungicider Wirkung*. V. Mitt. *Nichtmetall- und Natriumdithiocarbaminsäurederivate*. (IV. vgl. C. 1943. II. 1493.) Die Verss. wurden unter Verwendung von *Macrosporium sarcinaeforme* als Testpilz mit den verschiedensten Dithiocarbamaten ausgeführt. Es wurde festgestellt, daß a) die Dithiocarbamate durch die Sporen mehr oder weniger in Amine u. CS₂ gespalten werden, welche beide tox. wirken; b) die Amine werden nur in kombinierter Form, entweder mit Dithiocarbamat oder (wahrscheinlicher) als Ester absorbiert; c) CS₂ wirkt durch Vermittlung von Thiocarbonat; d) Thiuramsulfide wirken durch wechselseitige Zers. von Carbamaten, wobei die Monosulfide stärker zers. werden als die Disulfide. Dem gebildeten CS₂ ist der größte Anteil an der fungiciden Wrkg. zuzuschreiben. (Ann. appl. Biol. 30. 170—79. Aug. 1943. Bristol.) GRIMME. 6312

Je. F. Beresowa, *Bakterielle Methode der Bekämpfung von Pilzkrankungen landwirtschaftlicher Pflanzen*. 1. Mitt. *Die Bakterisation der Samen als Methode zur Bekämpfung bei Flachskrankheiten*. Der Antagonismus einiger Bakterien gegen die Pilze, die verschied. Erkrankungen bei Flachs verursachen — in erster Linie *Fusarium lini*, *Fungus sterilis* u. *Colletotrichum lini* — wird zu ihrer Bekämpfung ausgenutzt. Die Flachssamen werden zu diesem Zwecke mit mykolyt. Bakterien infiziert. Im Laboratoriumsvers. gelingt es auf diese Weise, den Befall mit Pilzen bis auf 80% einzudämmen. Bei der Aussaat im Felde kann die Ernte um 10—12% erhöht werden. Die Infektion der Samen mit den mykolyt. Bakterienstämmen gelingt am besten mit Torf als Träger der Bakterien. Je nach der Art des Bodens ist bald der eine, bald der andere Stamm der Bakterien wirksamer. Die Bakterisation erwies sich jedenfalls nicht weniger wirksam als das Beizen der Samen. (Микробиология [Microbiol.] 8. 186—97. 1939. Moskau, Inst. für landw. Mikrobiol.) DU MANS. 6312

A. N. Naumowa, *Bakterielle Methode der Bekämpfung von Pilzkrankungen landwirtschaftlicher Pflanzen*. 2. Mitt. *Der Einfluß der Bakterisation von Samen auf den Befall des Sommerweizens mit Pilzen und auf seine Ernte*. (1. vgl. vorst. Ref.) Vf. arbeitet mit Bakterien aus der Gruppe *Pseudomonas* u. *Achromobacter*. Es wird eine Probe von gesundem Weizensamen u. eine mit *Fusarium* infizierte mit Bakterien suspension übergeben (z. B. *Azotobacter vinelandii chroococcum*, *Pseudomonas fluorescens*, *Bac. elenbachensis*). Es gelingt durch Bakterisation der Samen, die Pilzkrankung weitgehend einzudämmen. Die Wirksamkeit verschied. Bakterienstämme ist ungleichmäßig. Auch steigerten einige Arten von *Azotobacter* die Zahl der gesunden Pflanzen, ohne den Befall von nicht gekeimten Samen mit Pilzen zu vermindern. Zur Durchführung der Bakterisation der Samen eignet sich am besten ihre Mischung mit Torf, dem 1,5 Milliarden Bakterien pro g zugefügt wurden. Die Dauer der Einw. dieser Mischung beträgt 1—6 Tage bei +10°. Das Aufbewahren der Samen bei 22—25° verbunden mit völliger Austrocknung derselben schädigt die Ernte. (Микробиология [Microbiol.] 8. 198—205. 1939. Moskau, Inst. für landw. Mikrobiol.) DU MANS. 6312

Henri Brunel, Frankreich, *Herstellung kolloidaler Lösungen von Schwefel*. Hochkonz. wss., koll. Lsgg. von S erhält man, wenn man den S in organ. Fl. löst, die eine oder mehrere NH- oder NH₂-Gruppen besitzen, wie *Pyridin* u. *Athylendiamin*, u. diese mit W. mischt. Wenn diese Lsgg. für manchen Verwendungszweck zu stark alkal. sind, so kann man sie ganz oder teilweise neutralisieren. Dabei geht noch mehr S in die wss. Lsg. über. Man löst z. B. 1 kg Schwefelblume in 10 kg Äthylendiamin, verd. mit W. u. neutralisiert mit der berechneten Menge HCl durch Zugabe in kleinen Portionen. Die Lsg. kann als *Schädlingsbekämpfungsmittel* verwendet werden. (F. P. 915 006 vom 3/5. 1945, ausg. 24/10. 1946.) KALIX. 6313

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Alkylenoxyde*. Man erhitzt vorteilhaft in einem inerten Gasstrom u. in Ggw. von Katalysatoren, wie Fe-Oxyd, Ag-Oxyd, Ni-Oxyd, Ag-Carbonat, Silicagel u. Aktivkohle, Kohlensäure- α -glykolester (erhältlich durch Umsetzen von olefin. Halogenhydrinen mit Na-Bicarbonat) unter n. oder vermindertem Druck auf Temp. zwischen 100 u. 200°. — Man erhält so auf einfache Weise u. in guter Ausbeute Alkylenoxyde im Gemisch mit CO₂. Aus diesem Gemisch kann man z. B. durch Kondensation das Alkylenoxyd in reinem Zustande abtrennen, oder man kann das Gemisch als solches, teilweise gereinigt oder nach Zugabe von weiteren Mengen Alkylenoxyd,

z. B. als *Schädlingsbekämpfungsmittel* verwenden. — Erhitzt man z. B. 100 Gewichtsteile Kohlensäureäthylenglykolester in CO_2 oder N_2 auf 200° , so setzt eine lebhaft Zers. ein. Schickt man die Gase durch eine Kühlvorr., die eine Temp. aufweist, die wenig unter 0° liegt, so werden ca. 40 Gewichtsteile Äthylenoxyd in reinem Zustand niedergeschlagen. Die gleiche Ausbeute erhält man, wenn das Erhitzen in Ggw. von 5 Gewichtsteilen Ag-Oxyd vorgenommen wird. (F. P. 893 037 vom 1/4. 1943, ausg. 26/5. 1944. D. Prior. 1/4. 1939.)

ROICK. 6313

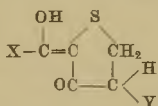
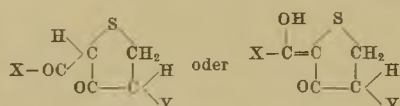
* **Imperial Chemical Industries Ltd.**, übert. von: Catherine Beveridge und Jean K. Hay, *Schädlingsbekämpfungsmittel*. Benzolhexachlorid wird in einem arom. KW-stoff oder einem chlorierten aliph. KW-stoff gelöst u. so viel Türkischrotöl zugesetzt, daß eine klare Fl. entsteht. Diese wird in W. dispergiert u. als Sprühmittel gegen Pflanzenschädlinge u. Hausinsekten verwendet. (E. P. 576 493, ausg. 5/4. 1946.) KALIX. 6313

Knoll A.-G. Chemische Fabriken, Deutschland, *Herstellung von Verbindungen der nebenstehenden allgemeinen Formel*, in der R_1 eine Oxy- oder Alkoxygruppe u. R_2 eine Halogenmethylgruppe bedeutet. 2-Fluoroxy- oder 2-Fluoraloxybenzole werden mit Formaldehyd u. Halogenwasserstoffsäure in Ggw. von ZnCl_2 kondensiert. — Z. B. leitet man in ein Gemisch von 150 g Fluoranisol (I), 240 ccm Ae., 150 ccm Formalin (II) (40% ig), 15 g ZnCl_2 u. 1 g NaCl unter Rühren bei 150° 6 Stdn. lang einen HBr-Strom ein. Dann gießt man auf Eis, extrahiert mit Ae., wäscht, trocknet, verjagt den Äther. Weiße Krystalle von 3-Fluor-4-methoxybenzylbromid, F. 42° . — Aus I mit II u. HCl 3-Fluor-4-methoxybenzylchlorid (III), Kp.₁₂

118— 122° , F. 34° . — Die neuen Verb. werden als Farbstoffzwischenprodd., als Schädlingsbekämpfungs- u. Pflanzenschutzmittel verwendet. — Aus III erhält man durch Umwandlung in das entsprechende Cyanid, Hydrierung der CN-Gruppe u. Verseifung der Methoxygruppe Fluortyramin. (F. P. 895 545 vom 16/6. 1943, ausg. 26/1. 1945. D. Prior. 17/6. 1942.)

DONLE. 6313

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Verbindungen der 3-Ketotetrahydrothiophenreihe*, die nebenst. Formeln entsprechen, in denen X für Wasser-



stoff, einen Alkyl- oder Carbalkoxyrest u. Y für Wasserstoff oder einen, gegebenenfalls substituierten, Alkylrest steht. Acylmethylthioäthylcarbonsäureester oder ihre Substitutionsprodd. oder Deriv. werden unter der Einw. von alk. Mitteln einer intramol., von einem Ringschluß begleiteten Kondensation unterworfen. Eine weitere Herstellungsweise besteht darin, daß 3-Ketotetrahydrothiophene, die in 2-Stellung eine CH_2 -Gruppe enthalten u. außerdem in 4-Stellung durch einen, gegebenenfalls substituierten, Alkylrest substituiert sein können, mit Carbonsäureestern in Ggw. von alk. Kondensationsmitteln unter Alkoholabspaltung umgesetzt werden. Alkalimetalle, ihre Alkoholate u. Amide bewähren sich als Kondensationsmittel. Die Rk. erfolgt bei gewöhnlicher oder erhöhter Temp., zweckmäßig in Ggw. eines Lösungs- oder Verdünnungsmittels. — Die Prodd. werden als Ausgangsstoffe für die Synth. von anderen chem. Verb. oder als Schädlingsbekämpfungsmittel verwendet. — Man läßt in 25 ccm siedendes Bzl., in dem sich 1,8 g fein verteiltes Na befinden, unter Rühren am Rückfluß eine Lsg. von 15,8 g β -Acetylmercaptopropionsäureäthylester (aus Chloraceton u. β -Mercaptopropionsäureäthylester) in 50 ccm Bzl. eintropfen, erhitzt weiter zum Sieden, bis das Metall verschwunden ist, u. das Reaktionsprod. sich als Na-Verb. abgeschieden hat. Dann gibt man Eiswasser zu, trennt die wss. Schicht ab, säuert sie mit verd. H_2SO_4 an, extrahiert das Öl mit Ae., wäscht die äther. Lsg. mit NaHCO_3 -Lsg., trocknet sie, verjagt den Ae. u. dest. den Rückstand. 2-Acetyl-3-ketotetrahydrothiophen, Kp._{3,5} 84 — 85° ; gibt intensiv grüne Färbung mit FeCl_3 . — Zu 5,1 g 3-Ketotetrahydrothiophen u. 7,5 g Oxalsäureäthylester (I) wird unter Eiskühlung eine aus 1,2 g Na u. 50 ccm A. bereitete Na-Alkoholat-Lsg. gegeben, worauf sofort eine von einer dunkelroten Färbung begleitete Kondensation eintritt. Man läßt 15 Stdn. in der Kälte stehen, fällt mit Ae. die Na-Verb. von Oxalester-3-ketotetrahydrothiophen als rotes Pulver. Der freie Diketonester ist ein schwach gefärbtes Öl. — Aus 3-Keto-4-isopropyltetrahydrothiophen (II) u. Ameisensäureäthylester (III) erhält man über die Na-Verb. 2-Oxymethylen-3-keto-4-isopropyltetrahydrothiophen, Kp.₁ 94° , F. 82° . Die Verb. gibt mit einer Lsg. von Cu- oder Pb-Acetat Fällungen. — Aus I u. II eine Na-Verb., hieraus beim Ansäuern 3-Keto-4-isopropyltetrahydrothiophen-2-oxalsäureäthylester, schnell erstarrendes Öl. F. 41° . Monoxim vom F. 121° . — Aus 3-Keto-4-(ω -carbäthoxy-n-propyl)-tetrahydrothiophen, das durch Veresterung von 3-Keto-4-(ω -carboxy-n-propyl)-tetrahydrothiophen gewonnen wird, u. III Na-Satz von 2-Oxymethylen-3-keto-4-(ω -carbäthoxy-n-propyl)-tetrahydrothiophen. (F. P. 896 345 vom 13/7. 1943, ausg. 19/2. 1945. D. Prior. 25/7. u. 27/7. 1942.)

DONLE. 6313

United States of America, represented by Claude R. Wickard, Secretary of Agriculture, übert. von: William F. Barthel, College Park, Md., und Herbert L. I. Haller, Washington, D. C., V. St. A., *Reinigen von Pyrethrumextrakt*. Pyrethrum wird mit KW-stoffen extrahiert u. die Lsg. mit Nitroalkanen gerührt, wobei diese nur das Pyrethrin lösen. Man gibt z. B. zu 500 g Pyrethrumextrakt in Kerosin mit 20% Pyrethrin 250 cm³ *Nitromethan*, rührt einige Zeit gut durch u. trennt dann die beiden Fl. im Scheidetrichter. Die Nitromethanlsg. läßt man dann durch eine Kolonne mit akt. Kohle von 1½ in. Durchmesser u. 8 in. Höhe fließen. Die Kohle wird dann mehrfach mit etwas Nitromethan ausgewaschen, die Lsgg. vereinigt u. das Lösungsm. im Vakuum abdestilliert. Man erhält 90% Rückstand mit 98% Pyrethrin. (A. P. 2 372 183 vom 16/5. 1944, ausg. 27/3. 1945.)

KALIX. 6313

* Hans J. Diem, *Insektenbekämpfungsmittel*. Alle Teile von *Pycnothymus rigidus*, vorzugsweise jedoch die Blätter, enthalten einen Stoff, der als Insektenbekämpfungsmittel u. Aktivator für diese sehr wirksam ist. Die Pflanze wird hierzu getrocknet u. pulverisiert, es können jedoch auch Extrakte mit organ. Lösungsmitteln verwendet werden. Das trockene Präp. ist mit allen üblichen Füllstoffen einschließlich Kalk verträglich. (A. P. 2 388 393, ausg. 6/11. 1945.)

KALIX. 6313

VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

Per Geijer und Nils H. Magnusson, *Erörterungen über die mittelschwedischen Eisenerzvorräte*. Die Fe-Erze führende Gebietsfläche Südschwedens kann nach den neuesten Zahlen zu rund 510000 m² angenommen werden. Die berechenbaren Erzvorräte werden in einer nach P-Gehh. unterteilten Aufstellung angegeben: erzhaltiges Gestein 352010000 t, hiervon Stückerz 163245000, Anreicherungs Erz 120905000, Schlich 56763000 t. Die Zahlen sind als Mindestwerte anzusprechen. Die Vorräte werden im einzelnen bzgl. ihres P- u. Mn-Geh. besprochen. In der Diskussion werden abweichende Berechnungsmethoden erörtert u. empfohlen. (Jernkontorets Ann. 128. 379—422. 1944.) R. K. MÜLLER. 6354

Falih Ergunalp, *Die Chromitvorkommen in der Türkei*. Kurzer geschichtlicher Rückblick auf die Entdeckung u. den Ausbau der türk. Chromerzlagerrstätten. Insgesamt sind über das ganze Land 15 verschied. Vorkk. verteilt. Schwankung des Cr₂O₃-Geh. zwischen 37 u. 54%, Mittelwert bei 50%. Vf. gibt einen ausführlichen Abriß der geolog. Zusammenhänge u. der vorkommenden Erzmodifikationen. Behandelt werden Erzsprengel, -schlieren, -bänder, -linsen sowie massives Erz. Erläuterung der Eigg. der Chromitkristalle u. ihrer Metamorphosen. (Min. Technol. 8. Nr. 5; Amer. Inst. min. metallurg. Engr., techn. Publ. Nr. 1746. 1—11. Sept. 1944. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol.)

MUND. 6354

Paul T. Allsman und E. W. Newman, *Erschließung der Stillwater-Chromitvorkommen in Montana*. Vf. beschreiben die Entdeckung u. Erforschung der Chromitvorkk. im „Stillwater“-Bezirk nördlich des Yellowstone-Parks. Mittlerer Cr₂O₃-Geh.: 21,6%, der Streubereich liegt bei eingesprengten Erzen zwischen 10 u. 20 u. bei massiven Schichten u. zwischen 36 u. 43% Cr₂O₃. Es wird ein Überblick über die geolog. Bedingungen u. die Lage der Gruben gegeben, wobei die Art der Förderung u. des Transports beschrieben wird. Die besten Vorkk. von reinem Konzentrat enthalten ca. 43% Cr₂O₃ u. ein Verhältnis Cr:Fe = 1,8:1. (Min. Technol. 8. Nr. 5; Amer. Inst. min. metallurg. Engr., techn. Publ. Nr. 1751. 1—12. Sept. 1944. Salt Lake City, Utah, Western Region, Bureau of Mines u. Helena, Mont., Bureau of Mines.)

MUND. 6354

Grover J. Holt, *Aufbereitung der Eisenerze von den Oberen Seen*. (Blast Furnace Steel Plant 34. 77—84. Jan. 1946; Stahl u. Eisen 66/67. 325—27. 11/9. 1947. Cleveland Cliffs Iron Co.)

HABEL. 6360

R. R. Williams jr., *Die Erzvorbereitungsanlage der Minnequa-Werke der Colorado Fuel and Iron Corp.* (Blast Furnace Steel Plant 34. 108—14. Jan. 1946; Stahl u. Eisen 66/67. 226—27. 19/6. 1947.)

HABEL. 6360

Robert B. Sosman, *Die Aussichten für einen ganzbasischen Siemens-Martin-Ofen*. Bei Verwendung von bas. Gewölben in SIEMENS-MARTIN-Ofen an Stelle der bisher gebrauchten Silicagewölbe werden folgende Vorteile erzielt: vergrößerte Schmelzgeschwindigkeit, längere Betriebsdauer der Ofen, weniger S in der Schlacke u. leichteres Reinigen der Schlackenammern. Als Nachteile gelten die erhöhten Kosten u. das erhöhte Gewicht. Die erhöhte Schmelzgeschwindigkeit wird dadurch bedingt, daß der F. von Silicasteinen bei 3040° ± ca. 20° F liegt, die im Martinofen angewendeten Gastempp. höher liegen u. daher die Flamme zum Schutz des Gewölbes hinsichtlich Richtung, Vol. u. Verbrennungsgeschwindigkeit sorgfältig geregelt werden muß, während bei bas. Gewölbesteinen wie Magnesia, Magnesia-Chrom u. Forsterit (2MgO·SiO₂) infolge des höheren F. keine solchen Temperaturgrenzen zu beachten sind. Bei einem Ofen mit einem Gewölbe aus

Silicasteinen u. einem bas. Herd erzeugt die kontinuierliche Absorption von Eisenoxyden durch das Silicagewölbe eine Fl., die in die Schlacke übergeht. Diese in die Schlacke übergehende Silicamenge muß durch beträchtliche Mengen CaO neutralisiert werden, damit die Schlacke in der Lage bleibt, P u. S zu absorbieren u. sie vom Bade fernzuhalten. (Blast Furnace Steel Plant 34. 251—53. Febr. 1946. Kearny, N. J., Res. Labor., United States Steel Corp.) HOCHSTEIN. 6370

Mervin A. Fay, *Der Abnützungsvorgang von Silicasteinen für Martinofendecken.* Bei Inbetriebnahme eines neu hergestellten Deckengewölbes von MARTIN-Öfen aus Silicasteinen wird an den heißen Steinseiten eine Fl. gebildet. Diese Fl. besteht aus den leicht schmelzenden Bestandteilen des Steines u. nimmt allmählich durch zusätzliche Flußmittel Staub u. Dämpfe aus der Ofenatmosphäre auf. Durch Capillarattraktion wird sie in den Stein hineingezogen, wenn das heiße Steinende mit ihr gesättigt ist. Der vorhandene Flüssigkeitsbetrag wächst infolge der Schmelzbdg. der noch festen Steinmaterialien u. der Aufnahme von zusätzlichen Flußmitteln aus der Ofenatmosphäre kontinuierlich. Unter Umständen beginnt nach Erreichung des Sättigungszustandes die Fl. vom Stein auszulaufen. Dies verursacht eine weitere Schmelzbdg. des festen Steinmaterials längs des Flußweges der Fl. u. erzeugt die Bldg. von vielen kleinen Löchern. Wenn einmal die Löcher gebildet sind, fährt die Fl. fort, auszufließen u. vergrößert die Löcher bis zu einem Punkt, wo nur noch fingerähnliche Gebilde des ursprünglichen Materials in dem heißen Stein zurückbleiben. Jetzt wird der weniger feuerfeste Mittelteil des Steines dem Ofen ausgesetzt u. es findet ein schnelles Schmelzen in diesem Gebiet statt. Die fingerähnlichen Gebilde selbst haben verhältnismäßig große, den Flußmitteln in der Ofenatmosphäre ausgesetzte Oberflächen u. nehmen diese Flußmittel schneller auf. Das Ergebnis dieser beiden Rkk. ist eine schnelle Erosion der Finger, die eine Rinne durch die Decke übriglassen. Wenn einmal eine Rinne gebildet ist, verläuft die Abnutzung in der Rinnefläche sehr schnell, weil die vorhandene Fl. korrosiver wird, da sie durch Schmelzbestandteile desjenigen Steinrestes angereichert wird, welcher vorher nicht durchsetzt gewesen war. Dies setzt sich solange fort, bis die Decke so dünn ist (ca. 3 in.), daß ein Ausfließen erforderlich wird. Der wichtigste Umstand einer solchen Abnutzung ist der Betrag der gebildeten Flüssigkeit. Die beiden Hauptfaktoren, die ihre Bldg. beeinflussen, sind die hohen Temp. u. die Nähe des Bades. Das erodierende Mittel ist die durch Schmelzen von SiO_2 durch die zwei schon erörterten Umstände gebildete Flüssigkeit. Die wirksamsten zur Bldg. der Fl. vorhandenen Bestandteile sind Al_2O_3 vom Stein u. FeO von der Ofenatmosphäre. Die Anwesenheit von FeO kann nicht direkt überwatcht werden, aber der Al_2O_3 -Betrag kann durch Verwendung von Al_2O_3 -freien Materialien bei der Steinherst. verringert werden. (Blast Furnace Steel Plant 33. 1106—07. 1122—25. 1127. Sept. 1945. Bethlehem Steel Co.) HOCHSTEIN. 6370

R. B. Snow, *Dichtigkeit von Siemens-Martin-Ofenherden.* Das spezif. Gewicht u. die Dichtigkeit von Magnesitherden wurden an mit Diamantbohrern entnommenen Bohrkernen bestimmt. Der Magnesit wurde mit 10% Schlacke feucht in einer Betonmischmaschine vermengt. Hierbei bilden sich aus dem Feinen u. dem Bindemittel Knollen, die zu einer Entmischung führen. Das Stampfen des Ofenherdes wird mit den üblichen Handstampfern ausgeführt. Das spezif. Gewicht des Herdes in den Bohrproben betrug 2,57 bis 2,62 g/cm³. Ein endgültiger Vorschlag für die günstigste Arbeitsweise kann noch nicht gemacht werden. (Blast Furnace Steel Plant 33. 1394—97. Nov. 1945. Kearny, N. J., United States Steel Corp.) HOCHSTEIN. 6370

Paul Blanchard, *Rotationsschmelzöfen.* Neben Konstruktion, Brennern u. Wärmeübergang wird der Ablauf der Verbrennung für feste, fl. u. gemischte Brennstoffe ausführlich behandelt. Für die Auskleidung wird eine Stampfmasse aus 87—89(%) SiO_2 , 9—7 Al_2O_3 , Rest 5—4 bestehend aus <2 Glühverlust, <1 Fe_2O_3 , <0,5 CaO, <0,4 TiO_2 , <0,4 MgO genannt. Eigg. u. Verh. der Stampfmasse sowie Trocknung u. Lebensdauer der feuerfesten Auskleidung werden beschrieben. Abschließend wird die Schmelzföhrung des Ofens für Bronze, Grauguß, Sondergußeisen u. Stahl behandelt. (Fonderie 1946. 323—34. Okt. 365—74. Nov. 1946.) KRÄMER. 6370

M. Kenner, *Das amerikanische Gießereiwesen.* Neben Aufbau, Einrichtung, Sandaufbereitung u. Transportanlagen wird über die Kernmacherei gesagt, daß für Al-Guß in zunehmendem Maße Kunstharze als Binder verwendet werden. Zusätze von NH_4NO_3 erhöhen die Gasdurchlässigkeit, vom Metall umflossene Kerne erhalten Zusätze von 1% Fe_2O_3 , um das Aufplatzen zu vermeiden. Zum Schmelzen von Grauguß dienen große Kupolöfen, meist mit 25 t Schmelzleistung/Stunde. Temperguß wird immer mehr im Duplexverf. Kupolöfen — kohlenstaubbeheizter Flammofen erschmolzen. Darüber hinaus geht die Tendenz dahin, noch Elektroöfen im Triplexverf. nachzuschalten. Al-Legierungen werden in mit Öl, Gas u. selten elektr. beheizten Öfen (einige Niederfrequenzöfen) erschmolzen. Auch hier wird Duplexverf. mit 500—1000 kg-Öfen u. 250 kg-Tiegel-

öfen durchgeführt. In täglich mit Kryolithschichten behandelten Graugußtieglern von 18—20 mm Wandstärke wird geschmolzen. Für Al-Mg-Legierungen sind Graphittiegel üblich. Die Chlorierung wird mit einer Vorr. durchgeführt, die an einer Hängebahn von Tiegelofen zu Tiegelofen gefahren wird. Cl₂ aus Flaschen wird durch ein Graphitrohr eingeblasen u. 10 Min. gereinigt. Einige Betriebe verwenden wie in England BCl₃ u. feinen gleichzeitig das Korn. (Fonderie 1946. 247—59. Juli.) KRÄMER. 6382

Raimond Guérin, *Kontrolle von Form- und Kernsand*. Bei *Formsand* nimmt mit steigendem Preßdruck die Volumenabnahme der Probekörper zu. Diese ist um so größer, je größer der Wassergeh. des Sandes ist. Bei zu kleinem Sandumlauf wird der Sand warm u. neben anderen Nachteilen wird das Einstellen des richtigen Wassergeh. unmöglich. Es ist mit möglichst niedrigem Wassergeh. zu arbeiten. Dieser wiederum beeinflußt die Grünfestigkeit, die nur in einem bestimmten Bereich ihr Maximum hat. Der Einfl. kleiner Körner auf die Gasdurchlässigkeit ist sehr viel größer als der großer Körner. Zusatz von 50% großer Körner ist erforderlich, um die Gasdurchlässigkeit eines Sandes zu beeinflussen. 10% kleine Körner üben schon eine entscheidende Wrkg. aus. Bei *Kernsand* durchläuft die Festigkeit mit steigender Körnung ein Maximum u. fällt dann stark ab. Die Lage des Maximums verschiebt sich mit dem Binderanteil. Auch aus zwei Quarzsanden mit verschied. Körnung hergestellte Kerne haben ein Maximum. Wird zur Erhöhung der Grünfestigkeit Sand mit 12% Tonbinderanteil zugesetzt, fällt die Trockenfestigkeit bereits bei 10% Zusatz auf 25%. Staubanteile von 5 (15)% haben bei gewaschenem Kernsand ein Absinken der Festigkeit auf 10(0)% des Ausgangswertes zur Folge. Abstimmung von Trockenzeit u. Trockentemp. wird erwähnt. Kerne aus grobkörnigem, feinkörnigem u. gemischtem Sand zeigten bei schneller Erhitzung auf 800° ein Aufplatzen der beiden ersten Sandsorten durch die Ausdehnung; gemischter Sand behält seine Form. (Fonderie 1946. 43—52. Febr.) KRÄMER. 6382

Marcel Guédras, *Die in der Stahlgießerei verwendeten Sande*. Nach Erörterung der unterschiedlichen Anforderungen an Gießereisande für Stahl u. für Gußeisen wird ein Überblick gegeben über die Zus., die erforderlichen Eig. u. das Verh. der Stahlgießereisande. (Rev. Ind. minérale 1945. 149—62. Mai.) HABEL. 6382

Louis Maillard, *Das Zementsand-Formverfahren*. 100 Teile Quarzsand mit 10 Teilen Zement ergeben bei Wasserzusatz von 6, 8 u. 10 Teilen AFA-Gasdurchlässigkeitswerte von 240, 225 u. 160. Darüber hinaus fällt die Gasdurchlässigkeit sehr stark ab u. Schäden am Gußstück treten auf. 48 Std. nach dem Abbinden ergeben derartige, unterhydratisierte Mischungen Werte von 2 kg/cm² Scherfestigkeit u. 10 kg/cm² Druckfestigkeit. *Stahl-, Al- u. Mg-Guß* wird ohne, *Grau-, Bronze- u. Messing-Guß* mit einer der üblichen Schichten vergossen, die nach einem beliebigen Verf. getrocknet werden. Vor- u. Nachteile des Verf. sowie Anwendungsgebiete werden beschrieben. (Fonderie 1946. 5—11. Jan.)

KRÄMER. 6382

E. H. McClelland, *Rückblick auf das Eisen- und Stahlschrifttum des Jahres 1945*. (Blast Furnace Steel Plant 34. 244—49. Febr. 1946.) HABEL. 6390

F. Mobey, *Hochofentheorie*. Unter Auswertung zahlreicher Schriftumsangaben werden folgende metallurg. Vorgänge im Hochofen besprochen: Die C-Verbrennung unter Bldg. von CO₂ u. CO, die Koks-Reaktionsfähigkeit u. -Verbrennbarkeit, die Konstitution der Schlacken, Schlacken-F., -Viscosität u. -Basizität, die Entschwefelung im Hochofen, die Schlackenschwefelung, die Entschwefelung des Roheisens durch Mn, die Verwendung saurer Schlacken u. die Entphosphorung. (Blast Furnace Steel Plant 34. 487—91. 497. 510—11. 514. März 1946.) HOCHSTEIN. 6400

T. L. Joseph, *Der Hochofenbetrieb und seine Überwachung*. Zur Verbesserung der Überwachung des Hochofenbetriebes werden Verf. u. Vorr. zur Best. des Schmelzvorganges im Gestell sowie der Materialverteilung u. der Durchgasung des Ofens erörtert. Die Schüttung u. Verteilung der Möllerbestandteile werden an einem Modell erprobt. Die Durchgasung des Ofens wird vom Rohmaterial u. den Begichtungsverf. stark beeinflusst u. es wird an Schaubildern gezeigt, daß eine größere Gasdurchlässigkeit an der Fläche zwischen den Ofenwänden u. dem Ofeninnern erreicht werden muß, was durch Größensortierung von Erz u. Koks erzielt werden kann. Es wird ein Verf. zur Best. der Gasströmung u. der Gasverteilung besprochen u. die Abhängigkeit der wirksamen Ofenzonen vom Gestelldurchmesser ermittelt. Es wird ferner der Einfl. der Windtemp. auf die Güte der Roheisenzeugung u. die Wärmekosten des Ofens besprochen u. auf die Bedeutung der Erzvorbereitung u. Klassierung hingewiesen. (Blast Furnace Steel Plant 34. 709—14. Juni. 855—60. 880—81. Juli 1946.) HOCHSTEIN. 6400

W. M. Bertholf, *Brennstoffwirtschaft im Hochofenbetrieb in Abhängigkeit von der Kohlenauswahl und Aufbereitung*. Es werden grundsätzliche Betrachtungen über die Beziehung zwischen dem Anfall von Waschkohle, dem Aschegeh. u. den Brennstoffkosten

im Hochofen angestellt u. prakt. Beispiele über den Einfl. der Kohleigg. auf die Koksbeschaffenheit angeführt. Es wird rechn. nachgewiesen, daß der Hochofenbetrieb u. der Koksverbrauch von den Koksigg. sowohl vom techn. als auch wirtschaftlichen Standpunkt abhängig ist. (Blast Furnace Steel Plant 34. 727—32. 740. Juni 1946. Colorado Fuel & Iron Corp.) HOCHSTEIN. 6400

Otto Becker, *Das Ausblasen von Hochöfen*. Erörterung der Verf. u. Sicherheitsmaßnahmen beim Ausblasen von Hochöfen. Hierbei muß der Gichtverschluß kühl gehalten werden. Das Ausblasen wird mit einer Füllung von angefeuchtem Koks unter Dampfzusatz u. Wassergasldg. durchgeführt. Das Entleeren soll unter Schonung des Mauerwerks erfolgen. (Blast Furnace Steel Pant 33. 1530—31. Dez. 1945. Everett, Mass., Eastern Gas & Fuel Assoc.) HOCHSTEIN. 6400

William H. Burnett, *Anwendung von Hausbrandkoks beim Ausblasen von Hochöfen*. Bei stufenweiser Herabsetzung des Kalksteinzuschlages erfolgt die Füllung des Ofens mit Hausbrandkoks. Der Gichtverschluß wird gekühlt. Der Winddruck wird langsam bis zum Windabstellen u. Abdichten herabgesetzt. Darauf wird der Ofeninhalt mit W. durch den Gichtverschluß gelöscht. Das Ausspülen des Koksinaltes mit W. erfolgt durch Öffnungen in der Rast. Der Staubsack wird mit Dampf gefüllt u. der Ofen abgeschlossen. Die Vorzüge des Verf. werden angegeben. (Blast Furnace Steel Plant 33. 1533. Dez. 1945. Youngstown, O., Carnegie-Illinois Steel Corp.) HOCHSTEIN. 6400

Herman F. Dobscha, *Einfluß von klassiertem und gesintertem Mesabi-Eisenerz auf die Hochofenleistung*. Es werden die Analyse [45,98—59,88(%) Fe, 0,048—0,061 P, 0,13—0,71 Mn, 3,53—15,56 SiO₂, 0,58—2,15 Al₂O₃, 0,27—2,88 CaO, 0,11—0,19 MgO], die Eigg. u. Kornzus. von MESABI-Roherz angegeben. Ein Versuchshochofen wird beschrieben u. die Versuchsergebnisse werden mitgeteilt, unter Angabe der Art u. D. des Möllers. Ferner werden ausführliche Betriebskennwerte für vorbereiteten Möller im Vgl. zu n. Möller angeführt. (Blast Furnace Steel Plant 34. 979—85. Aug. 1946. Carnegie-Illinois Steel Corp.) HOCHSTEIN. 6400

C. L. Labeka, *Die Sodaentschweflung des Roheisens*. Die Anforderungen an das Roheisen in amerikan. Stahlwerken beziehen sich vor allem auf einen niedrigen S-Geh. u. nicht zu hohe Si-Gehh., um ein möglichst gleichmäßiges, genügend warmes Eisen in den SIEMENS-MARTIN-Ofen einsetzen zu können. Es werden 3 Entschweflungsverf. beschrieben: Entschweflung in der Abstichrinne durch gleichmäßige Sodaaufnahme (I); Umfüllen von einer Roheisenpfanne in eine andere, auf deren Boden die Soda liegt (II); direktes Abstechen des Roheisens in eine Pfanne, auf deren Boden die Soda liegt (III). Der S-Geh. wird von ca. 0,05 (%) nach I auf 0,027, nach II auf 0,03 u. nach III auf 0,033 gesenkt. Meth. II hat den größten Wärmeverlust. Vf. erwähnt auch die starke Rauchentw. u. ihre Bekämpfung. In der Diskussion wird von W. H. Steinheider ein Entschweflungsverf. für Kupolofeneisen beschrieben. (Proc. Conf., nat. Open Hearth Committee Iron Steel Divis., Amer. Inst. min. metallurg. Engr. 29. 56—60. 1946. Pittsburgh, Steel Co.) MUND. 6400

Gabriel Joly, *Bearbeitungsschwierigkeiten bei Grauguß*. Um Bearbeitungsschwierigkeiten u. umgekehrten Hartguß zu vermeiden, wird ein Mn-Geh. von 0,6—0,7% empfohlen. Bei einer Steigerung des S-Geh. von 0,06 auf 0,16% ist der Mindest-Mn-Geh. von 0,41 auf 0,58 zu erhöhen. Der Si-Geh. ist der Wandstärke anzupassen. Bei Guß mit P-Gehh. von 0,8—1,2% soll für Wandstärken von 3—5 mm 2,75(%) Si, für 20—25 mm 2,0 Si, für 40—50 mm 1,8 Si gewählt werden. Zur Si-Schätzung dient eine in Kokille gegossene Keilprobe: 120 mm breit, 100 mm hoch, am Einguß 25 mm stark. Die Keilstärke an der Übergangsstelle weiß-grau ist ein Maß für den Si-Gehalt. Ist die Stärke an dieser Stelle 20 mm, enthält die Probe 1,15% Si, ist sie 5,2 mm, sind es 2,3% Si. Die Keilprobe wird für Si-Gehh. von 1,3—2,5% benutzt. Bei Si-Gehh. zwischen 1,1 u. 2,2% wird auch eine rechteckige Probe von 80 × 50 × 20 mm mit der Fläche 80 × 20 stehend gegen eine Kokille gegossen u. die Tiefe der weißen Einstrahlung bestimmt. 25,5 mm weiße Einstrahlung entsprechen 1,2% Si, 1,75 mm entsprechen 2,2% Si. Der C-Geh. lag zwischen 3,3—3,6%. Die Einstrahlung ist für beide Probekörper als Funktion des Si-Geh. dargestellt. (Fonderie 1946. 416—19. Dez. 1946.) KRÄMER. 6402

Gabriel Joly, *Das Einbringen von Vanadium in Grauguß*. 50 bzw. -80%ig. Ferrovanadium kann wegen seines hohen F. von 1500° nicht in der Pfanne zugesetzt werden. Daher wird nach einem Verf. aus V₂O₅ aluminotherm. V gewonnen oder nach einem anderen Verf. im MgO- oder Al₂O₃-Tiegel 160 g Fe₂O₃, 54 g Al-Pulver u. 112 g Ferrovanadium aluminotherm. geschmolzen. Der geforderte V-Geh. des Gußeisens betrug 0,7%. (Fonderie 1946. 231—32. Juni.) KRÄMER. 6404

Gabriel Joly, *Einfluß des Kupfers auf Gußeisen*. Bis 2,5% ist Cu in Grauguß lösl., ohne daß sich eine komplexe Legierung bildet. Dieser Geh. ist von Änderungen der chem. Zus. wenig abhängig, mit Ausnahme des Ni-Geh., denn 1% Ni erhöht die Löslichkeit für Cu

um 0,5%. Cu verhindert das Auftreten von freiem Zementit, ohne den Perlitzerfall zu begünstigen. Es wirkt ausgleichend auf die Härte, weil es in dicken Querschnitten die Grundmasse härtet. 1% Cu erhöht die BRINELL-Härte um 11 Einheiten. Bei einem Eisen mit 3,3(%) C, 2 Si, 1,3 Mn, 0,13 S u. 0,4 P lag die Schlagzähigkeit, gemessen an der KRUPP-STANTON-Probe für 0,58 (0,96) % Cu bei 2,77 (3,06). 1,5% Cu wirken bzgl. der Graphitisierung wie 0,5% Si, 1% gleicht die stabilisierende Wrkg. von 1,4% Mn oder 0,3% Cr aus. — Schrifttum. (Fonderie 1946. 230—31. Juni.) KRÄMER. 6404

H. J. Gough und D. G. Sopwith, *Inerte Atmosphären, die Ermüdungserscheinungen hervorrufen*. Der Ermüdungswiderstand von Metallen kann in Luft geringer als in einem partiellen Vakuum sein. Untersucht wurde daher die Zus. der Atmosphäre, die für die Abnahme verantwortlich war, bes. der Einfl. von O₂ u. Wasserdampf, der als ein Katalysator wirkt. Die prozentuale Abnahme der Ermüdungsfestigkeit in den verwendeten Atmosphären betrug bei Cu (bzw. bei Messing) durch N₂ 0—1 (bzw. 6), durch O₂-freien Wasserdampf 0—1 (bzw. 8), durch O₂-haltigen Wasserdampf 7 (bzw. 6), durch wasserdampffreies O₂ 1—2 (bzw. 8), durch wasserdampfhaltigen O₂ 8 (bzw. 6) u. durch Verunreinigungen 1 (bzw. bis 1). Die Resultate bei Cu lassen erkennen, daß weder O₂ noch Wasserdampf allein eine merkbare Abnahme im Ermüdungswiderstand erzeugen. Die Ergebnisse bei Messing sind schwer zu erklären, jedoch wird vermutet, daß die Abnahme auf N₂, O₂ u. Wasserdampf, die unabhängig voneinander wirken, zurückzuführen ist. (J. Inst. Metals 72. 415—21. Juni 1946.) HOCHSTEIN. 6432

Maurice Cook und T. Li. Richards, *Beobachtungen über den Verlauf der Rekrystallisation in Kupfer*. Es wurde der Verlauf der Rekrystallisation in Cu-Band beim Glühen bei 27, 50, 72, 100 u. 125° unter Verwendung eines Materials mit Ausgangskorngrößen von 0,015—0,02, 0,025 u. 0,06 mm nach einem Kaltwalzen mit 80, 90, 95 u. 97,5% Abnahme untersucht. Die Ergebnisse zeigen, daß die Erweichung des stark kaltgewalzten Bandes in zwei Stadien, nämlich durch Erholung u. nachfolgende Rekrystallisation erfolgt. Der Vorgang tritt sowohl in Cu-Band mit Zwillingstexturen, das bei der Glühung zu einer Einzeltextur wird, als auch in Cu auf, in welchem die Zwillingstextur unabhängig rekrystallisiert, wobei die Energie des ersteren ca. $\frac{2}{3}$ von der des letzteren ist. Bei den Untersuchungstemp. von 27—125° schwankt die Größe der Rekrystallisationskeime von ca. 3,5—5,5·10⁻⁵ cm. Wenn das Band kaltgewalzt wird mit Abnahmen, die den ursprünglichen mittleren Durchmesser der Kristalle auf eine Dicke von weniger als diese Werte verringern, rekrystallisiert das Material unter Aufgabe der kaltgewalzten Zwillingstexturen. Die krit. Dicke, zu welcher die Kristalle zu diesem Zweck red. werden müssen, ist direkt proportional der absol. Glühtemperatur. — Diskussion. (J. Inst. Metals 73. 1—31. Sept. 1946. 705.—25. Aug. 1947. Birmingham, I. C. I., Ltd., Metals Division.)

HOCHSTEIN. 6432

A. Latin, *Der capillare Fluß beim Lötvorgang und einige Messungen der Eindringungskoeffizienten von Weichloten*. Es wird die Anwendung der Dynamik von capillarem Fließen auf das Löten besprochen. Die Geschwindigkeit des Einlaufens der Fl. in den capillaren freien Raum unter der Wrkg. der Oberflächenspannung hängt vom Eindringungskoeff. ab, der so ein Maß für die Leichtigkeit der Eindringung abgibt. Es werden die theoret. Grundlagen zur Messung des Eindringungskoeff. erörtert u. Hinweise für die Anwendung auf Lötvorgänge gegeben. Es wird das experimentelle Arbeiten mit vielen Weichblechen unter verschied. Bedingungen beschrieben, u. die Resultate gewähren einen Einblick in den Einfl. der Zus. u. a. Faktoren auf die Lötbarkeit. — Schrifttumsangaben. (J. Inst. Metals 72. 265—82. April 1946. London, British Insulated Callender's Cables, Ltd.) HOCHSTEIN. 6504

T. A. Vernor und E. F. Adams, *Auflöten von legierten Werkzeugspitzen durch Induktionserhitzung*. Überblick über das Verf., die Vorr. u. die Vorzüge gegenüber der bisherigen Verwendung eines Schweißbrenners. (Steel Process. 31. 652—53. Okt. 1945. Houston, Tex., Westinghouse Electric Corp.) HABELL. 6504

F. Berman und R. H. Harrington, *Bruchuntersuchungen von gelöteten Verbindungen*. Es wurde das Verf. der Bruchunters. auf die Prüfung der physikal. Kennwerte von hartgelöteten Verbb. angewendet. Kleine Cu-Stücke wurden Ende an Ende unter verschied. Bedingungen gelötet u. darauf am Stoß zur Erzielung des Bruches gebogen. Es wird nachgewiesen, daß ein Lot aus 60% Cu u. 40% Ag nicht mit Erfolg verwendet werden kann, wenn bei 975—1000° gelötet werden soll. Dieses Lot hat eine beträchtlich größere Schwindung als die eutekt. Legierung mit 71,5% Ag u. 28,5% Cu. Der Zusatz von 2% Sn ruft keine Verbesserung der eutekt. Legierung für das Löten von Cu-Teilen hervor. Au bewirkt eine ausgezeichnete Lötung zwischen Cu-Teilen, wenn die Zwischenräume klein gehalten werden. Gute Resultate werden mit Au erhalten, wenn die Löttemp. unter seinem F. gehalten wird. Jedoch hat Au gegenüber dem eutekt. Lot keinen Vorzug, wenn diese Ag-Cu-Legierung bei niedriger Löttemp. von 800—825° verwendet wird. Bei Verwendung des eutekt. Lotes soll die Löttemp. so niedrig wie möglich gehalten werden.

Sie verringert nämlich die Schwindung, Oberflächenspannungswirkungen, die Diffusion des Grundmetalls in den Lötfilm u. den Betrag des im ursprünglich geschmolzenen Lot gelösten H₂. Eine Wiedererhitzung der gelöteten Verb. in Luft erzeugt mitunter oxydierte Brüche, die anzeigen, ob das Stück für Drucke oder Vakuumbehandlung verwendet werden kann. (Trans. Amer. Soc. Metals 34. 143—55. 1945. Schenectady, N. Y., General Electric Res. Labor.) HOCHSTEIN. 6504

American Smelting and Refining Co., New York, übert. von: **Richard A. Wagstaff,** Salt Lake City, Utah, V. St. A., *Schmelzen von Kupfererzen im Flammofen.* Um bei Öfen, bei denen Stein u. Schlacke entgegengesetzt zum Strom der Heizgase aus der Schmelzone in eine besondere Absetzzone fließen, einen Übertritt von ungeschmolzener Beschickung in diese zu verhüten, trennt man die beiden Zonen durch eine Wand, die von oben her bis in den oberen Teil der Schlackenschicht reicht. In der Absetzzone wird die Schmelze durch eine gesonderte Beheizung auf der günstigsten Temp. erhalten. Die Abgase führt man durch in der Trennwand vorgesehene Öffnungen in den Schmelzraum. Beschickt wird der Ofen in der Nähe der Brennermündungen im Schmelzraum. Dadurch, daß man ungeschmolzene Beschickung von der Absetzzone fernhält, werden Metallverluste vermieden. (A. P. 2 221 620 vom 10/10. 1939, ausg. 12/11. 1940.) GEISSLER. 6433

International Smelting and Refining Co., übert. von: **Philip M. Hulme** und **Robert A. Ghelardi,** Perth Amboy, N. J., *Einschmelzen von Kupfer, besonders Kathoden, mittels strahlender Wärme.* Die kalten Kathoden werden durch die strahlende Wärme eines Schmelzofens auf eine Temp. kurz unter ihrem F. erhitzt, worauf man sie in das Bad einschleibt, in dem sie durch den Wärmeüberschuß rasch geschmolzen werden. Im Gegensatz zu einer Schmelze ist das feste Cu aufnahmefähiger für die strahlende Wärme. Vor den üblichen mit unmittelbarer Flammenheizung arbeitenden Verff. besteht der Vorteil, daß eine Aufnahme von Verunreinigungen vermieden wird. Die Ofenatmosphäre soll aus CO oder N₂ bestehen. Die Kathoden werden zweckmäßig einzeln auf an beiden Ofenenden vorgesehenen Schräglflächen beschickt, wo sie verbleiben, bis sie die erforderliche Temp. angenommen haben. (A. P. 2 298 055 vom 5/4. 1941, ausg. 6/10. 1942.) GEISSLER. 6433

Soc. d'Electrochimie, d'Electrometallurgie et des Acieries Electriques d'Ugine, übert. von: **René Perrin,** Paris, Frankreich, *Desoxydation von Kupfer* durch mehrmaliges gleichzeitiges Umgießen von fl. Cu u. Holzkohle unter Durchwirbelung der Massen. Um bei der Rk. eine zu starke Gasentw. u. Herausschleudern von Schmelze u. Kohle zu vermeiden, gibt man die Kohle portionsweise, zweckmäßig bei jedem Umgießen zu. — Zeichnung. (A. P. 2 268 615 vom 14/3. 1938, ausg. 6/1. 1942. F. Prior. 16/3. 1937.) GEISSLER. 6433

Metals Desintegrating Co., Inc., Union Township, Union County, übert. von: **Everett J. Hall,** Elizabeth, N. J., V. St. A., *Herstellung von Kupferpulver* durch Red. von Cu-Oxyden mit Gasen im kontinuierlichen Betrieb. Fein verteilte Gemische aus Cu₂O u. CuO werden auf einem Stahlband in dünner Schicht durch eine Stahlmuffel geführt, die am Beschickungsende von einer Heizvorr., am Austragsende von einer Kühlvorr. umgeben ist. Am Austritt aus der Heizvorr. tritt das reduzierende Gas (H₂, H₂-CO-Gemische, z. B. Leuchtgas) in die Muffel u. durchläuft diese im Gegenstrom zur Beschickung. Die Reduktionszone ist in mehrere Beheizungszone unterteilt, deren zwischen 450 u. 550° liegende Temp. gesondert geregelt wird. In der Kühlzone bespült man das Gut mit im Gleichstrom geführten, nicht oxydierenden Gasen (Verbrennungsgase). Das Metallpulver eignet sich bes. für die Herst. von Bronzelagern. (A. P. 2 252 714 vom 29/6. 1937, ausg. 19/8. 1941.) GEISSLER. 6433

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: **Harry N. Gilbert,** Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Raffination von Metallen,* bes. Cu oder Fe, mit Alkalimetallen. Fl. Na oder dgl. wird in einer unten offenen Kammer (Glocke), deren Rand in das Metallbad eintaucht, auf dieses aufgespritzt. Die Dämpfe, die bei Berührung des Na mit der Schmelze entstehen, treten unter dem Rand der Glocke aus u. kommen auf diese Weise in innige Berührung mit dem zu reinigenden Metall. Um den Druck der Na-Dämpfe zu verstärken, kann man in die Glocke ein inertes Gas einführen. Bei der Cu-Raffination stellt man den Rand der Glocke zweckmäßig aus Graphit her, während die nicht mit der Schmelze in Berührung kommenden Teile aus Fe bestehen können. (A. P. 2 266 750 vom 26/7. 1940, ausg. 23/12. 1941.) GEISSLER. 6433

Herold Cutler Westley, Pittsburg, Calif., V. St. A., *Auslaugen von oxydischen oder carbonatischen Kupfererzen.* Erze mit Fe- u. SiO₂-haltiger Gangart werden mit einer NaHSO₃-Lsg. gelaugt, die einen die Oxydation zu Sulfat verhindernden Zusatz, z. B. sehr geringe Mengen (0,002%) Alkohol, Zucker, Stärke oder SnCl₂ enthält. Es bilden sich unlösl. Sulfite von Cu, Fe, Mn u. Ca u. eine Lsg. mit Na₂SO₃ u. unzersetztem Na₂SO₃, die vom unlösl. Rückstand getrennt wird. Dieser wird in einer heißen wss. Fl. in Ggw. eines Kata-

lysators, wie $\text{Fe}(\text{OH})_3$, mit Luft behandelt. Cu geht dabei als Sulfat in Lsg., während Ca u. Fe als einfaches bzw. bas. Sulfat u. Al als wasserhaltiges Oxyd im Rückstand verbleiben. Das Cu führt man mit $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ in das lösl. Bisulfat u. dieses wiederum mit Na_2SO_3 in unlösl. Sulfid über, das abgeröstet wird. Hierbei freigesetztes SO_2 läßt man auf CaCO_3 zur Rückgewinnung von $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ einwirken. Aus dem CuO entfernt man MnSO_4 durch Laugen mit H_2O . Infolge des geschlossenen Kreislaufs ist der Verlust an Metall u. Reagenzien äußerst gering. (A. P. 2 357 715 vom 7/12. 1940, ausg. 5/9. 1944.) GEISSLER. 6433

American Bemberg Corp., New York, N. Y., V. St. A., übert. von: **Max Otto Schuermann** und **Franz Gerstner**, Dormagen, Deutschland, *Gewinnung von Kupfer* aus alkal. Lsgg. mit geringem Cu-Geh., z. B. ammoniakal. Laugen von der Kunstseideherst., aus Cu-Ammonium-Celluloselösungen. Nach Ausfällung der Hauptmenge des Cu in üblicher Weise durch Zusatz von Ca- oder Ferrisalz fügt man der noch ca. 20 g Cu im m^3 enthaltenen Lsg. ein Fe-Salz, vorzugsweise eine Ferrosalzlsg., hinzu, wie sie bei der Zementation von Cu mit Fe anfällt. Der Nd., in dem das Verhältnis der Gehh. an Cu:Fe ca. 1:23 beträgt, wird auf frische Cu-arme Lsg. zur Einw. gebracht. Die Behandlung wird so oft (z. B. 20 mal) wiederholt, bis der Cu-Geh. in Nd. ca. die Hälfte des Fe-Geh. beträgt. Bei der Fällung des Cu wandelt sich der zuerst aus $\text{Fe}(\text{OH})_2$ bestehende Nd. allmählich in $\text{Fe}(\text{OH})_3$ um. Der Vorgang kann durch Belüftung oder Cl_2 -Zusatz beschleunigt werden. (A. P. 2 192 154 vom 23/12. 1938, ausg. 27/2. 1940. D. Prior. 24/12. 1937.) GEISSLER. 6433

Dow Chemical Co., Midland, Mich., übert. von: **Cornelius H. Keller**, San Francisco, Calif., V. St. A., *Ausfällen von Kupfer* aus sauren oder neutralen Lsgg. als CuCNS mittels Alkali- oder Erdalkalthiocyanat. Zum Regenerieren des Fällungsmittels wird der Nd. mit Alkali- oder Erdalkalhydroxyden oder Alkalisulfiden oder -carbonaten behandelt. Die erhaltene Lsg. dient zur Fällung neuer Cu-Mengen, während der hochprozentige Cu_2O -Rückstand eingeschmolzen wird. Zweckmäßig red. man vor der Fällung den Cu-Geh. in der Lsg. zu Cuproverb., z. B. mit SO_2 , Sulfiten oder Bisulfiten, Zn, Fe oder dergleichen. SO_2 kann man auch während oder nach der Fällung zugeben. Aus Erzen, die neben säurelösl. Cu-Verbb. noch Cu-Sulfide enthalten, stellt man unter Säurezusatz eine Trübe her, in die man ein Reduktionsmittel u. ein lösl. Thiocyanat einführt, worauf man floriert. Das Konzentrat wird nach Regenerierung des Fällungsmittels auf Cu verschmolzen. Nach dem Verf. kann man auch Zn-Lsgg. für die Elektrolyse entkupfern. Es ermöglicht eine restlose Gewinnung des Cu u. erfordert keine hohen Anlagekosten. (A. P. 2 390 540 vom 5/10. 1944, ausg. 11/12. 1945.) GEISSLER. 6433

Nassau Smelting & Refining Co., Inc., New York, übert. von: **James R. Stack**, Staten Island, N. Y., V. St. A., *Elektrolytische Aufarbeitung von Kupfer und Zinn enthaltenden Metallabfällen*. Aus den Abfällen hergestellte Anoden werden in einem Elektrolyten aus einer aromat. Sulfonsäure elektrolysiert, der Fe- u. Zn-Salze gelöst enthält, um zu verhindern, daß das Sn in den Schlamm tritt, sondern in Lsg. gebracht wird. Aus dem infolge Aufnahme von Verunreinigungen unbrauchbar gewordenen Elektrolyten wird die Hauptmenge des Cu zunächst elektrolyt. unter Verwendung unlösl. Anoden u. der Rest durch Zementation mit Sn oder Pb ausgefällt, worauf man die Lsg. elektrolyt. entzint u., sofern Pb vorhanden ist, entbleit. An der Kathode erhält man reines Sn oder eine Sn-Pb-Legierung, die als Lötzinn brauchbar ist. Aus der verbleibenden Lsg. wird Sulfonsäure regeneriert. Nach A. P. 2 286 240 wird ein Inlösgehen des Sn durch Zusatz eines Oxydationsmittels (H_2O_2 , Superoxyde von Pb oder Ba) zum Elektrolyten verhindert. Der den Hauptteil des Sn enthaltende Schlamm wird geröstet u. durch Laugen mit Benzolsulfonsäure entkupfert. Der Rückstand wird zu Metall red., das man zu Anoden vergießt, die man in einem Phenolsulfonsäure enthaltenden Elektrolyten elektrolysiert. An der Kathode wird reines Sn oder bei Pb-haltigen Schlämmen eine Sn-Pb-Legierung niedergeschlagen. (A. PP. 2 286 240 vom 21/3. 1938 u. 2 286 241 vom 5/8. 1938, ausg. 16/4. 1942.) GEISSLER. 6433

Nassau Smelting & Refining Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: **James R. Stack**, Montpelier, Vt., V. St. A., *Elektrolytische Aufarbeitung zinnhaltiger Kupfer-Legierungen*, z. B. aus Kabelabfällen erschmolzener Legierungen mit 70–95(%) Cu, 0,5–15 Sn, 0,5–15 Pb, Rest Sb, Fe u. a. Metalle. Anoden aus den Legierungen werden in einem sulfonsäurehaltigen Elektrolyten elektrolysiert. Aus dem verbrauchten Elektrolyten, der z. B. folgende Gehh. in g/Liter aufweist: 16 Cu, 28 Pb, 16 Sn, 8 Zn, 300 freie Sulfonsäure, schlägt man die Hauptmenge des Cu elektrolyt. u. den Rest durch Zementation mit Sn nieder. Der Cu-freien Lsg. werden Pb u. Sn elektrolyt. in Form einer Pb-Sn-Legierung, die für Lötzwecke brauchbar ist, entzogen. Aus der Zn-Sulfonat u. freie Sulfonsäure enthaltenden Lsg. kryst. man Zn als Sulfonat aus u. führt es mit $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in das Hydroxyd über. Aus dem gebildeten Ca-Sulfonat wird Sulfonsäure durch Behandlung mit H_2SO_4 freigesetzt u. zusammen mit der nach der Auskrystallisation des Zn-Sulfonates verbleiben-

den Mutterlauge in die Cu-Elektrolyse zurückgeführt. Bei Aufarbeitung Ni-haltiger Anoden geht die Hauptmenge des Sn in den Schlamm. Um das gesamte Sn in den Schlamm zu drücken, setzt man dem Elektrolyten gegebenenfalls ein Ni-Salz zu u. führt außerdem H₂O₂ oder ein anderes Superoxyd ein. Zur Zementation des Cu aus dem verbrauchten Elektrolyten benutzt man in diesem Fall Pb. Der Anodenschlamm wird nach dem Waschen, Trocknen u. Rösten (zur Oxydation des Cu) mit einer Sulfonsäure, vorzugsweise Benzoldisulfonsäure, gelaut. Die Lauge geht zur Cu-Elektrolyse zurück. Den aus Pb, Sb, geringen Mengen Cu u. gegebenenfalls Sn enthaltenden Rückstand schm. man u. vergießt die Schmelze zu Anoden, die in einem sulfonsäurehaltigen Elektrolyten (vorzugsweise Phenol-sulfonsäure) elektrolysiert werden. An der Kathode werden je nach der Zus. des Rückstandes Sn, Pb oder Pb-Sn-Legierungen abgeschieden. (**A. P. 2 294 053** vom 21/3. 1938, ausg. 25/8. 1942.) **GEISSLER. 6433**

International Smelting and Refining Co., übert. von: **Arthur L. Christensen**, Woodbridge, N. J., V. St. A., *Aufarbeitung kupferhaltiger Metallabfälle*, die mit Zn, Ni, Sn oder Pb legiert oder überzogen sind. Zur Entfernung der Hauptmenge des Zn werden die Abfälle im Konverter verblasen. Das Ni-haltige Konverterkupfer vergießt man zu Anoden u. gewinnt aus ihnen in einem H₂SO₄-haltigen Elektrolyten die Hauptmenge des Cu. Ein Teil des mit Ni u. Zn angereicherten Elektrolyten wird entfernt u. aus ihm das Cu elektrolyt. unter Verwendung unlösl. Anoden entfernt. Die verbleibende Lsg. dampft man bis auf ca. 1/5 ihres Vol. ein u. kryst. Ni u. Zn als Sulfate aus. Die Mutterlauge geht zur Elektrolyse zurück, während man die Sulfate mit ca. 4—8(%) Ni u. 10—18 Zn trocken u. vorzugsweise in einem ölfueuerten Drehofen bei 980—1100° zersetzt. Den Oxyden schlägt man Koks zu u. steigert die Temp. auf ca. 1150°, um Zn als Metall zu verflüchtigen u. zu Oxyd zu verbrennen, während das red. Ni geschmolzen wird. Das Verf. ist auch zur Aufarbeitung von Ni-Zn-Mischsalzen geeignet, die anderer Herkunft sind. (**A. P. 2 279 900** vom 18/7. 1940, ausg. 14/4. 1942.) **GEISSLER. 6433**

American Cyanamid Co., New York, N. Y., übert. von: **Norman Hedley** und **John Joseph Kress**, Stamford, Conn., V. St. A., *Auslaugen von Nickel* aus Garnieriterzen. Die Erze werden derart reduzierend geröstet (zweckmäßig bei ca. 900°), daß alles als Silicat gebundenes Ni red. wird, worauf man das Gut mit einer SO₂-Lsg. laugt, um das Ni in eine Lsg. überzuführen, aus der es als Sulfid mit Na₂S gefällt wird. Die Fällmittelmenge wird so bemessen, daß die Hauptmenge des Fe (ca. 85%) in Lsg. verbleibt. Aus Cu-haltigen Lsgg. wird Cu vor der Ni-Fällung durch Abdampfen der SO₂ entfernt. Dabei entsteht ein Nd. mit ca. 50—60% Cu u. 10 Ni, der abgetrennt wird. Das Ni-Ausbringen beträgt > 90%. Der geröstete Ni-Sulfid-Nd. enthält 60—70% Ni. (**A. P. 2 349 223** vom 20/5. 1942, ausg. 16/5. 1944.) **GEISSLER. 6435**

American Smelting and Refining Co., New York, N. Y., übert. von: **Jesse O. Betterton**, Santa Ana, und **Yurij E. Lebedeff**, Metuchen, N. J., V. St. A., *Entfernung von Nickel* aus bleihaltigem eisenfreiem Gut, z. B. Ni-haltigen Krätzen von der Messing- oder Bronze-Raffination oder Sn-Pb-Legierungsabfällen. Das metall. Gut wird, vorzugsweise in einem Flammofen, eingeschmolzen u. mit einer Schlacke bedeckt, die leichter ist als das zur Ni-Entfernung benutzte stückförmige Si oder die Si-Legierung, so daß diese Zusätze in der Schlacke untersinken u. vom Metallbad aufgenommen werden. Als Bedeckungsmittel kommen z. B. Na-Silicat, Borax, NaCl oder auch Kokspulver in Betracht. Das Si bildet mit dem Ni eine Silicid, das sich ausscheidet u. als besondere Schicht auf dem Metallbad schwimmt. Beide Schichten werden zweckmäßig gemeinsam in ein Gefäß abgestochen, in dem man die M. auf eine Temp. abkühlt, bei der die Silicidschicht zu einer Kruste erstarrt, worauf man die Ni-freie Schmelze absticht. Beispiel: 600 g Legierung mit 37(%) Sn, 40,5 Pb, 5,27 Ni, 5,5 Sb u. 2,1 As wurden mit 48 g Na-Silicatschlacke eingeschmolzen, worauf 36 g Si zugesetzt wurden. Man erhielt 74 g Silicidkruste mit 42,5 Ni, 2,8 Sn, 1,9 Pb, 0,3 As u. 0,9 Sb u. 552 g einer Legierung mit 0,13 Ni. (**A. P. 2 329 817** vom 30/10. 1941, ausg. 21/9. 1943.) **GEISSLER. 6435**

Firestone Tire & Rubber Co., übert. von: **John H. Dillon**, Akron, O., V. St. A., *Radioaktive Nickellegierung* mit hoher α -Strahlung, die bes. für Elektroden von Zündkerzen geeignet ist. Die Legierung besteht aus $1 \cdot 10^{-9}$ bis 0,01(%) Po, ca. 3 Mn, Rest Ni. Po kann auch durch ein anderes radioakt. Element ersetzt sein. Die Legierungen nach A. P. 2 268 504 enthalten außerdem noch 0,75—1,25 Si. Zur Herst. der Legierung überzieht man das in Form von Platten, Folien, Draht, Granalien oder Pulver vorliegende Grundmetall galvan., durch elektrochem. Umsetzung, Adsorption oder Aufdampfen mit dem radioakt. Metall u. schm. die M. ein, gegebenenfalls unter Zusatz von weiterem Grundmetall oder Legierungszusätzen. — Zeichnung, Arbeitsschema, Diagramm. (**A. P. 2 268 503** u. **2 268 504** vom 30/7. 1940, ausg. 30/12. 1941.) **GEISSLER. 6435**

Perosa Corp., Wilmington, Del., V. St. A., übert. von: **Carlo Adamoli**, Mailand, Italien, *Vergüßbare Nickel-Beryllium-Legierung* besteht aus 1,4—1,7(%) Be, 0,3—1 Mo,

Rest Ni. Die Legierung wird 30—45 Min. bei 1000—1020° gegläht, rasch abgekühlt u. 6—15 Stdn. bei 485—500° angelassen. Das Mo, das auch durch bis 3 W, bis 2 Ta, bis 5 Cr oder 0,3—1 Zr ersetzt sein kann, wirkt lösend auf das Be u. homogenisierend auf die Legierung, was bessere mechan. Eigg. bedingt. Die Legierungen, die sich durch hohen Widerstand gegen Oxydation auszeichnen, eignen sich bes. für Federn, Nadeln u. a. Gegenstände, die auch bei sehr starken Spannungen ein Höchstmaß an Elastizität u. hohe Härte aufweisen müssen. Infolge ihrer hohen Verschleißfestigkeit kann man aus den Legierungen auch Rollen- u. Kugellager herstellen. (A. P. 2 289 566 vom 21/12. 1939, ausg. 14/7. 1942. It. Prior. 30/6. 1937.) **GEISSLER. 6435**

Wilbur B. Driver Co., übert. von: **Joseph F. Polak**, Newark, und **Victor O. Allen**, Madison, N. J., V. St. A., *Nickellegierungen* für elektr. Widerstände mit einem Temperaturkoeff. des elektr. Widerstandes von < 0,00014 im Bereich von 20—300°. Die Legierungen nach A. P. 2343039 bestehen aus 10—30(%) Cr, bis 5 Be, bis 3 Cu (Be + Cu < 6), Rest Ni. Eine Legierung mit 20 Cr, 0,5 Be, 2 Cu, Rest Ni besitzt z. B. einen Temperaturkoeff. von ca. 0,000097. Im A. P. 2343040 sind Legierungen vorgesehen mit 10—30 Cr, 1,5—4 Cu, 1,5—8 Al (Al:Cu zwischen 1:1 u. 2:1), 5—50 Fe, Rest Ni. Der Temperaturkoeff. dieser Legierungen liegt unter 0,00022, bei einer Legierung mit 15 Cr, 1,5 Cu, 1,5 Al, 25 Fe, Rest Ni z. B. bei 0,000141. Die Legierung ist brauchbar für Widerstände, die bei Temp. bis zu 1000° arbeiten müssen. (A. PP. 2 343 039 vom 9/7. 1942 u. 2 343 040 vom 18/12. 1942, ausg. 29/2. 1944.) **GEISSLER. 6435**

International Nickel Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: **Edmund Merriman Wise**, Westfield, und **Raymond Herman Schaefer**, Red Bank, N. J., V. St. A., *Nickel-Legierung* für gegossene Ventile, die bei hohen Temp. benutzt werden, z. B. Dampfventile für Lokomotiven, die bei 400° einen Druck von 28 at aushalten müssen. Die Legierungen bestehen aus 0,04—0,35(%) C, 10—48, vorzugsweise 25—35 Cu, 0,5—5 Fe, 0,5—5 Mn, 1—5 Si, 0,03—0,75 Zr, Rest Ni. Zr erhöht Festigkeit u. Dehnung bei hohen Temperaturen. Es ermöglicht die Verwendbarkeit der Legierungen bis zu 540, in manchen Fällen bis zu 600°. Das Zr kann der Schmelze der übrigen Bestandteile als handelsübliche Zr-Si-Legierung mit 48 Si, 41 Zr, Rest Fe zugesetzt werden. Si wirkt härtesteigernd. Bei > 3 nimmt jedoch die Geschmeidigkeit ab. Wegen des hohen Widerstandes gegen Erosion u. Festfressen stellt man aus Legierungen mit > 3 Si Ventilsitze u. a. gleitende Teile her. Fe u. Mn bedingen die gute Gießbarkeit der Legierungen. (A. P. 2 283 246 vom 17/6. 1940, ausg. 19/5. 1942. Can. Prior. 29/3. 1940.) **GEISSLER. 6435**

Max Stern, New Gardens, N. Y., V. St. A., *Entfernung von Aluminium aus Co-Ni-Fe-Legierungen*. Zu der geschmolzenen Legierung wird Ni- oder Co-Oxyd zugesetzt, das auf Kosten des Al red. u. von der Schmelze aufgenommen wird. Zur Beschleunigung der Red. kann man die Oxyde vorerhitzen. In ähnlicher Weise lassen sich auch andere Al-haltige Legierungen behandeln, z. B. Cr-Legierungen. Die bei der Rk. entwickelte Wärme kann zum Schmelzen weiterer Mengen von Legierung ausgenutzt werden. (A. P. 2 270 643 vom 20/3. 1941, ausg. 20/6. 1942.) **GEISSLER. 6435**

International Nickel Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: **Louis Secondo Renzoni**, Port Colborne, Ontario, Canada, *Gewinnung von Kobalt aus verbrauchtem Elektrolyt von der Ni-Elektrolyse*. Die Lsg., die neben Ni u. Co noch Cu, Fe, As u. Pb enthält, wird zur Oxydation der Metalle mit Luft oder O₂ u. dann mit Cl₂ behandelt, worauf man sie durch Alkalizusatz mit Ausnahme von einem Teil des Ni hydrolyt. fällt. Aus den Oxyden bzw. Hydroxyden stellt man eine Trübe her, in die man SO₂ einleitet, um Ni u. Co u. einen Teil des Fe zu reduzieren. Durch Zusatz einer starken Mineralsäure werden Ni u. Co sowie das in Oxydulform vorliegende Fe u. ein Teil des Cu gelöst, worauf man ein Ni, Co u. Fe in oxyd. Form enthaltendes Fällungsmittel, vorzugsweise einen Teil des bei der Hydrolyse erhaltenen Nd., in einer Menge einführt, daß das red. Fe, nicht aber Ni u. Co oxydiert u. dabei das pH so weit gesteigert wird (bis 4,5), daß Fe als Hydroxyd gefällt wird u. zusammen mit As u. Pb von der Ni, Co u. Cu enthaltenden Lsg. getrennt werden kann. Nach Abscheidung des Cu durch Zementation mit Ni schlägt man aus der Ni-Co-Lsg. Co mit einem Oxydationsmittel, z. B. Na-Hypochlorit, nieder. Die Fällung ergibt nach Lsg. in SO₂ u. H₂SO₄ u. erneuter Fällung einen Nd. mit nur 0,4—0,6 Ni, der durch Glühen in Co-Oxyd übergeführt wird. (A. P. 2 367 239 vom 15/1. 1943, ausg. 16/1. 1945. Can. Prior. 16/10. 1942.) **GEISSLER. 6435**

Marvin J. Udy, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Gewinnung von Chrom aus Cr-Erzen vom Spinelltyp*. Zur Erzielung eines Prod. mit hohem Cr-Geh. u. geringen Mengen an Fe u. Al₂O₃-SiO₂-Gangart, das zur Erzeugung von Ferrochrom oder zur unmittelbaren Einführung in Stahlbäder geeignet ist, werden die Erze mit CaO oder auch MgO oder einer Mischung beider geschmolzen oder gesintert. Dabei verdrängt das CaO den Mg-Geh. aus dem Silicat. Das freigesetzte MgO tritt an die Stelle des FeO im Spinell. Bei ausreichendem CaO-Zusatz verbindet sich ein Teil mit SiO₂ (Mindestmenge in der Charge 6%)

zu Dicalciumsilicat. Diese Verb. verleiht dem Schmelzprod. die Eig., beim Abkühlen von selbst zu zerfallen. Beim Schmelzen kann man in manchen Fällen ein Reduktionsmittel zuschlagen, um Fe zu Metall zu reduzieren u. als solches zu entfernen. Das durch Selbstzerfall oder Mahlen zerkleinerte Gut wird zur Erzielung Cr-reicher Konzentrate aufbereitet oder einer Säurebehandlung unterworfen. Es sind auch Kombinationen beider Arbeitsweisen möglich. Das Konzentrat behandelt man oxydierend, um mindestens einen Teil des Cr in die 6-wertige Form überzuführen u. dadurch die anschließende Red. selbstgehend zu machen. Zweckmäßig werden die Konzentrate bei 700—1000° mit Zuschlägen von CaO u. geringen Mengen Na_2CO_3 geröstet. Zur Red. benutzt man C-freie Reduktionsmittel, bes. Si-haltige, wie Si-haltiges Ferrochrom mit 45 (%) Cr, 5 Fe u. 50 Si, das durch Red. von Chromitkonzentrat mit C in Ggw. von SiO_2 hergestellt wurde, oder Ferrosilicium. Die Gemische können z. B. brikettiert u. Stahlbädern zugesetzt werden. (A. P. 2 292 495 vom 15/8. 1940, ausg. 11/8. 1942.)

GEISSLER. 6437

Pittsburgh Plate Glass Co., Pittsburgh, Pa., übert. von: Irving E. Muskat, Akron, O., V. St. A., Chlorierung von chromhaltigem Gut, wie Chromit oder andere, Cr-Oxyde enthaltende Erze oder Ferrochrom. Das Gut wird, vorzugsweise in einem schachtförmigen Reaktionsraum, bei > 900, vorzugsweise > 1250° mit Cl_2 -Mengen behandelt, die theoret. zur Bldg. von $CrCl_3$ u. $FeCl_3$ ausreichen würden, u. man setzt dem abströmenden $CrCl_2$, $CNCl_3$ u. $FeCl_3$ enthaltenden Dampfgemisch Cl_2 (> 5% der zur Chlorierung benötigten Raummengen) zu, um $CrCl_2$ in $CrCl_3$ überzuführen, was als solches zur Kondensation gebracht wird. Bei fraktionierter Kondensation wird ein reineres Cr-Chlorid erhalten als bei den bisherigen Verf., während bei gemeinsamer Kondensation der Chloride Mischungen erhalten werden, in denen $CrCl_3$ nur wenig lösl. ist, so daß von diesem die übrigen Chloride (Fe u. Mg) leicht durch Auslaugen getrennt werden können. Die Temp. beim Chlorieren wird durch Abstimmung der Erz-, Cl_2 -, C- u. Luftmengen geregelt. (A. P. 2 325 192 vom 13/10. 1941, ausg. 27/7. 1943.)

GEISSLER. 6437

Pittsburgh Plate Glass Co., Allegheny County, Pa., übert. von: Irving E. Muskat, Akron, O., V. St. A., Chlorieren von Chromerzen oder anderen Cr-haltigen Prodd., wie Ferrochrom, Chrompigmenten oder Metallabfällen mit > 10, vorzugsweise > 20 Cr u. Gehh. an Mg, Ca oder anderen Erdalkalimetallen. Um im Chlorierungs-ofen ein Anbacken der Beschickung an der Ofenwand durch Verkleben mit geschmolzenen Erdalkalichloriden zu vermeiden, arbeitet man bei Temp., bei denen diese Chloride mit verflüchtigt werden, vorzugsweise bei über 1250°, z. B. bei 1400—1600°. Als Chlorierungs-ofen dient zweckmäßig ein kontinuierlich betriebener schachtförmiger Ofen ohne Außenbeheizung, bei dem die Temp. durch Vorerhitzung von Erz, Cl_2 u. Luft sowie durch Verbrennung des beigemischten C u. durch Änderung des Durchsatzes geregelt wird. Der C-Zuschlag richtet sich nach dem Geh. des Erzes an Cr u. Fe. Bei Erzen mit 25—55% Cr_2O_3 benötigt man 20—40% C u. dementsprechend in den Chlorierungsgasen einen O_2 -Geh. von 5 bis 20 Vol.-% (bezogen auf den Cl_2 -Gehalt). (A. P. 2 242 257 vom 30/11. 1939, ausg. 20/5. 1941.)

GEISSLER. 6437

Pittsburgh Plate Glass Co., Allegheny County, Pa., übert. von: Irving E. Muskat, Akron, O., V. St. A., Chlorierung von Chromerzen. Durch die mit einem C-haltigen Reduktionsmittel gemischten brikettierten Erze wird in einem schachtförmigen Ofen bei Temp. von über 900°, vorzugsweise bei über 1250°, Chlorgas geblasen. Zur Verbrennung eines Teils des C führt man Luft in den Ofen ein. Hierdurch wird gleichzeitig ein Sintern der Rückstände verhindert. Die Cl_2 -Menge wird so bemessen, daß das Cr weitgehend (mindestens aber zu 10%) als $CrCl_2$ verflüchtigt wird. Die aufgewendete Cl_2 -Menge ist gegenüber dem Verbrauch bei anderen Verf. gering. Außerdem vermeidet man eine Erhitzung der Beschickung von außen. (A. P. 2 349 747 vom 8/2. 1941, ausg. 23/5. 1944.)

GEISSLER. 6437

Dow Chemical Co., Midland, Mich., übert. von: Charles G. Maier, Oakland, Calif., V. St. A., Chlorierung von oxydischen Chromerzen mit höheren Gehh. an Erdalkalimetallen, bes. Mg, in einem kontinuierlich betriebenen, von außen beheizten schachtförmigen Ofen, in welchen die Hauptmenge des Cl_2 (50—75%) im Gegenstrom zu der mit C gemischten Beschickung eingeleitet wird, wenn diese eine Temp. von > 850° angenommen hat. Die restliche Cl_2 -Menge führt man am oberen Ofenende zu. Die verflüchtigten Chloride werden unterhalb der Vorerhitzungszone abgezogen. Um in der Abkühlungszone eine Ansatzbldg. durch Ankleben der fl. Erdalkalichloride an der Ofenwand zu verhüten, wird in dieser eine Atmosphäre aus CO, H_2 , A, N_2 oder anderen Gasen aufrechterhalten, die von den Chloriden nicht absorbiert werden. Hierdurch wird erreicht, daß die fl. Erdalkalichloride die in den Rückständen enthaltene SiO_2 benetzen (was bei einer Cl_2 - oder HCl-Atmosphäre nicht der Fall ist) u. mit den Abgängen entfernt werden. Durch Einführung von Luft am Ofenende u. Verbrennung eines Teils des C kann man eine CO-Atmosphäre in der Abkühlungszone erzeugen. (A. P. 2 349 801 vom 30/3. 1942, ausg. 30/5. 1944.)

GEISSLER. 6437

Electro Metallurgical Co., W. V., übert. von: **Andrew J. Gailey,** Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Behandlung von Chrom-Erzen.* Zur Entfernung eines Teils des Fe werden die Erze bei einer Temp. von > 600 , aber $< 900^{\circ}$ mit einer gasförmigen Mischung aus einem Chlorierungsmittel (Cl_2 , SCl_2), CO u. einem Verdünnungsgas (N_2 , CO_2) behandelt. Fe wird in FeCl_3 übergeführt u. verflüchtigt. Die Bldg. größerer Mengen von Cr-Chloriden wird durch Regelung der Behandlungstemp. verhindert. Beispiel: Brikette aus einem Cr-Erz mit 30,2(%) Cr u. 18,5 Fe wurden in einem schachtförmigen Ofen bei ca. 715° in der Reaktionszone mit einer Mischung aus Cl_2 , CO u. N_2 behandelt. Die ausgetragenen Brikette enthielten 32,7 Cr u. 10,6 Fe. Das verflüchtigte FeCl_3 enthielt 0,13 Cr. (A. P. 2 277 220 vom 28/12. 1939, ausg. 24/3. 1942.) GEISSLER. 6437

Daniel Gardner, New York, N. Y., V. St. A., *Auslaugen von Mangan-Erzen.* Die gemahlene Erze werden zur Entfernung der staubförmigen Teilchen u. von lösl. Verunreinigungen mit einer schwach alkal. Lsg., z. B. Kalkwasser, gewaschen, worauf man dem Rückstand 5—15% akt. Kohle oder Koks (Tiefemperaturkoks) u. einen alkal. Stoff, wie $\text{Ca}(\text{OH})_2$, zumischt. Die M. wird dann in nicht oxydierender Atmosphäre (Wasserdampf) auf 400 — 500° erhitzt. Hierdurch werden MnO_2 u. Mn_2O_4 in MnO u. Mn_2O_3 übergeführt. Durch den $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Zusatz sollen die Mn-Silicate zerlegt werden. Das heiße Gut wird dann unter nicht oxydierenden Bedingungen in W. abgeschreckt u. das Mn mit NH_4Cl -Lsg., Weinsäure oder einer anderen organ. Säure, wie Öl-, Stearin- oder Benzoesäure, ausgelaugt. Nach Abdampfen des Lösungsm., das wiedergewonnen wird, bleibt ein pulverförmiges bzw. amorphes Prod. hoher Reinheit zurück. Bei Verarbeitung von fehaltigem Gut kann man das Fe vor der Laugung magnet. entfernen. (A. P. 2 296 841 vom 1/8. 1941, ausg. 29/9. 1942.) GEISSLER. 6437

Pietro Guareschi, Genua, Italien, *Gewinnung von Mangan aus unreinem MnO_2 -Erz* durch Auslaugen mit H_2SO_4 in Ggw. von FeSO_4 als Reduktionsmittel. Nach Ausfällung von Verunreinigungen, wie Cu, Zn u. Cd, die weniger elektropositiv als Mn sind, mit Elektrolyt-Mn von der späteren Elektrolyse werden Fe, As u. Sb durch Oxydation mit MnO_2 u. Neutralisation der Lsg. niedergeschlagen. Zum Neutralisieren verwendet man den bei der Elektrolyse anfallenden Katholyten, der eine alkal. Lsg. von NH_4 -Salzen u. MnSO_4 darstellt. Die gereinigte Lsg. wird in Zellen mit Diaphragma elektrolysiert. Den $\text{Fe}(\text{OH})_2$ -Nd. löst man in dem Anolyten auf u. benutzt die Lsg. zur Laugung von frischem Mn-Erz. (A. P. 2 356 515 vom 18/9. 1941, ausg. 22/8. 1944. It. Prior. 8/10. 1940.) GEISSLER. 6437

Minerals and Metals Corp., New York, N. Y., übert. von: **Selwyne P. Kinney,** Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Gewinnung von Mangan,* bes. aus geringwertigen Erzen mit hohem Gehh. an Fe u. Gangart. In den Erzen werden Mn u. Fe mit C oder Gasen red., worauf man die M. mit HCl behandelt, um beide Metalle in die Chloride überzuführen, die verflüchtigt u. nach der Kondensation mit umlaufendem H_2 oder einem H_2 enthaltenden Gas zu Metall red. werden. Aus dem Metallgemisch wird Fe magnet. entfernt. (A. P. 2 290 843 vom 26/5. 1941, ausg. 21/7. 1942.) GEISSLER. 6437

Electro Manganese Corp., Minneapolis, Minn., übert. von: **Charles L. Mantell,** Munsey Park, Manhasset, N. Y., V. St. A., *Manganelektrolyse.* Bei der Elektrolyse wird in üblicher Weise mit getrenntem Anolyt u. Katholyt u. einem MgSO_4 - $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -Elektrolyten gearbeitet. Um eine gleichmäßige Abscheidung des Mn an der Kathode zu gewährleisten, wird die Elektrolyse unter Einhaltung eines bestimmten Kathodenpotentials durchgeführt, was näher erläutert wird. — Zeichnungen, Diagramm. (A. P. 2 286 148 vom 11/7. 1941, ausg. 9/6. 1942.) GEISSLER. 6437

Electro Manganese Corp., Minneapolis, Minn., übert. von: **Charles L. Mantell,** Manhasset, N. Y., und **William L. Hammerquist,** Knoxville, Tenn., V. St. A., *Manganelektrolyse* unter Benutzung eines MnSO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ u. H_2SO_4 enthaltenden Elektrolyten u. eines Diaphragmas. Es wurde festgestellt, daß sich im Elektrolyten allmählich Mg anreichert, was im Anolyten nach Überschreiten von 4 g MgSO_4 im Liter zur Bldg. komplexer Sulfate mit Mn u. NH_4 führt, die die Poren im Diaphragma u. die Abfließleitungen verstopfen u. außerdem Mn-Verluste bedeuten. Im Katholyten bilden sich bas. Mg-Verbb., die ausfallen u. das Kathodenmetall verunreinigen. Zur Entfernung des Mg bringt man es als Fluorid durch Zusatz von Alkalifluoriden oder NH_4F oder NH_4HF_2 zur Abscheidung. Da die günstigsten Fällungsbedingungen bei einem pH zwischen 1—3, vorzugsweise 1,5—2,75 vorliegen, scheidet man das Mg im Anolyten ab, bevor man diesen auf Mn-Erz zur Anreicherung des Mn zur Einw. bringt. (A. P. 2 348 742 vom 25/10. 1940, ausg. 16/4. 1944.) GEISSLER. 6437

* **Elmer M. Wannamaker** und **Harold L. Chamberlain,** *Anode für die Abscheidung von Mangan.* Die Anode setzt sich wie folgt zusammen: 68,15% Pb, 27,25% Sn, 4,36% Sb, 0,19% Co, 0,026% Ag, 0,021% Fe u. 0,003% Mn. (Can. P. 430 269, ausg. 25/9. 1945.)

Chicago Development Co., Chicago, Ill., übert. von: **Reginald S. Dean,** Washington, D. C., V. St. A., *Mangan-Legierung* besteht aus 50—60 Mn (in Form von Elektrolytmetall), 6—12 Cr, Rest Fe. Die Legierung ist bei 1200° u. nach Abschrecken von 1100—1200° bei gewöhnlicher Temp. verformbar. Im abgeschreckten Zustand ist sie unmagnetisch. Sie wird durch Glühen bei 1200°, Abschrecken u. Anlassen bei 500—700° vergütet. Die Werkstoffe eignen sich bes. für Nocken, Sperrklinken u. a. Maschinenteile, die hohe Verschleißfestigkeit besitzen müssen. (A. P. 2 286 199 vom 16/6. 1938, ausg. 16/6. 1942.)

GEISSLER. 6437

Metallurgical Co., W. V., übert. von: **William Kroll,** New York, N. Y., V. St. A., *Kalt verarbeitbare Mangan-Legierung* besteht aus 0,1—10(%) Al, 0,5—10 Ni, 1—35 Cu, Rest >50 Mn. Unter Herabsetzung des Cu-Geh. kann die Legierung bis 20 Zn enthalten. Fe, Co, W u. Cr können in einer Gesamtmenge von bis zu 5, vorzugsweise bis zu 2 zugegen sein. Aus den Legierungen hergestellte Gußbarren werden ohne Abkühlung bei einer Temp. gewalzt, die über der α - β -Umwandlung liegt. Nach dem Warmwalzen wird das Walzgut rasch abgekühlt. Es ist dann in weitem Ausmaß kalt walzbar. Zwischenglühungen werden im β - oder γ -Bereich vorgenommen. Nach dem Glühen wird abgeschreckt. Der Ni-Geh. der Legierung verhindert eine Versprödung beim Erhitzen im α -Gebiet. Al wirkt desoxydierend u. verhindert eine O₂- u. N₂-Aufnahme beim Schmelzen. Der Widerstand der Legierung gegen Korrosion durch feuchte Luft ist ca. der gleiche wie bei reinem Cu. Zunderbldg. tritt bei Legierungen mit geringem Cu-Geh. erst bei 600, bei solchen mit höheren Cu-Gehh. erst bei 700° auf. Die Legierungen zeichnen sich durch hohen elektr. Widerstand u. hohen Wärmeausdehnungskoeff. aus. Sie eignen sich u. a. zur Herst. von Thermoelementen. (A. P. 2 287 888 vom 17/1. 1940, ausg. 30/6. 1942. Luxemburg. Pat. 22/5. 1939.)

GEISSLER. 6437

Charles F. Degner, Chicago, Ill., V. St. A., *Gewinnung von Quecksilber aus sulfidischen Erzen.* Die Erze werden ohne jeden Zuschlag in dünner Schicht in einer luftdichten, von außen beheizten Trommel aus Stahl, vorzugsweise rostfreiem Stahl mit 25(%) Cr u. 15 Ni auf ca. 420° möglichst gleichmäßig erhitzt, Zu diesem Zweck ist der zylind. Teil der Trommel mit scharfen Vor- u. Rücksprüngen versehen, die das Erz hochheben u. langsam abgleiten lassen. Die entwickelten Hg- u. S-Dämpfe werden durch ein axiales Rohr abgesaugt u. in den Kondensator, vorzugsweise ein nach unten geneigtes Stahlrohr, gedrückt. Durch entsprechende Temperaturregelung wird eine S-Abscheidung vermieden. (A. P. 2 348 673 vom 8/9. 1941, ausg. 9/5. 1944.)

GEISSLER. 6439

Mathieson Alkali Works, Inc., New York, übert. von: **Maurice C. Taylor,** Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Zersetzung von Alkali amalgam.* Das Amalgam durchströmt im Gegenstrom zu der Zersetzungsl. (W. oder ein Alkohol mit < 4 C-Atomen) eine Schicht aus einem stückförmigen Gut, das aus einem elektr. leitenden, nicht amalgmierbaren Stoff besteht, der von der Zersetzungsl. benetzt wird. Es kommt z. B. Graphit mit einer Stückgröße von ca. $\frac{3}{8}$ in. (9,53 mm) in Frage. Die am Boden der Vorr. eingeführte Zersetzungsl. wandert als Film an der Füllung nach oben, so daß mit der Amalgamfüllung immer neue Berührungsflächen geschaffen werden. Der entwickelte H₂, der ebenso wie die Hydroxyd- oder Alkalialkoholatlg. am oberen Ende des Zersetzungsgefäßes abgezogen wird, unterstützt die Aufwärtsbewegung der Flüssigkeit. Das freigesetzte Hg wird am Boden des Gefäßes, zweckmäßig über eine Steigleitung, abgezogen. (A. P. 2 336 045 vom 14/2. 1941, ausg. 7/12. 1943.)

GEISSLER. 6439

Callite Tungsten Corp., übert. von: **Rudolf Lowit,** Union City, N. J., V. St. A., *Herstellung nahtloser Hohlkörper, zum Beispiel Rohre, aus Molybdän* oder einem anderen hochschm. Metall, wie W, Ta, Nb oder ihren Legierungen. Gepulvertes Mo wird in einer Form um einen Kern aus Borosilicatglas gepreßt u. das Ganze auf eine Temp. erhitzt, die kurz unter dem F. des Mo liegt. Dabei sintert das Mo-Pulver, während das Glas ausschmilzt. In den Hohlraum wird ein Metallstab eingeführt u. über ihn das Mo gehämmert oder auch gewalzt oder geschmiedet. Zuletzt wird auf Fertigmaß gezogen. Als Kernwerkstoffe kommen außer Borosilicatglas auch andere Stoffe mit gleicher oder geringerer Wärmeausdehnung als Mo in Frage, z. B. W mit einem Überzug aus Oxyden von Be, Mg, Zr oder Th, ferner Metalle mit gleichem Verh., die mit Mo keine Legierung zu bilden vermögen, wie Ni, Fe, Cr oder bes. die Legierung „Invar“ mit sehr niedrigem Ausdehnungskoeffizienten. Auf diesen Kernen kann auch die Verformung des gesinterten Metalls vor sich gehen. (A. P. 2 373 405 vom 14/2. 1941, ausg. 10/4. 1945.)

GEISSLER. 6441

Cleveland Tungsten, Inc., übert. von: **William E. Mansfield,** Garfield Heights, O., V. St. A., *Wärmebehandlung von Wolfram.* Durch Hämmern, Schmieden, Walzen oder Ziehen hergestellte duktile Drähte oder Stäbe aus W werden in nicht oxydierender Atmosphäre auf 900—1400° so lange erhitzt, bis das blättrige Gefüge zerstört u. das W nicht mehr duktil ist. Je nach der Erhitzungstemp. u. der Dicke des W-Körpers dauert die

Erhitzung 10—40 Minuten. Die Drähte eignen sich bes. als Einführungsdrähte in Radioröhren oder andere evakuierte oder mit Gas gefüllte Röhren. Im Gegensatz zu duktilem W mit lamellarem Gefüge vermag die Außenluft nicht durch den Einführungsdraht in die Röhre zu dringen. Die Drähte oder Stäbe eignen sich ferner für Elektroden zum Lichtbogenschweißen mit atomarem H, da sie die nötige Steifigkeit besitzen, um die Elektroden spitzen dauernd auf gleichem Abstand zu halten (A. P. 2 308 700 vom 30/7. 1941, ausg. 19/1. 1943.)

GEISSLER. 6441

Anaconda Copper Mining Co., übert. von: James Joseph Nelson, Anaconda, Mont., V. St. A., *Gewinnung von Vanadium* aus Gemischen von Hydraten der Pentoxyde von V u. P, wie sie bei der Gewinnung von Phosphorsäure aus V-haltigen Phosphaten anfallen. Eine wss. Trübe der Ausgangsstoffe wird zur Bldg. lösl. NH₄-Phosphate u. -Vanadate mit NH₄OH bei ca. 60° behandelt u. dann aus ihr die Hauptmenge des P als Dicalciumphosphat durch Zugabe beschränkter Mengen Ca(OH)₂ gefällt. Nach Abtrennung des Nd. fällt man den Rest des P mit Ca(OH)₂ im Überschuß, wobei ein Teil des V mit in den Nd. geht. Dieser wird als Fällmittel für P bei der 1. Fällung benutzt. Aus der gereinigten V-Lsg. wird V als unlösl. NH₄-Hexavanadat gefällt, das durch Erhitzung auf ca. 300° ein Erzeugnis mit bis 98% V₂O₅ ergibt. (A. P. 2 357 488 vom 3/10. 1942, ausg. 5/9. 1944.)

GEISSLER. 6441

Walther H. Duisberg, New York, N. Y., V. St. A., übert. von: Robert Suchy und Hellmuth Seeliger, Bitterfeld, Deutschland, *Herstellung calciumhaltiger Aluminium-Legierungen*. Brikette aus gebranntem Kalk u. Al-Pulver werden bei Temp. von ca. 1000° in Kontakt mit fl. Al zur Rk. gebracht. Die Gehh. an Al u. CaO in der brikettierten Mischung sind so abgestimmt, daß eine möglichst niedrig schm. Ca-Aluminat-Schlacke entsteht, die fl. von der Al-Legierungsschmelze getrennt wird. Man erhält ein homogenes, leicht schmelzbares Metall, das frei ist von Einschlüssen. (A. P. 2 257 988 vom 22/1. 1938, ausg. 7/10. 1941. D. Prior. 29/1. 1937.)

GEISSLER. 6443

Aluminum Co. of America, Pittsburgh, übert. von: Philip T. Stroup, New Kensington, Pa., V. St. A., *Aluminiumlegierungen*. Die Legierungen enthalten neben Al >0,01 (%) Ta u. >0,01 Nb, in einer Gesamtmenge, die 0,5 nicht übersteigen darf, ferner Cu, Mg, Mn, Si u. Zn in den folgenden Mengen: 0,1—3 (%) Mn (A. P. 2 280 169), 0,25—12 Cu, 0,5—20 Zn (A. P. 2 280 170), 0,25—12 Cu, 0,1—3 Mn (A. P. 2 280 171), 0,5—15 Mg, 0,1—3 Mn (A. P. 2 280 172), 0,25—12 Cu, 0,5—15 Mg (A. P. 2 280 173), 0,25—12 Cu, 0,25—14 Si (A. P. 2 280 174), 0,25—12 Cu, 0,5—15 Mg, 0,25—14 Si (A. P. 2 280 175), 0,5—15 Mg, 0,25—14 Si (A. P. 2 280 176), 0,5—15 Mg (A. P. 2 280 177), 0,25—14 Si (A. P. 2 280 178). Außerdem können die Legierungen Härtner enthalten, u. zwar 0,002—2 Be, 0,06—0,5 B, 0,005—0,5 Cr, 0,1—0,5 Mo, 0,25—2,5 Ni, 0,01—0,5 Ti, 0,1—0,5 Zr, vorzugsweise zu mehreren in einer Gesamtmenge bis zu 3. Die gleichzeitige Anwesenheit von Ta u. Nb bedingt in der gegossenen Legierung, auch bei langsamer Abkühlung, ein gleichmäßiges, feines, gleichachsiges Korn, das durch Einzelzusätze nicht zu erreichen ist. Dies wirkt sich bei Gußbarren mit großen Querschnitten bes. günstig aus. Die Festigkeitseigg., Verformbarkeit u. das Korrosionsverh. werden durch die Zusätze nicht beeinflusst. (A. PP. 2 280 169, 2 280 170, 2 280 171, 2 280 172, 2 280 173, 2 280 174, 2 280 175, 2 280 176, 2 280 177 u. 2 280 178 vom 27/10. 1939, ausg. 21/4. 1942.)

GEISSLER. 6443

Aluminum Co. of America, Pittsburgh, Pa., übert. von: William Trehane Ennar, Newark, O., V. St. A., *Drahtgewebe*. Die Drähte bestehen aus einem Kern aus einer nicht vergütbaren hochfesten Al-Legierung, z. B. mit 3—6 (%) Mg, 0,05—1 Mn, 0,05—0,5 Cr u. einem Überzug aus einer vergütbaren Legierung, z. B. mit 0,5—3 Zn, 0,75—3 Mg-Silicid u. 0,05—5 Cr oder 0,1—1 Mn. Durch unterschiedliche Behandlung der Drähte wird die Kette härter hergestellt als der Schuß. Man kann z. B. die für die Kette bestimmten Drähte nach einem Lösungsglühen bei 510° abschrecken, dann bei ca. 75—90% Querschnittsverminderung fertig ziehen u. schließlich bei 100—200° anlassen, während man die für den Schuß bestimmten Drähte bei 250—400° glüht u. dann fertig zieht. Das Gewebe ist frei von Graten u. Beulen u. besitzt die erforderliche Steifigkeit. (A. P. 2 355 963 vom 16/7. 1940, ausg. 15/8. 1944.)

GEISSLER. 6443

IX. Organische Industrie.

—, *Herstellung von Dichloräthylen* durch Red. von Tetrachloräthan (I) unter Verwendung von Amalgamen, z. B. Alkali-, Erdalkali- oder Zinkamalgam. — Eine wss. Emulsion von 750 kg I in 150 kg W. wird z. B. bei 60° der Einw. von Na-Amalgam unterworfen. Dabei werden je qm Amalgamoberfläche ca. 11 kg I je Stde. zu symm. Dichloräthylen umgesetzt. Das entstehende, zwischen 50 u. 60° sd. Gemisch von *cis*- u. *trans*-Dichloräthylen wird unter den Reaktionsbedingungen verflüchtigt u. durch Kondensation

in reinstem Zustand mit einer Ausbeute von ca. 95% der theoret. berechneten Menge gewonnen. (D. R. P. 747 814 Kl. 12o vom 5/12. 1939, ausg. 16/10.1944.) GANZLIN. 425

Louis Renault, Frankreich, *Wiedergewinnung von Quecksilber aus den Katalysatorrückständen von Acetylenadditionsreaktionen*. Das bei den Additionen von organ. Verb., wie Alkohole u. Bzl., an Acetylen als Katalysator verwendete *Hg-Sulfat* hinterbleibt nach beendeter Rk. in einem harzigen u. schlammigen Rückstand u. ist infolge dieser Verharzung inaktiviert. Zur Wiedergewinnung u. Reaktivierung wäscht man den Schlamm zuerst mit W., dann mit A. oder Methanol, wodurch die Harze zum größten Teil gelöst werden. Der Schlamm wird dann getrocknet u. fein gemahlen, er enthält metall. Hg u. organ. Mercurosulfate. Das erstere wird in HNO₃ gelöst u. mit konz. H₂SO₄ Hg₂SO₄ ausgefällt. Der Nd. wird zur Entfernung von bas. Sulfat mit H₂SO₄ ausgewaschen u. getrocknet. Er stellt infolge seiner geringen Korngröße einen äußerst akt. regenerierten Katalysator für das genannte Verf. dar. (F. P. 896 552 vom 16/7. 1943, ausg. 26/2. 1945.) KALIX. 426

N. V. De Bataafsche Petroleum Mij., Holland, *Herstellung von Ketonen aus Alkenen*, indem diese zusammen mit Wasserdampf bei erhöhter Temp. über Katalysatoren geleitet werden, die Oxyde der 2., 3., 4. oder 6. Gruppe sowie Metalle oder partiell red. Metall-oxyde der rechten Spalte der 1. Gruppe oder der 7. oder 8. Gruppe des Period. Syst. enthalten, also z. B. Oxyde von Mg, Ca, Zn, Cd, Al, Si, Th, W, Cr u. ihre Gemische; ferner Cu, Ag, Mn, Fe, Ni, Co u. ihre partiell red. Oxyde. Außerdem können Trägerstoffe, wie Bimsstein usw., u. Aktivierungsmittel, z. B. die Oxyde von Th, Cr, Ni, zugegen sein. Sehr geeignet sind Katalysatoren, die Al- oder Si-Oxyd sowie Cu oder Ag (oder ihre partiell red. Oxyde) u. gegebenenfalls ThO₂ enthalten. Die Temp. liegen zwischen 200 u. 500°, bes. 300 u. 450°; der Druck soll ca. 10–50 at betragen. — In manchen Fällen entstehen neben den Ketonen geringe Mengen an Estern, Äthern, Alkoholen oder Säuren. — Außer von reinen Alkenen kann man auch von alkenhaltigen Gasgemischen, z. B. einer Propan-Propen-Fraktion, ausgehen. — Aktiviertes, alkali- u. chlorfreies Al₂O₃ (Korngröße 3–5 mm) wird in eine Lsg. von Th(NO₃)₄ u. Cu(NO₂)₂ derart eingetragen, daß die Lsg. völlig absorbiert wird, dann 4½ Stdn. bei 110° getrocknet, 3 Stdn. in H₂-Atmosphäre auf 300° u. 4 Stdn. an der Luft auf 500° erhitzt. Über 80 ccm dieses Katalysators leitet man bei 11 at u. 350° stündlich 420 ccm (n. Bedingungen) Propen u. 6 g Wasser. Nach 12 Stdn. sind 67 g Kondensat (Aceton u. W.) u. 4,55 Liter Gas (Propen, H₂, CO₂) entstanden. 17,2 Mol-% Propen sind in Aceton umgewandelt. (F. P. 902 166 vom 23/2. 1944, ausg. 21/8. 1945. Holl. Prior. 7/4. 1943.) DONLE. 604

Henkel & Cie. G. m. b. H., Deutschland, *Gewinnung von im wesentlichen definierten Carbonsäuren aus wässrigen Kondensaten, die bei der Oxydation von Paraffinkohlenwasserstoffen mit molekularem Sauerstoff oder mit Luft anfallen*. Man unterwirft die Kondensate zunächst einer fraktionierten Dest. unter Verwendung der in W. unlösl. Bestandteile, die sie enthalten, als Schleppmittel für W., bis dieses im wesentlichen entfernt ist; dann dest. man den Rückstand unter Zugabe von Prodd. (II), die tertiäre Destillationsgemische mit W. u. Ameisensäure (I), aber nicht mit W. u. Essigsäure oder ihren höheren Homologen bilden, bis prakt. die gesamte I übergegangen ist, u. zerlegt gegebenenfalls den Rückstand durch einfache Dest. in seine Bestandteile. Zu Beginn geht ein beträchtlicher Teil der im wss. Kondensat sich in Lsg. oder Emulsion befindenden öligen Anteile über. Diese werden der Dest. erneut zugeführt. Die Temp. soll möglichst niedrig sein (80–100°). Die in der 2. Phase anfallende I hat eine Konz. von 30–60%. Als II verwendet man Äthylenchlorid, Trichloräthylen, CCl₄, Bzl. oder Toluol. Aus dem Rückstand werden Essig-, Propion-, Butter-, Valeriansäure usw. gewonnen. — Beispiel. (F. P. 903 259 vom 7/4. 1944, ausg. 28/9. 1945. D. Prior. 19/5. 1942.) DONLE. 644

Vereinigte Ölfabriken Hubbe & Fahrenholtz, Deutschland, *Gewinnung der niedermolekularen wasserlöslichen Fettsäuren aus den mineralischen Spaltwässern der fettsauren Seifen von der Oxydation nichtaromat. KW-stoffe mittels Luft oder anderer sauerstoffhaltiger Gase*. Den Spaltwässern wird, gegebenenfalls nach Zusatz von Na₂SO₄, eine Fraktion von Rohfettsäuren (I) zugesetzt, welche als Vorlauffraktion bei 150–200° übergeht u. als Hauptanteil Säuren mit ca. 10 C-Atomen enthält. Diese Zusatzsäuren sind an sich in reinem W. unlösl. u. dienen hier als Extraktionsmittel. — 1000 ccm Spaltwässer, welche mit Na₂SO₄ gesätt. sind, werden mit 10000 g Rohfettsäuren von der Art I verrührt. Die SZ. der Spaltwässer ist dabei von 322,7 auf 205,1 gesunken unter Gewinnung von 69,81% der vorhandenen wasserlösl. Fettsäuren. Nach Entfernung des Na₂SO₄ durch Ausfrieren werden noch 475 ccm Spaltwässer abgetrennt. Diese werden einer nochmaligen Behandlung mit 4750 g Rohfettsäuren unterworfen u. danach 140 ccm Spaltwasser wiedergewonnen. Nach dieser zweiten Behandlung beträgt die SZ. nur noch 112,5, was einer Ausbeute an aus den Spaltwässern gewonnenen lösl. Fettsäuren von 95,12% entspricht. Die aus dem W. extrahierten Fettsäuren werden von den als Extraktionsmittel benutzten Rohfett-

säuren durch Dest. getrennt. Letztere werden zweckmäßig nicht wieder zur Extraktion verwendet, da bei der Trenndest. eine teilweise Zers. nicht zu vermeiden ist u. das Prod. dadurch zur Wiederverwendung ungeeignet wird. (F. P. 905 338 vom 23/6. 1944, ausg. 30/11. 1945. D. Prior. 31/7. 1943.) F. MÜLLER. 644

Dr. Alexander Wacker Gesellschaft für Electrochemische Industrie G. m. b. H., Deutschland, *Essigsäureanhydrid*. Bei der Herst. von Essigsäureanhydrid (I) durch Einw. von mol. O₂ auf Acetaldehyd (II) bei niedriger Temp. u. in Ggw. von indifferenten Lösungsmitteln vermeidet man eine zu große Menge indifferentes Lösungsmittel. Die Lösungsmittelmenge genügt, die zum Lösen des Schwermetallkatalysators, z. B. Co-Acetat, ausreicht. Bei dieser Arbeitsweise bleiben die Ausbeuten weiter hoch, verläuft die Aufspaltungsrk. bei der Siedetemp. des im Überschuß vorhandenen II, werden sehr leicht hochkonz. Lösungen von I u. Essigsäure erhalten, wird durch das Abtreiben von nur wenig Lösungsm. Dampf gespart u. kann unter der Einw. der entwickelten Wärme die Gesamtmenge des überschüssigen II abdestillieren. (F. P. 53 816 vom 28/6. 1944, ausg. 9/9. 1946. Zusatz zu F. P. 377 931.) ROICK. 644

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung schwefelhaltiger Ester*. Man läßt H₂S auf α . β -ungesätt. Carbonsäureester bei erhöhter Temp. in Ggw. kleiner Mengen von wasserfreien Alkalisulfiden oder von Verb., die sich unter den Reaktionsbedingungen ohne Bldg. von W. in Alkalisulfide umwandeln können (Alkoholate, Mercaptide, Enolate usw.), einwirken. Als Ester eignen sich z. B. die Methyl-, Äthyl-, Propyl-, Butyl-, Cyclohexyl-, Äthylenglykol-, Propylenglykol-, Thiodiglykolester von Acryl-, Croton-, Zimtsäure. Am besten ist es, den H₂S im geschlossenen Kreislauf durch den Ester zu führen, z. B. von unten in fein verteiltem Zustand einzublasen. Die Ester können bis zu 90% in S-haltige Verb., bes. α . β '-Dicarbonsäureester von Dialkylsulfiden, übergeführt werden. — Z. B. gibt man zu 1000 (Teilen) *Crotonsäure-n-butylester* (I) 10 wasserfreies Na₂S, leitet bei 145° in 2 Stdn. von unten 140 H₂S ein, neutralisiert u. fraktioniert. Neben unverändertem I werden 27 (Teile) β -Mercaptobuttersäurebutylester, Kp.₁₀ 110°, u. 938 β . β '-Thiodibuttersäuredibutylester, Kp.₃ 141°, gewonnen. — Aus *Crotonsäure- β -n-butoxyäthylester* β . β '-Thiodibuttersäuredi-(β -n-butoxyäthylester), Kp._{0,01} 168—173°. (F. P. 905 645 vom 5/7. 1944, ausg. 10/12. 1945. D. Prior. 19/10. 1942.) DONLE. 647

Bata A. G., Tschechoslowakei, *Isolierung von cyclischen Isoximen (Lactamen) aus ihren mineralsauren Lösungen*. Die mit Eis verd. u. auf unterhalb 5° abgekühlten Lsgg. werden nicht neutralisiert, sondern so schnell wie möglich mit Lösungsmitteln extrahiert. Die kleine, sich dabei hydrolysierende Menge an Isoxim wird als freie ω -Aminocarbonsäure abgetrennt. — Beispiel für die Extraktion einer schwefelsauren *Cyclohexanonisoxim*-lsg. mit Chloroform. Als Nebenprod. wird *ϵ -Aminocaproensäure* gewonnen. (F. P. 895 785 vom 23/6. 1943, ausg. 2/2. 1945. D. Prior. 25/8. 1942.) DONLE. 838

* **Distillers Co. Ltd.**, **Herbert M. Stanley**, **Jack D. Morgan** und **Wm. L. Pritchard**, *2,2-Bis-(oxyphenyl)-propan*. (HOC₆H₄)₂.C(CH₃)₂ wird durch Kondensation von Phenol u. Aceton in Ggw. von H₂SO₄ u. eines Halogen-KW-stoffes hergestellt, z. B. CCl₄, CHCl₃, C₂H₂Cl₂. Äthylidendibromid oder Chlorbenzol. (E. P. 557 976, ausg. 14/12. 1943.) SCHWECHTEN. 2498

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von 1-Aminonaphthalin-5-sulfonsäureamiden*. Man behandelt 1-Acylaminonaphthaline, wie 1-Formyl-, 1-Acetyl-, 1-Propionyl- oder 1-Benzoylaminonaphthaline, bei n. oder mäßig erhöhter Temp. mit überschüssiger Halogensulfonsäure, setzt die entstehenden 1-Acylaminonaphthalin-5-sulfonsäurehalogenide mit NH₃, prim. oder sek. Aminen oder ihren Salzen von schwachen Säuren (Carbonaten, Acetaten) um u. entfernt schließlich die Acylgruppe. — Z. B. gibt man in 850 (Teile) ClSO₃H langsam unter Rühren u. Kühlen 185 1-Acetylaminonaphthalin, erwärmt einige Zeit auf 50—60°, gießt auf Eis. 1-Acetylaminonaphthalin-5-sulfonylchlorid, F. 180° (Zers.). Hieraus mit (NH₄)₂CO₃ 1-Acetylaminonaphthalin-5-sulfonsäureamid, F. 231°, u. durch Erhitzen mit verd. Mineralsäure 1-Aminonaphthalin-5-sulfonsäureamid, F. 259°. — Zwischenprodd. für die Herst. von Farbstoffen u. Kunstharzen. (F. P. 897 828 vom 6/9. 1943, ausg. 3/4. 1945. D. Prior. 6/8. 1942.) DONLE. 2664

Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges., Deutschland, *Chloride von Naphthalinpolysulfonsäuren* erhält man in einfacher Weise aus den Naphthalinpolysulfonsäuren oder ihren Salzen durch Erhitzen mit Chlorsulfonsäure im Überschuß. Durch dieses Verf. können die vorhandenen Sulfonsäuregruppen in Sulfochloridgruppen umgewandelt u. weitere Sulfochloridgruppen in das Mol. eingeführt werden. — Trägt man 332 (Gewichtsteile) feinst gepulvertes naphthalin-1.5-disulfonsaures Na bei Raumtemp. in 3600 Chlorsulfonsäure ein, so geht das Salz unter schwacher Selbsterwärmung schnell in Lösung. Man erhitzt dann allmählich unter Rückfluß auf 170—180°, bis sich kein HCl-Gas mehr entwickelt, läßt dann erkalten, gießt die klare, leicht bräunliche Fl. auf 13000 Eis, extra-

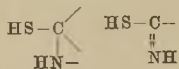
hiert das Sulfochlorid mit 1500—2000 Chlf., trocknet die Chloroformlsg. mit CaCl₂ u. treibt das Chlf. ab. Man erhält 330 violett gefärbtes krystallines *Naphthalin-1.3.5-trisulfonsäurechlorid* (78%ig. Ausbeute), dessen Reinheitsgrad für viele Zwecke genügt. Umkryst. erhält man ein fast farbloses Prod. mit einem F. von 145°. — Ferner können erhalten werden: aus *Naphthalin-2.7-disulfonsäure* in 85%ig. Ausbeute *Naphthalin-1.3.6-trisulfonsäurechlorid*, F. 192—194°; aus einem Gemisch von *Naphthalin-1.3.6- u. -1.3.7-trisulfonsäure* ein Gemisch der entsprechenden Chloride, u. aus *Naphthalin-1.3.5.7-tetrasulfonsäure* in 80—85%ig. Ausbeute das *Naphthalin-1.3.5.7-tetrasulfonsäurechlorid*. (F. P. 900 573 vom 15/12. 1943, ausg. 3/7. 1945. D. Prior. 28/4. 1939.) ROICK. 2669

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von cyclischen peri-Ketonen der Acenaphthen- und Naphthalinreihe*, dad. gek., daß *Acenaphthen* (I), *Naphthalin* (II), ihre Derivv. oder Substitutionsprodd. in Ggw. von wasserfreier HF mit aliph. Verb., die mindestens 3 C-Atome u. in 1- u. 3-Stellung austauschbare oder Additionsrkk. zugängliche Reste enthalten (z. B. Hydroxyl-, Alkoxy-, Oxamidgruppen, Halogen- oder Nitril-N-Atome), kondensiert werden. In erster Linie kommen für die Kondensation aliph. Dicarbonsäuren, ihre Derivv. u. Substitutionsprodd. in Betracht. — Z. B. werden in einem kupfernen Autoklaven 31 (Teile) I, 21 *Malonsäure* (III) u. 300 HF einige Stdn. auf 90—95° erhitzt; nach beendeter Rk. wird überschüssige HF abdest., der Rückstand mit NaOH extrahiert, das Extrakt angesäuert, filtriert, das abgeschiedene Prod. gewaschen u. getrocknet. *Acenaphthen-peri-indandion*. — Aus 31 I, 20 *Cyanessigsäuremethyl-ester* u. 300 HF *Monoketimidhydrofluorid von peri-Acenaphthindandion*. — Aus I u. *Acetessigsäureäthylester* *Acenaphthen-peri-methylindenon*. — Aus I u. *Malonsäurenitril Diketimidhydrofluorid von peri-Acenaphthindandion*. — Aus II u. III *peri-Naphthandion*, F. 272°. III kann durch sein Ca-Salz oder ein anderes Erdalkali- oder auch Alkalisalz ersetzt werden. — Aus *β-Methoxynaphthalin* u. III ein *peri-Indandion* vom F. 175—180°. (F. P. 896 270 vom 9/7. 1943, ausg. 16/2. 1945. D. Prior. 23/7. 1940.) DONLE. 2722

* **Revertex Ltd.**, übert. von: **Christopher L. Wilson und Wm. H. Bagnall**, *Hydrierte Furane oder Gemische von hydrierten Furanen*. Hydrierte Furane erhält man durch Erhitzen von Tetrahydrofurfurylalkohol (I) in der Dampfphase bei 200—300° mit einem Katalysator, der aus 10—90 (%) Cu u. 90—10 Co besteht. — 102 g I trägt man im Verlauf von 4 Stdn. in einen auf 265° erhitzten u. den Cu-Co-Katalysator enthaltenden Katalysatorraum ein. Zusammen mit I werden 24 Liter H₂ pro Stde. eingeführt. Die Reaktionsprodd. ergeben nach der Reinigung 10,5 g eines Gemisches, das zu gleichen Teilen aus Tetrahydrofuran u. 2.3-Dihydrofuran besteht. (E. P. 576 553, ausg. 9/4. 1946.) ROICK. 2854

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von 3-Oxotetrahydrofuranen*. 3-Oxytetrahydrofurane, wie 3-Oxytetrahydrofuran (I), 4- oder 5-Methyl-3-oxytetrahydrofuran, 3-Oxy-2.2.5.5-tetramethyltetrahydrofuran (II), werden bei 200—350° mittels Katalysatoren (Cu, Metalle der 8. Gruppe des Period. Syst., Zn, Zn-Cu-Legierungen, Cd, oxyd. u. sulfid. Katalysatoren usw.) hydriert, gegebenenfalls in Ggw. von Aktivierungsmitteln, wie Cr-Oxyd. Man kann in fl. oder Gasphase arbeiten; indifferente Gase oder Lösungsmittel können anwesend sein. — Z. B. füllt man ein senkrechtes Porzellanrohr mit einem CuCO₃-Katalysator in Pillenform, der 0,5% Cr-Oxyd enthält, reduziert ihn mit H₂ bei 200° u. leitet stündlich bei 250° 20 cbm I-Dampf durch. Das Kondensat enthält neben I ca. 40% 3-Oxotetrahydrofuran, Kp.₉ 34—35°. Oxim, F. 66°, Kp._{0,4} 64°. — Aus II 3-Oxo-2.2.5.5-tetramethyltetrahydrofuran, Kp. 155°. Semicarbazon, F. 183—184°. — Lösungsm. u. Zwischenprodukte. (F. P. 903 053 vom 28/3. 1944, ausg. 24/9. 1945. D. Prior. 9/7. 1942.) DONLE. 2854

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von aliphatischen α-Monochlorketonen und Derivaten von Thiazolen oder Thiazolonen-(2)*. Man setzt in der Kälte ca. 1 Mol Chlor mit 1 Mol eines Ketons in Ggw. von W. u. einer N-haltigen Verb. um, die wasserbeständige Cl-Derivv. zu bilden vermag, in denen das Cl an N gebunden ist. Da die N-Verb. nur als Cl-Überträger wirken, können sie in ziemlich geringen Mengen eingesetzt werden. — Die entstehenden wss. Lsgg. lassen sich, ohne daß die Monochlorketone isoliert werden, in einfacher Weise zu Thiazol- oder Thiazolon-(2)-derivv. umsetzen, wenn sie, gegebenenfalls nach Neutralisierung, mit Verb. behandelt werden, die eine der beiden nebenst. Gruppen enthalten. — Z. B. verrührt man 90 (Teile) Aceton (II) u. 30 Harnstoff (I) mit 150 W. u. leitet in die klare Lsg. innerhalb 15—20 Stdn. bei 15—20° 105 Cl₂ ein. Durch Extraktion mit Ae. usw. erhält man *Monochloracetone* (V) in 85%ig. Ausbeute — Aus *Diäthylketone* (III) in analoger Weise *Monochlordiäthylketone*, Kp. 135°. — I kann durch Sulfamid, O₂S(NH₂)₂, ersetzt werden. — Behandelt man die bei der Chlorierung von II in Ggw. von I entstehende Lsg. bei 50° mit 95 *Thioharnstoff* (IV), so entsteht 2-Amino-4-methylthiazol; *Hydrochlorid*, F. 150°. Mit *Phenylthioharnstoff* in entsprechender Weise 2-Anilino-4-methylthi-



azol oder 4-Methylthiazolon-2-anil, F. 120°. Mit Diphenylthioharnstoff 3-Phenyl-4-methylthiazolon-2-anil, F. 140°. — Aus dem Chlorierungsprod. von III bei der Rk. mit IV 2-Amino-4-äthyl-5-methylthiazol, Kp.₁₂ 135—136°, F. 70°. — Eine Lsg. von V in HCl ergibt mit Thiobenzamid 2-Phenyl-4-methylthiazol- (F. P. 906 095 vom 26/7. 1944, ausg. 21/12. 1945. D. Priorr. 17/6. u. 21/6. 1943.)

DONLE. 3134

Imperial Chemical Industries Ltd., John George McKay Bremner und Donald McNeil, England, Herstellung von 1,2-Dihydropyran (I). Man unterwirft Tetrahydrofurfurylalkohol (II) in Dampfphase bei 200—500° der Einw. eines Katalysators, der als wirksamen Bestandteil einen Al-Phosphat-Tonerde-Komplex (bas. Al-Phosphat) enthält. Das Verhältnis Al₂O₃: P₂O₅ soll vorzugsweise zwischen 1,8 u. 3,5 liegen. — Z. B. mischt man 3,4 Liter einer Al₂(SO₄)₃-Lsg., die 61,4 g Al₂O₃ enthält, mit 3 Liter einer Lsg. von 136 g Na₂CO₃ u. 14,3 g Na₂HPO₄, filtriert, wäscht, trocknet den Nd., vermischt ihn mit 2% Graphit, calciniert ihn in Form kleiner Kugeln 8 Stdn. bei 450° u. leitet über 100 cm dieses Katalysators in der Stde. 50 cm II (gemessen als Fl.). Temp.: 350°. 65%ig. Ausbeute an I, Kp. 84—86°, D.₄²⁰ = 0,929, n_D²⁰ = 1,44. (F. P. 917 042 vom 6/11. 1945, ausg. 23/12. 1946. E. Priorr. 21/2. 1941 u. 20/2. 1942.)

DONLE. 3222

Imperial Chemical Industries Ltd., John George MacKay Bremner, David Gwyn Jones und Arthur William Charles Taylor, England, Hydrierung von Dihydropyranen zu Tetrahydropyranen in Dampfphase bei erhöhter Temp. (100—300°) u. in Ggw. eines Katalysators, der Metalle der 8. Gruppe des Period. Syst., bes. Fe u./oder Ni, Co, enthält. Da die Rk. reversibel ist u. das Gleichgewicht sich mit ansteigender Temp. zugunsten des Dihydropyrans verschiebt, müssen zu hohe Temp. vermieden werden. — Beispiel für die Hydrierung von 1,2-Dihydropyran bei 230° in Ggw. eines Ni-Katalysators zu Tetrahydropyran (Ausbeute: 90—95%). (F. P. 917 044 vom 6/11. 1945, ausg. 23/12. 1946. E. Priorr. 24/11. 1941 u. 20/11. 1942.)

DONLE. 3222

* **Roger Adams**, Tetrahydrodibenzopyran. 1-Oxy-3-hexyl-6.6.9-trimethyl-7.8.9.10-tetrahydro-6-dibenzopyran wird hergestellt durch Kondensieren eines 5-methylcyclohexanon-2-carbonsauren Salzes mit 1,3-Dioxy-5-hexylbenzol u. Behandeln des erhaltenen Reaktionsprod. mit Methylmagnesiumhalogenid. (E. P. 558 554, ausg. 11/1. 1944.)

RAETZ. 3252

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung von basischen Verbindungen. Erhitzt man Allylacetonitril, seine Homologen oder Isomeren bei Temp. zwischen 300 u. 1000°, zweckmäßig in Ggw. von Stoffen mit großer Oberfläche, die eine kondensierende Wrkg. ausüben, wie Porzellan u. Tonscherben, Mg-Oxyd, Al-Oxyd, Silicagel u. Aktivkohle, deren Aktivität noch durch Aufbringen von Metalloxyden, wie Cr-, V-, Th-, Mo- oder W-Oxyd, erhöht werden kann, sowie möglichst in Ggw. von gasförmigen Verdünnungsmitteln, so erhält man als Reaktionsprod. Verb. der Pyridinreihe, Basen von höherem Mol.-Gew. u. ungesätt. KW-stoffe. — Bei einem Durchleiten von 150 g Allylacetonitril bei 450° innerhalb von 5 Stdn. durch ein eisernes Rohr, das mit einem mit 5% Chromoxyd aktivierten Aluminiumoxyd beschickt ist, sowie bei einem gleichzeitigen stündlichen Durchgang von 30 Liter N₂, erhält man 12 g ungesätt. KW-stoffe, bes. Propylen u. Butadien, 12 g Pyridin u. 12 g höhersd. Basen. (F. P. 892 976 vom 30/3. 1943, ausg. 25/5. 1944. D. Priorr. 23/9. 1941.)

ROICK. 3322

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, 2-Nitropyridin erhält man in guter Ausbeute bei geringer Zers. des nicht umgesetzten Ausgangsprod., wenn man Gemische von Pyridin u. Salpetersäure bei 300—500°, vorteilhaft 350—400°, erhitzt. — Durch ein Quarzrohr von 3 m Länge u. 10 mm Durchmesser, das in einem Salpeterbad auf 380° erhitzt wird, schiebt man in der Stde. 200 cm³ eines Gemisches, das aus 200 (Gewichts-) Pyridin u. 420 65%ig. HNO₃ besteht. Nach dem Aufarbeiten der das Rohr verlassenden Dämpfe gewinnt man 175 (87,5%) Pyridin zurück u. erhält 22 (7%) 2-Nitropyridin, F. 70°. (F. P. 906 224 vom 2/8. 1944, ausg. 27/12. 1945. D. Prior. 24/4. 1943.)

ROICK. 3322

Pyridium Corp., Edmond Thomas Tisza, Bernard Francis Duesel und Leo David Braitberg, V. St. A., Herstellung von 3-Cyanpyridin (I). Alkali- oder Erdalkalisalze von 3-Pyridinsulfonsäure werden mit KCN u. NaCN oder mit K₄Fe(CN)₆ u. Na₂Fe(CN)₆ bis auf 310—410° erhitzt. Eine inerte Fl. von hohem Kp., z. B. ein geeignetes Mineralöl, soll zugegen sein. Das Reaktionsgemisch ist dann eine dicke Fl., die bis zum Ende der Umsetzung gerührt werden kann. — Z. B. mischt man 453 g fein gepulvertes pyridin-3-sulfonsaures Na (92%ig) innig mit 150 g NaCN u. 50 KCN (beide 96%ig, granuliert), gibt 450 cm hochsd. Mineralöl zu u. erhitzt das Gemisch unter Rühren in einem eisernen, mit Kühler versehenen Behälter. Die Dest. von I beginnt bei 250° u. ist beendet, wenn eine Temp. von 310° erreicht ist. I wird von geringen Mengen Mineralöl durch Dekantieren befreit u. durch Vakuumdest. gereinigt. Ausbeute: 150 g (63%). — Weitere Beispiele. (F. P. 913 467 vom 20/8. 1945, ausg. 11/9. 1946. A. Priorr. 31/7. 1942.)

DONLE. 3322

Hans Theodor Bucherer, Deutschland, *Abtrennung von β -Picolin (I) aus I-haltigen Basengemischen*. Die trockene Dest. nach D. R. P. 661 804 u. die Bisulfitbehandlung nach D. R. P. 208 638 werden miteinander kombiniert. I bildet mit Bisulfit in ähnlicher Weise wie Pyridin ein wasserlös. Additionsprod. (Schwefligsäureester), während die Begleitstoffe γ -Picolin (II), α,α -Lutidin (III), 1-Methyl-4-äthylpyridin (Aldehydkollidin) usw. unverändert bleiben. Sie können daher von dem an Bisulfit gebundenen, nichtflüchtigen I durch Wasserdampfdest. abgetrennt werden. — Man geht etwa so vor, daß man das Basengemisch zunächst mit Bisulfit behandelt u. dann die unveränderten Basen fraktionierend dest.; oder zunächst den Teil der Basen, der leichter als I mit Alkyl- oder Aralkylhalogeniden reagiert, in quaternäre Salze überführt, die unveränderten Basen abtrennt, mit Bisulfit behandelt (unter Entstehung von I-Bisulfitverb.) u. den noch vorhandenen Basenrest ebenso fraktioniert wie es mit den quaternären Salzen vor der Einw. von Bisulfit geschah. Die Zersetzungstemp. der quaternären Salze von II u. III liegen, da I ausfällt, so weit auseinander, daß die 3 Basen nun leicht voneinander getrennt werden können. — Z. B. kondensiert man 100 g einer Pyridinfraktion, Kp. 124—145°, aus Steinkohlenteer (35% II, 25% I u. 40% III) mit der 35 g II äquivalenten Menge (47 g) Benzylchlorid, trennt die freien Basen (I u. III) vom quaternären II-Salz (γ -Picoliniumbenzylchlorid) durch Vakuumdest. ab, erhitzt das verbleibende Gemisch von 25 g I u. 40 g III mit 250 g NaHSO₃-Lsg. (38° Bè) bis zur völligen Umwandlung von I in seinen nichtflüchtigen Schwefligsäureester (IV) 30—40 Stdn. am Rückfluß, vertreibt das unveränderte III mit Wasserdampf u. zerlegt IV durch Erhitzen mit konz. H₂SO₄. Dann macht man alkal. u. dest. I mit Wasserdampf. — Die von Bisulfit nicht angreifbaren Basen können anstatt durch Wasserdampfdest. auch durch Extraktion mit Ae., Bzl. oder dgl. entfernt werden. (F. P. 897 564 vom 27/8. 1943, ausg. 26/3. 1945. D. Prior. 9/6. 1941.) DONLE. 3324

Hoffmann-La-Roche, Inc., übert. von: **John Lee**, Nutley, N. J., und **Stephan D. Heine-mann**, New York, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Nicotinsäure durch Decarboxylierung von Chinolinsäure* kann bei niedriger Temp. ohne Braunfärbung des Reaktionsprod. ausgeführt werden, wenn die Rk. in inerten Lösungsmitteln, wie Benzol- u. Naphthalin-KW-stoffen, z. B. Diäthylbenzol, Tetralin oder Dekalin u. eines damit mischbaren Glykols, ausgeführt wird. Man verwendet dazu z. B. ein Gemisch von Toluol oder Xylol-Nona-äthylenglykol 1:1. Wenn das Glykol nicht vollständig mit dem KW-stoff mischbar ist, setzt man einen Phthalsäureester oder einen anderen Ester von Säuren mit Benzol- oder Naphthalinern zu u. benutzt z. B. ein Gemisch aus 2 (Teilen) Nonaäthylenglykol + 8 Xylol + 1 Butylphthalat. In 2 (Volumenteilen) eines solchen Gemisches erhitzt man 5 Chinolinsäure ca. 2 Stdn. auf 115—135°, bis die CO₂-Abgabe beendet ist. Dann wird filtriert u. der Nd. getrocknet, Ausbeute 94—99% Nicotinsäure. (A. P. 2 389 065 vom 24/9. 1941, ausg. 13/11. 1945.) KALIX. 3344

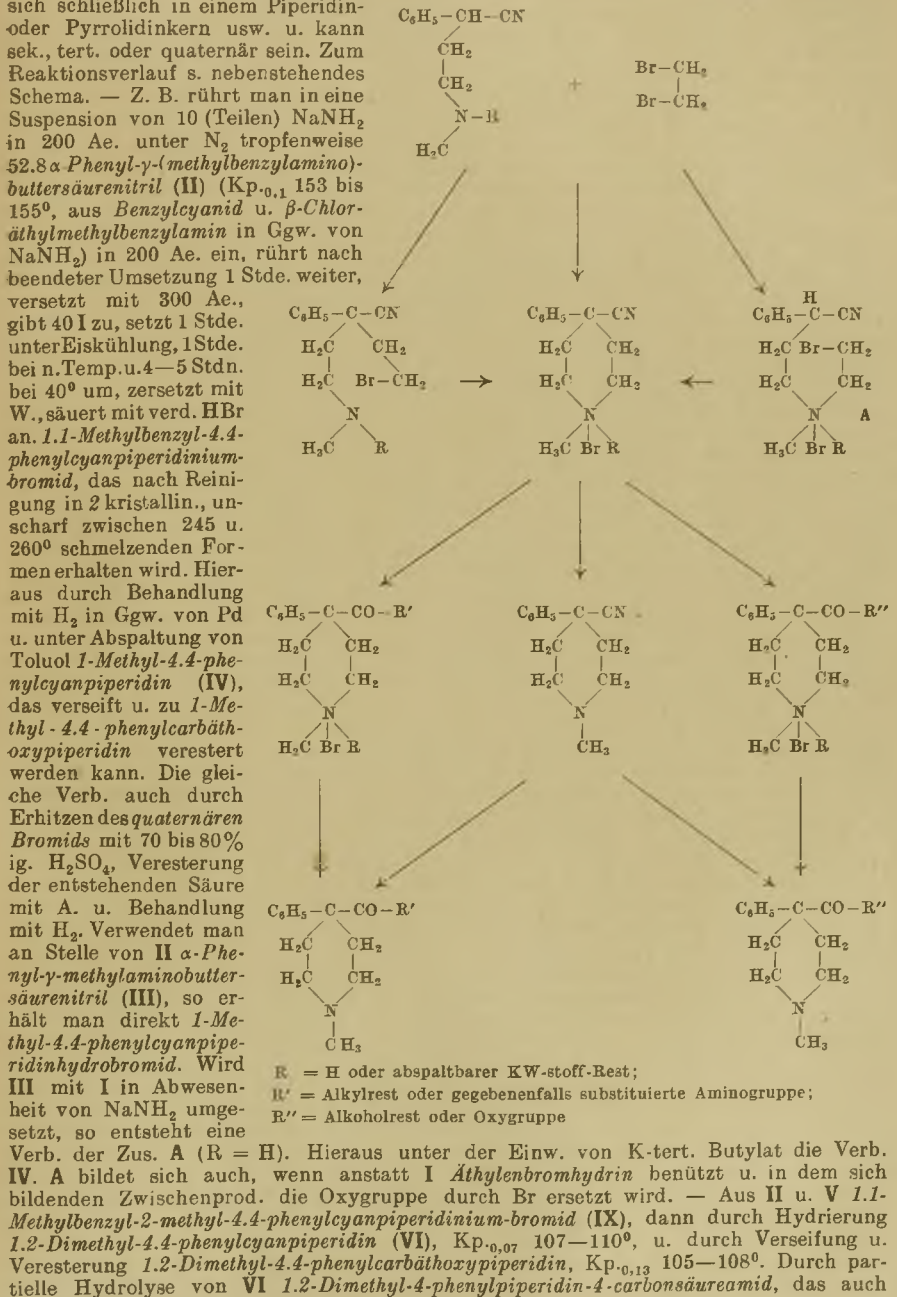
I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Nicotinsäure* erhält man in techn. einfacher Weise u. in ausgezeichneter Ausbeute u. Reinheit durch Erhitzen von Pyridin- α,β -dicarbonsäuren oder ihrer in W. lös. Derivv. in Ggw. von W. bei Temp. über 160°, zweckmäßig zwischen 180 u. 230°. — Man erhitzt im geschlossenen Rk.-Gefäß 1 Stde. unter Rühren bei 190 bis 200° ein Gemisch von 250 (Teilen) Pyridin-2.5-dicarbonsäure (I) u. 1000 Wasser. Wenn man nicht schon während der Rk. die CO₂ entweichen läßt, steigt der Druck auf 37 at an. Nach dem Erkalten saugt man die in 85% ig. Ausbeute erhaltene reine Nicotinsäure (II), F. 230—231°, ab. Aus der Mutterlauge können noch 8—10% II gewonnen werden. Anstelle von I kann mit gleichem Erfolg Pyridin-2.3-dicarbonsäure verwendet werden. — Das Verf. wird durch einen weiteren in ähnlicher Weise durchgeführten Vers. erläutert. (F. P. 899 215 vom 28/10. 1943, ausg. 24/5. 1945. D. Prior. 3/8. 1942.) ROICK. 3344

Ges. für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Herstellung cyclischer Amine* der nebenstehenden, allg. Formel, in der Ar einen gegebenenfalls substituierten Arylrest, R eine Nitril-, eine (veresterte) Carboxyl-, eine Amid- oder Acylgruppe u. Z ein allenfalls Substituenten tragendes N-Atom, das Bestandteil eines gesätt. Ringes ist, darstellen. Man setzt Nitrile von aliph. α -Arylaminosäuren in einer oder mehreren Stufen mit reaktionsfähigen Estern von Alkylendiolen in Ggw. von säurebindenden Mitteln um, führt in den entstehenden cycl. Aminen gegebenenfalls die CN-Gruppe in eine Ester-, Amid- oder Ketongruppe über u. alkyliert gewünschtenfalls die sek. Amine oder spaltet in einem beliebigen Stadium des Verf. die an dem cycl. gebundenen N-Atom befindlichen Reste ab. Als Ausgangsstoffe eignen sich z. B. die Nitrile von α -Phenyl- γ -(methylbenzylamino)-, α -Phenyl- γ -(dimethyl- oder -diäthylamino)-, α -Phenyl- γ -methylamino-, α -(Benzoyloxy- oder -Acyloxyphenyl)- γ -(methylbenzylamino)-, α -(o-Anisyl)- γ -(methyl-diphenylmethylamino)-buttersäure, α -Phenyl- α -(methylbenzylamino)-valeriansäure, α -Phenyl- β -(dibenzylamino)-propionsäure, α -Naphthyl- γ -(dimethylamino)-buttersäure, α -Phenyl- δ -(methylbenzylamino)-valeriansäure, α -Phenyl- α -(o-methyl-

Ar-C-R



benzylamino)-cyclohexyl]-essigsäure, α -Phenyl- γ -acetylaminobuttersäure, α -(*o*-Tolyl)- γ -(benzoylamino)-buttersäure, α -(*p*-Phenylphenyl)- γ -(methansulfonylamino)-buttersäure, α -Phenyl- γ -(*p*-toluolsulfonylamino)-valeriansäure; ferner Alkyldiolester, wie Äthylendibromid (I), Äthylendibromid, Äthylendijodid, Propylen-1.2-dibromid (V), Propylen-1.3-dichlorid-bromid, Butylen-1.2- oder -1.3-dibromid, β -Chloräthanol-*p*-toluolsulfonsäureester, Glykoldi-*p*-toluolsulfonsäureester, Propan-1.2-dioldimethansulfonsäureester. — Das N-Atom befindet



über das Säurechlorid (VII) von 1,2-Dimethyl-4-phenylpiperidin-4-carbonsäure (VIII) mit NH₃ erhalten wird. Aus VII u. Diäthylamin das Diäthylamid von VIII. Diese Amide auch durch Umwandlung von IX in entsprechende Amide, dann Abspaltung der Benzylgruppe. Als Ausgangsstoff kann auch α -(*m*-Nitrophenyl)- γ -(methylbenzylamino)-buttersäurenitril dienen; die NO₂-Gruppe der entstehenden Verb. wird in eine Amino- oder Oxygruppe umgewandelt. In analoger Weise werden erhalten: 1,3-Dimethyl-4,4-phenylcarbäthoxyperidin; 1,2,3-Trimethyl-4,4-phenylcarbäthoxyperidin; 1-Methyl-4,4-phenylcarbäthoxydecahydrochinolin usw. — Aus α -Phenyl- γ -diäthylamino-buttersäurenitril u. I 1,1-Diäthyl-4,4-phenylcyanpiperidiniumbromid (XI), dann 1-Äthyl-4,4-phenylcyanpiperidin (X), Kp._{0,05} 110—112°, das verseift u. verestert werden kann. Aus X mit GRIGNARD-Verbb. 1-Äthyl-4-phenylpiperidyl-(4)-ketone, z.B. 1-Äthyl-4-phenylpiperidyl-(4)-äthylketon, Kp._{0,1} 100°. Diese Verb. auch durch Umsetzung von XI mit GRIGNARD-Verbb. u. Abspaltung der Äthylgruppe. — Aus α -Phenyl- γ -dimethylamino-buttersäurenitril (Kp.₁₇ 158—160°, aus Benzylcyanid u. β -Dimethylaminoäthylchlorid in Ggw. von NaNH₂) mit I 1,1-Dimethyl-4,4-phenylcyanpiperidiniumbromid, F. 305—315° Zers.; hieraus durch therm. Zers. die Verb. IV. — Aus α -(*m*-Methoxyphenyl)- γ -dimethylaminobuttersäurenitril (Kp.₁₄ 184—186°, aus *m*-Methoxybenzylcyanid u. β -Dimethylamino-äthylchlorid in Ggw. von NaNH₂) mit I 1-Methyl-4,4-(*m*-methoxyphenyl)-cyanpiperidin (XII), Kp.₁₂ 196—197°, nach Abspaltung von CH₃Br aus der quaternären Verbindung. Aus XII 1-Methyl-4-(*m*-methoxyphenyl)-piperidin-4-carbonsäure (XIII), F. 272—274° Zers.; Äthylester, Kp.₁₂ 195—197°, u. dessen Hydrochlorid, F. 175—176°. XIII geht beim Erhitzen mit HBr in 1-Methyl-4-(*m*-oxyphenyl)-piperidin-4-carbonsäure, F. 280—285°, über. Äthylester u. dessen Hydrochlorid vom F. 166—167°. Durch mäßige Hydrolyse von XII 1-Methyl-4-(*m*-methoxyphenyl)-piperidin-4-carbonsäureamid, F. 133—135° Zers. Aus XII u. *n*-C₂H₅MgBr 1-Methyl-4-(*m*-methoxyphenyl)-piperidyl-(4)-*n*-propylketon (Hydrochlorid, F. 125—127°); mit HBr 1-Methyl-4-(*m*-oxyphenyl)-piperidyl-(4)-*n*-propylketon, leicht gelbliches Öl. — Aus α -(*o*-Methoxyphenyl)- γ -(methylbenzylamino)-buttersäurenitril (Kp._{0,05} 165—166°, aus *o*-Methoxybenzylcyanid u. β -Chloräthylmethylbenzylamin) mit I 1,1-Methylbenzyl-4,4-(*o*-methoxyphenyl)-cyanpiperidiniumbromid, F. 203—204°; durch Hydrierung 1-Methyl-4,4-(*o*-methoxyphenyl)-cyanpiperidin; F. 98—99°; Hydrobromid, F. 262—264°. — Der durch katalyt. Red. von 2,3-Dimethoxybenzaldehyd gewonnene 2,3-Dimethoxybenzylalkohol wird durch Behandlung mit wss. HBr u. konz. H₂SO₄ in 2,3-Dimethoxybenzylbromid, Kp.₁₁ 140—142°, übergeführt u. dieses mit KCN zu 2,3-Dimethoxybenzylcyanid, Kp.₁₂ 162—164°, umgesetzt. Hieraus mit β -Chloräthylmethylbenzylamin in Ggw. von Phenyl-Na α -(2,3-Dimethoxyphenyl)- γ -(methylbenzylamino)-buttersäurenitril, Kp.₁ 180—181°, das mit I 1,1-Methylbenzyl-4,4-(2',3'-dimethoxyphenyl)-cyanpiperidiniumbromid, F. 232—233,5°, liefert. Hieraus durch Hydrierung 1-Methyl-4,4-(2',3'-dimethoxyphenyl)-cyanpiperidinhydromid; freie Base, F. 94—96°. (F. P. 904 932 vom 9/6. 1944, ausg. 20/11. 1945. Schwz. Priorr. 25/6. u. 21/7. 1943 u. 26/1. 1944.) DONLE. 3375

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung von 2-Aminopyrimidin (I) durch katalyt. Dechlorierung von 2-Amino-4,6-dichlorpyrimidin (II) in Ggw. von Lösungsmitteln u. Na₂CO₃ oder K₂CO₃. Auf 1 Mol II sollen mindestens 4 Äquivalente Na₂CO₃ oder K₂CO₃ treffen; als Katalysatoren verwendet man auf Trägerstoffen niedergeschlagene Metalle. — Z. B. werden 328 g II in 1000 cm³ Methanol suspendiert, mit einer Lsg. von 700 g K₂CO₃ in 700 cm³ W. gemischt, mit 100 g CaCO₃, auf dem man 0,9 g Pd als Hydroxyd niedergeschlagen hat, versetzt, das Gemisch in H₂-Atmosphäre ohne Erwärmung u. bei u. Druck gerührt, nach einigen Stdn. filtriert, der Nd. im Vakuum behandelt, aus CH₂Cl₂ umgefällt, im Vakuum sublimiert. 90%ig. Ausbeute an I, F. 128°. (F. P. 898 655 vom 8/10. 1943, ausg. 3/5. 1945. D. Prior. 5/9. 1942.) DONLE. 3502

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung von 2-Aminopyrimidin (I) und seinen in der NH₂-Gruppe durch einen Alkyl-, Acyl-, Aryl-, Azomethinrest usw. substituierten Derivaten. Guanidin (II) oder eins seiner in einer NH₂-Gruppe einmal durch einen Alkyl-, Acyl-, Aryl-, Azomethinrest substituierten Deriv. (z. B. Benzylidenguanidin oder Dicyandiamid) werden, gegebenenfalls in Form ihrer Salze, mit Propargylaldehyd (III) oder seinen Acetalen oder Mercaptalen, vorzugsweise in Ggw. von Kondensationsmitteln umgesetzt. II läßt sich vorteilhaft durch Anlagerung von Formaldehyd an Acetylen u. Oxydation des entstehenden Propargylalkohols gewinnen. — Z. B. rührt man 45 g II-Carbonat in 450 g H₂SO₄ (66° Bé) ein u. läßt 27 g III zutropfen oder führt diesen in Dampfform ein. Dann rührt man 24 Stdn. weiter, gießt auf Eis, macht alkal., extrahiert mit CH₂Cl₂, trocknet u. verdampft die Lsg. u. sublimiert das anfallende I im Vakuum, F. 128°. — Aus II-Nitrat u. III oder III-Diäthylacetal in Ggw. von Na u. Methanol gleichfalls I. (F. P. 898 681 vom 11/10. 1943, ausg. 3/5. 1945. D. Prior. 28/8. 1942.) DONLE. 3502

Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc (Erfinder: Léon Ninet), Frankreich, Herstellung von Morpholinhydrojodid (I) durch Umsetzung von Morpholin (II) mit in W. oder

organ. Lösungsmitteln gelöster HJ, Einengung der Lsg. u. Krystallisation. Geringe Mengen an freiem J₂ werden durch Extraktion mit einem nicht in W. lösl. Lösungsm., wie Ae., oder durch Fällung als vollkommen unlösl. II-Periodid (Verwendung eines angemessenen Überschlusses an II) vor der Krystallisation abgetrennt. F. von I: 212—213°. Nichthygroskop., nngiftiges Krystallpulver. — Beispiele. (F. P. 909 797 vom 27/10. 1944, ausg. 17/5. 1946.) DONLE. 3602

X. Färberei. Organische Farbstoffe.

J. W. Haworth, I. M. Heilbron, D. E. Hey, R. Wilkinson und E. F. Bradbrook, *Einige grüne Pigmente der Phthalocyaninreihe*. Es wird die Darst. einiger Phenyl- u. Pyridylphthalonitrile u. der entsprechenden Phthalsäuren, sowie die der daraus erhältlichen Phthalocyanine u. ihrer Cu-Komplexe beschrieben. — 4-Phenylphthalonitril (I) konnte aus diazotiertem 4-Aminophthalonitril mit Hilfe der GOMBERG-Rk. gewonnen werden, analog wurde eine Mischung von *o*-, *m*- u. *p*-Methoxyphenylphthalonitril (II) u. eine Mischung von 4- α -, 4- β - u. 4- γ -Pyridylphthalonitril (III) u. der entsprechenden 3-Isomeren erhalten. Ferner wurde die GOMBERG-Rk. auch auf die Darst. von Isomerenmischen der 3,4-Dichlor-(IV) u. 3,4-Dibromphenylpyridine (V) angewendet. Die aus I u. der II-Mischung (BARRETT, DENT u. LINSTEAD, C. 1937. I. 3636) erhaltenen Phenylphthalocyaninpigmente sind grün, die aus den entsprechenden Phthalsäuren durch Harnstoffschmelze in Ggw. von CuCl nach WYLER (E. P. 464 126, C. 1937. II. 3083) erhaltenen Kupferphthalocyanine zeigen blauere Töne. Die aus den III u. anderen Pyridylphthalosäurederiv. (vgl. auch z. B. C. 1940. II. 628. 891) erhaltenen Phthalocyanine u. ihre Cu-Komplexe sind gleichfalls grüne Pigmente, die auch aus tetrazotiertem Tetraaminophenylphthalocyaninkupfer mit Pyridin erhalten werden können. Sie zeigen bas. Charakter, lösen sich in Eisessig u. starken Mineralsäuren. Ihre Pyridiniumsalze sind wasserlöslich. Farbstoffe mit Affinität zu Baumwolle u. Viscosekunstseide u. liefern blaugrüne bis grüne Töne von guter Wasch- u. Lichtechtheit (vgl. E. P. 522 293). — Die Vielzahl der bei der Darst. der Phthalocyanine aus 3- u. 4-substituierten Phthalsäurederiv. gewonnenen Stellungsisomeren wird am Formelbild des Phthalocyanins abgeleitet.

Versuche: I, C₁₄H₈N₂, aus 4-Aminophthalonitril durch Diazotieren in HCl u. Umsetzen der natronalkal. Lsg. mit Bzl. bei 5—10°, aus der Benzolschicht, aus A. Nadeln, F. 163—164°; liefert bei dem Vers. der Vakuumdest. Tetra-(4)-phenylphthalocyanin (VI). — 4-Phenylphthalsäure (VII), C₁₄H₁₀O₄, durch Verseifen von I mit 7% ig. H₂SO₄ in sd. Eisessig oder mit 10% ig. wss. NaOH, aus verd. A. F. 194°. I gleichfalls aus 4-Acetaminophthalonitril in Eisessig u. Essigsäureanhydrid mit Nitrosylechlorid in Ggw. von K-Acetat u. einer Spur P₂O₅ bei 8° u. Erwärmen der Nitroverb., vom F. 78°, mit Bzl. auf 60—70°, F. 161—162°. — II, C₁₅H₁₀ON₂, wie I mit Anisol, aus absol. A. Krystalle, F. 112—134°. — 4-*p*-Nitrophenylphthalonitril, C₁₄H₇O₂N₃, aus I in Eisessig mit rauchender HNO₃ auf dem Wasserbad, nach der Vakuumsublimation aus A., F. 228—229°; 4-*p*-Nitrophenylphthalsäure, C₁₄H₈O₆N, F. 178—179°. — VII gleichfalls aus 4-Acetaminophthalsäureäthylester über die Nitroverb. (gelbes Öl) u. Verseifen des erhaltenen Esters mit 20% ig. NaOH. — Tetra-(4)-phenylphthalocyaninkupfer, C₅₆H₃₂N₈Cu, aus I, Harnstoff, CuCl u. einer Spur Ammoniumvanadat bei 200°. Analog Tetra-(3)-phenylphthalocyaninkupfer, C₅₆H₃₂N₈Cu, aus 3-Phenylphthalsäure; Tetra-(4)-methoxyphenylphthalocyaninkupfer, C₆₀H₄₀O₄N₈Cu; Tetra-(4)-chlorphenylphthalocyaninkupfer, C₅₆H₂₈N₈Cl₄Cu; dunkelgrüne Pulver. — VI, C₅₆H₃₄N₈, aus I mit Na-Äthylat bei 180° u. Extrahieren des rohen Pigments mit *o*-Dichlorbenzol. Analog Tetra-(4)-methoxyphenylphthalocyanin, C₆₀H₄₂O₄N₈, als grünes Pigment. — III, C₁₃H₇N₃, wie I, mit Pyridin, F. 25—30°, nach der Vakuumsublimation aus A. F. 155 bis 165°. 4- α -III, fällt aus der HCl-sauren Mischung mit verd. NaOH zuerst aus, aus A. F. 169°. α -Phenylpyridin, aus 4- α -III durch alkal. Verseifen u. therm. Decarboxylierung, aus A. F. 169°; Pikrat, aus Aceton F. 174—175°. 4- β -III, analog aus A. F. 196—197°. β -Phenylpyridin-pikrat, F. 160°. γ -Phenylpyridin-pikrat, F. 195—196°. — 4-(α , β u. γ)-Pyridylphthalimid, C₁₃H₈O₂N₂, aus diazotiertem 4-Aminophthalimid mit Pyridin bei 40—50°, später auf dem Wasserbad, nach der Vakuumsublimation aus A. F. 238—246°. — 3-(α , β u. γ)-Pyridylphthalimid, C₁₂H₈O₂N₂, analog aus Nitrobenzol, F. 260—270°. — 4-(α , β u. γ)-Pyridylphthalsäureäthylester, C₁₇H₁₇O₄N, aus diazotiertem 4-Aminophthalsäureester mit Pyridin, gelbes Öl, Kp._{0,01} 130°. — IV, C₁₁H₇NCl₂, analog, Kp., 170—200°, aus Pae. schwach gelbe M., F. 60—70°. — V, C₁₁H₇NBr₂, Kp._{<1} 140—170°, aus Pae., F. 60—70°. — Tetra-(4)-pyridylphthalocyanin, C₅₂H₃₄N₁₂, wie VI, als schwarzgrünes, amorphes Pulver. — Tetra-(4)-pyridylphthalocyaninkupfer, C₅₂H₃₂N₁₂Cu, aus III mit Cu-Bronze bei 200° im Rohr u. Herauslösen mit Pyridin, dunkelblaugrünes amorphes Pulver. (J. chem. Soc. [London] 1945. 409—12. Juni. Manchester 13, Univ. u. Imp. Chem. Ind. Ltd., Res. Labor.) GOLD. 7076

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Wärmebehandlung von Textilgut*. Man läßt das Textilgut, welches mit Farbstoffpaste bedruckt oder mit einem Imprägniermittel behandelt worden ist, ein fl. Metallbad durchlaufen, um es auf diese Weise erhöhter Temp. auszusetzen. Als Metalle dienen Legierungen aus Pb, Bi u. Cd; Pb, Bi u. Sn oder Pb u. Sn. Das Bad kann direkt oder elektr. erhitzt werden. Neben großer Sparsamkeit liegt der besondere Vorteil dieses Verf. darin, daß keine örtliche Überhitzung eintreten kann: Man bedruckt z. B. ein gebleichtes Baumwollgewebe mit der folgenden Farbstoffpaste: 100 g einer Paste aus 20% Farbstoff Nr. 1349 (vgl. SCHULTZ, Farbstofftabellen, 7. Aufl.), 290 g W., 80 g Glycerin, 350 g Verdickungsmittel aus Stärke u. Tragant, 100 g Natronlauge von 38° Bé u. 80 g Na-Hydrosulfit. Ummittelbar nach dem Aufbringen der Paste läßt man das noch feuchte Material durch ein fl. Metallbad der folgenden Zus. laufen: 500 g Pb, 300 g Sn u. 200 g Cd. Temp.: 125°, Durchlaufzeit: ca. 8—10 Sekunden. Schließlich spült man das Gewebe u. seift es. Man erhält einen lebhaften orangefarbenen Druck. (F. P. 900 758 vom 21/12. 1943, ausg. 9/7. 1945. D. Prior. 30/8. 1941.) PROBST. 7021

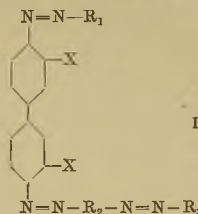
* **Arthur H. Knight, William E. Stephen und Imperial Chemical Industries Ltd.**, *Disazofarbstoffe* werden hergestellt durch Diazotieren eines prim. Arylamins A, Kuppeln von 1 Mol desselben in saurem Medium mit einer 1-Amino-8-naphtholsulfonsäure Z unter Bldg. einer Monoazoverb., Diazotieren eines Arylamins A' u. Kuppeln von 1 Mol desselben in alkal. Medium mit der Monoazoverbindung. A ist ein prim. Arylamin, das ein Nitroamin der Benzol- oder Naphthalinreihe oder ein Acylaminoanilin sein kann. Es kann substituiert sein, darf aber keine Sulfon-, Sulfonamid- oder Oxygruppen besitzen. A' steht für ein Arylamin der allg. Formel X—CO—NY—R—NH₂, in der R, X u. Y die gleiche Bedeutung haben wie in E. P. 556 358; Z steht für eine 1-Amino-8-naphtholsulfonsäure, deren 2- u. 7-Stellungen frei sind. (E. P. 557 842, ausg. 8/12. 1943.) SCHWECHTEN. 7055

* **Imperial Chemical Industries Ltd.**, **Arthur H. Knight und Wm. E. Stephen**, *Disazofarbstoffe*. Ein arom. Monoamin der Benzolreihe, das in p-Stellung zur NH₂-Gruppe eine X—CO—NY-Gruppe enthält, in der X einen Monochlor- oder Monobromalkylrest mit 1, 2 oder 3 C-Atomen u. Y H, eine Alkylgruppe mit nicht mehr als 6 C-Atomen oder eine Cycloalkylgruppe bedeutet u. worin gegebenenfalls Substituenten, wie Alkyl, Alkoxy u. Halogen, aber nicht Oxy-, Sulfo-, Aminosulfonyl- u. Sulfongruppen enthalten sein können, diazotiert man u. kuppelt die erhaltene Diazoverb. in saurem Medium mit 1-Amino-8-naphthol-4-sulfonsäure oder mit 1-Amino-8-naphthol-3.6- oder -4.6-disulfonsäure. Die erhaltene Monoazoverb. kuppelt man in einem alkal. Medium mit einem diazotierten arom. Monoamin der Benzol- oder Naphthalinreihe, das mit Ausnahme von Haloacylaminogruppen Substituenten enthalten kann. Es werden 45 Farbstoffe erhalten, die Wolle in verschiedenen Schwarztönen färben. (E. P. 569 770, ausg. 7/6. 1945.) ROICK. 7055

J. R. Geigy Akt.-Ges., Schweiz, *Wasserlösliche Disazofarbstoffe*, die die tier. Faser in blauen Tönen färben, erhält man dadurch, daß man den diazotierten Sulfoarylester einer Aminoarylsulfonsäure (herstellbar durch Kondensation der Halogenide der entsprechenden Nitroarylsulfonsäuren, z. B. des Nitrobenzolsulfochlorids, mit Oxyarylderivv., wie 2-Methyl- oder 2-Methoxyphenol, Sulfonieren der erhaltenen Arylester der Nitroarylsulfonsäuren u. Red. der Nitro- zur Aminogruppe) mit α -Naphthylamin kuppelt, den erhaltenen Aminoazofarbstoff diazotiert u. ihn mit einer 1-Arylamino-naphthalin-8-sulfonsäure kuppelt. Im Vgl. mit den Farbstoffen Aminodiarylsulfonsulfonsäuren. \rightarrow α -Naphthylamin — 1-Arylamino-naphthalin-8-sulfonsäuren besitzen die neuen Farbstoffe ein besseres Egalisierungsvermögen u. eine bessere Lichteuchtigkeit. Die meisten neuen Farbstoffe sind auch klarer im Ton u. zeigen eine bessere Abendfarbe ohne eine Verschlechterung der Naßeinheiten. — Die Herst. der folgenden Farbstoffe ist beschrieben: 6-Methyl-1-aminobenzol-3-sulfonat des 2'-Methyl-x'-sulfophenyls, 1-Aminobenzol-3-sulfonat des x'-Sulfophenyls, 1-Aminobenzol-3-sulfonat des 2'-Methyl-x'-sulfophenyls, 1-Aminobenzol-3-sulfonat des 2'-Methoxy-x'-sulfophenyls, 4-Methyl-1-aminobenzol-3-sulfonat des 2'-Methyl-x'-sulfophenyls oder 1-Aminobenzol-3-sulfonat des x'-Sulfo-1'-(oder 2')-naphthyls \rightarrow α -Naphthylamin (I) \rightarrow 1-phenylaminonaphthalin-8-sulfonsäure Na (II); 4- oder 6-Chlor-1-aminobenzol-3-sulfonat des 2'-Methyl-x'-sulfophenyls \rightarrow I \rightarrow II. (F. P. 901 069 vom 10/1. 1944, ausg. 17/7. 1945. Schwz. Prior. 23/12. 1942.) ROICK. 7055

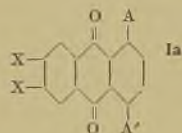
Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Schweiz, *Metallhaltige Azofarbstoffe* erhält man durch Behandlung von Trisazofarbstoffen der allg. Zus. I, worin R₁ den Rest einer o-Oxycarbonsäure der Benzolreihe, die beiden X mit aliph. Resten verätherte OH-Gruppen, R₂ den Rest einer dihydroxylierten Verb. der Benzolreihe u. R₃ einen arom. Rest bedeutet, der in o-Stellung zur —N=N—Gruppe einen Substituenten enthält, der mit der in o-Stellung zur —N=N—Gruppe des R₂-Restes befindlichen OH-Gruppe an der Bldg. einer metallhaltigen Komplexverb. teilzunehmen fähig ist, mit

metallabgebenden Mitteln, bes. Cu-Verbindungen. — Die erhaltenen Farbstoffe zeichnen sich durch eine bes. gute Lichtechtheit aus. — Durch Behandlung des Trisazofarbstoffs 1-Oxy-6-methylbenzol-2-carbonsäure (II) ← 4.4'-Diamino-3.3'-dimethoxydiphenyl (III) → 1.3-Dioxybenzol (IV) ← 1-Amino-2-oxybenzol-4-sulfonsäure (V) (erhältlich durch Kuppeln von 2,4,4[Gewichtsteilen] tetrazotiertem III mit 17,5 II u. Kuppeln des erhaltenen Monoazofarbstoffs mit dem kupferhaltigen Monoazofarbstoff IV ← V) in wss. Lsg. mit einer Lsg. von Cu-Sulfat in 20% ig. Ammoniak bei 80—85° erhält man die Cu-Verb. des Trisazofarbstoffs, eine schwarze, pulverförmige M., die Baumwolle (A) in kräftigen braunstichig violetten, leichten Tönen färbt. Ersetzt man II durch 1-Oxybenzol-2-carbonsäure (VI), so erhält man einen Farbstoff mit ähnlichen Echtheitseigenschaften. In ähnlicher Weise erhält man die Cu-Verb. des Trisazofarbstoffs: VI ← III → IV ← 1-Amino-2-oxybenzol-5-sulfo-3-carbonsäure, dunkles Pulver, färbt A in leichten braunen Tönen; VI ← III → IV ← 1-Amino-2-oxybenzol-6-chlor-4-sulfonsäure, schwarzes Pulver, färbt A in kräftigen braunstichig rotvioletten leichten Tönen. — Das Färben mit den erhaltenen Farbstoffen kann nach den für Direktfarbstoffe u. den zum Färben von regenerierter Cellulose üblichen Verff. erfolgen. (F. P. 899 924 vom 19/11. 1943, ausg. 14/6. 1945. Schwz. Prior. 11/12. 1942.) ROICK. 7055



* Comp. Nationale de Matières Colorantes & Manufactures de Produits Chimiques du Nord Réunies Établissements Kuhlmann, Ester von Leukofarbstoffen der Anthracenreihe. Die Ester von Leuko-N-dihydro-1.2.2'.1'-anthrachinonazin, seinen Derivv. oder Substitutionsprodd., die bes. für Druckzwecke geeignet sind, erhält man durch Kondensation eines 9.10-Schwefelsäurediesters eines Leuko-β-aminoanthrachinons, eines Deriv. oder Substitutionsprod. dieser Verb., in alkal. Medium in Ggw. von Ag₂O als Kondensationsmittel. — 500 (g) H₂O, 20 Na₂CO₃ u. 18 des Schwefelsäurediesters des Leuko-β-aminoanthrachinons erhitzt man auf 100° u. versetzt allmählich mit 14 Ag₂O. Man beläßt die Temp. bei 100°, bis die Umsetzung beendet ist, kühlt dann das Reaktionsgemisch, filtriert das ausgefallene Ag ab u. trennt den im Filtrat gelösten Tetraester der Leukoverb. ab. (E. P. 577 167, ausg. 8/5. 1946.) ROICK. 7059

Sandoz Akt.-Ges., Schweiz, Neue Farbstoffe der Anthrachinonreihe erhält man durch Kondensation von Anthrachinonderivv. der allg. Zus. Ia, worin A u. A' durch Amine ersetzbare Gruppen oder Atome bedeuten u. das eine X Halogen u. das andere X H oder Halogen darstellt, mit aromat. mehrkernigen Aminen u. Sulfonierung der so erhaltenen Basen. — Die neuen Farbstoffe zeichnen sich durch eine gute Abendfarbe aus. — 20 (Teile) Leuko-6-chlorchinizarin (I), 30 6-Chlorchinizarin (II), 20 Borsäure u. 300 2-Amino-5.6.7.8-tetrahydronaphthalin (III) erhitzt man unter Rühren auf 100—150°, oxydiert nach beendeter Kondensation die im Gemisch vorhandene Leukobase gegebenenfalls in Ggw. von Piperidin u. Cu-Acetat, fällt das neue Kondensationsprod. durch Zugabe von 300 A., filtriert, wäscht mit A. u. W. u. kryst. aus einem organ. Lösungsm. um. Man erhält 1.4-Di-(2'-amino-5'.6'.7'.8'-tetrahydronaphthalin)-6-chloranthrachinon (IV), dunkle Krystalle, lösl. in organ. Lösungsmitteln mit grüner Farbe. Sulfoniert man IV mit 5—10% SO₃ enthaltender rauchender H₂SO₄ bei 15—45°, so erhält man einen in W. lösl. u. Wolle (B) in sehr echten grünen Tönen färbenden Farbstoff. Ersetzt man III durch 1-Amino-5.6.7.8-tetrahydronaphthalin (V), so erhält man einen Farbstoff, der B in gelbstichigeren Tönen färbt. In ähnlicher Weise erhält man Farbstoffe aus: Leuko-6.7-dichlorchinizarin (VI), 6.7-Dichlorchinizarin (VII) u. V, dunkles Pulver, in organ. Lösungsmitteln grün lösl., färbt B sulfoniert in echten gelbstichig grünen Tönen; I, II u. 2-Amino-1.2.3.4-tetrahydronaphthalin (VIII), bronzefarbene Krystalle, in organ. Lösungsmitteln blau lösl., färbt mit Schwefelsäuremonohydrat bei 0—20° sulfoniert B in sehr klaren blauen Tönen; I, II u. 4-Aminodiphenyläther, dunkel Krystalle, lösl. in organ. Lösungsmitteln mit grüner Farbe, färbt mit 95—100% ig. H₂SO sulfoniert B in gelbstichig grünen Tönen; I, II u. 4-Aminodiphenyl, dunkle Krystalle, in organ. Lösungsmitteln grün lösl., färbt sulfoniert B moosgrün; I, II u. Aminodiphenylmethan, dunkle Krystalle, grün lösl. in organ. Lösungsmitteln, färbt sulfoniert B gelbstichig grün; Leuko-6.7-bromchlorchinizarin u. VIII, färbt sulfoniert B in grünstichigeren Tönen als der sulfonierte aus I, II u. VIII erhältliche Farbstoff; VI, VII u. VIII, dunkle Krystalle, in organ. Lösungsmitteln grünstichig blau lösl., färbt sulfoniert B in sehr klaren grünstichig blauen Tönen. — Man erhitzt 30 1.4.6-Trichloranthrachinon, 20 wasserfreies K-Acetat, 180 III u. 1 Cu-Acetat unter Rühren auf 170—220°, bis die Kondensation beendet ist. Man verd. die M. bei 90° mit 180 A., filtriert die so ausgefallene Base u. arbeitet in üblicher Weise auf. Die sulfonierte Farbbase entspricht dem Farbstoff, der, wie oben



beschrieben, durch Sulfonieren der aus I, II u. III erhältlichen Farbbase erhalten wird. (F. P. 908 338 vom 22/12. 1944, ausg. 5/4. 1946. Schwz. Prior. 30/9. 1943.) ROICK. 7059

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Küpenfarbstoffe*. Zu D. R. P. 743 592 (C. 1944. I. 1135) ist nachzutragen: Man erhitzt auch die aus α,α' -Di-[Bz 1-anthrachinonylaminobenzanthronyl-(6)-amino]-anthrachinonen durch alkal. Kondensation erhaltenen Verb. mit Gemischen aus wasserfreiem AlCl₃ (I) u. Thionylchlorid (II), gegebenenfalls unter Zusatz von schmelzpunktserniedrigenden Salzen. — In ein geschmolzenes Gemisch aus 200 (Gewichtsteilen) I, 21 NaCl u. 10 II trägt man allmählich unter Rühren bei 90° 25 des Farbstoffes ein, den man durch Umsetzen von 2 Mol 6.Bz 1-Dibrombenzanthron (III) zuerst mit 2 Mol 1-Aminoanthrachinon (IV) u. dann mit 1 Mol 1.5-Diaminoanthrachinon u. Verschmelzen der erhaltenen Verb. mit alkoh. KOH herstellen kann, rührt das geschmolzene Gemisch 1 Stde. bei 90° weiter u. arbeitet in üblicher Weise auf. Der erhaltene Farbstoff färbt Baumwolle aus der Küpe in sehr echten olivgrünen Tönen. In ähnlicher Weise erhält man aus dem Farbstoff, den man durch Umsetzen von 2 Mol III zuerst mit 2 Mol IV u. dann mit 1 Mol 1.4-Diaminoanthrachinon u. anschließende alkoh. KOH-Schmelze herstellen kann, ebenfalls einen in sehr echten olivgrünen Tönen färbenden Farbstoff. (F. P. 894 373 vom 30/4. 1943, ausg. 21/12. 1944. D. Priorr. 12/9. 1939 u. 30/12. 1941.) ROICK. 7069

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Schweiz, *Küpenfarbstoffe* erhält man dadurch, daß man 4-Aminoanthrachinon-2.1-(N)-benzacidone, deren mit dem Acridonring verbundener Benzolkern keine Trifluormethylgruppen enthält, mit ungesätt. aromat. Säuren, z. B. Zimtsäure, o-, p- oder m-Bromzimtsäure, p-Phenylzimtsäure u. p-Benzoylaminozimtsäure, oder ihren funktionellen Derivv. acyliert u. in den Säurerest der erhaltenen Prodd. gegebenenfalls Substituenten einführt. — Die erhaltenen Farbstoffe dienen, auch in Form ihrer Leukoschwefelsäureester, zum Färben u. Drucken von tier. u. bes. cellulosehaltigen Fasern. — Man erhitzt ½ Stde. bei 140–150° 3 (Gewichtsteile) 4-Aminoanthrachinon-2.1-(N)-1'.2'-(N)-benzacidon (I) mit 5 Zimtsäurechlorid (II) in 78 o-Dichlorbenzol (a). Nach dem Erkalten filtriert man den Farbstoff, blaugraue Nadeln, wäscht ihn mit A. u. trocknet. Der Farbstoff ist in konz. H₂SO₄ gelbrot lösl. u. färbt Baumwolle (A) aus rotvioletter Küpe in lebhaften echten grünstichig blauen Tönen. — Man erhitzt ein Gemisch von 3 m-Bromzimtsäure, 104 (wenig Pyridin enthaltendes) a u. 8 Thionylchlorid (b) unter Rückfluß zum Sieden bis zur vollständigen Bldg. des Säurechlorids u. dem Klarwerden der Lsg. u. dest. dann das überschüssige b u. 13 des Lösungsm. ab. Man fügt dann 3 I bei 90° zum Reaktionsgemisch, erhitzt ½ Stde. bei 140–150°, filtriert, wäscht mit A. u. trocknet. Der erhaltene Farbstoff, gelbrot lösl. in konz. H₂SO₄, färbt A aus rotvioletter Küpe in echten kräftigen blauen Tönen. Mit o-Chlorzimtsäure erhält man einen Farbstoff, der etwas rotstichiger färbt, u. p-Chlor- oder p-Bromzimtsäurechlorid ergeben grünstichig blau färbende Farbstoffe. Aus p-Phenylzimtsäurechlorid u. I erhält man graugrüne Nadeln, die aus rotvioletter Küpe in grünblauen Tönen färben. — Kondensiert man 4-[(p-Amino)-cinnamoylamino]-anthrachinon-2.1-(N)-1'.2'-(N)-benzacidon (erhältlich durch Kondensation von I mit p-Nitrozimtsäurechlorid u. Red. der Nitroverb. in einer alkal. Hydrosulfitküpe) mit Benzoyl-, p-Chlorbenzoyl-, p-Brombenzoyl- oder p-Diphenylcarbonsäurechlorid, so erhält man Farbstoffe, die in graustichig grünblauen Tönen färben. — Ein Beispiel erläutert das Färben von A mit dem aus I u. II erhaltenen Farbstoff. (F. P. 910 819 vom 16/5. 1945, ausg. 19/6. 1946. Schwz. Priorr. 28/12. 1943 u. 19/10. 1944.) ROICK. 7069

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Schweiz, *Küpenfarbstoffe*. Man acyliert 4-Aminoanthrachinon-2.1-(N)-benzacidone, deren mit dem Acridonring verbundener Benzolkern keine Halogenatome enthält, mit in p-Stellung mit Halogenatomen substituierten Benzoessäuren oder ihren funktionellen Derivv. u. führt in die erhaltenen Farbstoffe gegebenenfalls noch andere Substituenten, bes. Halogen, ein. — Die neuen Farbstoffe sind zum Färben u. Drucken von tier. u. bes. aber cellulosehaltigen Fasern auch in Form ihrer Leukoschwefelsäureester geeignet. — Man erhitzt 6 (Gewichtsteile) 4-Aminoanthrachinon-2.1-(N)-1'.2'-(N)-benzacidon (I) u. 6 p-Brombenzoylchlorid (II) in 200 o-Dichlorbenzol 1 Stde. bei 150–160°, läßt erkalten u. filtriert. Der Farbstoff löst sich in konz. H₂SO₄ gelbrot u. färbt die pflanzliche Faser aus rotvioletter Hydrosulfitküpe in dunkelblauen, ausgezeichnet echten Tönen. Mit p-Chlorbenzoylchlorid an Stelle von II erhält man einen ähnlichen Farbstoff u. mit p-Fluorbenzoylchlorid einen Farbstoff, der in etwas rotstichigen Tönen färbt. Aus I u. p-Jodbenzoylchlorid erhält man blaue Nadeln, in konz. H₂SO₄ gelbrot lösl., die Baumwolle (A) aus rotvioletter Küpe in kräftigen u. lebhaften, sehr echten blauen Tönen färben. — 3.4-Dichlorbenzoessäure (III) führt man mit Thionylchlorid in das Säurechlorid über u. setzt dieses mit I um. Der erhaltene Farbstoff, kristalline blaue Nadeln, färbt A aus violetter Küpe in echten blauen Tönen. Ersetzt man III durch die entsprechende Bromverb., so erhält man einen Farbstoff mit ähnlichen

Eigenschaften. — Ein Beispiel erläutert das Färben von A oder Viscosekunstseide mit dem aus I u. II erhältlichen Farbstoff. (F. P. 910 820 vom 16/5. 1945, ausg. 19/6. 1946. Schwz. Priorr. 28/12. 1943 u. 19/10. 1944.)
ROICK. 7069

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Schweiz, Neue Küpenfarbstoffe, die zum Färben u. Drucken von Baumwolle (A), Leinen, Kunstseide aus regenerierter Cellulose u. Zellwolle bei großer Farbstärke u. ausgezeichnete Lichtechtheit geeignet sind u. auch in Form ihrer Leukoestersalze verwendet werden können, erhält man durch Umsetzen von 1.5-Diaminoanthrachinonen mit p-Chlor- oder p-Brombenzoesäuren. — Man erhitzt 23,8 (Gewichtsteile) 1.5-Diaminoanthrachinon in 300 o-Dichlorbenzol (a) unter Rühren zum Sieden, trägt eine Lsg. von 35 p-Chlorbenzoylchlorid in 100 a ein, erhitzt weitere 2 Stdn. zum Sieden, läßt erkalten, saugt ab u. wäscht mit geringen Mengen a u. dann mit Alkohol. Der Farbstoff (I), gelbbraune Krystalle, färbt A aus violetter Küpe in echten gelben Tönen. Mit p-Brombenzoylchlorid oder 3.4-Dichlorbenzoylchlorid erhält man ähnliche Farbstoffe. I kann man auch dadurch erhalten, daß man 2 p-Chlorbenzamid, 1,8 1.5-Dichloranthrachinon, 0,7 wasserfreies Na₂CO₃, 0,7 wasserfreies Na-Acetat u. 0,1 wasserfreies Cu-Acetat in 120 Nitrobenzol auf 160° erhitzt, weitere 3 Stdn. unter Sieden erhitzt, erkalten läßt u. in üblicher Weise aufarbeitet. — Ein Beispiel beschreibt das Färben von A mit I. (F. P. 908 768 vom 11/1. 1945, ausg. 18/4. 1946. Schwz. Priorr. 12/1. u. 15/11. 1944.)
ROICK. 7069

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

Knoll A. G., Chemische Fabriken, Deutschland, Farbstofflösungen für den Auftrag mit der Spritzpistole können statt mit den bisher üblichen organ. leichtflüchtigen Lösungsmitteln auch mit fl. Schwefeldioxyd angesetzt werden, da dieses ebenso leicht flüchtig ist u. trocknende Öle, Triphenylmethanfarbstoffe u. die meisten Kunstharze (außer Phenol-Formaldehydharzen u. Nitrolacken) löst. Es bildet auch leicht beständige Suspensionen mit unlösl. Farbstoffpigmenten. Das verdunstende SO₂ kann leicht durch die für organ. Lösungsm. verwendete Vorr. wiedergewonnen werden, wenn man die abgesaugten Dämpfe in Alkalilauge zur Bisulfidgewinnung einleitet. Die Farbstoffe bilden nach der Verdunstung von SO₂ einen festhaftenden nichtporösen Film mit ihren Bindemitteln. Man löst z. B. in 10—50 (Teilen) fl. SO₂ 40 eines Kondensationsprod. aus Aldehyden u. Ketonen, das leinöhlähnliche Eigg. hat, u. gibt 50 Eisenrot zu oder 1 Fuchsin in 10 fl. SO₂ gelöst. (F. P. 906 252 vom 2/8. 1944, ausg. 28/12. 1945. D. Prior. 22/5. 1943.) KALIX. 7091

Westinghouse Electric & Mfg. Co., East Pittsburgh, Pa., übert. von: **John C. Lum, Union, und Thomas I. Keating, Bloomfield, N. J., V. St. A., Schutzüberzug für Metalloberflächen, die der korrodierenden Wirkung von Chemikalien ausgesetzt sind.** 90 (Teile) *Cetylacetamid* werden auf den F. bei ca. 135° erhitzt, worauf man 10 *Äthylcellulose* in Pulverform zugibt. Bei Verwendung anderer Acetamide, wie *Dodecyl-* oder *Carnaubylacetamid*, werden ähnliche Mengen benutzt. Zur Verbesserung der Viscosität können kleine Mengen Harze u. Gummi mitverwendet werden, wie Kongogummi, Batuharz, Kopal, Schellack oder Vinylchloridpolymere. (A. P. 2 367 954 vom 24/10. 1942, ausg. 23/1. 1945.)

HANS HOFFMANN. 7093

Yves Maubec, Frankreich, Verwendung von Fettsäure- oder Harzsäureamiden als Verteilungsmittel. Fettsäure- oder Harzsäureamide oder ihre Gemische können als Verteilungsmittel für Pigmente u. Essenzen dienen. Sie können Vaseline, Öl, Lanolin u. Wachs ersetzen u. finden bes. in der Industrie der Anstrichstoffe u. in der Kosmetik Verwendung. Sie schädigen nicht die Haut, weisen p_H-Werte von 6,5—7 auf, geben, wenn sie Fette ersetzen, keine Flecken, sind durch W. entfernbar u. können sogar die Wrkg. von Reinigungsmitteln haben. — Die Lsg. von 20% Stearinsäureamid in W. mit Albumin erlaubt die Verteilung einer starken Menge Zinkweiß. Diese Paste kann nach geeigneter Verdünnung als Anstrichmittel verwendet werden. (F. P. 893 934 vom 12/6. 1942, ausg. 14/11. 1944.)
ROICK. 7093

S. A. des Couleurs Milori und Marie-François Léonard, Frankreich Entwässerung von Ricinus- und Traubenkernölen durch Erhitzen, z. B. auf 280°, in Ggw. eines gemischten Si- u. Al-Gels, das durch gleichzeitige Fällung gewonnen wurde. Man erhält trocknende Öle für die Bereitung von Lacken u. Anstrichfarben. (F. P. 905 655 vom 5/7. 1944, ausg. 11/12. 1945.)
DONLE. 7095

Ernst Leitz G. m. b. H., Deutschland, Erzeugung von reflexionshindernden Schichten auf reflektierenden Körpern, z. B. aus Glas, durch Niederschlagen einer polymeren Organometallverb. aus ihrer Lsg., z. B. von *Siliciummethyl-* oder *substituierten Siliciumalkylverb.* in Gelform u. durch Entfernung des Lösungsm. durch Erhitzen oder durch chem. Mittel. (F. P. 895 717 vom 18/6. 1943, ausg. 1/2. 1945. D. Prior. 19/6. 1942.) F. MÜLLER. 7117

* **International Polaroid Corp.**, Herstellung von lichtpolarisierendem Material. Man bringt auf solch polarisierendes plast. Material, z. B. bei der Herst. von Linsen mittels einer dünnen Schicht aus lichtdurchlässigem Bindemittel, z. B. Phenol- oder Harnstoff-HCHO-Harz, eine ungesätt. Methylenverb., wie Methylmethacrylat als Überzug, der so polymerisiert wird. (E. P. 570 837, ausg. 25/7. 1945.) PANKOW. 7117

Polaroid Corp., Dover, Del., übert. von: **Edwin H. Land**, Cambridge, Mass., V. St. A., Herstellung von lichtpolarisierenden Bildern durch Befeuchten eines Reliefs eines bestimmten Bildes mit einer Lsg. eines dichroit. Farbstoffes, z. B. mit einer Lsg. von Jod u. eines lösl. Jodids, u. durch Pressen des Reliefs in Berührung mit einer Schicht aus mol. orientiertem durchsichtigem plast. Material, z. B. von Polyvinylalkohol. Dabei wird der Farbstoff von dem Relief auf die Schicht übertragen.—Die dichroit. Farbstofflg. besteht z. B. aus 1000 ccm W., 83 (g) NH₄J, 10 Gelatine u. 1 Jod. — 2 Zeichnungen. (A. P. 2 315 373 vom 28/5. 1941, ausg. 30/3. 1943.) F. MÜLLER. 7117

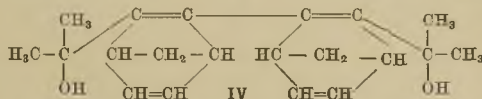
Drei Straßen Akt.-Ges., Schweiz, Stabilisieren und Schützen von plastischen Massen, wie Cellulosederivate, Polyamide oder Superpolyamide. Man regelt den Feuchtigkeitsgeh. dieser Massen, indem man sie in einer Atmosphäre von bestimmtem Feuchtigkeitsgeh. hält u. danach mit einem für W. u. Wasserdampf undurchdringlichen Überzug (Natur-, Kunst-, Chlorkautschuk, Polyisobutylen, -äthylen, -styrol, -vinylcarbazol, -vinylchlorid, -vinylacetat, -vinylacetal) versieht. Man hält z. B. Celluloseacetat in einem Raum mit 80—100° Feuchtigkeit bei 30° ca. 18 Stdn. pro mm Dicke des Acetats, es wird innerhalb 12 Stdn. nach Verlassen des Raumes mit der Schutzschicht überzogen. Polyamide werden in indifferentere Atmosphäre behandelt. (F. P. 907 818 vom 15/5. 1944, ausg. 22/3. 1946.) PANKOW. 7117

Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges., Deutschland, Lösungs-, Quell-, Gelatinierungs- und Plastifizierungsmittel für Nitrocellulosederivv., Chlorkautschuk, Polyvinylverb., Polyamide, Polyurethane, Phenol-Formaldehydharze usw. sind chlorierte Ester aus aliphat. oder araliphat. ein- oder mehrwertigen Alkoholen u. aliphat. ein- oder mehrwertigen Carbonsäuren, die mindestens 4, aber höchstens 10 C-Atome besitzen u. deren C-Kette durch Heteroatome unterbrochen sein kann. — Man verestert ein Gemisch von Fettsäuren mit 7—9 C-Atomen mit einem Gemisch von Fettalkoholen, die ebenfalls 7—9 C-Atome enthalten, chloriert nach der Veresterung bei 40—60° mit Cl₂ bis zur Aufnahme von 1,5 Atomen Cl u. verketnet 25 (Gewichtsteile) dieses chlorierten Esters bei 140—150° mit 75 eines Polyvinylchlorids bis zur Bldg. einer plast. u. homogenen Masse. Die mit dieser M. erhaltenen Folien zeichnen sich durch eine gute Elastizität u. eine gute Widerstandsfähigkeit gegen Kälte aus. — Aus einem Polyamid aus 60 Hexamethylendiaminadipat u. 40 Caprolactam erhält man durch Verschmelzen mit 30 des chlorierten Diesters aus Äthylen-glykol u. alkoxylierten Fettsäuren mit 7—9 C-Atomen im Alkylrest Fäden u. Folien, die sich durch große Elastizität u. Dehnbarkeit auszeichnen. — Löst man 30 Chlorkautschuk in 30 Xylol u. 25 Tetrahydronaphthalin u. mischt diese Lsg. mit 6 von chlorierten β-Äthyl-capronaten von Fettalkoholgemischen mit 7—9 C-Atomen, so erhält man einen Lack, der wenig brennbare Überzüge von großer mechan. u. chem. Widerstandsfähigkeit ergibt. — 2 weitere Beispiele. (F. P. 905 720 vom 7/7. 1944, ausg. 12/12. 1945. D. Prior. 5/8. 1943.) ROICK. 7125

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung neuer Verbindungen der Pyran- und Furanreihe. Dihalogenverb. der nebenst. allg. Formel, in der R den R-CH-Halogen Rest -CH₂-CH₂-CH₂ oder -CH₂-CH₂ bedeutet, werden mit Cu(CN)₂ | | O-CH-Halogen gebenfalls durch Behandlung mit Halogenwasserstoff absplattend Mittel zu 2-Cyandihydropyranen oder -furanen umgesetzt. Die Prodd. sind ausgezeichnete Lösungsmittel für hochmol., thermoplast. Verbindungen. — Z. B. erhitzt man ein Gemisch von 155 (Teilen) 2,3-Dichlortetrahydropyran (I), 150 Toluol u. 100 Cu(CN)₂ unter Rühren mehrere Stdn. auf 80—90°, filtriert u. fraktioniert das Filtrat. 2-Cyan-3-chlortetrahydropyran (II), Kp.₉ 98—100°. Bei der Umsetzung von 225 Piperidin mit 363 II, das mit der gleichen Menge Bzl. verd. ist, entsteht in kurzer Zeit unter stark exothermer Rk. u. HCl-Abspaltung 2-Cyandihydropyran (III), Kp.₇ 74—75°. — Ersetzt man I durch 2,3-Dibromtetrahydropyran (aus Dihydropyran u. Br₂ in Bzl. oder Toluol), so erhält man 3-Brom-2-cyantetrahydropyran, Kp.₉ 115—116°, u. dann III. — Aus 2,3-Dichlortetrahydrofuran 2-Cyan-3-chlortetrahydrofuran, Kp.₉ 76 bis 78°, dann 2-Cyan-dihydrofuran, Kp.₉ 54°. (F. P. 904 163 vom 9/5. 1944, ausg. 29/10. 1945. D. Priorr. 13/2. u. 8/4. 1943.) DONLE. 7125

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Herstellung von Additionsverbindungen von Diacetylenen. Diacetylen (I) oder seine Derivv. mit 2C:C-Bindungen werden mit Dienen, wie Isopren, Cyclopentadien (II), Cyclohexadien, Methylvinylketon, Acrolein u.

seinen α - u. β -Substitutionsprodd., Acrylsäurenitril u. -estern, umgesetzt. Außer den Diacetylen-KW-stoffen selbst eignen sich bes. die Alkohole der Diacetylenreihe, die man aus Aldehyden u. Ketonen mit I gewinnt, z. B. *Hexadiin-2.4-diol-(1.6)*, *2.7-Dimethyloctadiin-3.5-diol-(2.7)* (III), *2.7-Dimethyldekadiin-4.6-diol-(3.8)*; ferner die Aminoderivv., die durch Umsetzung von α -Oxyaminen mit I erhalten werden, z. B. *1-Dialkylaminopentadiene-(2.4)* u. *1.6-N.N-Bisdialkylaminohexadiene-(2.4)*. Jede der Dreifachbindungen kann während der Umsetzung ein- oder zweimal in Rk. treten, so daß 1—4 Mol Dien an 1 Mol Diacetylenverb. angelagert werden können. Meist reagieren beide Dreifachbindungen unter Entstehung von symm. Additionsverbindungen. — Die Rk. wird im allg. bei 50—200° u., wenn nötig, im geschlossenen Gefäß sowie in Ggw. von Lösungs- oder Verdünnungsmitteln oder in wss. Emulsion ausgeführt. Katalysatoren, z. B. Säuren, Salze oder Basen, u. (polymerisationsverhindernde Stoffe Phenole, Cu, Cu-Verbb.) können zugegen sein. — Die Prodd. werden, gegebenenfalls nach Hydrierung, z. B. als Lösungsm. oder Weichmacher für plast. Massen verwendet. — 50 g II u. 50 g III werden im Rührautoklaven 3 Stdn. auf 150—155° erhitzt, u. zwar unter einem N₂-Druck von 70 at. Aus dem viscosen Reaktionsprod. wird eine Fraktion vom Kp.₂₀ 178—185° dest., die hauptsächlich aus *2.2'-Diisopropylol-(3.6.3'.6'-bisendomethylen)-3.6.3'.6'-bisdihydrodiphenyl* (IV) besteht. (F. P. 898272 vom 24/9. 1943, ausg. 18/4. 1945. D. Prior. 24/7. 1942.)



von 24/9. 1943, ausg. 18/4. 1945. D. Prior. 24/7. 1942.)

DONLE. 7125

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Estern und Äthern von 2-Oxy-3-chlortetrahydrofuran*. Man läßt Alkohole, Phenole, Carbonsäuren oder Alkoholate, Phenolate oder carbonsaure Salze auf *2.3-Dichlortetrahydrofuran* (I), gegebenenfalls in Ggw. von W., einwirken. Es eignen sich ein- oder mehrwertige, gesätt. oder ungesätt., prim., sek. u. tert. Alkohole, wie *Methyl-, Äthyl-, Octadecylalkohol, Glykol, Butan- u. Butindiol-(1.4), 4-Chlorbutanol-(1), Ricinusöl, Cyclohexanol, Benzylalkohol; Phenol, Brenzcatechin, β -Naphthol; Furfurylalkohol, 2-Oxychlortetrahydrofuran; Essig-, Stearin-, Benzoe-, Cyclohexylstearin-, Adipin-, Citronen-, Muconsäure u. a.* Verwendet man Oxy-säuren, wie *Dimethyldioxyadipin-, Ricinol-, Salicylsäure*, kann man die Oxygruppe veräthern u. die Carboxylgruppe verestern. — Die Prodd. sind Lösungsm., Weichmacher, Gelatiniermittel für filmbildende, organ. Verb., wie *Celluloseacetat, -nitrat; Polyvinylchlorid, Polyacrylsäureester, Harze* aus mehrbas. Säuren u. mehrwertigen Alkoholen, *Formaldehyd-Harnstoff- oder -Phenolharze, Chlorkautschuk usw.* — Z. B. erhitzt man 600 (Teile) Methanol mit 2760 I 4 Stdn. auf 100° u. dest. das Reaktionsgemisch. *2-Methoxy-3-chlortetrahydrofuran*, Kp.₁₄ 50—51°. — Aus I u. A. *2-Äthoxy-3-chlortetrahydrofuran*, Kp.₁₇ 60—62°. In analoger Weise *2n-Butoxy-, 2-Dodecyloxy-, 2-Hexadecyloxy-, 2-Octadecyloxy-, 2-Oleyloxy-3-chlortetrahydrofuran*, Kp.₁₅ 86—88°, Kp._{1.2} 166—167°, Kp.₁ 175—200°, Kp.₁₈ 176—212°, Kp._{0.8} 185—212°. — Aus I u. Äthylenglykol *3-Chlortetrahydrofurfuryl-(2)-oxyäthanol*, Kp.₁₂ 127—130° u. *1.2-Di-[3'-Chlortetrahydrofurfuryl-(2')-oxy]-äthan (Äthylenglykoldi-3-chlor-2-tetrahydrofurfuryläther)*, Kp.₁ 140—145°. — Aus I u. Triäthylenglykol *1.2-Di-[3'-Chlortetrahydrofurfuryl-(2')-oxy]-äthoxyäthan (Triäthylenglykoldi-3-chlor-2-tetrahydrofurfuryläther)*, Kp._{0.9} 190°. — Aus I u. Butandiol-(1.4) *1.4-Di-[3'-Chlortetrahydrofurfuryl-(2')oxy]-butan (1.4-Butandioldi-3-chlor-2-tetrahydrofurfuryläther)*, Kp._{0.7} 150—152°. — Aus I u. Glycerin *1.2.3-Tri-[3'-Chlortetrahydrofurfuryl-(2')-oxy]-propan (Glyceryltri-3-chlor-2-tetrahydrofurfuryläther)*, Kp._{0.4} 205°. — Aus 4-Chlorbutanol-(1) u. I *2-(4'-Chlorbutoxy)-3-chlortetrahydrofuran*, Kp.₁₂ 132°. — Zu 191 (Teilen) I gibt man 18 W.; das entstehende *2-Oxy-3-chlortetrahydrofuran* (II), Kp.₂₁ 105—106°, reagiert sofort mit überschüssigem I zu *Di-3-chlor-2-tetrahydrofurfuryläther*. Außerdem erhält man II. — Aus I u. Eisessig *2-Oxy-3-chlortetrahydrofurfurylacetat*, Kp.₂₅ 110—115°. — Aus I u. Phenol in Ggw. von NaOH *2-Phenoxy-3-chlortetrahydrofuran*. (F. P. 898390 vom 30/9. 1943, ausg. 20/4. 1945. D. Prior. 1/3. 1941.)

DONLE. 7125

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von an beiden N-Atomen alkylierten Hydrazinen*. Hydrazin (I) wird, gegebenenfalls in Form seines Hydrats, bei erhöhten Temp. u. zweckmäßig in Ggw. von Alkoholen mit Alkylchloriden, die unverzweigte Alkylgruppen mit höchstens 8 C-Atomen enthalten, behandelt. Aus den neben Trialkylhydrazinen sich als Nebenprodd. bildenden monosubstituierten u. asymm., disubstituierten Prodd. können weitere Mengen an Trialkylhydrazinen hergestellt werden. Flüchtige Alkylchloride werden unter Druck umgesetzt; die Reaktionsgefäße sollen aus Stoffen bestehen, die unerwünschte Zersetzungsrrk. ausschließen, u. emailliert sein. Die Trialkylhydrazine können mit Alkylbromiden in Tetraalkylhydrazine übergeführt werden, die sich als *Weichmacher für Kunstharze* eignen. — Z. B. erhitzt man 175 (Teile) *Äthylchlorid*, 65 I u. 56 A. in einem emaillierten Druckgefäß 16 Stdn. auf 150°, gibt etwas W., dann wss. NaOH zu, extrahiert mit Ae., trocknet u. fraktioniert unter vermindertem

Druck. *Triäthylhydrazin*, Kp.₃₀ 43—44°. — Aus I u. Allylchlorid *Triallylhydrazin*, Kp.₁₁ 61 bis 63°. — Aus I u. n-Propylchlorid *Tripropylhydrazin*, Kp.₁₁ 53—68°. — Mit Butylchlorid *Tributylhydrazin*, Kp.₁₁ 102—104° (intermediär entstehen *Mono-* u. *Dibutylhydrazin*). — Mit n-Hexylchlorid *Tri-n-hexylhydrazin*, Kp.₁₄ 172—174°; mit n-Octylchlorid *Tri-n-octylhydrazin*, Kp.₄ 186—187°. (F. P. 898 405 vom 1/10. 1943, ausg. 23/4. 1945. D. Prior. 26/4. 1941.) DONLE. 7125

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Kondensationsprodukten aus neutralen Estern und HCHO absplittenden Äthern oder Acetalen* durch Erhitzen auf 160—380°, bes. 210—280°, vorzugsweise in Ggw. geringer Säuremengen. Als Ester können niedere Ester, z. B. Oxalsäureglykolester, oder Fette, trocknende Öle u. a. dienen. — Man erhitzt 10 g eines Harzes aus Xylol u. HCHO mit 11,5% O, das unlösl. in Bzn. ist, mit 5 g Leinölnfirnis 5 Min. auf 340° u. erhält ein klares viscoses Öl. Man verändert durch diese Kondensation den Erweichungspunkt, die Viscosität der Ausgangsstoffe. Die Kondensationsprodd. können als Weichmacher oder Plastiziermittel für zahlreiche Kunstmassen dienen. (F. P. 897 281 vom 17/8. 1943, ausg. 16/3. 1945. D. Prior. 30/6. 1942.) PANKOW. 7125

Gignoux & Cie. (Erfinder: *Anatole Vesterman*), Frankreich, *Schmieröle als Weichmachungsmittel*. Rohes Anthracenöl wird bei hohen Temp. chloriert. Z. B. leitet man in rohes Anthracenöl, dessen Viscosität 1,8° ENGLER bei 50° beträgt, bei 110—125° Cl₂ ein, bis das Gewicht um 13% zugenommen hat. Die Viscosität beträgt dann nach dem Reinigen 2° ENGLER bei 50°. Setzt man das Einleiten von Cl₂ bis zu einer Gewichtszunahme von 25% fort, so steigt die Viscosität auf 60° ENGLER bei 50° u. 4,5° ENGLER bei 100°. Verwendung als Weichmachungsmittel für Harze. Z. B. erhält man aus 60 (Teilen) Vinylchlorid, 15 Trikresylphosphat u. 25 chloriertem Anthracenöl auf dem Kalandar einen harten, unzerbrechlichen Film. (F. P. 904 056 vom 13/12. 1943, ausg. 25/10. 1945.) NOUVEL. 7125

Carlo Pasquetti, Italien, *Zerkleinern von plastischen Massen (Harzen, Vinylharzen, Celluloseacetat)*. Die mit Zusatzstoffen versehenen pulverförmigen Harzmassen werden in ein Gefäß gesprüht u. zugleich wird eine plastizierende Fl. in das Gefäß gesprüht, so daß sich die beiden Sprühstrahlen in einem Punkte treffen. Die MM. fallen dann durch den Gefäßboden in eine Schneckenvorr., in der sie komprimiert u. durch ein Sieb gepreßt u. zerschnitten werden. (F. P. 899 336 vom 30/10. 1943, ausg. 28/5. 1945. It. Prior. 12/7. 1940.) PANKOW. 7177

Thüringische Zellwolle Akt.-Ges. und Zellwolle- & Kunstseide-Ring G. m. b. H., Deutschland, *Herstellung von amidhaltigen Kondensationsprodukten* durch Rk. von Aminosäuren oder gegebenenfalls Diaminen oder Polyaminen u. gegebenenfalls Di- oder Polycarbonsäuren u./oder Harnstoffen oder Thioharnstoffen, wobei man bis zu 30% der Ausgangsstoffe Aminosäuren anwendet, deren Endgruppen durch weniger als 5 Kettenglieder getrennt sind. — Man erhitzt 116 (Gewichtsteile) *Hexamethylendiamin* u. 15,3 *Glykokoll* in N₂ auf 200°. Wenn das Glykokoll geschmolzen ist, gibt man 75 *Thioharnstoff* zu u. erhitzt, bis die M. die gewünschte Konsistenz erreicht hat. Die Kondensationsprodd. dienen zur Herst. von *Filmen* u. *Fäden*; die Teilkondensate (zum Teil noch wasserlös.) dienen als *Textilhilfsmittel*, z. B. zum Animalisieren von Fäden oder als *Weichmacher* für andere Harze. Man kann sie auch formen u. durch Weiterkondensation unlösl. u. unschmelzbar machen. (F. P. 894 173 vom 22/4. 1943, ausg. 15/12. 1944. D. Prior. 30/4. 1942.) PANKOW. 7185

Bell Telephone Laboratories Inc., New York, N. Y., übert. von: **Carl J. Frosch**, Summit, N. J., V. St. A., *Herstellung hochmolekularer linearer Polyesteramide*. Man kondensiert Aminoalkohole der Formel H₂N·(CH₂)_x·OH mit 2bas. Säuren der Formel (CH₂)_y·(COOH)₂, worin x wenigstens 2 u. y wenigstens 3 bedeutet, bei 100—300° unter Durchleiten eines indifferenten Gases, wie N₂ oder H₂. — Man erhitzt Azelainsäure (I) u. 1.10-Decanolamin (Herst. s. A. P. 2 330 107) im Molverhältnis 1 : 1 ca. 10 Stdn. auf ca. 225° unter Durchleiten von O₂-freiem H₂. Die viscos. farblose Fl. kryst. zu einem harten biegsamen mikrokristallinen Material (F. 77°). Fäden aus dem Polymeren können kalt gezogen werden u. geben orientierte biegsame Fasern. Nimmt man statt I Adipinsäure, so entsteht ein Polymeres mit F. nahe 102°, mit Korksäure eines mit F. nahe 95°, aus Monoäthanolamin u. Korksäure eines mit F. 90° u. mit Sebacinsäure eines mit F. 85°. (A. P. 2 386 454 vom 22/11. 1940, ausg. 9/10. 1945.) PANKOW. 7185

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Polyoxamiden* durch Kondensation von prim. Diaminen mit Oxalsäureestern oder 2wertigen Oxaminestern in Ggw. von alkohol. OH-Verb. mit Kp. wenigstens 40° höher als der des Oxaloms des Esters, z. B. Octyl-, Tetrahydrofurfuryl-, Benzyl-, Toluylalkohol, Tetrahydronaphthylmethylalkohol, β-Phenoxyäthanol, Butandiol-1.3, Pentandiol-1.5, Hexandiol-1.6, Trioxy-1.2.4-butan, Hexantriol, Diäthylenglykol, Thiodiglykol, Di-1.4-butylenglykol, N-Methyl-5-iminobis-pentanol-1, 1.4-Xylylenglykol, Glycerinmonoformal, Trimethylolpropanmono-

formal, Hexantriolmonoformal, -monoacetal, Tetrahydropyran-2-(2-oxyäthyl)- oder -(4-oxybutyl)-äther; Butandiol-(1.4) kann man nur bei tiefer Temp. oder kurzer Reaktionsdauer verwenden, da es zur Umwandlung in Tetrahydrofuran neigt. Als Oxalsäureester sind monomeres oder polymeres Äthylloxalat, Polytrimethylenoxalat u. Polyhexamethylenoxalat genannt, die in Mischung mit Oxalsäureester niederer aliph. Alkohole angewandt werden können. Als Diamine sind genannt: Diamino-1.4-butan, -1.6-hexan, -1.6-methyl-3-hexan, -1.12-octadecan, -1.6-butyl-3-tert.-hexan, -3.3'-dipropyläther, Tetramethylen-bis-3-aminopropyläther, Trioxypropan-1.3-di-(3-aminopropyl)-äther, Diamino-3.3'-dipropylsulfid, Diamino-6.6'-dihexylsulfid, Diamino-5.5'-diamylformal, Diamino-4.4'-dicyclohexylmethan, N,N'-Dimethyl-N,N'-di- ω -aminohexylharnstoff, Adipinsäure-N,N'-di-6-aminohexyldiamid, Sebacinsäure-N,N'-di-5-aminopentyldiamid u. höher kondensierte Polyamide mit prim. Aminogruppen am Ende. Am Ende der Rk. setzt man zur Stabilisierung einwertige amidbildende Stoffe zu, wie Cyclohexylamin, Dodecyl-, Octadecylamin, 4-Aminodiphenyl, Benzhydrazid. Die Alkohole, bes. Glykole, ergeben bei der Kondensation Prodd. mit verbesserter Verarbeitbarkeit. — Äquivalente Mengen von *Dimethylloxalat* u. *Tetramethylen-bis- γ -aminopropyläther* (Reinheitsgrad 99,7%) werden in wasserfreiem, 10% (der polyamidbildenden Stoffe) Hexamethylenglykol enthaltendem Bzl. nach Beendigung der Selbsterwärmung 4 Stdn. unter N₂ allmählich auf 180° erwärmt, man hält 1 Stde. unter 10 mm bei 180° u. verspinnt die Schmelze. Die Fäden können gereckt werden. Sie haben F. 167°. Trockenfestigkeit 437 g/100 den., feucht nur Verminderung um 3%. (F. P. 894 172 vom 22/4. 1943, ausg. 15/12. 1944. D. Prior. 28/4. 1942.)

PANKOW. 7185

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Löslichmachen von linearen Polyamiden, Polyurethanen oder Polyharnstoffen. Man erhitzt sie in Ggw. lösender oder quellender Amide (I) mit HCHO oder solchen abgebenden Stoffen; die erhaltenen mehr oder weniger lösl. u. durch Einführung der Methylgruppen kautschukartig werdenden Stoffe werden durch weiteres Erhitzen (80—150°) gehärtet. — Man hält 1 (Teil) Polyamid (aus 60 Hexamethyldiaminadipat u. 40 ϵ -Caprolactam) mit 2 N-Methylpyrrolidon u. 2 HCHO (40%ig) 5 Stdn. bei 90°. Der Sirup wird in W. durchgearbeitet u. 48 Stdn. als flache Platte gewässert. Er erhärtet zu einer porösen M., die bei 50—60° getrocknet wird. Die M. löst sich bei 40° in Methanol; aus der Lsg. können weiche elast. Filme gegossen werden, die in 2 Stdn. bei 140° wieder unlöslich werden. — Als I sind genannt: Dimethyl-, Diäthylformamid, N,N'-Dimethylacetamid, Formylisopropylamid, Formylpyrrolidin, Formylmorpholin, Trimethylharnstoff, Methyl-N-methylcarbamate, N-Methyl- α -pyrrolidon, N-Ox-äthyl- α -pyrrolidon, ϵ -Caprolactam; die Rk. kann in Ggw. von Lösungsmitteln, wie W., Methanol, Isopropanol, Cyclohexanol, Oxy-3-tetrahydrofurfuran, Tetrahydrofurfuralkohol, Äthylchlorhydrin, Chloralhydrat, Pyridin, Anisol erfolgen. (F. P. 896 059 vom 30/6. 1943, ausg. 12/2. 1945. D. Prior. 10/7. 1942.)

PANKOW. 7185

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, Verbesserung der Löslichkeit gemischter linearer Polyamide durch Behandlung mit HCHO in wss. Lsg. bei p_H 4—7. — 100 g eines Polymeren aus 60 (Teilen) Hexamethyldiaminadipat u. 40 ϵ -Caprolactam werden in einer wss. ca. 35%ig. HCHO-Lsg. 5 Stdn. bei 90—100° u. p_H 4,3 behandelt. Man erhält eine viscöse Paste, die 24 Stdn. in W. zerteilt u. 24 Stdn. bei 60—80° getrocknet wird. Das Prod. löst sich beim Erhitzen u. intensiven Bewegen langsam in CH₃OH; aus der Lsg. erhält man klare, weiche u. kautschukartig elast. Filme. (F. P. 52 593 vom 3/11. 1942, ausg. 30/4. 1945. D. Prior. 30/12. 1941. Zusatz zu F. P. 885 940; C. 1944. II. 714.)

PANKOW. 7185

Dynamit Akt.-Ges. vorm. Alfred Nobel & Co., Deutschland, Einmischen von Zusatzstoffen in Polykondensate, wie Polyamide. Man gibt die zu mischenden Stoffe (Plastiziermittel, Schmiermittel) nebst Polyamiden (I) in eine Zentrifuge, deren rotierende Wände über den Erweichungspunkt des I erhitzt werden. Hierbei mischen sich die Bestandteile in 1—2 Stdn. homogen. Die erhaltene Lsg. kann zu Platten, Blöcken u. Profilen oder Schläuchen gegossen werden oder in der Zentrifuge oder besser auf der Walze mit HCHO nachbehandelt werden. — Man gibt in eine Zentrifuge oder rotierende Fe-Trommel, die gegebenenfalls gekippt werden kann, 66 (Teile) grobes I aus adipinsäurem Hexamethyldiamin u. ϵ -Aminocaprolactam u. 34 einer Mischung aus Benzolsulfonsäuremethyl- u. -butylamid. Die Vorr. enthält eine kleine Öffnung, durch die sich entwickelnde Gase entweichen können. Man läßt rotieren u. erhitzt die Wände auf 250—300°. I mischt sich homogen mit dem Sulfonamid. Man kann dieses Mischen kontinuierlich gestalten. — In gleicher Weise behandelt man 85 eines *Polyurethans* aus Butylenglykol, Hexandiol u. Hexandiisocyanat mit 15 Benzolsulfonsäuremethylamid. (F. P. 891 492 vom 24/2. 1943, ausg. 8/3. 1944. D. Prior. 27/2. 1942.)

PANKOW. 7185

* **E. I. du Pont de Nemours & Co., Plastizieren von linearen synthetischen Polyamiden** mit Polyphenolen mit wenigstens 2 Oxyphenylkernen, die durch einen Rest mit einer

Kette von wenigstens 6 C getrennt sind; die Kette kann auch nahe dem Kern-C andere Atome wie O enthalten. (E. P. 570 649, ausg. 17/7. 1945.) PANKOW. 7185

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Verhinderung des Brüchigwerdens von linearen, in der Kette Amidgruppen enthaltenden Polymeren*. Um die Haltbarkeit von der Einw. von Wärme oder Licht ausgesetzt, in der Kette Amidgruppen enthaltenden linearen Polymeren, wie Polyamide, Polyurethane oder Polyharnstoffe, zu verbessern, setzt man diesen polymeren Prodd. vor, während oder nach ihrer Herst. oder ihrer Verarbeitung kleine Mengen, 0,01—5%, vorteilhaft 0,01—1%, arom. N-arylsubstituierte Di- oder Polyamine zu. Diese Zusatzverb. können sein: N,N'-Diphenyl-1.4- oder -1.3-phenylendiamin, N,N'-Diphenyl-2.7-naphthylendiamin, N,N'-Di- β -naphthyl-1.4-phenylendiamin, N,N'-Diphenyl-9.10-diaminoanthracen, N,N'-Diphenylbenzidin, N-Phenyl-N'-benzylphenylendiamin, N,N'-Di-p-tolylphenylendiamin, N,N'-Di-4-chlorphenylphenylendiamin, N- β -Naphthyl-N'-phenylphenylendiamin, 1.3.5-Triaminobenzol, 1.3.5-Tri-p-touil dinobenzol usw. — Man schm. 100 (Teile) ϵ -Caprolactam, 4 Hexamethylendiaminoadipat u. 0,2 N,N'-Diphenyl-1.4-diaminobenzol bei ca. 150° zusammen, mischt innig mit einem luftfreien CO₂-Strom, bis eine homogene Lsg. erhalten wird, setzt das Erhitzen 24 Stdn. unter Luftabschluß fort u. vergießt das polymerisierte Prod. zu einem dünnen 100—120 μ dicken Film. Dieser stabilisierte Film wird bei 150° in einem elektr. Ofen frei hängend sogar nach 140 Stdn. noch nicht brüchig, während dies bei einem nicht-stabilisierten Film bereits nach ca. 10 Stdn. eintritt. Bei 170° wird der unbehandelte Film schon nach 3—4 Stdn. brüchig, der stabilisierte erst nach 40 Stunden. — 60 eines Polyurethans aus 1 Mol 1.4-Butandiol, 1 Mol 1.6-Methylhexandiol u. 2 Mol Hexandiisocyanat löst man bei ca. 90° unter Rühren in einem Gemisch von 216 cm³ Dioxan u. 24 cm³ W. unter Zusatz von 0,06 1.4-Di-(2'-naphthylamino)-benzol. Ein durch Vergießen dieser Lsg. erhaltener Film von 120 μ Dicke zeigt erst nach 250—300 Stdn. bei 150° Zersetzungserscheinungen, während dies bei einem nichtstabilisierten Vergleichsfilmen bereits nach 50 Stdn. u. dazu in viel stärkerem Maße eintritt. — Weitere Beispiele. (F. P. 906 892 vom 4/9. 1944, ausg. 22/2. 1946. D. Prior. 4/12. 1942.) ROIGK. 7185

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Verhinderung des Brüchigwerdens von linearen, Amidgruppen in der Kette enthaltenden Polymeren*. Polyamide, Polyharnstoffe u. a. sehr polymere lineare Substanzen, die Amidgruppen enthalten, kann man gegen die Einw. von Wärme, Lichtstrahlen u. Witterungseinflüssen dadurch stabilisieren, daß man den linearen Polymeren vor, während oder nach ihrer Herst. oder Verarbeitung weniger als 1% fein verteiltes Cu oder anorgan. oder organ. Verb. von Cu zusetzt. Als sehr fein verteiltes Cu kann man gegebenenfalls koll. Cu, als Cu-Verb. Cu-Oxyd, -Fluorür, -Bromür, -Bromid, -Sulfat, -Phosphat, -Sulfit, Ammonium-Cu-chlorid, Cu-Ferrocyanid, -Sulfo-cyanid, -Carbonat, -Formiat, -Acetat oder -Naphthenat zusetzen. — Man verrührt nach dem Schmelzen 100 (Teile) ϵ -Caprolactam (I) u. 4 Hexamethylendiaminadipat (II) mit 0,05 Kupferfeilicht bei ca. 15° in luftfreier CO₂-Atmosphäre, polymerisiert das Gemisch 20 Stdn. bei 240° unter Luftabschluß u. vergießt bei 260° zu einem Film von 100 μ Dicke. Dieser Film wird in einem elektr. geheizten Ofen frei hängend bei 150° erst in 140 u. bei 170° in 40 Stdn. brüchig, während ein ohne Cu hergestellter Vergleichsfilmen bei der gleichen Behandlung bereits nach 10 bzw. 2—3 Stdn. seine mechan. Widerstandsfähigkeit einbüßt. An Stelle von Cu-Feilicht kann man sehr fein verteiltes elektr. red. Cu oder koll. Cu („HEYL“) verwenden. — Einen Film von gleichfalls großer Widerstandsfähigkeit erhält man dadurch, daß man 100 eines Polyamids aus 60 I u. 40 II in einem Gemisch von 285 Raumteilen A. u. 71 W. unter Erhitzen auf 70—80° löst, in die klargerührte warme Lsg. 20 Raumteile einer elektro-koll. Cu-Lsg. („HEYDEN“) einrührt u. die Lsg. dann bei 65° zu einem 100 μ dicken Film mit einem Cu-Geh. von 0,024% vergießt. — In weiteren Beispielen werden die besseren Eigg. der mit verschied. Cu-Salzen versetzten Polyamide gegenüber unbehandelten Polyamiden beschrieben. Die besten Ergebnisse werden dabei durch Zugabe von 0,1—0,2% Cu-Bromür, -Bromid, -Acetat, -Sulfat (bas.), -Formiat u. -Naphthenat erzielt. — Man löst in einem Gemisch von 120 (g) Chlf. u. 40 Methanol bei 60—70° 40 eines Polyurethangemisches [erhältlich aus gleichen Teilen Butandiol-(1.4) u. 3-Methylhexandiol-(1.6) u. der äquivalenten Menge Hexan-1.6-diisocyanat u. Toluylendiisocyanat im Verhältnis 80 : 20], verrührt in der klaren Lsg. 0,1 Cu-Bromid u. vergießt die Substanz nach vollständiger Lsg. zu Filmen von 100 μ Dicke. Nach dem Verdampfen des Lösungsm. u. Trocknen bei 60° (72 Stdn.) zeigt der frei hängende Film nach 48 Stdn. bei 100—105°, nach 100 Stdn. bei derselben Temp. u. sogar nach 240 Stdn. bei 110—118° keine Veränderung der Widerstandsfähigkeit. (F. P. 906 893 vom 4/9. 1944, ausg. 22/2. 1946. D. Prior. 9/1. 1943.) ROIGK. 7185

Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc, Frankreich (Erfinder: René Louis Fernand Crazal und Anasthasie Rochtechine), *Plastische Masse*, bestehend aus einer Mischung aus Polyvinylacetal u. Superpolyamid. — Man mischt eine Lsg. von 6 (Gew.)

Teilen) Polyvinylbutyral (I) in 94 Kresol (II) mit einer 20%ig. Lsg. von Polyhexamethylenadipamid in II, so daß 100 I auf 25 Polyamid kommen, gießt aus, verdunstet II bei 80° u. erhält einen biegsameren, gegen Erhitzen weniger empfindlichen Film als I-Filme. — Man mischt bei 80° 80 eines Polyamids aus 60 Hexamethylenammoniumadipat u. 40 ε-Aminocapronitril in 240 80 vol.%ig. A., gibt 20 Polyvinylacetat zu u. 0,78 Sudan-schwarz, 0,32 ZnO u. 0,66 Al-Stearat, trocknet bei 50° u. formt bei 175° durch Spritzguß. Die M. hat ein größeres Schmelzintervall als das Polyamid allein. (F. P. 913 948 vom 26/1. 1943, ausg. 24/9. 1946.)

PANKOW. 7185

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Geraderichten von Bändern aus Polyamiden oder Polyurethanen*, die an den Seiten gebogen sind. Man behandelt sie in gespanntem Zustand mit W. u. Wärme oder mit Wasserdampf. (F. P. 905 652 vom 5/7. 1944, ausg. 11/12. 1945. D. Prior. 1/4. 1943.)

PANKOW. 7185

Imperial Chemical Industries Ltd., William Baird und John Scott Aitchison Forsyth, *Stabilisierungsmittel für Polyäthylen*. Man gibt zu hochpolymerem Polyäthylen 0,005—0,2 Gewichts-% eines oder mehrerer Phenole mit einem Mindest-Mol.-Gew. von 250 oder nichtprimäre aromatische Amine. Genannt sind *N.N'-Di-β-naphthyl-p-phenylendiamin*, *Phenyl-β-naphthylamin*, das Kondensationsprod. 1.3.4-Xylenol-Butyraldehyd (I), *polymeres 2.2.4-Trimethyl-1.2-dihydro-chinolin*, *4.4'-Dioxy-3.3'-ditolyl-sulfid*, *Di-o-kresylolpropan* u. dessen Reaktionsprod. mit HCHO u. Dimethylamin. Die Viscosität u. der Verlustfaktor des Polymeren werden durch Erhitzen bis zu 200—300° nicht erhöht. — Eine Mischung aus 88 (Gewichtsteilen) *Polythen* (Viscosität bei 195° 3000 P), 12 *Polyisobutylen* (Mol.-Gew. 60000) u. 0,2 I wird zu 0,3 mm starken Folien gespritzt, die ihren Verlustfaktor durch 2 $\frac{1}{4}$ stünd. Erhitzen auf 150° nicht ändern. (F. P. 914 829 vom 18/5. 1945, ausg. 18/10. 1946. E. Priorr. 2/4. 1943 u. 31/3. 1944.) PANKOW. 7187

Soc. Electro Câble und André Lemerleier, Frankreich, *Herstellung elastischer Massen*. Man mischt Kunstharze, wie *Polyvinylchlorid*, *Polyvinylformal*, die für gewöhnlich pulverförmig sind, bei nicht über 150° (105° — ? Referent) mit Plastiziermitteln u. bestrahlt die Mischung mit Infrarot. — Man mischt bei 80° 57 (%) Polyvinylchloridpulver, 30 Tri-kresylphosphat, 7 Butylphthalat, 6 Ti-Oxyd 20 Min., 20 Min. auf der Walze bei 105° u. zieht dem Kalandrier bei 105° zu 0,2 mm starken Fellen, die 5 Min. infrarotem Licht ausgesetzt werden, wobei die Temp. 190° beträgt. Die Bestrahlung ersetzt ein anderweitiges Erhitzen des Harzes. (F. P. 907 991 vom 25/5. 1944, ausg. 27/3. 1946.) PANKOW. 7187

XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

Lawrence A. Wood und Norman Bekkedahl, *Krystallisation von unvulkanisiertem Kautschuk bei verschiedenen Temperaturen*. Untersucht wurde das Krystallisieren u. Schmelzen von unvulkanisiertem Kautschuk im ungedehnten Zustand bei verschied. Temperaturen. Als quantitatives Maß für die Krystallisation wurde die Volumenänderung benutzt, wobei die Volumenmessungen in Hg-gefüllten Dilatomern, welche den Kautschuk enthielten, durchgeführt wurden. Die Krystallisation findet im Temperaturbereich zwischen —50 u. +15° statt. Am schnellsten bei ca. —25°. Die Volumenabnahme bei der Krystallisation liegt gewöhnlich zwischen 2,0 u. 2,7%. Das Schmelzen des kryst. Kautschuks erstreckt sich über einen gewissen Temperaturbereich u. ist stark abhängig von der Temp., bei der die Krystallisation stattgefunden hatte. Die Temp. des Schmelzbegins liegt 4—7° oberhalb der Krystallisationstemperatur. Der Schmelzbereich selbst beträgt ca. 35° bei den tiefsten Temp. u. ca. 10° bei der höchsten Temperatur. (J. appl. Physics 17. 362—75. Mai 1946. Washington, D. C., Nat. Bur. of Stand.)

GOTTFRIED. 7220

Lawrence A. Wood, Norman Bekkedahl und Ralph E. Gibson, *Der Einfluß des Druckes auf das Schmelzen von kristallinem Kautschuk*. Der F. von starrem Kautschuk steigt bei Anwendung von Druck von 36 bis auf 70° bei 1170·10⁶ dyn/cm² nahezu linear an. Die Schmelztemp. bei Atmosphärendruck wird durch Messung der Volumänderung im *Dilatometer* bestimmt. App. nach GIBSON (C. 1938. I. 2842). Angabe der Abhängigkeit des spezif. Vol. von der Temperatur. Schmelzwärme 16,2 Joules/g. Die erhaltenen Werte sind nur verbindlich für Kautschuk vom gleichen F. bei 760 mm, da dieser abhängig ist von der Temp., bei der die Krystalle sich bilden. So zeigt eine bei dem obigen Druck u. 30° während 16 Stdn. kryst. Probe einen viel niedrigeren F. bei Atmosphärendruck. Kautschuk kryst. bei 760 mm am schnellsten bei —25°. (J. chem. Physics 13. 475—77. Nov. 1945. J. Res. nat. Bur. Stand. 35. 375—80. Nov. 1945. Washington, Nat. Bur. of Stand. and Geophysical Labor. of the Carnegie Inst.)

WIECHERT. 7220

John W. Liska, *Die Wirkung tiefer Temperaturen auf den Youngmodul von Elastomeren*. Bei Messungen bei tiefen Temp. (bis —60°) ist zu beachten, daß die Veränderung der Probe durch Krystallisation längere Zeit dauert, eine sek. Umwandlung ohne Volumen-

änderung aber sofort erfolgt. Der YOUNG-Modul wird nach der Biegungsmeth. von KOCH mit einer angegebenen Vorr., die Sprödigkeit nach SELKER, WINSPEAR u. KEMP mit einer angegebenen Vorr. gemessen. Untersucht werden Reinkautschuk u. Reifenmischungen von *Kautschuk*, *Polybutadien*, *Butadienstyrolmischpolymerisaten*, *Butapren N*, *NE*, *Neopren GN*, *FR* u. *Butylkautschuk*. Die Werte sind von Verstärkern, Antioxydantien u. indifferenten Füllstoffen wenig beeinflusst, reagieren aber auf die gebundene S-Menge, größere Öl- u. Plastiziermittelmengen. Die Abhängigkeit des Moduls von der Temp. u. vom Vulkanisationsgrad wird kurvenmäßig dargestellt, die Sprödigkeitstemp. u. der Einfl. der Vulkanisation auf die Sprödigkeit festgestellt werden u. der Einfl. der Gefrierdauer auf den Modul bei Neoprenmischungen kurvenmäßig dargestellt. (Rev. gén. Caoutchouc 23. 137—43. Juni 1946.) PANKOW. 7220

Adrien Haehl, *Die Mischungsfaktoren und ihre Wirkungen*. III. Mitt. Der Einfl. der Reibung, der Temp. u. der Plastizität auf den gesamten Kraftbedarf bei der Herst. der Mischungen (Walzen, Einmischen, Homogenisieren) wird kurz erläutert. Ein bei 20° gewalzter u. bei 100° gemischter Kautschuk braucht unter Innehaltung genauer Plastizitätsbedingungen die kürzeste Gesamtzeit. (Rev. gén. Caoutchouc 23. 147. Juni 1946.) PANKOW. 7228

—, *Kautschuk als Straßenbaumaterial der Zukunft*. Holland. Verss., bei denen Bitumenemulsion mit Latex oder heißes Bitumen mit 4% Kautschukpulver „Pulvatex“ oder „Mealorub“ gemischt auf Straßendecken verarbeitet wurden, haben die Unverwüstlichkeit der Bitumen-Kautschukpulvermischung ergeben. (Rev. gén. Caoutchouc 23. 308—09. Nov. 1946.) PANKOW. 7228

* **British Rubber Producers' Research Association** und **Ernest H. Farmer**, *Ölfester Kautschuk*. Man stellt zunächst Hydroxyl-, Acetyl-, Benzoyl- oder Oxydoderivv. des Kautschuks her, überführt sie in oxydierten Kautschuk, vernetzt sie oder erhitzt sie oder mischt sie mit Füllstoffen u. vulkanisiert sie. (E. P. 572 575, ausg. 15/10. 1945.) PANKOW. 7227

* **United States Rubber Co.**, übert. von: **Donald R. Kimble**, *Weichmachen und Quellen von porösem vulkanisiertem Kautschuk* wie Schwammkautschuk. Man taucht ihn in eine Emulsion aus W., Paraffinöl, Fettsäure u. NH₃, bis die gewünschte Wrkg. erreicht ist, wäscht in alkal. Lsg. u. trocknet. (Can. P. 430 960, ausg. 30/10. 1945.) PANKOW. 7229

* **Dunlop Rubber Co. Ltd.**, **Douglas F. Twiss**, **Albert J. Hughes** und **Phillip H. Amphlett**, *Plastizieren von Kautschuk* durch Zusatz von *Naphthensäure*, ihrem Metall- oder NH₄-Salz. (E. P. 572 634, ausg. 17/10. 1945.) PANKOW. 7229

British Rubber Producers' Research Association, übert. von: **Frederick James William Popham**, England, *Herstellung eines harzartigen Kautschukderivates*. Man dispergiert Kautschuk mit etwas als Oxydationskatalysator wirkender Metallseife in Phenol oder Kresol u. leitet O₂, Luft oder ozon. Luft in die Dispersion, bis man eine in Aceton lösl. Fl. erhält. Die erhaltene Fl. kann man mit einem Kondensationsmittel wie HCHO reagieren lassen. — Man mischt 260 g Kautschukabfall (Vollreifen mit 60% Kautschuk) mit 1 kg Phenol u. 3,5 g Co-Naphthenat, erhitzt die M. auf 140—150° u. leitet einen O₂-Strom 5½ Stdn. ein, bis die M. fl. u. in überschüssigem Aceton lösl. geworden ist. Man gibt 800 cm³ 40%ig. HCHO u. 10 g Oxalsäure zu der Lsg. u. erhitzt unter Rühren auf 100°. Die Füllstoffe fallen aus u. werden, falls erwünscht, abgetrennt; nach 45 Min. fallen 1196 g klares Harz. Es kann als Leim, zum Imprägnieren von Papier u. Gewebe, zur Herst. von Platten dienen. (F. P. 913 459 vom 20/8. 1945, ausg. 11/9. 1946. E. Prior. 14/8. 1942.) PANKOW. 7229

British Rubber Producers' Research Association und **Frederick James William Popham**, England, *Herstellung eines Kautschukderivates*. Zerkleinerte Kautschukabfälle (z. B. von Reifen) werden mit einem Katalysator, wie Co-Naphthenat, vermischt u. unter Zusatz von Holzbrei mit hohem Geh. an α-Cellulose an der Luft, z. B. kurze Zeit bei 80° gewalzt oder im Banbury geknetet u. in ein Harz, entsprechend dem des E. P. 462 627, umgewandelt. (F. P. 913 460 vom 20/8. 1945, ausg. 11/9. 1946. E. Prior. 14/8. 1942.) PANKOW. 7229

* **British Rubber Producers' Research Association** und **Frederick Hilton**, *Herstellung von Kautschukumwandlungsprodukten* durch Einw. von überschüssigem SO₂ in Ggw. eines Lösu. gsm. u. einer geringen Menge eines Katalysators, der mit Kautschuk keine unerwünschten sek. Rkk. ergibt, wie LiNO₃. Die Reaktionsprodd. sind kautschukartig elast. bis spröde harzartig. (E. P. 572 574, ausg. 15/10. 1945.) PANKOW. 7229

General Electric Co., übert. von: **Alvin V. Roberts**, West Haven, Conn., V. St. A., *Vulkanisieren von Mischpolymerisaten aus Mono- und Diolefinen*, wie *Butylkautschuk*, mittels eines Peroxyds, p-Chinondioxims (I), S u. eines Thirams (II), wie Tetramethylthiuramdisulfid, oder eines Dithiocarbamats (III), wie Se-Diäthylthiocarbamat (IV)

Schnelle Vulkanisation, gute Alterung u. O₂-Festigkeit u. höhere Zugfestigkeit als bei Verwendung einer Mischung aus Peroxyd u. I allein. II u. III verzögern bei tieferen Temp. die Vulkanisation u. beschleunigen sie bei höheren, so daß bei 220° F (104°C) noch keine Vulkanisation erfolgt, bei 300° F (149°C) sich aber gute Vulkanisation ergibt. Eine Mischung aus 100 (Gewichtsteilen) Butylkautschuk, 3 Stearinsäure, 5 ZnO, 1,25 I, 1,75 PbO₂, 3,75 IV, 8,75 MgO u. 1,5 S vulkanisiert bei 300° F in 12,5 Min. mit einer Zugfestigkeit von 1450 lbs/sq. in., wird aber in 15 Min. bei 220° F nicht vorvulkanisiert. Man erhält auch mit I ohne das Peroxyd oder mit Peroxyd allein ohne I schnelle Vulkanisation, doch sind Modul- u. Alterungseigg. dieser Vulkanisate nicht optimal. Statt PbO₂ kann man organ. Peroxyde, wie Benzoyl- oder Dichlor-3,4-benzoylperoxyd, anwenden. (A. P. 2 391 742 vom 1/4. 1943, ausg. 25/12. 1945.) PANKOW. 7237

* B. B. Chemical Co. Ltd., übert. von: B. B. Chemical Co., *Verkleben von Filmen aus polymerem Chloropren*. Man verwendet zur Herst. der Filme polymere Chloroprenmischung mit 1—10% *Polyvinylacetat*. (E. P. 570 461, ausg. 9/7. 1945.) PANKOW. 7237

Dr. Alexander Wacker Gesellschaft für elektrochemische Industrie G. m. b. H., Deutschland (Erfinder: Herbert Berg, Martin Doriat und Wolfgang Gruber), *Herstellung von Reifen durch Verwendung von Polyvinylchlorid (I)*, bes. hochpolymerem I. Decke u. Schlauch können aus einem Stück oder wie üblich getrennt hergestellt werden, der Schlauch kann auch durch eine Einlage aus porösem I ersetzt werden. — Man spritzt hochpolymeres I nebst Weichmacher aus der Strangpresse mit dem Autoreifenprofil u. füllt den erhaltenen Hohlkörper mit einer porösen M., die man aus plattiertem I-Pulver bei 170° u. leichtem Druck erhält, schneidet auf die gewünschte Länge u. verbindet die Enden durch Erhitzen auf 300° u. Zusammenpressen. (F. P. 883 816 vom 24/12. 1941, ausg. 20/7. 1943. D. Priorr. 24/10. 1939, 10/7. u. 28/12. 1940.) PANKOW. 7237

Jas. Williamson & Son Ltd. und Donald Beaumont, *Kautschukartiges Material* durch Behandeln eines oxydierten trocknenden Öles mit Harnstoff, Thioharnstoff oder deren Salzen oder mit NH₄SCN; weiter kann dem Material zur Änderung seiner Eigg. noch ZnO, PbO, MgO oder S zugesetzt werden. — Man mischt 100 (g) oxydiertes *Leinöl* mit 5 Harnstoffnitrat 1 Stde. bei 80°, kühlt u. walzt auf dem 2-Walzen-Stuhl. (E. P. 570 088, ausg. 21/6. 1945.) PANKOW. 7239

André Bertrand und De Tilières, geb. Germaine Delamare de Monchaux, Frankreich, *Herstellung von Kautschukersatz* aus Mischungen von Mineralstoffen u. organ. Stoffen, die in einer Fl. suspendiert sind; die Suspension kann mit Al₂(SO₄)₃ oder organ. Säuren gefällt werden. Als organ. Stoffe können schwach nitrierte Nitrocellulose, trocknende Öle, Pech u. a. angewandt werden. Man nimmt z. B. 5 (Teile) Phenolharz, 6 Lösungsm., 1 Asbestpulver, 2 Al₂(SO₄)₃, 1 Baryt, 1/2 S-Pulver u. 2 Plastiziermittel. (F. P. 909 768 vom 23/10. 1944, ausg. 17/5. 1946.) PANKOW. 7239

XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel.

Libin T. Cheng und T. P. Chou, *Die Fluorgehalte von Lebensmitteln in Szechuan*. In den verschied. Gemüsepflanzen wurden 1,47 (Sellerie) bis 17,7 (Knoblauch) mg F je kg Trockensubstanz gefunden, in Cerealien 0,19 (Reis) bis 5,0 (Mais), in Tee 6,8—91,2, in Tafelsalz 34,8—115,1; von einer Salzsorte zeigte das Muster des gereinigten Salzes mehr F (70,5 mg/kg) als dasjenige des rohen (51,9). (Chin. J. Physiol. 15. 263—67. 30/6. 1940. Chengtu, Univ., Coll. Med., Dep. Biochem. [Orig.: engl.] SCHWAIBOLD. 7660

Ingeborg Freudel, *Über den Einfluß des Reinigens der Nahrungsmittel auf Zusammensetzung und Verwertbarkeit*. Hinweise auf die bei der Reinigung der Gemüse möglichen Änderungen des Nährstoff-, Calorien-, Vitamin- u. Mineralgeh. (mit Angaben über einige eigene Beobachtungen). (Med. Klin. 37. 353—54. 4/4. 1941. Berlin, Reichsgesundheitsamt.) SCHWAIBOLD. 7690

N. B. Guerrant, M. G. Vavich und R. A. Dutcher, *Nährwert von Konserven. Einfluß von Temperatur und Lagerdauer auf den Vitamingehalt*. (Vgl. C. 1948. I. 1262.) Bericht über Lagerungsverss. mit Tomatenmark, grünen Bohnen u. Gelbmais bei 35—110° F 1.7 bis 42° C) über ein Jahr lang. Je höher die Lagerungstemp. u. je länger die Lagerzeit, desto stärker die Vitaminabnahme. Die zeigte sich vor allem bei Ascorbinsäure u. Thiamin, weniger bei Riboflavin u. Pantothensäure. Beste Lagerungstemp. 42° F (5,6° C). (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 37. 1240—43. Dez. 1945. Pennsylvania, Pa., State Coll.) GRIMME. 7692

Constant Griebel, *Der Coffeingehalt von „Coca-Cola“*. (Vgl. C. 1937. II. 152.) Vt. stellt fest, daß in der Limonade „Coca-Cola“ ca. 35 mg Coffein je Flasche gefunden wurden. Weitere Unters. ergaben, daß ca. 8/9 dieses Coffeins nicht aus Cola stammen kann, sondern anderer Herkunft ist. (Ernährung 5. 260—62. 1940. Berlin-Charlottenburg, Preuß. Landesanst. für Lebensmittel-, Arzneimittel- u. gerichtl. Chem.) SCHWAIBOLD. 7706

T. F. West, *Lage der Chemie der Geschmackstoffe*. An Hand einer kurzen Übersicht über die Unters. über Saccharin, Dulcin u. ihre Derivv. weist Vf. die Schwierigkeiten auf, die sich bei der Aufklärung der Beziehungen zwischen Konst. u. Geschmack ergeben. In einer zusammenfassenden Betrachtung verschied. äther. Öle, wie Zimtöl, Cassiaöl, Eugenöl, Carvon enthaltende Öle, Anethölöle u. Citronenöl, wird gezeigt, daß bei der Qualität von Geschmack- u. Geruchstoffen die Ggw. von sek. Substanzen eine sehr wichtige Rolle spielt. (Chem. and Ind. 60. 46—49. 6/2. 1943.) LINDENBERG. 7712

Adolf Wenusch, *Vorarbeiten zur Erforschung des Nicotinaufbaues in der Tabakpflanze*. Die Preßsäfte von frischen Tabakblättern ergeben bei einer ohne Alkalizusatz durchgeführten Wasserdampfdest. trotz ihrer sauren Rk. ein Destillat, welches mehrere Basen u. riechende Körper enthält. Das Destillat gibt wohl mit Kieselwolframsäure eine Trübung, nach Zusatz von wss. Pikrinsäurelsg. in der Regel erst nach sehr langem Stehen eine Krystallabscheidung. In orientierenden Vorverss. ergab sich, daß die von den Pikratkrystallen befreiten Destillate beim Verdunsten gelbe Rückstände geben, aus denen sich durch Behandeln mit Ae. weitere Pikrate herauslösen lassen, von denen einzelne bei Einw. von NaOH einen intensiven Geruch entwickeln. (Näheres im Original.) Die Verss. werden fortgesetzt. (Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. 86. 95—105. Juli/Aug. 1943.) GRIMME. 7734

Jaroslav Mašek, *Wie verhütet man die Verbreitung von Seuchen durch Milch?* Grundanforderungen an Molkereien u. Milchsammelstellen zur Verhütung von Infektionen durch Milch. (Mlékařské Listy 35. 185—86. 198—99. 17/9. 1943.) ROTTER. 7756

Jan Zvoníček, *Temperatur- und Feuchtigkeitsregelung der Luft in Molkereibetrieben*. Theoret. Grundlagen, Tabellen, Diagramme u. Rechenbeispiele für die Einstellung optimaler Feuchtigkeits- u. Temperaturverhältnisse in Molkereien. (Mlékařské Listy 35. 211—13. 1/10. 1943.) ROTTER. 7756

Donald B. Melville, Klaus Hofmann, Eleanor Hague und Vincent du Vigneaud, *Die Isolierung von Biotin aus Milch*. (Vgl. VIGNEAUD, C. 1942. I. 2671.) Von einem techn. Milchbiotinkonzentrat, das 1—2 mg Biotin je g Trockenmasse enthält, wurde ein Isolierungsverf. ausgearbeitet, das auf der Überführung des Biotins in den Methylester u. der Abtrennung des Esters durch chromatograph. Adsorptionsverf. (Decalso u. Al-Oxyd) beruht; der eluierte rohe Ester wird durch Waschen mit Äthylacetat, Vakuumsublimation u. Krystallisation aus einem Gemisch von Methanol u. Ae. gereinigt, worauf reines Biotin durch Verseifung des Esters erhalten wird. Ausbeute 25—40%. (J. biol. Chemistry 142. 615—18. Febr. 1942. New York, Cornell Univ., Med. Coll., Dep. Biochem.) SCHWAIBOLD. 7756

Helen M. M. Mackay, *Sojabohnenmehl mit Trockenmilch. Ein billiger und wirksamer Ersatz für Brustmilch*. In langdauernden Ernährungsverss. an zahlreichen Kindern mit „Yolac“ (Gemisch von Trockenmilch mit einem Spezialsojamehl 1 : 1) im Vgl. mit Trockenmilch allein bei in allen Fällen gleichen Zulagen (Zucker, Orangensaft, Lebertran) wurden mit dem Sojagemisch im allg. gute Erfolge erzielt. Bei seiner Verwendung ist allmähliche Gewöhnung erforderlich. Das Präp. scheint einen ausgedehnten Verwendungsbereich zu verdienen, bes. dort, wo bei Fehlen von Kuhmilch ein billiger Ersatz für diese benötigt wird (Tropen). (Arch. Disease Childhood 15. 1—26. März 1940. London, Queen's Hosp. for Children.) SCHWAIBOLD. 7756

Václav Vilikovsky, *Über den Käse*. Historisches. (Mlékařské Listy 35. 278—80. 24/12. 1943.) ROTTER. 7760

Knut Breirem, *Die Grundlage für die Bewertung von Futtermitteln*. AXELSSON (Biedermanns Zbl. Agrik.-Chem. ration. Landwirtschaftsbetrieb, Abt. B 11. [1939.] 176) hat vorgeschlagen, die Bewertung der Futtermittel statt auf Nettoenergie auf umsetzbare Energie zu basieren. Bei der Ausgleichung der Futtrationen legt AXELSSON das Hauptgewicht auf den Rohfaser- u. Proteingehalt. Für diesen hat er Optimumwerte aufgestellt. Nach 145 Verss. des Vf., der für die Ansatzkoeffizienten in Futtrationen mit verschied. Rohfasergeh. als zuverlässigen Ausdruck eine geradlinige Regressionsgleichung aufgestellt hat, fällt die Verwertung der umsetzbaren Energie geradlinig bei steigendem Rohfasergeh. von 10—30% Rohfaser der Trockensubstanz. Dem Rohfaseroptimum AXELSSONS fehlt also die experimentelle Grundlage. — Die Verss. bestätigen die Auffassung von ARMSBY u. MØLLGAARD, daß individuelle Rationen im Erhaltungsbedarf in der Praxis Ursache der großen Schwankungen der Futtrerverwertung sind. — Nach Vf. ist es nicht möglich, eine maximale Verwertung der umsetzbaren Energie in allen Futtermitteln zu erreichen, selbst wenn die Futtrationen nach den Prinzipien AXELSSONS zusammengesetzt werden. Die umsetzbare Energie in Futtereinheiten, die ein Maß für die Nettoenergie sind, zu messen, ist darum sinnlos. Dies gibt einen fehlerhaften Eindruck vom Werte der Futtermittel zueinander u. ist geeignet, in der Praxis zu verwirren u. irre-

zuführen. Nach Ansicht des Vf. muß umsetzbare Energie in Calorien gemessen werden. — Richtig ist indessen, daß man nach AXELSSON auf die Futterrationen u. die Bedeutung der Zus. des Futters für seine Ausnutzung Wert legen muß. — 60 Literaturangaben. (Kungl. Lantbruksakad. Tidskr. 83. 345—405. 1944.) BARZ. 7780

Josef Gangl, *Die Bedeutung bakteriologischer Verfahren für die Untersuchung der Lebensmittel.* (Zbl. Bakteriol., Parasitenkunde Infektionskrankh., Abt. I, Orig. 144. 188—92. 15/8. 1939. Wien, Staatl. Anstalt für Lebensmittelunters.) BARZ. 7792

Ferenc Gruzl, „*Laborograph*“, ein Apparat und ein Verfahren zur Weizen- und Mehlpfprüfung. Beschreibung eines App., mit dem die Dehnbarkeit u. der Dehnungswiderstand einer aus 20 g Weizenmehl bereiteten Teigschablone gemessen werden. — Angabe der Prüfungsmethode. — 6 Abb., 11 Diagramme, 1 Tabelle. (Kisérletügyi Közlemények [Mitt. landwirtsch. Versuchsstat. Ung.] 45. 27—47. 1942. Budapest, Kgl. ung. Landesinst. für Getreide- u. Mehlforschung. — Orig.: ung.; Ausz.: dtseh.) BARZ. 7794

H. Kluge und A. Piszarszewski, *Über den Nachweis von Mutterkorn und Kornrade in Roggenmehl bei größeren Reihenuntersuchungen.* In Ergänzung früherer Mitteilungen (C. 1943. I. 461) wird mitgeteilt, daß bereits FISCHER u. RIEDL die Hämolysewrkg. von Saponinen zum Nachw. von Kornradesamen in Mehl u. Brot benutzt haben. (Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. 86. 105. Juli/Aug. 1943.) GRIMME. 7794

C. M. Johnson, *Bestimmung von Wasser in getrockneten Nahrungsmitteln.* Man erwärmt die zu untersuchenden Stoffe (Stärke, Zucker, Pektin, Eipulver, Möhren, Rüben, Erbsen, Zwiebeln, Kohl, Apfelsinenpulver) in Methanol auf 60°, kühlt ab, titriert nach der Meth. von FISCHER (C. 1936. I. 1057) mit einer Lsg. von J u. SO₂ in Pyridin u. Methanol bis zur Braunfärbung u. titriert zur Kontrolle nach den Angaben von ALMY, GRIFFIN u. WILCOX (C. 1940. II. 2788) mit wss. Methanol bis zum elektrometr. Endpunkt zurück. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 17. 312—16. 19/5. 1945. Albany, Western Regional Res. Labor.) NOUVEL. 7802

R. R. Jenkins und F. A. Lee, *Tenderometermessungen als ein Index der Qualität von frischem Spargel.* (Ein vorl. Bericht.) Mittels des Tenderometers kann offenbar eine objektive Bewertung erfolgen, da bei einer bestimmten Spargelart mit entsprechenden Wachstumsbedingungen die Zartheit u. Qualität gut mit dem Rohfasergeh. u. den Ergebnissen der organolept. Probe übereinstimmen. Grenzwerte für verschied. Handelsklassen können noch nicht angegeben werden. (Food Res. 5. 161—66. März/April 1940. Geneva, New York State Agric. Exp. Stat.) SCHWABOLD. 7802

Constantin Pyriki, *Untersuchungen und Erfahrungen mit der Bestimmung des Nicotins im Tabak als Dipikrat.* Vf. berichtet über seine Erfahrungen mit der Best. von Nicotin als Dipikrat. Die Löslichkeit des Dipikrats ist von der Krystallgröße abhängig. Beim Auswaschen nach PFYL u. SCHMITT werden nur kleine Mengen gelöst, die meistens nur bis zu 0,5 mg Nicotin, selten bis zu 1 mg, ausmachen. Es wird vorgeschlagen, zweimal mit je 4 ccm 0,005 mol. Pikrinsäure u. zweimal mit je 2 ccm 0,0025 mol. auszuwaschen. In der Regel genügt ein 2—3std. Stehenlassen der Pikrinfällung im Kühlschrank, nur bei sehr geringer Nicotinkonz. (ca. 3 mg/100 ccm) muß man 17—18 Std. stehen lassen. Es ist ohne Einfl. auf das Ergebnis, ob bei der Wasserdampfdest. der Vorstoß in Säure taucht oder ohne Säurevorlage u. ohne Eintauchen dest. wird; dagegen empfiehlt es sich, bei der Wasserdampfdest. des Tabaks an Stelle von MgO NaOH bzw. K₂CO₃ zum Alkalisieren zu nehmen. (Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. 86. 89—95. Juli/Aug. 1943. Dresden.) GRIMME. 7830

Frantisek Žlábek, *Was sagt uns die Milchanalyse über die Erkrankung des Euters an Rindern?* Abgesehen von rein äußerlichen Veränderungen der Milch bei Erkrankungen des Euters (Anderung des Geschmackes, der Konsistenz u. des Aussehens), treten auch in der chem. Zus. bedeutende Veränderungen auf: D., Fettgeh., Milchzucker, Trocken-substanz u. Caseingeh. werden niedriger, Lactalbumin u. Aschegeh. steigen an. Die Rk. ist alkal., selten sauer, die Refraktion wird niedriger, selten höher. Als besonderes Zeichen einer Erkrankung kann das Steigen des Katalasegeh. betrachtet werden. TROMMSDORF-Probe, mkr. Unters., Katalaseprobe, Best. des Säuregrades, der elektr. Leitfähigkeit u. des Cl-Geh., Refraktion des Milchserums werden beschrieben u. empfohlen. (Mlékarské Listy 35. 253—55. 26/11. 1943.) ROTTER. 7848

C. H. Lea, *Bemerkung über die Anwesenheit von hitzeflüchtigem Schwefel in Milchpulver aus einer bei hoher Temperatur vorerhitzten Milch (87,7—93,3° C).* Mikroanalyt. Nachw. von H₂S in Milch u. in Trockenmilch. Unter den angewandten Versuchsbedingungen läßt Frischmilch prakt. eine positive Rk. nicht erkennen. Auch bei auf niedrigere Temp. vorerhitzter Milch verläuft die Prüfung negativ (Zerstörung des H₂S durch das in Autoxydation befindliche Fett oder durch vorhandene Cu-Spuren). Auf höhere Temp. vorerhitzte Milch liefert immer eine stark positive Reaktion. Durch die Vorerhitzung werden die

Milchproteine anscheinend so verändert, daß sie leichter H₂S abspalten als frische Milch. Von dieser Tatsache macht man in der Praxis Gebrauch, um Vollmilchpulver gegen die rasche Entw. des „taligen“ Geschmacks u. den Rückgang an Vitamin A u. Vitamin C zu stabilisieren. Diese Wrkg. führt man auf die Bldg. von antioxygen wirksamen S-Verbb. zurück, die unter dem Einfl. von Hitze auf die Milchproteine gebildet oder präformiert werden. (Analyst 71. 227—28. Mai 1946. Cambridge, Low Temperature Res. Stat.)

TÄUFEL 7848

Jirí Doležálek, *Einfluß des Kaliumbichromats und Formalins auf die Entstehung denaturierter Eiweißstoffe und damit verbundene Schwierigkeiten bei der Fettbestimmung nach der Methode von Gerber*. Steigerung der Haltbarkeit durch K₂Cr₂O₇-Zusatz auf 3—4 Wochen. Durch dessen Einfl. u. jenen von Formalin werden die Eiweißstoffe bei der GERBER-Meth. in H₂SO₄ bedeutend schwerer löslich. Zur Vermeidung dieser Schwierigkeit empfiehlt SIEGFELD Zugabe von Hydroxylamin u. NH₃. Vf. schlägt als neue Meth. vor: das Butyrometer wird nach Füllung u. Verschließen in einen elektr. Trockenschrank von 60—70° auf 3 Min. gelegt, wobei sich der Inhalt auf 35° erwärmt. Nach dem Schütteln u. Zentrifugieren setzt sich das Fett vollkommen klar ab. (Mlékařské Listy 37. 4—5. 5/1. 1945.)

ROTTER, 7848

St. Korpáczy und A. Ersek, *Bestimmung von Wasser, Fetten, Nichtfetten, Säuregrad und Salzgehalt der Butter durch die Methode nach Szekely-Liebermann*. (Mlékařské Listy 36. 275. 22/12. 1944; 37. 28. 2/2. 1945. — C. 1942. II. 352.)

ROTTER, 7849

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Verpackungsmaterial*. Man überzieht Nahrungsmittel mit wss. Dispersionen von Kunstharzen, wie Polyvinylacetat, -benzoat, Polyacrylsäurenitril, -estern, Polyisobutylen, Polyvinylchlorid, Polyvinyläthern. Die erhaltenen Schichten werden gegebenenfalls mit Pigmenten bestäubt, sie können auch Pigmente enthalten oder werden auch mit Lacken überzogen. — Man taucht Wurst in eine Polyäthylacrylatdispersion u. trocknet oder taucht ein Brot in eine Dispersion aus 176 (Gewichtsteilen) 50% ig. Polyvinylacetat, 61,5 Dibutylphthalat, 6 Alkohol, 317 Talcum, 79 Titanweiß T extra, 1 p-Oxyäthylbenzoat u. 359,5 Wasser. (F. P. 894 100 vom 19/4. 1943, ausg. 13/12. 1944. D. Prior. 20/4. 1942.)

PANKOW, 7635

Best Foods Inc., New York, übert. von: Chester M. Gooding, Staten Island, N. Y., V. St. A., *Mittel gegen Schimmelpilze*. Ungesätt. aliph. Monocarbonsäuren, die in α -Stellung zur COOH-Gruppe eine Doppelbindung enthalten u. die allg. Formel RR'C:CR·COOX besitzen, sind für die Unterdrückung von Schimmelpilzen durch direkte Anwendung auf dem Material oder der Verpackung geeignet, ebenso ihre Salze u. Ester, wenn sie genügend dissoziieren u. keinen unangenehmen Geruch oder Geschmack besitzen. Hierbei bedeutet R ein H-Atom oder eine Alkylgruppe, R' ein aliph. Radikal u. X ein H-Atom oder eine salz- oder esterbildende Komponente. Beispiele dafür sind: Croton-, Isocroton-, Sorbin-, Hexenon-, β -Äthylacryl- u. Dimethylacrylsäure. Der Vorteil dieser Verbb. gegenüber der meist zur Schimmelpilzbekämpfung angewandten Benzoesäure besteht in ihrem niedrigeren Mol.-Gew., so daß in einer Gewichtseinheit mehr akt. Moll. vorhanden sind. Man setzt z. B. zu Margarine oder Tabak oder dem Einpackpapier 0,025% Na-Crotonat. (A. P. 2 379 294 vom 26/2. 1940, ausg. 26/6. 1945.)

KALIX, 7635

Ingersoll Rand Co., New York, N. Y., übert. von: Frank B. Doyle, John F. Plummer, Phillipsburg, N. J., und Edward H. Markley, Easton, Pa., V. St. A., *Entwässern von pflanzlichen Nahrungsmitteln*. Das Material wird zunächst in einer Siebtrommel durch 3—5 Min. lange Behandlung mit Dampf von 220—250° blanchiert. Dann wird innerhalb 1 Min. im Gefäß ein Vakuum von 1½ in. Hg hergestellt, wobei die Temp. dauernd auf 230° gehalten wird. Schließlich trocknet man das Material durch Einblasen von Wasserdampf von 230—250°. (A. P. 2 370 295 vom 17/7. 1943, ausg. 27/2. 1945.)

KALIX, 7637

Cotton Research Foundation, übert. von: Lawrence W. Bass und Harold S. Olcott, Pittsburg, Pa., V. St. A., *Proteingewinnung*. Aus entöltem Baumwollsaatmehl wird zunächst das wasserlös. Protein extrahiert u. das Mehl dann mit einem alk. Lösungsm. behandelt. Durch die dabei erhaltene Lsg. wird dann fein verteilte CO₂ in Mengen von 250 cem auf 150 lbs. Lsg. eingeleitet. Hierdurch wird der Rest des Proteins ausgefällt. Der pH-Wert der Lsg. sinkt hierbei u. bleibt in der Nähe des isoelektr. Punktes des Proteins bei 5,9—6,2 stehen, was als besonderer Vorteil des Verf. angesehen wird. Es ist auch zur Gewinnung von Edestin aus Hanf- u. Soja protein geeignet. Im letzteren Falle muß der alk. Extrakt unter Druck mit CO₂ gesätt. werden, damit dauernd ein pH-Wert von 6,0 erhalten bleibt, weil sonst eine Wiederauflösung des Proteins eintritt. (A. P. 2 326 195 vom 2/8. 1940, ausg. 10/8. 1943.)

KALIX, 7647

Monsanto Chemical Co., übert. von: Charles F. Booth, Anniston, Ala., V. St. A., *Alkaliferriphosphat als Zusatz zu Nährmitteln*. Zur Gewinnung von möglichst weißem

Alkaliferriphosphat, das als Zusatz zu Mehl geeignet ist, behandelt man Pyrophosphat-lsgg. so lange mit SO_2 , bis ihr pH -Wert 9,0—9,5, vorzugsweise 9,1—9,2, erreicht hat, dann erwärmt man die ca. 22%ig. Lsg. auf 80—85° u. setzt eine kalte, ca. 10%ig. Lsg. von *Ferrichlorid*, -sulfat oder -nitrat zu. Man löst z. B. 106 lbs. *Na-Pyrophosphat* in 375 lbs. W. u. leitet bei 80—85° SO_2 ein, bis der pH -Wert 9,1 erreicht hat, wozu ca. 1,35 lbs. SO_2 nötig sind. Dann wird innerhalb von 20—40 Min. eine kalte Lsg. von 16,8 lbs. kryst. FeCl_3 in 175 lbs. W. darin verrührt, der Nd. abfiltriert, die Na-Salze auf weniger als 1% ausgewaschen, bei 100—110° getrocknet. Das Endprod. hat die Zus. $2\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot \text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. (A. P. 2 385 188 vom 26/6. 1943, ausg. 18/9. 1945.)

KALIX. 7671
Bensel-Brice Corp., übert. von: **Duryca Bensel**, Los Angeles, Calif., V. St. A., *Konservierungsverfahren für Nahrungsmittel*. Pflanzliche Nahrungsmittel, bes. Bohnen u. Erbsen, werden 3—5 Min. mit W. von 180—190° F (82—88°C) blanchiert u. dann mit W. von 40 bis 50° F (4—10°C) auf 70° F (21°C) abgekühlt. Hierauf leitet man einen Strom trockner Luft von nicht mehr als 90° F (32°C) über das Material u. sterilisiert es nach oberflächlicher Trocknung durch Bestrahlung mit UV-Licht von 2000—2950 Å. Anschließend wird es in Behälter aus elast., durchsichtigem, gasdichtem Material, z. B. Pliofilm, Nylon oder Diaphan, verpackt, wobei man es mit einer dünnen Wachsschicht überziehen kann. Die Packung wird etwas evakuiert, durch Wärme zugeschmolzen u. in den Gefrierraum gebracht. (A. P. 2 364 049 vom 7/4. 1941, ausg. 5/12. 1944.)

KALIX. 7691
Percy Eberhard Schultz, Hans Schmalfuß und Helene Schmalfuß, geb. Barthmeyer, Deutschland, *Verfahren zur Herstellung von beständigen schäumenden Emulsionen*. Es wird ein Verf. zur Herst. von beständigen schäumenden oder schaumbildenden Emulsionen beschrieben, deren Eigg. mittels W., schäumender oder Fettsubstanzen nach Belieben bestimmbar sind. Man verwendet hierzu ein Gemisch aus mindestens zwei Emulgiermitteln aus verschiedenen Substanzen aus der Gruppe der Cephaline, der Lecithine, des Cetylalkohols oder ähnlicher Verbb. einerseits u. der Gruppe der Ester aus höhermol. Fettsäuren u. mehrwertigen Alkoholen, in denen eine oder mehrere Oxygruppen nicht verestert sind, andererseits. Man stellt die Emulsionen durch Homogenisieren u. bzw. oder Reifenlassen in der Kälte u. Schaum schlagen her. Durch bestimmte Regelung des Verhältnisses der Emulgiermittel zueinander u. der bestimmten Eigg. der Schäume werden beispielsweise die feine Blasenbildung, die Vol.-Zunahme u. die Formbeständigkeit verändert. Die nach dem Verf. erhältlichen Schäume können verschiedenen Zwecken dienen; sie eignen sich beispielsweise zur Verzierung von Torten usw. oder als Zusätze zu Früchten, wie Erdbeeren, oder zu Kuchen, wie Spritzkuchen. Ausführungsbeispiele erläutern die Erfindung. (F. P. 894 431 vom 4/5. 1943, ausg. 22/12. 1944.)

RAETZ. 7705
Pierre Robert Laguilharre, Frankreich, *Abscheidung gelöster fester Stoffe aus Lösungen*. Die Trennung der festen Stoffe vom Lösungsm. erfolgt nach einem Verf. analog der Sprühtrocknung mit dem Unterschied jedoch, daß statt Wärme ein hohes Vakuum zur Verdampfung angewandt wird. Der Grad der Evakuierung, die Zuflußgeschwindigkeit der Lsg. u. die Tropfengröße werden so aufeinander abgestimmt, daß sich z. B. bei der Verarbeitung von wss. Lsgg. das W. in Form von Eis an den Wänden des zylindr. Vakuumsgefäßes abscheidet, während sich der gelöste Stoff am Boden des Zylinders als trocknes Pulver ansammelt. Das Verf. kann auch zur fraktionierten Krystallisation von 2 Verbb. mit verschied. Löslichkeiten benutzt werden, indem man das Vakuum u. die übrigen Arbeitsbedingungen so regelt, daß einer der Stoffe noch im Kondensat gelöst bleibt, während der, andere auskrystallisiert. Für das Verf. wird eine Spezialvorr. benutzt, die in allen Fällen eine getrennte Abscheidung der beiden Komponenten ermöglicht (Abb.). Das Verf. ist bes. zum *Bindampfen von Fruchtsäften* geeignet, die bei Anwendung von Wärme leicht Vitaminverlust oder Oxydation erleiden. (F. P. 910 603 vom 29/11. 1944, ausg. 13/6. 1946.)

KALIX. 7707
Chain Belt Co., Milwaukee, Wis., übert. von: **Horace L. Smith jr., W. E. Conley jr. und Wilfried L. Atwood**, Richmond, Va., V. St. A., *Herstellung von Tomatensaft*. Zur Vermeidung der Umsetzung von *Pektin* in *Pektinsäure* im frischgepreßten Saft aus Tomaten, die durch Enzyme innerhalb von 10—12 Min., oft schon nach 3—4 Min. hervorgerufen wird, wird der Saft bei n. Temp. gepreßt, das nötige Salz zugesetzt u. zur Inaktivierung der Enzyme schnell auf mindestens 160° F (71° C) erhitzt. Diese Temp. wird 2 Min. beibehalten, der Saft von Luft befreit u. bei Temp. nicht unter 200° F (93° C) abgefüllt. Dann wird kurz sterilisiert, z. B. 5 Sek. bei 245° F (118° C) oder 60 Sek. bei 226° F (108° C). Das gesamte Verf. wird kontinuierlich in einer besonderen App. ausgeführt, 3 Abbildungen. Infolge seines hohen Pektingeh. hält sich der Saft sehr lange, ohne daß sich ein Bodensatz bildet. (A. P. 2 392 197 vom 30/7. 1941, ausg. 1/1. 1946.)

KALIX. 7707
Myron E. Schwartz, Two Rivers, Wis., V. St. A., *Milchfilter*. Das Filter besteht aus 3 Schichten von verschied. Textilmaterial u. wird auf eine Siebfläche aufgelegt. Man

verwendet z. B. eine Schicht aus Flanell, eine aus Gaze u. eine Zwischenlage aus Baumwolle, wobei die Fasern aller 3 Stoffe etwas miteinander verfilzt werden. Das Filter kann in beiden Richtungen benutzt werden. (A. P. 2 316 721 vom 29/5. 1941, ausg. 13/4. 1943.) KALIX. 7757

* Imperial Chemical Industries Ltd., übert. von: Roland E. Slade, Douglas J. Branscombe und Wm. E. Gaunt, *Tierfutter aus Pflanzenblättern*. Ein Prod. mit hohem Proteingeh. kann aus Blättern, Gräsern usw. gewonnen werden, wenn man das Rohmaterial zermahlt, mit einem proteolyt. Enzym mischt, das mit etwas Na₂S aktiviert ist, u. einige Zeit auf 40—60° erhitzt. Dann wird die Fl. abgepreßt. (E. P. 577 172, ausg. 8/5. 1946.) KALIX. 7791

Ohio State University Research Foundation, Columbus, O., übert. von: Robert Quinn Parks, Columbus, O., V. St. A., *Schnellbestimmung des Wassergehalts von Futtermitteln*. Viehfutter mit Stengelstruktur, z. B. Heu oder Stroh, wird in Stücke von 1/2 in. Länge geschnitten, mit der gleichen Gewichtsmenge pulverisiertem Calciumcarbid gemischt u. auf der Waage gelassen. Der durch das Freiwerden von Acetylen entstehende Gewichtsverlust zeigt in einfacher Weise den Wassergeh. des Materials an. Die Rk. kann nach 15 Min. als prakt. beendet angesehen werden. — Beschreibung einer Vorr. für das Verf., 8 Abbildungen. (A. P. 2 362 396 vom 16/12. 1940, ausg. 7/11. 1944.) KALIX. 7869

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

E. Götte, *Leistungsprüfungen an Waschmitteln und anderen Kolloidelektrolyten*. Meth. zur Prüfung des Netzvermögens von Waschmitteln u. -hilfsmitteln. Als Testmaterial dient ein Rohmakozwirn 30/2 aus reiner Baumwolle (ein geringer Zuschlag von Zellwolle stört nicht), von welchem auf einer Präzisionsmeterweife 0,5 g abgehaspelt u. zu einem Strang zusammengebunden u. 3 mal zusammengelegt werden, so daß ein Garnring von ca. 3,5 cm Durchmesser entsteht. Die Prüfung kann in 2 verschied. Weisen erfolgen: A. (Wird angewendet, wenn es sich um die Feststellung der Wrkg. handelt, wenn das Textilgut zwangsweise durch das Bad geführt oder durch das Gewicht der darüberliegenden Warenmengen in das Behandlungsbad eingedrückt wird.) Der Garnring wird an einer Stelle durchgeschnitten, an der Schnittstelle zusammengefaßt u. ein Haken mit einer kleinen Bodenplatte zur Beschwerung daran gehängt. Das Garn + Haken läßt man in die Versuchslsg. fallen u. bestimmt mit der Stoppuhr die Zeit, wie lange es dauert, bis das Garn durchnetzt ist, so daß es umfällt oder sich vom Haken löst. — B. (Wird angewendet bei Textilgut, welches selbständig durch das Netzen einsinkt.) Hierbei wird der unzerschnittene Garnring auf die Fl. geworfen u. die Uhr abgestoppt, sobald der Garnring mit seinem obersten Teil die Grenzfläche gegen Luft verläßt. Man kann so auch entscheiden, ob das Versuchsgarn in der Flotte schweben bleibt oder wirklich absinkt. Man unterscheidet so Netzzeit u. Untersinkzeit. — Die ermittelten Netzzeiten u. die Konz. (c) werden in ein logarithm. Netz eingetragen. Das Netzvermögen gehorcht dem Gesetz: $T = K \cdot c^n = \operatorname{tg} \alpha$, wobei α der Neigungswinkel, n die Steigung der Kurve u. K eine Konstante ist. Für schnelle Vergleichsverss. arbeitet Vf. nach den bekannten Verf. von HERBIG-SEYFERTH u. von RUPERTI. (Chemiker-Ztg. 68. 86—87. 17/5. 1944. Dessau, Forschungslabor. der Henkelgruppe.) GRIMME. 7918

Gyula Szomolányi, *Bestimmung des Fettsäuregehaltes der Einheitswaschseife*. Bei der Best. der Fettsäuren in Einheitswaschseife treten infolge der Ggw. von Al-Hydrosilicat Schwierigkeiten auf. Man vermeidet sie, indem man ca. 2 g Seife in 60 cm³ 70%ig. A. in der Wärme löst u. die heiße Lsg. durch ein getrocknetes u. gewogenes Filter filtriert. Dieses wird nach dreimaligem Auswaschen mit heißem 70%ig. A. getrocknet, u. aus der Gewichtszunahme wird der %-Geh. des Al-Silicates berechnet. Der getrocknete Rückstand kann zu weiteren Unters. verwendet werden. Das Filtrat wird durch Abdest. des A. auf ca. 1/3 des ursprünglichen Vol. eingeeengt, u. in der wss. Rückstandslsg. werden die Fettsäuren wie üblich bestimmt. (Kisérletügyi Közlemények [Mitt. landwirtsch. Versuchsstat. Ung.] 45. 107—08. 1942. Kalocsa, Kgl. Ung. Landwirtschaftl.-Chem. u. Paprika-Versuchsstat. — Orig.: ung.; Ausz.: dtsh.) BARZ. 7935

Pittsburgh Plate Glass Co., Allegheny County, Pa., übert. von: Stephen E. Freeman, Wauwatosa, Wis., V. St. A., *Gleichzeitige Entfernung von freien Fettsäuren und Phosphatiden aus Glyceridölen*, bes. Sojaöl u. Leinöl. Das Öl wird mit Furfurol gemischt, welches mit W. gesätt. worden ist. Beim Stehen bilden sich zwei Phasen. Die eine enthält Furfurol, H₂O u. die freien Fettsäuren; die andere besteht aus dem pflanzlichen Öl, in welchem die Phosphatide suspendiert sind. — Andere für die Trennung geeignete Extraktionsmittel sind z. B. Alkohole, Ester, Ketonalkohole, Ketone, Oxyäther, Carbonsäuren, Nitrile,

Aldehyde, Amine, Nitroverbb. u. Säureamide. Genannt sind z. B. Methyl-, Äthyl- u. Propylalkohol, Äthylenglykol, Glycerin, Allylalkohol, Glycerinmonochlorhydrin, Äthyl-lactat, Diacetin, Äthylenglykolmonobutyläther, Dioxan, Dioxolan, Ameisensäure, Essig-säure, Triacetin, Oxalsäureäthylester, Lävulinsäuremethylester, Acetaldehyd, Aceton, Diäthylentetramin, Propionsäurenitril, Dimethylsulfat, Essigsäureamid, Nitroäthan. (A. P. 2 390 528 vom 13/5. 1940, ausg. 11/12. 1945.) F. MÜLLER. 7895

Refining, Unincorporated, übert. von: Benjamin Clayton, Houston, Tex., V. St. A., *Herstellung von raffinierten tierischen und pflanzlichen Ölen und gleichzeitige Herstellung von Seife aus Tallöl und Fettsäuren*. — Das zu raffinierende Öl u. das alkal. Raffinations-mittel, z. B. NaOH, KOH u. Na₂CO₃, werden bei bestimmten Tempp. gemischt, wobei Gummistoffe u. Phosphatide gefällt werden. Das Öl- u. Seifengemisch wird erhitzt, um das W. u. die Verunreinigungen zu entfernen; schließlich wird es in einer Vakuumkammer bei 140—230° F (60—110° C) entwässert. Danach werden dem Prod. *Tallöl* oder *Naph-thensäureseifen* zugesetzt, u. nach dem Erwärmen auf 100—250° F (38—121° C) wird das Gemisch geschleudert. Dabei wird das Öl von der Seifenmasse getrennt. Die Prodd. werden getrennt weiter aufgearbeitet. — 3 Blatt Zeichnungen. (A. P. 2 390 990 vom 15/8. 1941, ausg. 18/12. 1945.) F. MÜLLER. 7907

Edith A. Westerberg, New York, N. Y., V. St. A., *Feinseifenpulver* zum Waschen von empfindlichen Gegenständen wird erhalten aus einer Emulsion, welche 9 (Unzen) Seife u. 24 kaltes W. enthält, durch Zugabe von 24 W. von 180° F (82° C). Das Gemisch wird auf 65° erwärmt u. mit Farbstoff u. Parfüm versetzt. Es wird darauf gerührt u. in feine Verteilung gebracht, mit Luft getrocknet u. zu einem feinen Pulver verarbeitet. (A. P. 2 390 906 vom 16/8. 1944, ausg. 11/12. 1945.) F. MÜLLER. 7907

* **Istvan Szeffi**, Ungarn, *Bimssteinersatz*. Süßwasserschlämme wird mit Carbonaten, Sulfiden, organ. Verbb. oder anderen gasentwickelnden Stoffen auf 1150° erhitzt. Hierbei entsteht eine bimssteinähnliche M. von der D. 0,3. (Ung. P. 131 018, ausg. 1/2. 1943.) KALIX. 7921

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

E. A. Parkin, *Beziehung des Wassergehaltes von Hölzern zum Befall durch den Lyctus-Holzkäfer*. Die Verss. wurden an Eichenholzsplint bei 23° durchgeführt mit den verschied. Entwicklungsstadien von *Lyctus brunneus*. Die Eiablage erfolgte n. bei einem Wassergeh. zwischen 5,5 u. 23,5%. Die Eier schlüpften bei 7,3% W., die Gewichtszunahme der jungen Larven war am besten bei 14,2%, bei höherem Geh. findet ein Abfall statt. Der Verlauf der Entw. vom Ei bis zur Adulte war am besten bei 16,0%. Generell wurde festgestellt, daß die männlichen Individuen ca. 5 Tage früher ausschlüpfen als die weiblichen. In Holz von 15,6% W. brauchte die Entw. vom Ei zur Adulte bei 23° im Minimum 167 Tage, bei 14,2% W. u. 27,5° waren nur 142 Tage nötig. (Ann. appl. Biol. 30. 136—42. Aug. 1943. Aylesbury.) GRIMME. 8010

Andrejs Peļšs, *Das Konservieren von Telephonposten nach dem Osmoseverfahren*. Eine möglichst vollständige Konservierung von Telephonposten nach dem Osmoseverf. mit Sublimat u. Kupfersulfat ist in 2—3 Monaten erreichbar. Bei Anwendung von „DR. WOL-MANN-Salzen“ (Hauptbestandteil NaF) dauert die Konservierung 3—4 Monate. In Kiefernholz ist die Eindringtiefe um ca. 20% größer als in Fichtenholz. Glycerin erwies sich als bestes Bindemittel. Die als schwer auswaschbar bezeichneten Konservierungs-mittel Thanalith US u. Thanalith UB lösen sich verhältnismäßig leicht aus dem Holz. Ihre Anwendung für Telephonposten verspricht wenig Erfolg. (Mežkopja Darbs Zinātne 1/2. 179—212. 1940. Riga, Univ., Forsttechnol. Labor. [Ref. nach dtsh. Auszug.] BARZ. 8010

H. Perrier de la Bâthie, *Die für die Papierherstellung geeigneten, nicht baumartigen Pflanzen der französischen Kolonien*. Überblick über die nutzbaren Bestandteile u. Aus-beutemöglichkeiten (in t je ha) folgender französ. Kolonialpflanzen: *Medemia nobilis* Gallerand; *Ravenala madagascariensis* Sonn.; *Ochlandra capitata* A. Camus; *Aframomum angustifolium* K. Schum.; *Arundo madagascariensis* Kunth.; *Cyperus madagascariensis* Roem. et Schult.; *Phragmites communis* L.; *Cymbopogon rufus* u. *Cymbopogon cynebarius*. (Rev. Bot. appl. Agric. trop. 20. 313—18. Mai 1940.) BARZ. 8016

J. H. Dillon und **I. B. Prettyman**, *Einfluß von Temperatur und Feuchtigkeit auf die physikalischen Eigenschaften von Reifencord*. Es wird eine Zusatzapp. beschrieben, welche die n. Prüfungen auf mechan. Eigg. im Labor. zwischen 1,6 u. 65% relativer Luftfeuchtig-keit u. 20—165° vorzunehmen erlaubt. Die Festigkeit u. Dehnbarkeit wird bestimmt bei *Cord* aus *Nylon*, *Fortisan*, *Viscoseseide*, wenig u. mittel gestreckter *Baumwolle*. Zahlreiche Meßreihen im Original. (J. appl. Physics 16. 159—72. März 1945. Akron, O., Firestone Tire and Rubber Co.) WIECHERT. 8048

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Sulfonsäureäthylenimiden.* Man setzt in Ggw. von säurebindenden Mitteln Di- oder Polysulfonsäurehalogenide, z. B. die Chloride der 1.2-Äthan-, 1.3-Propan-, 1.3- oder 1.4-Butan-, Octadecan-, Benzol-, Naphthalin- oder Pyridindsulfonsäure, mit 1.2-Alkyleniminen, deren N-Atom nicht substituiert ist, wie Äthylen- oder 1.2-Propylenimin, um. Man arbeitet vorteilhaft in der Kälte, u. es ist bemerkenswert, daß die Temp. 50° nicht überschreiten dürfen. Lösungsmittel u. Verdünnungsmittel, wie W., A., Bzl., Essigsäureester oder Ae., können zugegen sein. — Die erhaltenen Prodd. finden als *Textilhilfsmittel* oder als Zwischenprodd. zur Herst. dieser Mittel Verwendung. — Man gießt z. B. in eine Lsg. von 86 (Gewichtsteilen) wasserfreiem Na₂CO₃ u. 43 Äthylenimin in 800 W. langsam bei —5 bis 0° eine Lsg. von 120 1.3-Propandisulfonylchlorid in 700 Ae., rührt 3 Stdn. bei derselben Temp. u. trennt dann durch Absaugen das ausgefallene 1.3-Propandisulfo-di-N.N-äthylenimid, farblose Nadeln aus A., F. 70°, in der Wärme leicht lösl. in W. u. organ. Lösungsmitteln, ab. — 5 weitere Beispiele erläutern das Verfahren. (F. P. 892 869 vom 26/3. 1943, ausg. 23/5. 1944. D. Prior. 9/5. 1941.) ROICK. 7961

I. R. Geigy A. G., Schweiz, *Herstellung neuer, wasserlöslicher Kondensationsprodukte.* Man setzt Aminostilbenderivv., die einen oder mehrere 1.3.5-Triazinringe enthalten (von denen mindestens einer eine freie NH₂-Gruppe tragen muß) u. in denen sich außerdem löslichmachende Gruppen, z. B. Sulfonsäure- oder Carbonsäuregruppen, befinden, in neutraler oder alkal. Lsg. mit Formaldehyd (I) oder I abgebenden Stoffen um. Die Prodd. zeigen eine *gute Affinität zu Cellulosefasern* u. können z. B. als *Appretierungs- oder Bleichmittel* verwendet werden. — Man erhitzt 58,8 (Teile) 4.4'-[Bis-(2.4-diamino-1.3.5-triazinyl-(6))-diaminostilben-2.2'-disulfonsäure mit 200 W. u. 200 I-Lsg. (30%ig.) bei schwach alkal. Rk. 1—2 Stdn. auf 70—80°. läßt die Lsg. abkühlen u. verd. sie gegebenenfalls mit W. oder fällt aus ihr mit NaCl das Kondensationsprodd. als gelbliches Pulver, das zum säure-, alkali-, wasch- u. lichtechten Aufhellen von Cellulosefasern verwendet werden kann. — Weitere Beispiele für die Kondensation von 4.4'-[Bis-(2-amino-4-{*m*-sulfophenyl-amino)-1.3.5-triazinyl-(6))-diaminostilben-2.2'-disulfonsäure; von 4.4'-[Bis-(2-amino-4-{*m*-carboxyphenylamino)-1.3.5-triazinyl-(6))-diaminostilben-2.2'-disulfonsäure; 4-(2.4-Diamino-1.3.5-triazinyl)-amino-4'-[2-amino-4-(3''-sulfophenylamino)-1.3.5-triazinyl]-aminostilben-2.2'-disulfonsäure mit I. — Als Ausgangsstoff ist noch 4.4'-[Bis-(2-amino-4-phenyl-amino-1.3.5-triazinyl-(6))-diaminostilben-2.2'-disulfonsäure genannt. (F. P. 905 534 vom 27/6. 1944, ausg. 6/12. 1945. Schwz. Prior. 28/6. 1943.) DONLE. 7961

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Geschmeidigmachen von Textilstoffen,* Zum Geschmeidigmachen von Textilstoffen verwendet man stickstoffhaltige Kondensationsprodd., die bei Temp. von ca. 200° aus aliph. oder araliph. Aminen von höherem Mol.-Gew. u. Dicyandiamid erhältlich sind, gegebenenfalls im Gemisch mit gebräuchlichen elektr. neutralen Textilhilfsmitteln. (F. P. 895 745 vom 21/6. 1943, ausg. 1/2. 1945. D. Prior. 6/4. 1940.) RAETZ. 7961

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Glättungsmittel für Textilien,* bestehend in Isothioharnstoffäthern der allg. Formel H₂N·C(:NH)·S·R, worin R einen aliph. Rest mit mindestens 8 C-Atomen bedeutet. Genannt sind *Isothioharnstoffdecyl-, -dodecyl-, -tetradecyl-, -octadecyl- u. -octadecenyläther* (Herst. aus Isothioharnstoff u. geeigneten Alkylhalogeniden). — Z. B. wird Viscoseseide in Strähnen mit einer wss. Lsg., die pro Liter 0,1 g *Isothioharnstoffoctadecylätherhydrochlorid* u. 1 cm³ 50%ig. Essigsäure enthält, 20 Min. bei 25—30° behandelt. Sie wird weich u. glatt im Griff. — Die Mittel verbessern auch die Naßechtheit von Färbungen, da sie mit Farbstoffen wenig lösl. Salze bilden. (F. P. 897 052 vom 7/8. 1943, ausg. 12/3. 1945. D. Prior. 8/8. 1942.) DONLE. 7961

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Griffverbesserungs- und Glättungsmittel für Textilien.* Sie bestehen aus den Reaktionsgemischen, die durch Erhitzen der Ester aus aliph. oder aromat. Aminocarbonsäuren u. niedrigen Alkoholen mit höhermol., aliph. Alkoholen, deren Kette durch Heteroatome unterbrochen sein kann, gewonnen werden. Die Prodd. werden vorzugsweise in Form ihrer Salze mit anorgan. oder organ. Säuren, gegebenenfalls zusammen mit Emulgiermitteln usw., angewendet. — Beispiele: 27 (Teile) *Stearylalkohol* u. 14 *Aminoessigsäureäthylesterhydrochlorid* (I) werden 7 Stdn. auf 150—160° erhitzt u. das Prod. mit einem Emulgiermittel gemischt. — *Stearinsäure-äthanolamid* oder ein *Diäthanolamid der Nachlaufsäuren aus der Paraffinoxydation* werden mit I umgesetzt. (F. P. 895 277 vom 8/6. 1943, ausg. 19/1. 1945. D. Prior. 3/2. 1940.) DONLE. 7961

Leendert van Wijk, Holland, *Herstellung eines griffigen waschbaren Textilgutes.* Durch eine Vorbehandlung des Textilgutes kann man erreichen, daß die Bestandteile der wasserfestmachenden Deckschicht nicht in das Innere der Fasern eindringen, sondern an der Oberfläche verbleiben. Folgende Möglichkeiten sind hierzu gegeben: 1. Man imprägniert

die Faser mit einem indifferenten Stoff u. appliziert oder bildet hierauf die Deckschicht auf der Faser. 2. Man wandelt die Faser chem. um u. macht sie auf diese Weise undurchdringlich für die Deckschicht. 3. Man imprägniert die Faser mit einem indifferenten Stoff u. macht sie hierauf chem. undurchlässig. Man taucht z. B. ein Baumwollgewebe zunächst in eine Lsg. von Paraffin in Bzn., drückt aus, trocknet u. bringt hierauf auf das so vorbehandelte Gewebe eine dünne Schicht einer Kunstharzlg., dabei Sorge tragend, daß diese Kunstharzlg. das Paraffin nicht wieder in Lsg. bringt. (F. P. 904 956 vom 9/6. 1944, ausg. 21/11. 1945.)

PROBST. 7961

Frantisek Eisenschimmel, Tschechoslowakei, *Behandlung von Geweben (Verbesserung der Knitterfestigkeit und Verminderung der Neigung zum Einlaufen)*. Beide Effekte werden in einem Arbeitsgang erzielt, wenn die Gewebe mit Formaldehyd (I) unter Verwendung von Ketonen, bes. Aceton (II), als Katalysatoren behandelt werden. Die Zugabe eines zweiten, u. zwar eines bas. Katalysators dient der Regulierung der Reaktion. Überschüssiger I wird mit Harnstoff (III) umgesetzt. — Z. B. behandelt man ein Baumwollgewebe mit einem Bad, das 400 cm³ 40%ig. I, 50 g III, 15 g NaHCO₃ u. 200 cm³ II enthält, trocknet es 10 Min. bei 30—150°, wäscht es u. beendet die Behandlung bei 80°. (F. P. 896 486 vom 3/5. 1939, ausg. 22/2. 1945. Tschech. Prior. 4/5. 1948.)

DONLE. 7961

Chemische Fabrik Pfersee G. m. b. H., Deutschland, *Schutzkolloidfreie wässrige Emulsionen*. Man kann mit wss. Lsgg. von bas. Al-Salzen dadurch beständige Emulsionen, die zum *Undurchlässigmachen von Geweben* aller Art verwendet werden können, herstellen, daß man höhere aliphat. oder cycloaliphat. KW-stoffe, wie Paraffin, Ceresin oder Ozokerit oder Wachs, Fette oder Öle oder ihre Gemische zuerst innig mit der wss. Lsg. einer kleinen Menge Seife oder einer anderen seifenähnlichen oberflächenakt. Substanz mischt, dann sofort unter Rühren die Lsg. eines bas. Al-Salzes hinzufügt u. das Ganze kurz homogenisiert. — 10 (kg) des Na-Salzes einer alkylierten Naphthalinsulfonsäure (Nekal A) löst man bei 60° in 100 Liter W., stellt mit 100 eines auf 60° erwärmten Paraffins (F. 40 bis 42°) eine Emulsion her, trägt sofort unter Rühren in die erhaltene Emulsion 450 einer 60° warmen wss. Al-Formiat-Lsg. ein, die 8,4% Al₂O₃ u. 10,1% Ameisensäure enthält, u. homogenisiert noch einmal kurz bei 50 at. Nach dem unter Rühren durchgeführten Abkühlen erhält man eine sowohl im konz. als auch im verd. Zustand beständige Emulsion. Ein Mischgewebe aus Wolle u. Zellwolle wird undurchlässig gemacht, wenn man es bei ca. 40° mit einer Lsg. von 5 der Emulsion in 100 Liter W. imprägniert u. nach dem Trocknen in üblicher Weise aufarbeitet. — Weitere Beispiele. (F. P. 895 487 vom 11/6. 1943, ausg. 25/1. 1945. D. Prior. 18/6. 1942.)

ROICK. 7965

* **British Celanese Ltd.**, *Gewebe mit Oberflächenüberzug*. Wetterfeste Überzugsmassen können auf Textilstoffen, einschließlich Flugzeuggeweben, aufgebracht werden, indem man sie zuvor mit einem Überzug auf Grundlage von Celluloseacetat oder einem anderen organ. Celluloseester, der 1,5—2,0 Acylradikale je C₆H₁₀O₅-Einheit enthält, versieht. (E. P. 569 979, ausg. 18/6. 1945.)

RAETZ. 7965

* **Tootal Broadhurst Lee Co. Ltd. und Harry Potter**, *Gewebebeutel*. Beutel für Sprengladungen werden aus einem Gemisch aus tier. u. pflanzlichen Fasern hergestellt. Man macht das Gewebe glimmicherer durch Behandeln mit einer wss. sauren Substanz, die entweder durch Waschen mit W. wieder entfernt wird oder bei der Verbrennungstemp. des Gewebes flüchtig ist. Geeignete Verbb. zum Behandeln des Gewebes sind Laurylpyridiniumbromid oder ähnliche Pyridiniumsalze. (E. P. 570 135, ausg. 25/6. 1945.)

RAETZ. 7965

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Veredlung von Textilgut*. Man behandelt Textilgut vor der Einw. negativ geladener Emulsionen oder Dispersionen mit wss. Lsgg. von Polymerisations- oder Kondensationsprodd., die Verwandtschaft zur Faser besitzen u. deren Mol. mehrere bas. Gruppen aufweist. Als solche Prodd. kommen in Frage: Polymerisate von Äthylenaminen u. seinen Substitutionsprodd., noch bas. Gruppen enthaltende Kondensationsprodd. aus Polycarbonsäuren u. Polyaminen, z. B. aus Adipinsäure u. Diäthylentriamin, aus Polycarbonsäuren u. Polyoxaminen, z. B. Nitrilotriessigsäure u. Triäthanolamin, aus NH₂ oder Aminen mit Aldehyden u. gegebenenfalls Ketonen, z. B. (NH₄)₂SO₄, Formaldehyd u. Acetaldehyd, u. aus Halogenparaffinen mit mehr als einem Halogenatom u. Di- oder Polyaminen, z. B. Trichlorhartparaffin u. Polyäthylenpolyaminen, die peralkyliert sein können. Durch nachträgliche Alkylierung, z. B. mit Dimethylsulfat, kann man die vorhandenen bas. Gruppen noch in quaternäre Ammoniumgruppen umwandeln. Man kann auch Kondensationsprodd. aus Dicarbonsäuren u. mittels Dimethylsulfat peralkyliertes Dioxydiäthylsulfid verwenden. — In Frage kommende Emulsionen, deren disperse Phase negativ geladen ist, sind z. B. Latex sowie Emulsionen oder Dispersionen aus thermoplast. synthet. Harzen, Polyvinylacetat, Polyvinyläther, Polyacrylsäureester u. Polystyrol. — Man behandelt z. B. ein Zellwollgewebe

10 Min. bei Raumtemp. in einem Bade, das pro Liter 0,3 g Polykondensationsprod. aus Adipinsäure u. mehr als der äquivalenten Menge Diäthylentriamin enthält, spült das Gewebe u. unterwirft es der Einw. eines 2. Bades, das im Liter W. 50 g Mischpolymerisat enthält, welches seinerseits in Ggw. des Natriumsalzes der Oxyoctadecansulfonsäure aus Vinylchlorid, Butylacrylat u. Vinylacetat erhalten worden ist. Schließlich spült man u. trocknet wie üblich bei 80—100°. Selbst nach mehreren Waschungen ist das Gewebe noch füllig u. weich im Griff. (F. P. 901 146 vom 12/1. 1944, ausg. 18/7. 1945. D. Prior. 8/5. 1941.)
PROBST. 7967

Monsanto Chemical Co., übert. von: **Roland Smith Shumard**, St. Louis, Md., V. St. A., *Holzprägniermittel gegen Insekten, Mehltau, Fäulnisbacillen, Schwamm und Schimmel*. Z. B. wird 8-Oxychinolin oder sein Alkalisalz mit Na-Pentachlorphenolat in W. gelöst, so daß eine 0,5—2%ig. Lsg. entsteht. Als Zusatz können Benetzungsmittel, wie arom. Alkylsulfonsäuresalze (Butyldiphenylsulfonat) Verwendung finden. Das Holz wird durch Aufspritzen, Aufbürsten, Eintauchen, was gegebenenfalls auch unter Druck erfolgen kann, mit solchen Lsgg. imprägniert. Bei Verwendung einer Tauchlsg. kann eine geringe Menge A. beigemischt werden. Grünes Holz, Bauholz usw. werden durch die Imprägnierung mit solcher Lsg. gegen fast alle auftretenden Schädlinge geschützt u. für lange Zeit haltbar gemacht. (A. P. 2 385 764 vom 7/2. 1942, ausg. 25/9. 1945.) BEWERSDORF. 8011

* **Arne Schie**, *Papierleimung*. Papier, das mit W. mit hohem Ca- u. Mg-Geh. hergestellt ist, wird durch Zugabe von Harz u. Wasserglas geleimt u. diese Verb. werden durch Alaun ausgefällt. Das Wasserglas wird mit sauren Abwässern angerührt u. dann das Harz zugesetzt, wobei der pH-Wert der Suspension auf 6—7 eingeregelt wird. Wenn noch Füllmittel zugegeben werden sollen, so muß das vor dem Zumischen des Harzes geschehen. (N. P. 69277, ausg. 28/5. 1945.)
KALIX. 8021

Hercules Powder Co., übert. von: **Arthur C. Dreshfield**, Wilmington, Del., V. St. A., *Harz für die Leimung von Papier*. Ein Harz wird mit Zusatz von 15—50% Wachs oder wachsähnlichen Stoffen, wie Paraffin, u. 25—50% heißer wss. Alkalisg. unter Druck auf 185—190° erhitzt u. getrocknet. Man erhält ein verseiftes Harz, das durch den Wachs-Zusatz gegen Luftoxydation u. Verstaubung geschützt ist. Man schm. z. B. 20,2 (Teile) G-Gumharz, 10,8 J-Holzharz u. 8,9 Paraffin (F. 58—60°) im Autoklaven bei 149° u. preßt von unten mit 120 lbs./sq. in. Druck eine heiße KOH-Lsg. ein. Dann wird 20 Min. auf 510—175° bei 80—110 lbs./sq. in. Druck erhitzt, das Reaktionsprod. abgelassen u. an der Luft abgekühlt. (A. P. 2 398 699 vom 3/9. 1941, ausg. 16/4. 1946.)
KALIX. 8021

* **Wingfoot Corp.**, übert. von: **Andy J. Seitz**, *Leimung von Papier*. Das Papier wird mit einer 3—10%ig. Lsg. eines Copolymeren von Vinylchlorid u. Vinylidenchlorid in Bzl. behandelt, das Lösungsm. verdampft u. dann eine Nachbehandlung mit einer 20—40%ig. Lsg. von gleicher Zus. ausgeführt. (Can. P. 431 555, ausg. 27/11. 1945.)
KALIX. 8021

Reconstruction Finance Corp., Washington, D. C., übert. von: **Milton O. Schur**, Berlin, N. H., V. St. A., *Streichmasse für Papier*. Die M. besteht aus gekochter Stärke u. 20 bis 80%, vorzugsweise 50% Bentonit u. wird in Mengen von 0,5—5,0% des Papiergewichts aufgetragen. Das Papier soll mit 1½—2% Harz geleimt sein. Man trägt z. B. in der üblichen Weise eine wss. Suspension auf, die 2,25% Bentonit u. 2,25% gekochte Tapiokastärke oder 1,75% Bentonit u. 2,25% gekochte Kartoffelstärke enthält. Dann wird in der üblichen Weise getrocknet u. kalandert. (A. P. 2 371 266 vom 26/6. 1942, ausg. 13/3. 1945.)
KALIX. 8031

Champion Paper and Fibre Co., Hamilton, O., übert. von: **Harold K. Murdoch**, Ashville, N. C., V. St. A., *Streichmasse für Papier*. Bruchreiß wird mitsamt dem beigemischten Unkrautsamen in einer Kugelmühle in Ggw. von W. oder 1%ig. NaOH gemahlen. Wenn dabei die Zeit nicht wesentlich über 2 Stdn. ausgedehnt wird, bleiben die Unkrautschalen unverletzt u. können von dem Reismehlbrei mit Hilfe eines 120-Maschen-Siebs abfiltriert werden. Die M. kann in dieser Form oder mit Zusatz der üblichen mineral. Pigmente, wie Kaolin u. Baryt, auf Papier aufgetragen werden. Zur Erhöhung ihrer Klebkraft ist es zweckmäßig, den Reismehl zu kochen, bis die Stärke etwas verkleistert ist, oder das Papier nach dem Auftragen der M. zu dämpfen. Eine Streichmasse besteht z. B. aus 23 (Gewichtsanteilen) Bruchreismehl, 75 Kaolin u. 25 Kreide. (A. P. 2 365 097 vom 13/8. 1941, ausg. 12/12. 1944.)
KALIX. 8031

* **Saugbrugsforeningen**, übert. von: **Paul L. Bjornstad**, *Streichmasse für Papier*. Geleimtes Papier wird mit einer Suspension der üblichen Füllmittel u. Pigmente in Sulfid- oder Sulfatablauge behandelt, die mit Kalkmilch neutralisiert worden ist u. Bindemittel, wie Casein, Stärke, Leim u. Dextrin, enthält. Farbstoffe können auch in der Weise zugesetzt werden, daß man die Laugen etwas konz. u. dann mit einer Farbstofflsg. mischt. (N. P. 66 648, ausg. 16/8. 1945.)
KALIX. 8031

R. T. Vanderbilt Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: **Wm. L. Craig**, Westport, Conn., V. St. A., *Streichmasse für Papier*. Die Streichmasse besteht aus einer wss. Suspension der üblichen Mineralkomponenten, die außerdem Stärke u. ein Enzym enthält. Das Gemisch wird in neutralem oder schwach alkal. Medium auf 80° erhitzt, bis die Stärke verflüssigt ist. Dann wird das Enzym durch Erhitzen der M. auf 95° zerstört, worauf diese streichfertig ist. Ein solches Gemisch enthält z. B. 100 (lbs.) Kaolin, 25 Maisstärke, 53,5 W., 1,25 Na-Silicat, 0,15 Na-Pyrophosphat u. 0,88 Enzym. Nach diesem Verf. lassen sich Streichmassen mit sehr hohem Geh. an festen Bestandteilen u. trotzdem niedriger Viscosität herstellen. (A. P. 2 394 233 vom 25/7. 1945, ausg. 5/2. 1946.) KALIX. 8031

K-C-M-Co., Dayton, O., übert. von: **Charles R. von de Carr**, Chillicothe, O., V. St. A., *Herstellung von gestrichenem Papier*. Die Papierbahn wird mit 35—38% Feuchtigkeit durch ein gekühltes Walzensyst. mit einem Druck von 700 lbs./sq.in. Berührungsfäche so stark gepreßt, daß ihr Wassergeh. auf 5—10% herabgeht. Dann wird die Streichmasse aufgetragen, wieder gepreßt, anschließend getrocknet u. zum Schluß mit 1230 bis 1430 lbs. auf den laufenden in. kalandriert. — Beschreibung der Vorr., 3 Abbildungen. (A. P. 2 378 113 vom 21/3. 1938, ausg. 12/6. 1945.) KALIX. 8031

* **Stein & Hall Mfg. Co.**, übert. von: **Herbert F. Gardner**, **Clifford R. Swett**, **Jerome P. Strasser** und **Lester W. Michels**, *Fettdichtes Papier*. Der Papiermasse wird vor der Herst. der Papierbahn 15—40% (vom Gewicht der Trockensubstanz) an gelatinierbarer Stärke in ungelatinisiertem Zustande zugesetzt. Nach der Fertigstellung der Papierbahn wird diese so weit erhitzt, daß eine teilweise Verkleisterung der zugegebenen Stärke eintritt, das Papier aber noch etwas feucht bleibt. Dann erfolgt noch ein Zusatz von unverkleisterter Stärke. (Can. P. 430 303, ausg. 25/9. 1945.) KALIX. 8037

Carbide and Carbon Chemicals Co., New York, N. Y., übert. von: **George M. Powell**, South Charleston, und **William H. McKnight**, Charleston, W. Va., V. St. A., *Wasserfestes Papier*. Das Papier wird mit einer Dispersion überzogen, die Copolymer aus Vinylchlorid u. Vinylestern von niedrigmol. Fettsäuren wie Vinylacetat, -propionat oder -butyrat u. α - oder β -Olefinverbb. wie Malein-, Croton-, Citracon-, Itacon-, Chlormalein-, Acryl-, Methacrylsäure oder deren Anhydride in einem Gemisch aus Methyläthylketon, Methylisobutylketon u. hydriertem Erdöl enthält. Außerdem kann noch etwas Wachs zugesetzt werden. Das Mengenverhältnis der Komponenten kann stark variiert werden. Am günstigsten ist ein Verhältnis von 2,3 : 1 für Ketone : Erdöl u. von 10—25% Wachs, berechnet auf die Menge der Polymeren. Diese sollen ein Mol.-Gew. von 5—30000 (berechnet nach STAUDINGER) haben u. mit dem Wachs unmischar sein. Die Dispersion wird als inhomogene Mischung, die über den F. des Wachses erhitzt ist, gegebenenfalls mehrfach auf Papier aufgetragen, wobei jeder Auftrag steigenden Wachsgeh. haben soll. Eine erfindungsgemäße Dispersion enthält z. B.: 14% Copolymer aus 87% Vinylchlorid + 13% Vinylacetat, 14% Copolymer aus 86% Vinylchlorid u. 13% Vinylacetat + 1% Maleinsäure, 3,5% Methoxyäthylacetylricinoleat, 3,5% Trikesylphosphat, 1% Dibutylphthalat, 0,3% Spermacetiawachs, 24,4% Methyläthylketon, 24% Methylisobutylketon u. 14,6% Toluol. (A. P. 2 391 621 vom 17/9. 1943, ausg. 25/12. 1945.) KALIX. 8037

Wingfoot Corp., Wilmington, Del., übert. von: **La Verne E. Cheyney**, Akron, O., V. St. A., *Wasserfestes Papier*. Das Papier wird zuerst mit einer Lsg. eines stark polymerisierten *Vinylchlorid-Copolymeren* mit mindestens 75% Vinylchlorid behandelt, das in arom. KW-stoff unlösl., aber quellbar ist, u. dann mit der Lsg. eines *Vinylidenchlorid-Vinylchlorid-Copolymeren* mit 40—80% Vinylidenchlorid u. 60—20% Vinylchlorid, das in arom. KW-stoffen lösl. ist. Man verwendet z. B. zuerst eine 7% ig. Lsg. eines *Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymeren* mit 95% Vinylchlorid in Äthylenchlorid bei 150° u. dann die Lsg. eines Copolymeren aus 60% Vinylidenchlorid u. 40% Vinylchlorid in Bzl. bei 130°. (A. P. 2 392 972 vom 15/11. 1944, ausg. 15/1. 1946.) KALIX. 8037

* **Hugh E. Anderson**, *Hartpapier*. Man bringt ein Vorkondensat eines synthet. Harzes, z. B. eines *Harnstoff-CH₂O-Harzes*, in pulverförmigem Zustand zwischen Lagen von feuchtem Papier, preßt die M., wodurch das Vorkondensat im W. gelöst u. das Papier von der Lsg. imprägniert wird, u. vervollständigt die Kondensation des Harzes durch Erhitzen. (E. P. 576 201, ausg. 22/3. 1946.) NOUVEL. 8037

Rapinwax Paper Co., übert. von: **Cecil M. Rhodes** und **Harold W. Wendorf**, Minneapolis, Minn., V. St. A., *Papier mit Hartwachsüberzug*. Zur Verminderung der Brüchigkeit von Hartwachs auf dünnem Papier, das zum Einpacken von Nahrungsmitteln, wie Brot, verwendet wird, bringt man die Wachsschicht auf einem Unterzug von *Äthylcellulose* an u. erwärmt das fertige Papier noch einige Zeit, wodurch diese in das Hartwachs hineindiffundiert u. dasselbe etwas elast. macht, ohne daß es dadurch schmierig wird. Die Äthylcellulose wird in einem Gemisch von 20 A. + 80 Toluol gelöst u. in solcher Menge aufgetragen, daß auf 3000 sq.ft. Papier mindestens 0,25 lbs., am besten 0,7 lbs., verbleiben.

Als Hartwachs verwendet man ein Gemisch aus *Carnaubawachs*, Hartparaffin u. ähnlichen Stoffen, z. B. ein solches aus 40 Carnaubawachs, 40 *Albacerwachs* u. 20, „*Bodie-Hoover 121*“. (Albacer enthält Ester aus hydrierten mehrwertigen Alkoholen u. pflanzlichen Ölen, F. 95—97°, u. „*Bodie-Hoover 121*“ Paraffine u. hydrierte Dioxysäuren, F. 161°, VZ. 57, JZ. 9,89.) Die Wachse werden in geschmolzenem Zustand auf die Äthylcelluloseschicht aufgetragen, so daß nach ihrer Erstarrung 3000 sq.ft. Papier 8—30, vorzugsweise 20 lbs., enthalten. (A. P. 2 371 314 vom 14/11. 1941, ausg. 13/3. 1945.) KALIX. 8037

Turnbull Asphalt Co., übert. von: Lloyd A. Bramble, Chicago, Ill., V. St. A., *Dachpappe*. Die Pappe wird mit einem Gemisch aus *Asphalt* (I) u. „*Druckteer*“ (II) verwendet, wie er zur Herst. von Briketts verwendet wird. I soll folgende Konstanten besitzen: F.: 80—110° F (nach der Kugel- oder Ringmeth.), „*Penetration*“ bei 77°F: 80—120 Sek. u. SAYBOLT-Viscosität bei 212° F: 200—500 Sek., II soll ca. folgende Eigg. besitzen: F.: 110—150° F, „*Penetration*“ bei 77°F: 10—30 Sek. u. SAYBOLT-Viscosität bei 325° F: 20—75 Sekunden. I u. II werden im Mengenverhältnis ca. 1:1 zusammengeschnitten u. durch Lufteinblasen in der üblichen Weise „gehärtet“. Das Endprod. soll folgende Konstanten besitzen: F.: 200—300° F, *Penetration* bei 77°F: 10 Sek., SAYBOLT-Viscosität bei 425° F: 75—300, vorzugsweise 100—200. Auf Pappe aufgetragen ist es weder klebrig noch brüchig. (A. P. 2 358 140 vom 22/5. 1939, ausg. 12/9. 1944.) KALIX. 8039

Mauritz Johannes Magnussen, Norwegen, *Verbesserung bei der Sulfatcelluloseherstellung*. Um die von den Diffusoren kommenden Dämpfe von mitgerissenen Fasern u. Lauge zu befreien, werden Abscheider eingebaut, denen die Dämpfe tangential abwärts zugeführt werden. Nach Abgabe der unerwünschten Bestandteile, die gesammelt wieder dem Prozeß zugeführt werden, wird der Dampf zur Wiedergewinnung der Wärme zentral abgeführt. (F. P. 906 119 vom 27/7. 1944, ausg. 24/12. 1945. N. Prior. 5/4. 1943.) SCHINDLER. 8045

Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Deutschland, *Behandlung von Cellulose*. Man behandelt sie (Holz, Späne, Stroh, Kartoffelkraut) mit einer verd. SO₂-Lsg. u. nach Bldg. einer Zuckerlsg. unter Druck mit Lauge. — Man erhitzt im Autoklaven 2 Stdn. 400 kg trockenes Buchenholz mit 1200 Liter 5,3% ig. wss. SO₂ bis 120° u. hält die Temp. 1 Stde., heizt 1¼ Stde. auf 135°. Während des Kochens gibt man 100 Liter 8,5% ig. NaOH zu. Nach 6 Stdn. ist die Einw. beendet. Man erhält in 41% ig. Ausbeute eine sich zur Viscoseherst. gut eignende Cellulose. (F. P. 897 271 vom 16/8. 1943, ausg. 16/3. 1945. D. Prior. 28/10. 1942.) PANKOW. 8045

George H. Tomlinson, Westmount, Queb., Canada, *Sulfatcelluloseverfahren*. Die Schwarzlauge des *Mg-Bisulfid*-Verf. wird mit wiedergewonnenem MgO (s. unten) neutralisiert, auf 45—70% feste Bestandteile konz. u. in einem auf 2100—2400° F (1150—1315°C) erhitzten Gefäß versprüht. Dadurch wird SO₂ abgespalten (u. aufgefangen) u. die übrigen festen Bestandteile werden zu einer hauptsächlich aus MgO bestehenden Asche verbrannt. Diese wird kontinuierlich u. möglichst schnell aus dem Gefäß entfernt, damit das MgO nicht „totgebrannt“ wird. Die Verbrennungsgase werden mit der konz. Lsg. (s. oben) zur Gewinnung der letzten Reste von Asche besprüht. 4 Abbildungen der Apparatur (A. P. 2 385 955 vom 8/4. 1941, ausg. 2/10. 1945.) KALIX. 8045

Soc. Auxiliaire des Industries Cellulosiques, Frankreich, *Gewinnung von Cellulose aus pflanzlichem Fasergut*. Man unterwirft das cellulosehaltige Fasergut vor der HNO₃-Kochung oder auch vor anderen Kochverf. einer Vorhydrolyse mit HNO₃. Dabei geht man so vor, daß man die Hydrolysiersäure kreisförmig bewegt u. mehrfach verwendet, derart, daß man nur einen Teil der rückständigen Kochbrühe der Aufarbeitung zuführt; der andere Teil wird gemischt mit dem ersten Waschwasser verwendet u. zusammen mit diesem einer anderen Kochung zugeführt. Auf diese Weise werden sämtliche Waschwässer nutzbar gemacht, es findet eine Anreicherung an Prodd., wie Essig- u. Oxalsäure, statt, ohne daß eine Steigerung im HNO₃-Geh. der Restlauge eintritt. Auch wird auf solche Weise eine starke Verminderung des bei der Aufbereitung zu verdampfenden Flüssigkeitsvol. erzielt. (F. P. 909 050 vom 18/9. 1944, ausg. 25/4. 1946.) PROBST. 8045

Imperial Chemical Industries Ltd., England, *Herstellung von Celluloseäthern*. Man gewinnt Oxalkylcellulosen u. Salze von Celluloseoxycarbonsäuren, die beide in heißem sowie in kaltem W. lösl., in Methylalkohol u. A. dagegen unlösl. sind, aus dem nach der Verätherung der Cellulose vorliegenden alkal. Reaktionsgemisch, indem man dieses annähernd neutralisiert oder ungenügend ansäuert, z. B. auf einen pH unterhalb 8 bringt, um den Celluloseäther wasserunlösl. zu machen. Hierfür verwendet man eine Säure, die ein Na-Salz bildet, welches in wss. Methylalkohol oder A. leicht lösl. ist, oder man bedient sich eines NH₄-Salzes einer solchen Säure. Wenn das neutralisierte Reaktionsgemisch hinsichtlich des NaCl nicht schon hinreichend verd. ist, wird es durch Zusatz von W. in diesen Zustand versetzt. Alle diese Vorgänge werden bei Ggw. von hinreichenden Mengen Alkohol ausgeführt, um die Faserform des Celluloseäthers aufrechtzuerhalten. Schließ-

lich wird der Flüssigkeitsgeh. des Gemisches durch Abpressen verringert u. der faserige Rückstand gereinigt, indem abwechselnd wss. Alkohol zugesetzt u. abgepreßt wird. Dabei wird die Alkoholmenge so hoch gewählt, daß die ausgepreßte Fl. hinsichtlich NaCl nicht gesätt. ist, daß aber trotzdem die Faserform des Celluloseäthers erhalten bleibt. Zum Neutralisieren verwendet man vorzugsweise anorgan. oder organ. Säuren (oder ihre NH₄-Salze), deren Na-Salze in wss. Alkohol leichter lösl. sind als NaCl, z. B. HNO₃, Essig-, Propion-, Chloressig-, Ameisen-, Citronen-, Wein- u. Oxalsäure, Phthalsäureanhydrid (oder die betreffenden NH₄-Salze). Ganz bes. brauchbar sind Säuren mit einer Dissoziationskonstanten, die unterhalb derjenigen der Celluloseoxycarbonsäure, z. B. unterhalb $5 \cdot 10^{-5}$, liegt, weil in diesem Falle nicht so sehr auf strenge Einhaltung der Neutralität geachtet zu werden braucht. Man kann den Neutralisationsvorgang auch in 2 Stufen durchführen, indem man das Reaktionsgemisch zunächst mit einer starken Säure, wie HNO₃, von der alkal. Seite her bis in Nähe des Neutralitätspunktes bringt u. hierauf mit einer Säure mit einer DE. unterhalb der der Cellulosecarbonsäure weiter neutralisiert bzw. schwach ansäuert. (F. P. 910 927 vom 18/5. 1945, ausg. 24/6. 1946. E. Prior. 11/12. 1940.)

PROBST. 8047

Imperial Chemical Industries Ltd., England, Gewinnung von wasserlöslichen Salzen wasserunlöslicher Celluloseäther. Für die Gewinnung geht man aus von faserigen Reaktionsprodd. der Verätherung von Cellulose mit dem Salz einer Halogenfettsäure in Ggw. einer wss. Lsg. oder teilweise wss. Lsg. eines Alkalimetallhydroxydes, z. B. von dem Prod., welches aus Cellulose, Natriumchloracetat u. wss. oder alkoh. Natronlauge entsteht. Mischt man das Reaktionsgemisch der alkal. Verätherung, welches aus einem wasserlösl. Alkalisalz einer wasserunlösl. Celluloseoxyfettsäure (I) in Faserform besteht, mit dem Überschuß einer Säure (H₂SO₄, HNO₃, H₃PO₄ u. HCl), die geeignet ist, die I in Freiheit zu setzen, ohne dabei so konz. zu sein u. in solcher Menge angewendet zu werden, daß sie während des Zusetzens die Faserform der I zerstört, so bleibt die Faserform auch erhalten, wenn das Gemisch schließlich stark mit W. verd. wird. Auf diese Weise kann man alle unerwünschten Salze u. den Säureüberschuß mittels W. entfernen. Nach dem Verdünnen mit W. wird abgepreßt u. zentrifugiert, hierauf erneut mit W. gemischt u. wieder davon getrennt, was so lange fortgesetzt wird, bis Acidität u. Geh. an unerwünschten Salzen auf ein Minimum red. sind. Der Zustand der Faserform erleichtert die Herst. der entsprechenden wasserlösl. Salze, z. B. Na-, K-, NH₄-, Li- u. Mg-Salze. Man erhält diese durch Vermischen der faserförmigen I mit der geeigneten Base oder mit dem Salz einer flüchtigen Säure, die durch I in Ggw. der hinreichenden Menge einer flüchtigen, mit W. mischbaren, den Celluloseäther nicht lösenden organ. Fl. in Freiheit gesetzt wird. (F. P. 910 928 vom 18/5. 1945, ausg. 24/6. 1946. E. Prior. 20/12. 1940.) PROBST. 8047

Schering A. G., Deutschland, Herstellung von „primären“ Celluloseestern in heterogenem Medium, dad. gek., daß man die Veresterung abbricht, wenn der entstehende Ester in seinem spezif. Lösungsm. in starker Verdünnung lösl. geworden ist, aber Lsgg. ergibt, die für eine prakt. Verwendung zu viscos sind. Die Ester haben eine Viscosität von mehr als 1000 cP in 6%ig. Lsg. (g/cm³) bei 20°. Sie eignen sich daher nicht für Zwecke, die eine Auflösung erfordern, zeichnen sich dagegen bei der direkten Verwendung als Fasern, Gewebe, Papier usw. durch hohes Isolierungsvermögen gegenüber Elektrizität, Wärme u. Kälte, Wasserbeständigkeit, Wasserabsorptionsvermögen usw. aus. Als Ausgangsstoffe eignen sich Textilien, Papier, Baumwolle, Linters, Holz- u. Strohzellstoff usw. Dabei müssen nicht alle 3 Oxygruppen des Cellulosemol. frei sein, sondern können teilweise durch andere Reste, z. B. Äther- oder Nitrogruppen, substituiert sein. Die Veresterung kann auch an Mischfasern erfolgen; sie wird in Ggw. von die Aufslg. verhindernden Stoffen, wie KW-stoffen, Estern, Äthern, CH₂Cl₂, Chlf. usw. vorgenommen. Man unterbricht sie durch Neutralisierung des Katalysators. Papier u. dgl. kann im kontinuierlichen Durchgang durch das Bad verestert werden. (F. P. 898 816 vom 12/10. 1943, ausg. 8/5. 1945. D. Prior. 13/10. 1942.)

DONLE. 8047

* **American Cyanamid Co.,** übert. von: **Harold W. Stiegler, Celluloseacetatlösungen.** Celluloseacetat oder celluloseacetathaltiges Material wird in einer Lsg. von *Cyanamid* oder niedrigmol. *Dialkylcyanamiden* gelöst. Eine solche Lsg. eignet sich bes. zum Gießen von Filmen u. auch zum Verspinnen. (Can. P. 430 759, ausg. 23/10. 1945.) KALIX. 8047

Eastman Kodak Co., übert. von: **Carl J. Malm, Rochester, N. Y., V. St. A., Herstellung von hochviscoser Acetylcellulose** in einem Acylierungsgefäß, welches noch einen Teil eines Reaktionsgemisches von einer vorangegangenen Charge enthält. Dieses Restgut wird mit einer Fl. behandelt, welche frei von Mineralsäure ist u. welche eine niedere Fettsäurelsg. eines Neutralisationsmittels enthält, welches mit H₂SO₄ eine in Eisessig unlösl. Verb. bildet. Solche Verb. ist z. B. Mg- oder Ca-Acetat oder eine Substanz, welche mit Essigsäure Acetate bildet. — Das aus dem Veresterungsgefäß kommende Reaktionsgemisch

wird mit einem Gemisch aus 1200 lbs. Essigsäure u. 800 lbs. Propionsäure oder Buttersäure oder Gemischen davon, welches 0,25 lbs. MgCO₃ enthält, verrührt. Nach dem Ablassen der Lsg. bleiben in dem Gefäß 25—50 lbs. an den Wandungen haften. Das in dieser Rückstandsmenge enthaltene MgCO₃ ist ausreichend, um die H₂SO₄ zu neutralisieren. In diese M. werden 400 lbs. Cellulose eingetragen u. mit dem Gemisch durchtränkt u. 4 Stdn. bei 100° F (38°C) einwirken gelassen. Anschließend wird die Cellulose nach bekanntem Verf. verestert. (A. P. 2 318 573 vom 12/10. 1939, ausg. 4/5. 1943.) F. MÜLLER. 8047

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Ausfällung von Cellulosederivaten aus ihren Lösungen*. Die Ausfällung von Cellulosederiv. aus ihren Lsgg., die neben einem oder mehreren Lösungsmitteln mit höherem Kp. ein oder mehrere Lösungsmittel mit niedrigem Kp. enthalten (z. B. Cellulosetriacetatlsgg., die als Lösungsmittel Essigsäure u. Methylchlorid enthalten) führt man so durch, daß man die Lsg. des Cellulosederiv. in feinem Strahl durch einen Luftraum in das Fällungsbad eintreten läßt, wobei die Lsg. des Cellulosederiv. vorher so erhitzt wird, daß das Lösungsm. oder die leicht flüchtigen Anteile des Lösungsm. ganz oder teilweise vor dem Eintritt in das Bad verdampfen. Dieses Bad u. die zur weiteren Behandlung erforderlichen Lsgg. werden nun ausschließlich im Gegensatz zum Hauptpatent nur mit dest. W. hergestellt. Man erhält dadurch feinst verteilte Cellulosederiv., die sich gut verarbeiten lassen, von aus gewöhnlichem W. stammenden Verunreinigungen frei sind, damit einen geringeren Aschegeh. aufweisen u. somit z. B. bessere elektr. Eig. zeigen. (F. P. 52 849 vom 23/4. 1943, ausg. 10/8. 1945. D. Prior. 6/5. 1942. Zusatz zu F. P. 876 267; C. 1943. I. 1633.) ROICK. 8047

Sichel-Werke Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung wasserlöslicher Cellulosederivate* (aus Oxycellulose, Hydratcellulose, Viscose). Man erhitzt NH₄-Salze von Celluloseäther-carbonsäuren kurz auf über 100°, bis sie schwach saure Rk. zeigen; vermutlich bildet sich ein *Celluloseglykolsäureamid*. Man kann trocken oder in Ggw. von W. erhitzen. — Man stellt aus Alkalicellulose u. Monochloressigsäure das Na-Celluloseglykolat dar, das durch Fällen mit Säuren oder sauren Salzen in die Glykolsäure übergeführt wird. Man wäscht, gibt überschüssiges NH₃ zu u. läßt die M. auf einer 120° heißen Zylinderoberfläche in dünner Schicht trocknen. Eventuell kann das Trocknen unter Druck, z. B. zwischen rotierenden Walzen, erfolgen (4 Sek., 2000 kg/qcm). Das Prod. zeigt pH 4,5. Es ist in saurer wss. Lsg. lösl. u. dient als *Klebstoff*, auch zusammen mit anderen Klebstoffen, wie Stärke, Gummi arabicum, zum Kleben von Tapeten, als Verdickungsmittel für Zeugdruck, bes. mit sauren Beizefarbstoffen, als Verdickungsmittel für organ. Säuren enthaltende Nahrungsmittel. (F. P. 895 728 vom 19/6. 1943, ausg. 1/2. 1945. D. Prior. 1/4. 1941.) PANKOW. 8047

—, *Verfahren zur Herstellung pigmentierter Cellulosederivatmassen*, bes. *Überzugsmassen*, durch Zusatz von Pigmenten zu Cellulosederivatlsgg., Kneten der Mischung u. gegebenenfalls anschließende Zugabe von Lösungs- u. Weichmachungsmitteln, Harzen bzw. weiteren Mengen der Cellulosederivatlsgg., dad. gek., daß man fl. Cellulosederivatlsgg. so viel Pigment zusetzt, daß die sich ergebende M. der mechan. Bearbeitung den größtmöglichen, durch den höchsten Temperaturanstieg erkennbaren Widerstand bietet, u. anschließend die M. verknetet. Durch dieses Verf. wird eine bes. wirksame Dispergierung der Pigmente in einer verhältnismäßig kurzen Zeit erreicht. Der Punkt, in dem die M. der mechan. Bearbeitung den größtmöglichen Widerstand bietet, wird durch Vorvers. festgestellt. — Eine M. aus 8 (Teilen) Nitrocellulose (Viscosität 16 Sek.), 46 Äthylacetat, 17 Butylacetat, 12 A. u. 17 Toluol wird in einer Knetmaschine mit 600 Zn-Oxyd vermischt u. in dieser Konsistenz geknetet. (D. R. P. 748 630 Kl. 22h vom 22/2. 1936, ausg. 17/11. 1944. A. Prior. 23/2. 1935.) SCHWECHTEN. 8047

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: **Wm. R. Schmitz jr.**, Richmond, Va., V. St. A., *Kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Cellulosexanthogenat*. Alkalicellulose wird in mindestens der 4fachen, vorzugsweise der 6—10fachen Menge CS₂ von 45—110° suspendiert. Dabei erfolgt innerhalb von 20 Min. eine vollständige Umsetzung zu Xanthogenat. Die Suspension wird auf 15—30° abgekühlt, die Hauptmenge des CS₂ entfernt u. das Xanthogenat in NaOH gelöst. Dann wird das restliche CS₂ im Vakuum abdestilliert. (A. P. 2 364 392 vom 17/10. 1942, ausg. 5/12. 1944.) KALIX. 8049

Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Deutschland, *Verminderung des Quellungsvermögens von Textilien auf Cellulosehydratbasis*, z. B. Viscosezelluloseflocken, durch Behandlung mit Formaldehyd (I) u. anschließende Spülung mit W., dad. gek., daß die Spüfl. einen I-Geh. von mehr als 2 g/Liter u. vorzugsweise von 5—6 g/Liter hat. Der Spüfl. u./oder der Formolisierungsl. können Aktivierungsmitt. elzugesetzt werden. — Beispiel. (F. P. 893 982 vom 25/3. 1943, ausg. 11/12. 1944. D. Prior. 4/4. 1942.) DONLE. 8049

* **Rudolf Signer**, *Verspinnen von Eiweißlösungen*. Das Reißen der Fäden während des Spinnens kann man durch Zusatz von geringen Mengen von Farbstoffen der Acridinreihe

zu den konz. Eiweiß enthaltenden Spinnlsgg. verhindern. Für diesen Zweck bes. brauchbare Farbstoffe sind 2-Äthoxy-6.9-diaminoacridinlactat, 10-Methyl-3.6-diaminoacridin-HCl, 2.8-Diaminoacridin-HCl u. 10-Methyl-3-amino-9-(4-aminophenyl)-acridin-HCl. (E. P. 571 518, ausg. 28/8. 1945.) RAETZ. 8053

Atlantic Research Associates Inc., übert. von: **Francis C. Atwood**, Newtonville, und **William Paterek**, Brighton, Mass., V. St. A., *Caseingewinnung*. Zur Gewinnung von Casein mit niedrigem Aschengeh., das sich klar u. ohne Schaumbldg. löst u. bes. zur Herst. von synthet. Fasern geeignet ist, vereinigt man die Vorteile der Lab.- u. Säurefällung, indem man zunächst bei 75—85° F (24—29°C) das Enzym zusetzt u. das Gemisch stehen läßt, bis sich der Nd. stark zusammengeballt hat. Nachdem die überstehende Lsg. klar geworden u. damit die Ausfällung beendet ist, wird HCl, H₂SO₄ oder Milchsäure zugesetzt, bis die Fl. einen p_H-Wert nicht unter 4 u. nicht über dem isoelekt. Punkt des Caseins, vorzugsweise einen solchen von 4,60—4,65 angenommen hat. Das Gemisch wird gut durchgerührt, der Nd. säurefrei gewaschen u. getrocknet, wobei die Anfangstemp. 125° F (52°C), die Endtemp. nicht über 175° F (79°C) betragen soll. (A. P. 2 320 165 vom 7/3. 1939, ausg. 25/5. 1943.) KALIX. 8053

* **Rudolf Signer**, *Verbesserungen beim Trockenspinnen von wässrigen Caseinlösungen*. Die Temperaturspanne, innerhalb welcher alkal. Caseinmassen verspinbar sind, kann beträchtlich erweitert werden durch Zusatz von ca. 1% (auf den Caseintrockengeh. in der Spinnmasse berechnet) Ölsäure oder einer seifenartigen Verb., die das Oleylradikal an die alkal. Caseinspinnmasse gebunden enthält. (E. P. 571 468, ausg. 27/8. 1945.) RAETZ. 8053

XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

Miguel Cardelús, *Die Schwefelgewinnung aus Kokereigas*. Überblick: H₂S-Entfernung mit Fe(OH)₃ oder durch Teilverbrennung unter Verwendung von akt. Kohle als Katalysator; Katsulf.-Verfahren. (Afinidad 20. 97—101. Mai/Juni 1943.) R. K. MÜLLER. 8172

E. B. Maxted und **Arthur Marsden**, *Die katalytische Entfernung von organischen Schwefelverbindungen aus Kohlen gas mit Metallthiomolybdaten*. An Kobaltthiomolybdat als Katalysator wurde der Einfl. der Reaktionstemp. (450—510°) u. der Raumgeschwindigkeit (360—1700) untersucht. Im Dauervers. wurden zwar etwas höhere Schwefelrestwerte erhalten als mit frischem Katalysator, jedoch stabilisiert sich die Wrkg. nach einer Anlaufzeit (Versuchsdauer: 39 Tage). Der organ. Gasschwefel wird in den leicht entfernbaren H₂S umgewandelt. Die Zus. des Gases wird sonst prakt. nicht beeinflusst. (J. Soc. chem. Ind. 65. 51—52. Febr. 1946. Bristol.) F. SCHUSTER. 8172

E. H. M. Badger, *Teerabscheidung aus Kohlen gas*. Die Teerabscheidung wird wesentlich bestimmt durch die Nachkühlung hinter den Turbo-Exhaustoren. Bei guter Kühlung erzielt man mit nachgeschalteten LIVESEY-Wäschern oder PELOUZE-App. eine weitgehende Abscheidung der Teernebel. Die kleineren trockenen Teilchen werden jedoch nicht beeinflusst. (J. Soc. chem. Ind. 65. 168—69. Juni 1946.) F. SCHUSTER. 8176

Davies Read jr. und **Gustav Egloff**, *Naturgas und Rohöl aus dem Turner-Tal, ein Problem der Aufbereitung und Verfeinerung*. Das Turner-Tal in Alberta, Canada, enthält außerordentlich große Vorkk. an wertvollem Rohöl u. Erdgas. Die Produktion im Jahre 1940 betrug ca. 1,3 Millionen cbm Rohöl u. 1000 Millionen cbm Erdgas. 2,8 cbm Naturgas liefern 55 Liter Naturbzn. vom Dampfdruck (REID) = 1,4 ata, das 18 Gewichts-% Butan, 34% Isopentane, 11% n-Pentane u. 36% Hexane u. höhere KW-stoffe enthält. Sein Siedebereich liegt zwischen 19 u. 147°. Vff. empfehlen die Verarbeitung dieses hochwertigen Bzn. zu Kraftstoffen mit hoher Octanzahl (95—100) auf mehreren Wegen, z. B. 1. katalyt. Dehydrierung der Butane mit anschließender selektiver Polymerisation u. Hydrierung, oder 2. Abtrennung der Butane, katalyt. Dehydrierung des n-Butans u. Alkylierung des Isobutans mit den entstandenen Olefinen, oder 3. durch Spaltreaktionen. — Ausführliche Beschreibung der Verarbeitungsmöglichkeiten u. 12 Zahlentafeln (Analysebefunde). (Oil Gas J. 9. 142—47. 27/3. 1941. Universal Oil Products Co.) ECKSTEIN. 8190

Frank Briggs, *Neuzeitliche Bohrungsuntersuchungen*. Grundlagen der Theorie u. Praxis der Ölförderung durch Pumpen. Berechnung der erforderlichen Pumpenleistungen u. -dimensionen; Typen der Meßgeräte für die Kräfte u. Leistungen im Pumpengestänge; eingehende Diskussion der Leistungsdiagramme u. der Maßnahmen zur Erreichung möglichst ausgeglichener Belastungskurven. (Oil Weekly 99. Nr. 5. 15—18. 42. 44. 7/10. Nr. 6. 26. 28. 30. 32. 33. 35—36. 14/10. Nr. 7. 29. 32. 34. 35. 38. 40. 42. 44. 46—49. 21/10. Nr. 8. 26. 28. 30. 32. 35—38. 40. 41. 28/10. 1940.) LECKE. 8190

J. B. Stone und **D. G. Hefley**, *Grundlagen der Säurebehandlung von Kalkstein und Dolomit*. Am vorteilhaftesten ist zur Säurebehandlung ca. 15%ig. HCl, die Inhibitoren zum Schutz der Verrohrung enthält. Trotz der höheren Temp. bleibt in tiefen Bohrlöchern

die entwickelte CO₂ gelöst, die Rk. verlangsamt sich durch den Druck nicht unerheblich, doch wird dieser Einfl. durch die höhere Temp. u. die Temperatursteigerung prakt. bedeutungslos. (Oil Weekly 99, Nr. 10. 32. 36. 38. 40. 42—44. 11/11. 1940.) LECKE. 8190

W. G. Wilson, *Die Kenntnis des Bodenwiderstandes erleichtert Korrosionsuntersuchungen*. Die elektr. Leitfähigkeit ist zwar kein direktes Maß für die Aggressivität von Böden, pflegt ihr aber doch parallel zu gehen. Beschreibung der Methodik der Widerstandsmessung in Böden mittels Sonden u. in einer Zelle für kleine Bodenproben. Von besonderer Bedeutung ist die Feststellung der Verteilung der Leitfähigkeit im Boden, damit bes. gut leitende Schichten umgangen werden können. (Oil Weekly 100, Nr. 2. 40. 42. 44. 46. 48. 50. 16/12. 1940.) LECKE. 8190

Benjamin C. Craft und **R. F. Nichols**, *Entfernung von Paraffinanreicherungen im Universitäts-Erdölfeld*. Beschreibung u. Abb. einer verbesserten Ring-Schneidevorr., mit der festes Paraffin aus den Förderleitungen der Ölquellen in erheblich kürzerer Zeit entfernt werden kann als bisher. Sie beruht auf der kombinierten Verwendung von Stahlkratzbürsten u. Messern. Einzelheiten im Original. (Oil Gas J. 41. 124—26. 6/5. 1943. Louisiana State Univ. u. Baton Rouge, La.) ECKSTEIN. 8190

Standard Oil Development Co. und Julius P. Bilisoly, V. St. A., *Synthese von Kohlenwasserstoffen* nach dem FISCHER-TROPSCH-Verf. unter Anwendung der Fluidifikationstechnik. Die Katalysatoren werden z. B. folgendermaßen hergestellt: Man tränkt ein gallertartiges Siliciumoxydhydrat (D. des trockenen Gels z. B. 0,53) mit solchen Mengen an wss. Lsgg. von Co- u. Th-Nitrat, daß das Gel nach Entfernung der darüber stehenden Fl. 25% Co u. 5% Th enthält, trocknet die M. bei 100°, zers. die Nitrate zu den Oxyden durch 24 std. Erhitzen auf 216°, formt Pillen von 3,17 mm Durchmesser, erhitzt sie in einem Reduktionsofen u. in einem N₂-Strom auf 343—371°, verdrängt N₂ durch H₂ u. läßt diesen während 4 Stdn. bei der genannten Temp. mit einer Geschwindigkeit von 5000 Voll. pro Vol. Katalysator u. Stde. einströmen u. zerkleinert das Prod. zu einem feinen Pulver. Den Lsgg. der Nitrate kann man, um diese in Carbonate überzuführen, ein wasserlösl. Carbonat zufügen. Die D. des Katalysators beträgt während der Rk. z. B. 0,16—0,56. — Die KW-stoff-Synth. erfolgt z. B. zwischen 163 u. 289°. — An Stelle von Th ein anderes Hydrierungsmetall der 8. Gruppe des Period. Syst., an Stelle von Th ein anderes Metall, das ein schwer reduzierbares Metall liefert, treten. (F. P. 912 575 vom 17/7. 1945, ausg. 13/8. 1946. A. Prior. 25/7. 1944.) DONLE. 8185

Standard Oil Development Co. und Cecil L. Brown, V. St. A., *Synthese von flüssigen Kohlenwasserstoffen nach dem Fischer-Tropsch-Verfahren*. Zur Herst. des Katalysators wird eine bentonitartige Tonerde (Cheto- oder Chisholmbentonit) in wss. Suspension mit einem wasserlösl. Salz eines reduzierenden Metalls der 8. Gruppe des period. Syst. u. einem wasserlösl. Salz eines Metalls, das ein schwer reduzierbares Oxyd bildet, imprägniert, bis eben zur Umwandlung der Salze in die Oxyde erhitzt u. dann das Oxyd des Metalls der 8. Gruppe zum freien Metall reduziert. Man kann der gemischten Salzlsg. ein alkal. Carbonat zufügen, um die Salze wenigstens teilweise in die Carbonate überzuführen, die Suspension filtrieren, den Bentonit trocknen, calcinieren u. dann das Metalloxyd der 8. Gruppe hydrieren. Der Bentonit wird zweckmäßig zuvor mit H₂SO₄ aktiviert u. dann mit einer F-haltigen Mineralsäure behandelt (gasförmiger oder wss. HF). — Z. B. wird „Filtrol“ (mit H₂SO₄ behandelter Bentonit) der Einw. von HF ausgesetzt, auf eine mittlere Teilchengröße von 50 μ zerkleinert, zu einer wss. Lsg. von Co-Nitrat, Th-Nitrat u. Ni-Nitrat von einer solchen Konz. gegeben, daß der fertige Katalysator 32% Co, 5% Th u. 0,37% Ni enthält, das Gemisch mit einer zur Umwandlung der Hauptmenge der Nitrate in Carbonate ausreichenden Menge Na₂CO₃ versetzt, von der Fl. befreit, 8 Stdn. bei 260° calciniert, in Kügelchen von 3,15 mm Durchmesser übergeführt, im N₂-Strom auf 343 bis 482° erhitzt u. dann bei dieser Temp. 4 Stdn. mit H₂ (5000 Voll. pro Stde. u. Vol.) behandelt. D. des Prod. 0,95. — Über 100 ccm dieses Katalysators leitet man ein Gemisch von CO u. H₂ (Mengenverhältnis 1:2) 185 Stdn. lang bei 200° mit einer Geschwindigkeit von 400 Voll. pro Stde. u. Vol. Ausbeute: 142 ccm fl. KW-stoffe pro cbm Gasgemisch (n. Temp. u. n. Druck). (F. P. 914 125 vom 7/9. 1945, ausg. 30/9. 1946. A. Prior. 13/6. 1944.) DONLE. 8185

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Katalysatoren für die CO-Hydrierung*. Metall. Fe, Co oder Ni enthaltende Katalysatoren, die mit H₂ red. wurden, werden dadurch mit einer dünnen u. fest anhaftenden Schicht von Cu, Ag oder Au überzogen, daß man auf sie verd. wss. Lsgg. von Salzen dieser Metalle [z. B. auf einen Fe-Katalysator eine 2%ig. Cu(NO₃)₂-Lsg.] einwirken läßt, sie dann mit W. wäscht u. rocknet. Rußbildg. wird bei Verwendung solcher Katalysatoren vermieden. — Beispiele. F. P. 906 299 vom 4/8. 1944, ausg. 28/12. 1945. D. Prior. 23/10. 1939.) DONLE. 8185

Micafil S. A. Ateliers d'Isolation Électrique et d'Installation de Bobinage, Schweiz, *Vorrichtung zum Trocknen und Entgasen von Öl*. Das erhitzte Öl wird in einem evakuierten Behälter durch Leitwände so geführt, daß es beim Durchgang durch den Behälter mehrmals an die Oberfläche steigen muß. Dadurch, daß gleichzeitig auf diese Oberfläche Öl in mehreren Strahlen unter Druck aufgesprüht wird, wird eine Emulsion erzeugt, die in dem Behälter hochsteigt u. von W. u. Gas befreit wird. Zwei solche Vorr. können hintereinander geschaltet werden, wobei die erste unter geringerem u. die zweite unter erhöhtem Vakuum arbeitet. — Zeichnung. (F. P. 903 313 vom 12/4. 1944, ausg. 29/9. 1945. Schwz. Prior. 22/1. 1943.) DONLE. 8193

Socony Vacuum Oil Co., V. St. A., Entschwefelung von natürlichen und gecrackten Mineralölen. Zur Herst. von mercaptanfreien fl. Brennstoffen unter Wiedergewinnung des Entschwefelungsmittels werden die S-haltigen natürlichen oder gecrackten KW-stoffe mit Alkalihydroxyden in Ggw. einer kleinen Menge von Polyoxybenzolen oder Polyoxybenzocarbonsäuren behandelt u. das Gemisch durch Einblasen von Luft oder O₂ bei n. Temp. regeneriert, wobei die Mercaptane bis auf einen Rest von 0,2—0,3% in Bisulfite umgewandelt werden. Der Zusatz zum Alkali beträgt vorzugsweise 1—3% Tannin, die Konz. der Alkalilsg. 10—45% NaOH oder KOH. An Stelle von reinem Tannin können auch tanninhaltige Pflanzenextrakte mit dem gleichen Erfolg verwendet werden, Unterschiede bestehen nur in der Reaktionsgeschwindigkeit, das gleiche gilt für die Anwendung von *Brenzcatechin*, *Pyrogallol*, *Phloroglucin*, *Phloroglucon*, *Gallussäure* usw. (F. P. 913 349 vom 13/8. 1945, ausg. 4/9. 1946. A. Priorr. 28/10. 1942 u. 11/6. 1943.) KALIX. 8199

Deutsche Erdöl-Akt.-Ges., Deutschland, *Abtrennung von neutralen sauerstoffhaltigen Verbindungen, wie Ketonen und Alkoholen*, bes. solchen mit niedrigem Kp., aus Gemischen mit KW-stoffen, z. B. Leichtölen, Benzin u. ähnlichen Mineralöl- u. Teerfraktionen. Man wäscht die Gemische mit W., extrahiert die sauerstoffhaltigen Verb. mit einem prakt. wasserunlös. Lösungsm. von geeignetem Kp., wie Monochlorbenzol, gegebenenfalls unter Zufügung von Hilfslösungsmitteln, wie Anilin, aus der wss. Lsg. u. zerlegt diese durch Destillation. — Beispiel für die Aufarbeitung eines aus den Destillationsprodd. von Lignit gewonnenen Leichtöls. — Vorrichtung. (F. P. 894 027 vom 15/4. 1943, ausg. 12/12. 1944. D. Priorr. 15/10. u. 23/12. 1941.) DONLE. 8199

* **International Catalytic Oil Processes Corp.**, *Katalytische Umwandlung von Kohlenwasserstoffen*. Hochsd. KW-stoffe werden in niedriger sd. Verb. in Ggw. von Katalysatoren umgewandelt, deren Teilchen eine Größe besitzen, daß weniger als 70% durch ein 325-Maschen-Sieb gehen, während wenigstens 70% der Teilchen eine Größe zwischen 20 u. 200 μ besitzen, u. die Menge der Teilchen, die kleiner als 20 μ sind, weniger als 10% beträgt. Die Prodd. sind Motortreibstoffe. (E. P. 557 687, ausg. 1/12. 1943.) SCHWECHTEN. 8201

Standard Oil Development Co., übert. von: **Edwin J. Gohr**, V. St. A., *Katalytische Umwandlung von Kohlenwasserstoffen*. Diese werden in Dampfform mit einem fein verteilten Katalysator gemischt, u. das Gemisch wird in die Reaktionszone geleitet, wo die Umsetzung stattfindet. Nach ihrer Beendigung wird der Katalysator, welcher von kohli- gen Stoffen begleitet ist, aus der Reaktionszone entfernt u. mit einem fl. Brennstoff gemischt u. in einem Regenerator in Ggw. eines Regeneriergases abgebrannt u. regeneriert. Der zu behandelnde KW-stoff wird durch indirekten Wärmeaustausch mittels der heißen Gase aus der Regenerierzone vorgewärmt u. danach mit dem aus dem Regenerierofen kommenden heißen Katalysator vereinigt. — Das Verf. ist bes. zur Umwandlung von schweren KW-stoffen in leichte geeignet. (F. P. 913 755 vom 28/8. 1945, ausg. 19/9. 1946. A. Prior. 27/12. 1941.) F. MÜLLER. 8201

Standard Oil Development Co., übert. von: **Charles E. Hemminger**, V. St. A., *Katalytische Umwandlung von Kohlenwasserstoffen* in der Dampfphase, wobei der Katalysator mit den Dämpfen in eine Suspension übergeführt u. während der Umwandlung dabei gehalten wird. Das aus der Reaktionszone abgezogene Reaktionsgemisch wird von dem größten Teil des Katalysators durch Abschleudern getrennt, worauf durch stufenweises Abkühlen ein Teil der dampfförmigen Prodd. verflüssigt wird. Dabei werden mehrere Fraktionen von kondensierten KW-stoffen gewonnen. — Die aus der Trennzone kommenden u. von dem größten Teil des Katalysators befreiten Dämpfe besitzen ca. 45%. Sie werden in der ersten Fraktionierung auf 315° abgekühlt. — Zeichnung. (F. P. 914 023 vom 4/9. 1945, ausg. 26/9. 1946. A. Prior. 30/12. 1939.) F. MÜLLER. 8201

Universal Oil Products Co., Chicago, übert. von: **Ralph B. Thompson** und **Joseph A. Chenicek**, Riverside, Ill., V. St. A., *Kombiniertes Verfahren zur Herstellung von flüssigen verzweigten Kohlenwasserstoffen* durch Isomerisieren eines n. Paraffin-KW-stoffes zu dem entsprechenden Isoparaffin, z. B. von n-Butan zu Isobutan, u. durch anschließende Alkylierung des Isoparaffins mit Äthylen, z. B. von Isobutan mit Äthylen unter Bldg. von

2.3-Dimethylbutan, welches bes. wertvoll als Fliegergasolin ist. — Für die Isomerisierung unter Verwendung eines AlCl_3 -Katalysators kommen außer n-Butan bes. n-Pentan u. n-Hexan in Betracht. Als Reaktionsbeschleuniger dient hierbei Chloräthyl. Bei der Alkylierung werden AlCl_3 u. HCl als Katalysator verwandt. — 2 Blatt Zeichnungen. (A. P. 2 397 820 vom 5/11. 1943, ausg. 2/4. 1946.) F. MÜLLER. 8201

* Standard Oil Development Co., Isomerisierung und Alkylierung von Kohlenwasserstoffen. Ein Gemisch von n. Paraffinen wird vor dem Eintritt in das Isomerisierungsgefäß durch Berührung mit H_2SO_4 von Olefinen u. Feuchtigkeit befreit. Die H_2SO_4 soll nicht schwächer als 98%ig. u. nach Absorption der Olefine nicht schwächer als 96%ig. sein. Die erschöpfte Säure u. die isomerisierten KW-stoffe werden im gleichen Arbeitsgang zur Kondensation der Olefine u. der Isoparaffine benutzt. (E. P. 575 797, ausg. 6/3. 1946.) NOUVEL. 8201

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: Raphael Rosen, Elizabeth, N. J., V. St. A., Katalytische Alkylierung von Isoparaffinkohlenwasserstoffen mit Olefinen in Ggw. von AlCl_3 als Katalysator, welches in einem organ. Lösungsm., wie Nitrobenzol, Nitrocyclohexan oder Äthylchlorid, gelöst ist. — Man geht aus von Isoparaffinen, welche ein tert. C-Atom enthalten, z. B. von Isobutan oder Isopentan. Als olefin. Reaktionsteilnehmer sind z. B. genannt Propylen, n-Butylen, Isobutylen, Trimethyläthylen, die isomeren Pentene. — Als Katalysator verwendet man z. B. eine 4—5%ig. Lsg. von AlCl_3 in Chloräthyl, welche mit HCl gesätt. worden ist. Mit diesem Katalysator wird Isopentan mit Diisobutylen im Verhältnis 3 : 1 bei 70° F (21° C) alkyliert. — Zeichnung. (A. P. 2 363 264 vom 2/7. 1941, ausg. 21/11. 1944.) F. MÜLLER. 8201

N. V. Internationale Hydrogeneeringsocetrooien Mij. (International Hydrogenation Patents Co.), Holland, und Charles Edward Hemminger, Hydrierung von organischen Verbindungen, besonders von olefinhaltigen Kohlenwasserstoffölen. Die Ausgangsstoffe werden in Gasform zusammen mit der erforderlichen Menge H_2 im aufsteigenden Strom durch eine Reaktionszone geleitet, die eine feste, feinpulverige Katalysatormasse enthält, u. die Geschwindigkeit des Gasstromes so bemessen, daß die Katalysatormasse sich auf dem Grunde der Kammer als dichte, gewissermaßen fl., durch den Gasstrom durcheinander gewirbelte Schicht befindet. Der Wärmeaustausch erfolgt u. a. dadurch, daß die Gase bei einer weit unterhalb der Reaktionstemp. liegenden Temp. zugeführt werden. Über der Katalysatorschicht soll sich ein freier Raum von beträchtlicher Höhe (1,5—4,5 m) befinden, damit recht wenig Katalysator mitgerissen wird. Ein Teil des Katalysators kann laufend durch Abbrennen u. Hydrieren regeneriert werden. — Die Geschwindigkeit des Gasstromes beträgt z. B. 0,05—1,5 m/Sek., die Kammertemp. 200—540°, die Kontaktdauer 25 Sek. bis 5 Min., der Druck 28 kg/cm², der Verbrauch an H_2 u. zurückgeleitetem Gas 1600 m³/Liter Ausgangsmaterial; der Katalysator besteht aus einem Gemisch von Ni- u. W-Sulfid. Herst. von Flugmotorenbenzn., Octanzahl 80 (A. S. T. M.). — Vorrichtung. (F. P. 915 068 vom 25/2. 1945, ausg. 25/10. 1946. A. Prior. 9/2. 1944.) DONLE. 8201

Universal Oil Products Co., übert. von: William J. Mattox, Chicago, Ill., V. St. A., Katalytische Dehydrierung von aliphatischen und Naphthenkohlenwasserstoffen mit 6 bis 12 C-Atomen im Mol., bes. von Gasolin-KW-stoffen in Dampfform im Gemisch mit 0,5 bis 40 Vol. H_2 auf ein Vol. KW-stoff-Dampf bei 450—650° in Ggw. eines Metalloxyd-Dehydrierungskatalysators unter geregelter Mengendurchsatz. — Eine Mid-Continent-Naphthafraktion (Kp. 92—207° u. 50 lbs./sq.in. Druck in Ggw. eines Katalysators aus 8% Cr_2O_3 u. 92% Al_2O_3 unter Zuführung von H_2 aromatisiert. — 2 Blatt Zeichnungen mit Diagrammen. (A. P. 2 316 271 vom 12/8. 1940, ausg. 13/4. 1943.) F. MÜLLER. 8201

Sol. B. Wiczer, Washington, D. C., V. St. A., Stabilisieren von Bleitetraäthyl enthaltendem Gasolin durch Verfestigen unter Zugabe von amorphen Fettsäureestern, bes. Glyceriden, welche oxydiert, phosphatiert oder sulfoniert worden sind. Die Säurereste enthalten 12—20 C-Atome. Solche Ester sind z. B. natürliche Phosphatide, z. B. Lecithin u. Cephalin, oder oxydierte u. polymerisierte pflanzliche oder tier. Öle oder Trane. Die zugesetzte Menge des Esters zu dem Öl ist größer als die in der Fl. gelöste u. ist ausreichend, um das Öl in eine feste Gelform überzuführen. Lecithin wird in Mengen von 0,5—5,0% zugesetzt. Der Ester kann durch Erwärmen u. Rühren in Gasolin gelöst werden. Beim Abkühlen erstarrt das Gemisch zum Gel. (A. P. 2 388 719 vom 9/4. 1942, ausg. 13/11. 1945.) F. MÜLLER. 8201

Phillips Petroleum Co., Delaware, übert. von: Thomas H. Whaley, Bartlesville, Okla., V. St. A., Gewinnung von asphaltfreiem Schmieröl aus Rohöl durch Behandlung mit einem Naturgas im Überschuß unter einem Druck von mehr als 1000 lbs./sq.in. bei 0—600° F (—18 bis +316° C), bes. bei 50—200° F (10—93° C), in einem Dampf-Fl.-Zweiphasensystem Dabei wird ein Teil (normalerweise fl. Anteils) des Schmieröls verdampft. Bei Herab

setzung des Druckes wird aus dem abgetrennten dampfförmigen Prod. ein Teil in fl. Form abgeschieden. Bei weiterer Verringerung des Druckes auf Atmosphärendruck entweicht das in dem Schmieröl gelöste Naturgas, u. es hinterbleibt ein asphaltfreies Schmieröl. — Dazu 3 Blatt Zeichnungen. (A. P. 2391607 vom 5/10. 1942, ausg. 25/12. 1945.) F. MÜLLER. 8221

* **Standard Oil Development Co.**, *Schmieröl*, bestehend aus einem *KW-stoff-Schmieröl*, welchem eine geringe Menge eines *Zwischenpolymerisats* von C_2H_4 u. eines *Diölfins* zugesetzt worden ist. Das Zusatzmittel wird hergestellt durch eine Polymerisationsrk. bei 1500—3000 at u. 100—500°. (E. P. 563 270, ausg. 8/8. 1944.) F. MÜLLER. 8221

Mid-Continent Petroleum Corp., übert. von: **Harry T. Bennett** und **Jerry R. Marshall**, Tulsa, Okla., V. St. A., *Verhinderung des Schäumens von Schmierölen* durch Zusatz von weniger als 1% eines Alkylesters einer sulfonierten Carbonsäure mit mehr als 10 C-Atomen u. einem Alkylrest mit höchstens 12 C-Atomen. Hierfür kommen z. B. die Ester der Ricinolsäure, der Ölsäure oder einer anderen ungesätt. Carbonsäure in Betracht. Man verwendet z. B. 0,05% des *Butylesters von sulfonierter Ricinusölsäure* (I) oder des *Acetylierungsprod.* von I. Gegebenenfalls wird noch NH_4 -Acetat zugesetzt. (A. PP. 2390 491 u. 2390 492 vom 30/1. 1942, ausg. 11/12. 1945.) F. MÜLLER. 8221

Standard Oil Co. of Indiana, Chicago, Ill., übert. von: **Joseph S. Wallace**, Hammond, Ind., und **Thomas E. Sharp**, Chicago, Ill., V. St. A., *Geruchlosmachen von geschwefelten Kohlenwasserstoffschmierölen* durch Zusatz von 0,025—1,0% von *Alkylolaminen*, z. B. *2-Amino-2-methyl-1-propanol*, *2-Aminobutanol*, *2-Amino-2-methyl-1,3-propanediol*, *2-Amino-2-äthyl-1,3-propanediol*, *Mono-*, *Di-* u. *Triäthanolamin*. Die Zusätze werden in feiner Verteilung, z. B. durch kräftiges Rühren oder durch Einleiten von Dampf oder Luft eingebracht. (A. P. 2384 146 vom 4/3. 1943, ausg. 4/9. 1945.) F. MÜLLER. 8221

Standard Oil Development Co., Del., übert. von: **Charles A. Cohen**, Elizabeth, N. J., V. St. A., *Behandlung von mit Säuren behandelten neutralisierten Weißölen, Spindelölen und Schmierölen* zur Herabsetzung der Färbung u. Korrosionswrkg. mit den wasserfreien Reaktionsprodd. von Mg-Metall oder Erdalkalimetallen mit Alkoholen oder Ketonen, z. B. mit *Mg-Isopropylat* oder *Ca-Isopropylat*, u. gegebenenfalls Nachbehandlung mit einem Perkolierungsmittel, z. B. mit Fullererde, Bauxit, Tonerde oder akt. Kohle. (A. P. 2320 266 vom 27/12. 1939, ausg. 25/5. 1943.) F. MÜLLER. 8221

Standard Oil Development Co., V. St. A., übert. von: **Raphael Rosen**, *Verbesserung von Schmierölen* durch Zusatz von *Deriv. von Thioäthern von organ. Säuren*, welche 7 bis 16 C-Atome im Mol. enthalten, bes. des Pb-Salzes der α -Amylmercaptostearinsäure, Co-Salzes der Amylmercaptocaprinsäure u. des Ca-Salzes der Laurylmercaptocaprinsäure. Andere Thioäthercarbonsäuren sind z. B. Phenylthioäthercaprinsäure, Butylphenylthioäthercaprinsäure, Chlorhexylthioäthercaprinsäure, Cyclohexylthioätherchloressigsäure, Tetramethylbutyloxyphenylthioätheressigsäure, Bornylthioäthervaleriansäure, Benzylthioätherpropionsäure, Laurylthioätheräthanthionsäure, Methylthioätheroctadecanthionthioisäure $CH_3 \cdot S \cdot C_{17}H_{34} \cdot CSSH$, Methylthioätherstearinsäure, Methylthioätherölsäure, Isopropylthioätherbuttersäure (s. nebenst. Formel), Isopropylthioätherisobuttersäure sowie die Halogen-, NH_2 -, OH- oder NO_2 -Deriv. dieser Säuren oder ihrer Ca-, Ni-, Co-, Pb-, Sn-, Bi-, Hg-, Ba-, Mg- oder Mn-Salze. (F. P. 915 581 vom 8/10. 1945, ausg. 12/11. 1946. A. Prior. 7/10. 1940.) F. MÜLLER. 8221

Standard Oil Development Co., übert. von: **John C. Zimmer** und **George M. McNulty**, V. St. A., *Herstellung von löslichen Mineralölen und von wäßrigen Mineralölemulsionen* bes. für Schmier- u. Kühlzwecke bei der Metallbearbeitung unter Vermeidung des Schäumens der Öle. Den Ölen wird eine geringe Menge eines *pflanzlichen Wachses*, z. B. *Candelillawachs* (I), welches mindestens 25% unverseifbare Stoffe enthält, zugesetzt. Als Emulgiermittel zur Herst. von mit W. mischbaren Mineralölemulsionen dienen Alkalinaphthenate, gegebenenfalls im Gemisch mit Na-Sulfonaten. Andere Emulgiermittel bestehen aus einem Gemisch von Na-Sulfonat, Fichtenharz, NaOH u. Äthylalkohol. — Ein Schmieröl enthält z. B. 81,98(%) 12 Acajou-Na-sulfonat, 3 Naphthensäuren, 0,50 NaOH, 0,50 A., 2,0 W. u. 0,02 I. (F. P. 915 123 vom 27/9. 1945, ausg. 28/10. 1946. A. Prior. 13/9. 1940.) F. MÜLLER. 8221

* **C. C. Wakefield & Co. Ltd.**, **Elliot A. Evens** und **Norman E. F. Hitchcock**, *Lösliche Öle, Schmiermittel und Kühlemlösungen für Drehstähle (Schneidwerkzeuge)*. Das Mittel besteht aus einer wss. Emulsion, die eine geschwefelte Verb. enthält. Diese wird durch Erhitzen eines Öles, einer Fettsäure oder eines Wachses auf 170—200° in Ggw. von S hergestellt. Das Erhitzen wird so lange fortgesetzt, bis wenigstens 10% des fetten Öles, der Fettsäuren oder des Wachses sich chem. mit dem S verbunden haben. Hierauf wird das Prod. mit S bei einer niedrigeren Temp. behandelt, bis 10% S sich darin gelöst haben. — Mineralöl naphthen. oder asphalt. Natur wird in einer Fettölsubstanz gelöst, die eine wesentliche

Menge S in chem. Verb. mit dem Fettöl u. eine wesentliche Menge in dem Öl gelösten S enthält. — Das Schmiermittel besteht aus Schmieröl, das eine kleine Menge an Schwefelbase u. eine halogenierte organ. Verb. enthält, die bei der Arbeitstemp. nicht flüchtig ist. — Das Schmiermittel u. die Kühlemulsion bestehen aus einer wss. Emulsion, die Mineralöl, eine kleine Menge einer halogenierten organ., bei der Arbeitstemp. nicht flüchtigen Verb., einen Emulgator u. eine kleine Menge an Schwefelbase enthält. (E. P. 557 755, 557 756, 557 757 u. 557 758, ausg. 3/12. 1943.) HAUSWALD. 8221

Johan François Kievits, Holland, *Regenerierung von Schmieröl*. 50 Liter gebrauchtes Schmieröl werden durch Filtration von den festen Verunreinigungen befreit u. dann 5 Liter davon mit 100 g pulverisierter *Eichenrinde* gemischt, wobei schwach erhitzt wird. Dann werden noch 50 g pulverisierte *Wegerichblätter* zugesetzt u. extrahiert. Nach einiger Zeit wird das Gemisch filtriert u. den restlichen 45 Litern Schmieröl zugegeben. (F. P. 896 612 vom 20/7. 1943, ausg. 27/2. 1945.) KALIX. 8221

Standard Oil Development Co., Del., übert. von: Arnold J. Morway, Clark Township, Union County, und John C. Zimmer, Union, N. J., V. St. A., *Stabilisieren von Schmierölen und Schmierfetten gegen Oxydation* durch Zusatz von 10—35% *Metallseifen*, z. B. eines Gemisches von Li- u. Al-Seifen, eines schwachen Überschusses an freien höheren Fettsäuren u. 0,5—2% einer oxydationsverhindernden Substanz in Form eines Gemisches aus 0,1—1% eines öllösl. organ. Amins, wie *Phenyl- α -* - β -naphthylamin, sowie Diphenylamin, u. aus 0,4—1,5% einer Zinkseife, z. B. *Zn-Naphtenat*. — Nach einem Beispiel enthält ein Schmieröl 41,875% Schmieröl (low pour Coastal oil), 41,875% eines Mineralschmieröles von geringer Viscosität u. geringem Stockpunkt, 13% hydrierte Tranfettsäuren, 2,05% LiOH, 0,5% Al-Stearat, 0,5% Zn-Naphtenat, 0,20% Phenyl- α -naphthylamin. (A. P. 2 363 013 vom 30/12. 1941, ausg. 21/11. 1944.) F. MÜLLER. 8223

Cities Service Oil Co., New York, N. Y., übert. von: John D. Morgan, South Orange, N. J., V. St. A., *Herstellung von Schmierfetten*, welche Silberseifen von Fettsäuren enthalten. — 86 (Teile) Ponca City-Schmieröl (Saybolt-Viscosität 72,5 Sek. bei 100° F [36° C]) u. 7,5 *Ag-Stearat* werden allmählich auf 400° F [205° C] erhitzt u. danach in dünner Schicht rasch abgekühlt. Man erhält ein weiches Gel, welches als Tieftemperaturschmierfett dient. — Ein festeres Schmierfett wird hergestellt aus 87,6 (Teilen) Schmieröl, 11,2 *Ag-Stearat* u. 1,4 *Al-Stearat*. Gegebenenfalls wird noch eine geringe Menge Kautschuklatex zugesetzt. (A. P. 2 391 842 vom 16/10. 1942, ausg. 25/12. 1945.) F. MÜLLER. 8223

* Standard Oil Development Co., *Herstellung eines Schmierfettes* aus einem viscosen Mineralschmieröl, einer Al-Seife einer gesätt. Fettsäure, welche 10—20 C-Atome im Mol. enthält, u. einem organ. Amin in einer Menge von 0,05—3% vom Gewicht des Öles. Die organ. Amine können aliphatisch, cycloaliphatisch, zweiringig aromatisch oder aliphatisch oxyamine sein. Die Al-Seife ist z. B. Al-Stearat. (E. P. 563 429, ausg. 15/8. 1944.) F. MÜLLER. 8223

* Standard Oil Development Co., *Schmierfett*, welches bei stark unterschiedlichen Temp. verwendbar ist, bestehend aus 67—89,5% eines Mineralschmieröls von niedrigem Stockpunkt, 10—25% einer Lithiumseife einer gesätt. Fettsäure u. 0,5—8% der Ba-Seife von gesätt. Fettsäuren. (E. P. 560 885, ausg. 25/4. 1944.) F. MÜLLER. 8223

Standard Oil Development Co., übert. von: John C. Zimmer und Arnold J. Morway, V. St. A., *Schmiermittel*, bes. für die Zylinder von Luftdruckbremsen, bestehend aus einem Mineralschmieröl, welches keine aromatische KW-stoffe enthält, durch Zusatz von 15—30% einer *Erdalkalieseife* einer höhermol. gesätt. Fettsäure, z. B. von gehärteten Tranfettsäuren (I), u. 5—20% einer in dem Mineralöl lösl. *linearen polymeren Olefinverb.* mit dem Mol.-Gew. von 6000—15000. — Ein geeignetes Schmiermittel dieser Art enthält z. B. 70,5 (%) eines Schmieröles, 20,84 *Ca-Seifen* von I, 7,85 eines öllösl. *linearpolymeren Isobutylens* mit dem Mol.-Gew. 12000, 0,5 Zn-Naphtenat u. 0,5 Phenyl- α -naphthylamin. (F. P. 915 563 vom 6/10. 1945, ausg. 12/11. 1946. A. Prior. 21/10. 1941.) F. MÜLLER. 8223

* Standard Oil Development Co., *Erhöhung der Bindemittleigenschaften von Bitumenmaterial*, z. B. von Asphalt, durch Zusatz eines aliphatischen Amins, welches wenigstens einen lipophilen Rest im Mol. enthält, u. außerdem einer organ. Säure mit wenigstens 8 C-Atomen im Mol., bes. Fettsäuren, wie *Ölsäure*. (E. P. 560 716, ausg. 18/4. 1944.) F. MÜLLER. 8229

Standard Oil Development Co., übert. von: Joseph C. Roediger, Staten Island, N. Y., V. St. A., *Bituminöse Straßenbaumischung*. Zum Zwecke der Verbesserung der Haftfestigkeit bituminöser Stoffe an hydrophilem Gestein (Quarzit) erfolgt zunächst eine Vorbehandlung des Gesteins mit einer 1%ig. wss. Lsg. eines Salzes eines mehrwertigen Metalles. Dem Bitumen oder Öl wird ein organ. Stoff zugesetzt, der mit dem Metallsalz in Rk. tritt. Zur Herst. der Salzbdg. findet Bleinitrat, als damit reagierende Stoffe im

Öl oder Bitumen gesätt. oder ungesätt. Fettsäuren, Öle, die Fettsäuren in freiem oder gebundenem Zustande enthalten, oder sulfoniertes Ricinusöl Verwendung. Der Zusatz zum Bitumen schwankt zwischen 0,5—5%. An der Oberfläche des Gesteins bilden sich Metalleisen, wodurch die Haftfestigkeit verbessert wird. Haftfestigkeitsverss. an so behandelter Bitumenmineralmischung durch 18std. Wasserlagerung bei Raumtemp. u. durch Behandlung mit kochendem W. während 1 Min. zeigen eine gute Haltbarkeit des Bitumens an hydrophilem Gestein. (A. P. 2 312 674 vom 10/8. 1937, ausg. 2/3. 1943.)
BEWERSDORF. 8237

XXII. Leim. Gelatine. Klebmittel usw.

Fils d'Édouard Geistlich S. A. pour l'Industrie Chimique, Schweiz, *Wasserbeständiger Furnierleim*. Er enthält tier. Leim, Formaldehyd oder ein Polymeres desselben, *Rhodamin (2-Thio-4-oxothiazolidin) (I)* u. gegebenenfalls ein Silicat. wie Bentonit, u./oder ein Verflüssigungsmittel, wie NaClO₄. — Beispiel: 100 (Teile) Knochen- oder Hautleim u. 1,8 I werden in 100 W. bei 40—50° gelöst u. die Lsg. mit 2,5 Paraformaldehyd versetzt. — Weitere Beispiele. (F. P. 894 339 vom 29/4. 1943, ausg. 20/12. 1944. Schwz. Prior. 28/3. 1942.)
DONLE. 8385

Henkel & Co., Deutschland, *Stärkeklebstoff*. Pastenartige Klebstoffe aus den verschiedensten Stärkesorten, die auch bei Temp. unter +5° nicht erstarren u. ihre Klebkraft verlieren, erhält man durch Zusatz von *Alginaten* zu dem in der üblichen Weise gewonnenen Klebstoff. Man erhitzt z. B. eine Suspension von 100 (Teilen) Kartoffelstärke in 130 1,5%ig. HCl 30 Min. auf 59—60° u. setzt nach Abkühlung 300 einer 30%ig. Na-Alginatlsg. zu. Dann wird 1 Stde. mit 39 einer 33%ig. NaOH gerührt u. schließlich mit HNO₃ neutralisiert. Der so erhaltene Klebstoff verändert sich auch bei tagelanger Einw. von Temp. unter 0° nicht u. ist bes. zum Kleben von Papier geeignet. (F. P. 897 061 vom 9/8. 1943, ausg. 12/3. 1945. D. Prior. 18/1. 1942.)
KALIX. 8385

Joseph Kemp, Belgien, *Mineralischer Klebstoff*. Der neue Klebstoff besteht aus einer koll. Dispersion von bas. *Al-Sulfat* in einem Al-Hydrosol. Er wird aus Al u. Al₂(SO₄)₃ nach folgender Rk. hergestellt: Al₂(SO₄)₃ + Al + 3H₂O = Al(OH)₃ + Al₂(SO₄)₃ + 3H. Die Rk. wird bei 100° in Ggw. von Katalysatoren wie Cu-Silicagel, Metalloxyhydraten, Kieselgur, Ton oder Quarz u. einer kleinen Menge von Cl-Ionen, z. B. AlCl₃ ausgeführt. In dem Maße, wie Al(OH)₃ entsteht, dispergiert es sich im Elektrolyten in Form einer Pseudolsg. von Al-Hydrosol. In der 2. Phase der Rk. (nach Beendigung der H₂-Entw.) bildet sich das bas. Al(OH)SO₄ in Form eines Hydrogels, das im Al-Hydrosol dispergiert ist. Man erhitzt z. B. ein Gemisch von 500 kg Al-Sulfat-Lsg. von 34° Bé, 12 kg AlCl₃-Lsg. von 34° Bé, 24 kg Al u. 0,5 kg Kieselgur auf 55—90°. Nach beendeter H₂-Entw., die einige Stdn. dauert, setzt man 0,6 kg Cu-Silicagel zu, worauf in der 2. Stufe die Rk. von selbst eintritt. Das Endprod. ist eine hochviscose Flüssigkeit. (F. P. 903 169 vom 3/4. 1944, ausg. 26/9. 1945. Belg. Prior. 15/5. 1943.)
KALIX. 8389

Emilien-Lucien Briquet, Haute-garonne Frankreich., *Leim aus Kunstharz*, Lösungsm. u. eventuell Füllstoffen. Eine Mischung zum Kleben von Glas, keram. Stoffen, Gewebe, Papier, Leder, kautschukiertem Gewebe, Furnierholz besteht aus 50 (Teilen) Kunstharz (*Vinylharz Typ VH 45, 50 u. 60*), 50 Lösungsmittel (CCl₄, Di-, Tetrachloräthan); ein Tischlerleim zum Kleben von Treibriemen, Glas, keram. Stoffen, Kork, Metallen wie Al, Nitro- u. Acetylcellulosefilmen besteht aus 47,5 Kunstharz, 47,5 Lösungsm. u. 5 Füllstoff (Talkum, Kaolin, Bentonit). (F. P. 899 399 vom 4/11. 1943, ausg. 29/5. 1945.)
PANKOW. 8389

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Streckungsmittel für Leime*, bes. Kunstharzleime, bestehend aus dem Mehl sorgfältig verlesener Samenkörner der Futterwicke (*Vicia sativa L.*). Das Mehl soll sehr fein sein u. kein Mehl aus Samen anderer Unkräuter (Schwarzkümmel) enthalten. Man erzielt bes. mit Harnstoff-Formaldehydkunstharzleimen, die z. B. mit der dreifachen Menge dieses Mehles vermennt sind, Sperrholzverleimungen, die in feuchtem Zustand eine Zugfestigkeit von 15 kg/qcm u. mehr aufweisen. (F. P. 910 534 vom 27/4. 1945, ausg. 11/6. 1946. Schwz. Prior. 16/5. 1944.)
DONLE. 8389

Fritz Ueberle, Deutschland, *Klebmittel* zum Verleimen von Holz oder Furnier, bestehend aus schwach alkal. Dispersionen von Kunstharzen (I) (*Polyvinyl-, Polyacryl-verb.*), Dispergierungsmitteln (II) mit großer Oberfläche (Ton, Kaolin) u. gegebenenfalls Stärke oder Stärkeabbauprodukten. Man nimmt ein Verhältnis von II: W. wie 1:2 bis 1:5, von I: Leim wie 1:5 bis 1:30 u. stellt auf ein p_H von 8 ein; z. B. 100 (g) Leim, 100 W., 800 einer mit 30% II hergestellten 5—6%ig. I-Dispersion. Der Leim kann mit HCHO gehärtet werden. (F. P. 906 171 vom 29/7. 1944, ausg. 26/12. 1945. D. Prior. 11/5. 1943.)
PANKOW. 8389

Otto Kunze sen. und Otto Kunze jr., Deutschland, *Wasserlösliche Bindemittel für Farben und Leime*. Ein Leim, der auch als Bindemittel für Farben verwendet werden kann, besteht aus einem Gemisch aus 1 (Gewichtsteil) der pulverförmigen Polymerisationsprod. aus 65% Methacrylsäure u. 35% Methacrylsäuremethylester u. 1 Ca-Hydroxyd in Pulverform. Zum Gebrauch genügt es, das trockene Pulver in 10—20 W. einzurühren. Man erhält einen *Farbleim* u. eine gute *Leimpaste*, die sich nicht nur zum *Aufleimen von Tapeten* auf Mauerwerk eignet, sondern mit der auch Papier auf Holz, Blech oder Glas aufgeleimt werden kann. (F. P. 903 870 vom 28/4. 1944, ausg. 19/10. 1945.) ROICK. 8389

* **United States Rubber Co.**, übert. von: **Charles F. Brown** und **George E. Hulse**, *Klebmasse*, die gegen Licht, Luft u. Hitze stabil ist, aus einer Mischung aus depolymerisiertem vulkanisiertem *Kautschuk*, Durezharz (vgl. A. P. 2 203 206; C. 1941. I. 1098), einem Härtemittel wie HCHO u. einem nicht petroleumartigen Lösungsmittel. (A. P. 2 371 870, ausg. 20/3. 1945.) PANKOW. 8389

* **Arthur La Rue Parker**, *Pastenförmiges Dichtungsmittel* für Verbindungen zwischen Metallteilen, bestehend aus 4,5—6 (Teilen) von hoch polymerisiertem *geblasenem Ricinusöl* (I), 1—2 *Zn-Stearat* u. 0,3—1,5 eines neutralen *Stabilisators*, um eine Oxydation u. weitere Polymerisierung des I zu verhindern. (E. P. 558 135, ausg. 22/12. 1943.) SCHWECHTEN. 8391

XXIII. Tinte. Hektrographenmassen u. a. Spezialpräparate.

Jean Jacques Marcel Albert Galland, Frankreich, *Füllhaltertinte*. Zur Erhöhung der Lichtbeständigkeit u. Verbesserung der Wasserfestigkeit von Tinten, die organ. Farbstoffe enthalten, setzt man der Farbstofflg. *Harnstoff* zu, wodurch außerdem die Bldg. von Krusten u. Ndd. verhindert wird. Eine solche Tinte enthält z. B. im Liter: 10 g Farbstoff Nr. 671 (SCHULTZ-Farbstofftabellen), 10 g Farbstoff Nr. 669 u. 10 g Harnstoff; zur Herst. eines Tintenpulvers, das eine Tinte mit gleichen Eigg. gibt, verwendet man 1 kg Farbstoff Nr. 671, 1 kg Farbstoff Nr. 669, 1 kg Harnstoff, 1 kg Stärke oder eines anderen Bindemittels. (F. P. 897 354 vom 19/8. 1943, ausg. 20/3. 1945.) KALIX. 8421

Antoine Col, Frankreich (Puy-de-Dôme), *Farben für Schreibmaschinenfarbbänder oder Durchschlagpapiere*, die sich nach dem Schreiben leicht durch chem. Chlor oder K-Permanganat u. K-Bisulfit enthaltende Mittel beseitigen lassen, sind Azofarbstoffe, Di- u. Triphenylmethanfarbstoffe, Azine, Thiazine, Alizarin, Indigo usw. Die weiteren Bestandteile, die zur Herst. der wirksamen Schicht der Farbbänder oder Durchschlagpapiere erforderlich sind, sind aus der folgenden Zusammenstellung verschiedenfarbiger Muster zu ersehen: schwarz: 1000 (g) Naphthylaminschwarz E. F., 2 Salicylsäure (I), 5000 ccm Glycerin 30° B (II), 3000 ccm H₂O; violett: 1000 Methylviolett, 2 I, 5000 ccm II, 5000 ccm H₂O; blau: 1000 Bleu Foulant, brilliant B. L. N., 2 I, 5000 ccm II, 4000 ccm H₂O; rot: 250 Methylrot, 2 I, 5000 ccm II, 1000 H₂O u. 10 ccm konz. H₂SO₄. (F. P. 891 188 vom 25/9. 1942, ausg. 29/2. 1944.) ROICK. 8423

Comptoir Parisien de Droguerie et Parfumerie (Erfinder: **Henri Molla**), *Pulverförmiges Putz- und Poliermittel*. An Stelle des im Hauptpatent 886 216 als Füllmittel angewandten *Bentonits* wird *Holzmehl* verwendet, das dasselbe besser die gleichzeitig zugesetzten Anilinfarbstoffe annimmt. Es kann jede Art von Holzmehl benutzt werden, auch mit dem natürlichen Wassergeh., eine besondere Trocknung ist nicht notwendig. (F. P. 52 556 vom 8/10. 1942, aus. 30/4. 1945. Zusatz zu F. P. 886 216; C. 1944. I. 720.) KALIX. 8441

Interchemical Co., New York, N. Y., übert. von: **Albert Saunders**, Maplewood, und **Loy S. Engle**, Harrington Park, N. J., V. St. A., *Poliermittel zur Erzeugung einer hochglänzenden Oberfläche*: Automobilkarosserien u. a. Fahrzeugobergestelle werden zum Abschluß mit einer Harzappretur behandelt. Die Appretur kann aus thermoplast. Harz bestehen, das dann nach dem Trocknen des Überzuges unter Erwärmung erst gehärtet werden muß. Es kann aber auch nichtthermoplast. Harz Verwendung finden. Es ergeben sich trotz sorgfältigster Arbeit trübe Schleierflecken u. leichte Wellen oder auch Schrammen. Zur abschließenden Herst. einer hochglänzenden Oberfläche unter Entfernung aller genannten Makel wird eine Polierpaste verwendet, die als Abschleifmittel hydratisiertes Ca-Silicat-Pulver (Teilchengröße < 1 μ) aus 18 (Gewichtsteilen) CaO, 64 SiO₂ u. 14 chem. gebundenem H₂O enthält. Solch Abschleifmittel ist unter dem Handelsnamen „Silen“ erhältlich. Als Trägerfl. zur Herst. der Paste dienen Äthylenglykol, Formamid oder Glycerin. 3 verschied. Pasten werden fertiggestellt, die auch bei längerer Lagerung stabil bleiben. I. 23 (Gewichtsteile) „Silen“ u. 75 Äthylenglykol werden vermischt. Nach Bedarf kann später W. zugefügt werden. Dieses Poliermittel ist sehr wirksam u. erzeugt mit wenig Reiben auch schon ohne Verdünnung schleierfreie glänzende Oberflächen. II. 22,5 (Gewichtsteile) „Silen“, 25,0 Formamid u. 25 W. werden innig verrührt. Diese Paste ist am

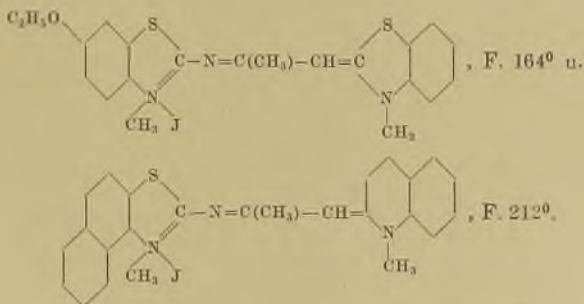
besten zum Polieren von Oberflächen, die mit thermoplast. Harnstoffharz behandelt sind. In diesem Falle erhält man mit geringstem Reiben u. in sehr kurzer Zeit Hochglanz. Bei Oberflächen, die mit nichtthermoplast. Harz behandelt sind, wirkt sie nicht so gut wie I. III. Die Polierpaste besteht aus 23,0 (Gewichtsteilen) „Silen“, 37,5 Glycerin u. 12,5 Wasser. Dieses Poliermittel entfernt schnell jeden trüben Schleier von den mit Harz behandelten Oberflächen, aber es ist nicht ganz so wirksam wie I. Die mit Harz behandelten Oberfläche werden mit einem KW-stoff-Lösungsm. zunächst gereinigt u. dann mit diesen Polierpasten gerieben, bis eine glänzende Oberfläche entsteht, die völlig frei von jeder Trübung ist. (A. PP. 2 375 824 vom 16/10. 1941 u. 2 375 825 vom 19/4. 1944, ausg. 15/5. 1945.)

BEWERSDORF. 8441

XXIV. Photographie.

Ilford Ltd., übert. von: John D. Kendall und Douglas J. Fry, Ilford, England, *Zwischenprodukte für die Herstellung von Sensibilisatoren* werden durch Rkk. zwischen heterocycl. N-Verbb. von der allg. Formel $N=(\text{CH}-\text{CH})_n=\text{C}\cdot\text{NH}_2$ mit Monocarbonsäureorthoestern

von der allg. Formel $\text{R}_1\cdot\text{C}(\text{OR}_2)_3$ gewonnen. Hierin bedeutet D die Atome, die zur Vervollständigung eines heterocycl. Ringes nötig sind, wie er in Cyaninsensibilisatoren üblich ist, z. B. eines substituierten oder nichtsubstituierten Thiazol(in)-, Oxazol(in)-, Selenazol(in)-, Pyridin-, Chinolin-, Chinazolin-, Thiadiazol-, Diazin-, Benzothiazol-, Naphthothiazol- oder Anthrathiazolringes, u. R_1 u. R_2 eine Alkyl-, Aryl- oder Aralkylgruppe; $n = 0$ oder 1. Sie werden durch Kochen von Orthoessig-, -propion- u. -benzoesäureestern am Rückflußkühler mit den heterocycl. Komponenten hergestellt u. dann mit quaternären Alkyl- oder Aralkylsalzen von heterocycl. N-Verbb. mit reaktionsfähiger Methyl-, mono-substituierter Methyl- oder NH-Gruppe in α - oder γ -Stellung zum N zu Farbstoffen kondensiert. So erhält man z. B. aus 1-Aminobenzthiazol u. Äthylorthoacetat *N*-(1-Benzothiazolyl)-acetimidäthylester, Kp.₂₀ 198°. Auf ähnliche Weise werden gewonnen: 2,2'-Diäthyl-8-methyl-7-aztrimethinthiaselenazinjodid, F. 278° (Bromid, F. 252°); 2,1-Dimethyl-8-methyl-7-aztrimethinthiachinocyanin-jodid, F. 210°; 2,2'-Diäthyl-8-methyl-7-aztrimethinthiacyanin-jodid, F. 206°; 2,2'-Dimethyl-8-methyl-7-aztrimethinthiacyanin-jodid, F. 276°; 2,2'-Dimethyl-8-methyl-7,7'-diaztrimethinthiacyanin-jodid, F. 268°; 2,2'-Dimethyl-8-methyl-7,7'-diaztrimethinthiazocyanin-jodid, F. 145°; *N*-(1-Benzoxazolyl)-acetiminoäthyläthyläther, Kp.₂₅ 164—166°; *N*-(1- β -Naphthothiazolyl)-acetiminoäthyläther, Kp.₂₅ 246°, F. 60°; *N*-(1-Benzthiazolyl)-propioniminoäthyläther, Kp.₂₅ 204°; *N*-1-(5-Äthoxybenzothiazolyl)-acetiminoäthyläther, Kp.₂₅ 223°; 2,2'-Dimethyl-8-methyl-7-aztrimethinoxathiacyanin-jodid, F. 250°; 2,2'-Dimethyl-8-methyl-7-aztrimethinnaphthathiacyanin-jodid, F. 247°; 2,2'-Dimethyl-8-äthyl-7-aztrimethinthiacyanin-jodid, F. 247°, u. folgende Farbstoffe:



Es ist nicht nötig, die Zwischenprodd. zu isolieren; man kann zur Herst. der Farbstoffe alle 3 Komponenten in Ggw. eines säurebindenden Stoffes wie Pyridin, Trimethylamin usw. zusammenschm. u. Halogenide, Sulfate oder p-Toluolsulfonate bilden. (A. P. 2 394 067 vom 21/8. 1941, ausg. 5/2. 1946. E. Prior. 16/10. 1940.) KALIX. 8605

General Aniline & Film Corp., New York, übert. von: Fritz W. H. Mueller, Binghamton, N. Y., V. St. A., *Schleierverhindernde Zusätze zu Halogensilberemulsionen*. Die Wirksamkeit der nach dem Verf. des A. P. 2 057 764 (C. 1937. I. 5106) den Halogensilberemulsionen als schleierverhütende Mittel zugesetzten Sulfin- u. Seleninsäuren wird durch die Ggw. von Salzen u. Estern von substituierten oder unsubstituierten arom., aliphat. oder heterocycl. Thiosulfonsäuren mit der allg. Formel $\text{Z}-\text{SO}_2-\text{S}-\text{M}$ bedeutend erhöht. Hierbei bedeutet M ein Alkaliatom, NH_4 , Guanidinium oder ein anderes organ. Kation u. Z einen substituierten arom. oder heterocycl. Ring, eine substituierte oder unsubsti-

tuierte aliph. Kette. Es sind hierzu auch *Disulfoxyde* der allg. Formel $\overset{\text{Y}}{\text{C}}-\text{SO}-\text{SO}-\overset{\text{Y}}{\text{C}}$ verwendbar, in der Y die zur Bldg. eines arom. oder heterocycl. Ringes nötigen Atome darstellt. Auf 1 Mol Sulfinat oder Seleninat 0,005—0,0025 Mol *Diphenyl- oder Dinaphthylsulfoxyd*. Verwendbar sind ferner: *3,3'-Dicarboxydiphenylsulfoxyd*, *2,5,2'.5'-Tetrachlordiphenyldisulfoxyd*, *Dichlor-2,2'-dinitrodisulfoxyd*, *Dicamphoryldisulfoxyd*, *l-Cystindisulfoxyd* u. *Diaminodiäthylsulfoxyd*. Die Schleierdichte der Emulsionen beträgt bei Anwendung der Zusätze während der Reifung nur $\frac{2}{3}$ von der, die bei Zugabe der Sulfinsäuren allein entsteht. (A. P. 2394 198 vom 7/10. 1944, ausg. 5/2. 1946.) KALIX. 8609

Eastman Kodak Co., übert. von: **Frederic R. Bean**, Rochester, N. Y., V. St. A., *Entwickleralkali*. NaOH wird in eine haltbare Form gebracht, die weder W. noch CO₂ absorbiert u. in körniger Form nicht zusammenbackt, indem man sie in ein Additionsprod. mit 6 wertigen Alkoholen, z. B. *Sorbit* u. *Mannit*, verwandelt. Zu ihrer Herst. erhitzt man z. B. 45,5 g Mannit auf 180—210° u. gibt unter dauerndem gutem Rühren 10 g NaOH dazu. Nach dem Abkühlen erhält man 51 g einer glasigen harten M. mit 40—45% Wasser. Erhöhung der Mannit- bzw. Sorbitmenge in den Additionsprodd. erhöht deren Haltbarkeit. Ein Entwickler mit solchen Alkalien enthält z. B. 11,25 g Sulfit, 5,62 g Hydrochinon, 30 g *Na-Mannitoxyd*, 3,75 g KBr u. 5 g KHS₂O₅ in 250 cm³ Wasser. Die neuen Alkalien sind bes. zur Herst. von festen Entwicklergemischen geeignet. (A. P. 2 394 588 vom 8/12. 1943, ausg. 12/2. 1946.) KALIX. 8611

Eastman Kodak Co., übert. von: **Fred W. Boughton**, Rochester, N. Y., V. St. A., *Photographisches Rohpapier*. Die mechan. Festigkeit von Photopapier wird erhöht, wenn man der Papiermasse $\frac{1}{4}$ —5% ihres Trockengewichts an *Melamin-Formaldehyd-* oder *Melaminmonoureid-Formaldehyd-Harz* zusammen mit dem Al-Salz einer einwertigen Säure, bes. AlCl₃, zusetzt. Hierbei dürfen mehrbes. anorgan. Säuren nicht zugegen sein, daher müssen die üblichen Zusätze von Sulfaten u. Alaunen zur Papierleimung in diesem Falle wegbleiben. Die Eig. der lichtempfindlichen Schicht werden dadurch in keiner Weise nachteilig beeinflusst, sie wird dagegen ebenfalls mechan. etwas widerstandsfähiger u. ihre Neigung zum Blasenziehen bei der Naßbehandlung geringer. (A. P. 2 394 289 vom 12/9. 1944, ausg. 5/2. 1946.) KALIX. 8615

Chromogen Inc., übert. von: **Béla Gáspár**, Hollywood, Calif., V. St. A., *Lichtempfindliches Material für mehrfarbige Aufnahmen*. Das Material enthält 3 verschied. sensibilisierte Halogensilberschichten u. 3 gefärbte, nicht lichtempfindliche Schichten, die so angeordnet sind, daß jede Farbstoffschicht unmittelbar auf nur einer lichtempfindlichen Schicht liegt, d. h. daß z. B. die oberste Schicht lichtempfindlich ist, dann (nach dem Schichtträger zu) 2 Farbstoffschichten, dann wieder 2 lichtempfindliche Schichten u. schließlich die 3. Farbstoffschicht folgen. Mit der blauempfindlichen Schicht steht eine gelbe Farbstoffschicht in Kontakt, mit der rotempfindlichen eine grüne Farbstoffschicht u. mit der grünempfindlichen eine Purpurfarbstoffschicht. Die Farbstoffe sollen widerstandsfähig gegen die photograph. Bäder, aber durch das Bildsilber leicht reduzierbar sein. Als oberste Schicht verwendet man z. B. eine blauempfindliche Feinkornemulsion, ordnet darunter eine Schicht an, die 2 g Chrysophenin G auf 1 m² enthält, weiterhin eine grünempfindliche Schicht, darunter eine Schicht mit 1 g Anthonin BN auf 1 m², dann wieder eine Gelatineschicht, eine rotempfindliche Schicht u. schließlich eine Schicht mit 0,3 g Brillantbenzoechtgrün auf 1 m². Die Verarbeitung des Materials erfolgt nach dem in A. P. 2 221 793 (C. 1941. I. 3627) beschriebenen Verfahren. (A. P. 2 310 227 vom 14/6. 1938, ausg. 9/2. 1943. E. Prior. 14/6. 1938.) KALIX. 8617

Lyne S. Trimble, North Hollywood, Calif., V. St. A., *Dreifarbige Kopien auf Duplexfilm*. Der Film wird nacheinander mit dem Farbauszugsnegativ für Gelb u. Purpur belichtet u. entwickelt. Die so erhaltenen Ag-Bilder werden dann mit einer Lsg. von 2—3% K₂Cr₂O₇ + 1—2% KBr u. einem pH-Wert von 3,5 behandelt, wobei sie nicht halogeniert, sondern nur vor der Einw. der später anzuwendenden Blautönung „geschützt“ werden. (Der Chemismus dieser Rk. ist noch unbekannt.) Der Film wird dann im Dunkeln getrocknet, mit dem Gelbnegativ bedeckt u. durch das erstere das Purpurnegativ hindurchkopiert. Das so erzeugte Bild wird entwickelt, mit einem der üblichen Ferrocyanidbäder blaugetönt u. fixiert. Die Kopien des Gelb- u. Purpurnegativs werden dann nach irgendeinem Verf. in Bilder aus den entsprechenden Farbstoffen umgewandelt, wodurch eine farberneue Wiedergabe des Originals entstehen soll. Das Verf. ist bes. zur Herst. von naturfarbenen Kinopositivfilm geeignet. (A. P. 2 396 726 vom 23/2. 1942, ausg. 26/3. 1946.) KALIX. 8617

Buck-X-Ograph Co., übert. von: **Arthur W. Buck** und **Joseph W. Miller**, Chicago, Ill., V. St. A., *Lichtempfindliche Schicht für die Photolithographie*. Auf die Druckfläche wird eine Lsg. von 12 (Teilen) *Casein*, 4—6 *Gelatine*, 1 *Borax* u. 1,5 *Ammonbichromat* in 32 W. aufgetragen. Die nach dem Auftrocknen hinterbleibende lichtempfindliche Schicht gibt beim Kopieren genau so feine Details wieder wie eine Albuminschicht. (A. P. 2 387 056 vom 12/4. 1943, ausg. 16/10. 1945.) KALIX. 8625