

Nr. 19/20

953—1076

1949. I.

18. Mai

# Chemisches Zentralblatt

Vollständiges Repertorium für alle Zweige der reinen und angewandten Chemie

120. Jahrgang

1949

I. Halbjahr

Akademie-Verlag GmbH., Berlin

## Inhalt

<b>A. Allgemeine und physikalische Chemie</b> .....	953	b) Organische Verbindungen .....	—
A <sub>1</sub> Aufbau der Materie .....	955	c) Bestandteile von Pflanzen und Tieren ....	1020
A <sub>2</sub> Elektrizität, Magnetismus, Elektrochemie	961	d) Medizinische und toxikologische Analyse ..	—
A <sub>3</sub> Thermodynamik, Thermochemie .....	965	<b>H. Angewandte Chemie</b> .....	1021
A <sub>4</sub> Grenzschichtforschung, Kolloidchemie .	965	I. Allgemeine chemische Technologie .....	1021
<b>B. Anorganische Chemie</b> .....	967	II. Feuerschutz, Rettungswesen .....	—
<b>C. Mineralogische und geologische Chemie</b> .....	968	III. Elektrotechnik .....	—
<b>D. Organische Chemie</b> .....	969	IV. Wasser, Abwasser .....	1022
D <sub>1</sub> Allgemeine und theoretische organische	969	V. Anorganische Industrie .....	1023
Chemie .....	969	VI. Siliciumchemie, Baustoffe .....	1024
D <sub>2</sub> Präparative organ. Chemie, Naturstoffe .	977	VII. Agrarkulturchemie, Schädlingsbekämpfung	1028
Kohlenhydrate .....	993	VIII. Metallurgie, Metallographie, Metallver-	
Glucoside .....	—	arbeitung .....	1029
Alkaloide .....	993	IX. Organische Industrie .....	1037
Terpen-Verbindungen .....	—	X. Färberei, Organische Farbstoffe .....	1043
Natürliche Farbstoffe .....	—	XI. Farben, Anstriche, Lacke, Harze, Plasti-	
Gallensäuren .....	—	sche Massen .....	1048
Sterine .....	—	XII. Kautschuk, Guttapercha, Balata .....	1052
Hormone .....	994	XIII. Ätherische Öle, Parfümerie, Kosmetik .	—
Vitamine .....	—	XIV. Zucker, Kohlenhydrate, Stärke .....	—
Proteine .....	998	XV. Gärungsindustrie .....	1054
Andere Naturstoffe .....	998	XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel ..	1054
<b>E. Biologische Chemie, Physiologie, Medizin</b> ....	999	XVII. Fette, Seifen, Wasch- und Reinigungs-	
E <sub>1</sub> Allgemeine Biologie und Biochemie .....	999	mittel, Wachse, Bohnermassen usw. ..	1057
E <sub>2</sub> Enzymologie, Gärung .....	1001	XVIII. Faser- und Spinnstoffe, Holz, Papier,	
E <sub>3</sub> Mikrobiol. Bakteriolog. Immunolog. ....	1001	Cellulose, Kunstseide usw. ....	1058
E <sub>4</sub> Pflanzenchemie und -physiologie .....	1004	XIX. Brennstoffe, Erdöl, Mineralöle .....	1066
E <sub>5</sub> Tierchemie und -physiologie .....	1005	XXI. Leder, Gerbstoffe .....	—
E <sub>6</sub> Pharmakologie, Therapie, Toxikologie,		XXII. Leim, Gelatine, Klebmittel usw. ....	—
Hygiene .....	1008	XXIII. Tinte, Hektographenmassen u. a. Spe-	
<b>F. Pharmazie, Desinfektion</b> .....	1013	zialpräparate .....	—
<b>G. Analyse, Laboratorium</b> .....	1017	XXIV. Photographie .....	—
a) Elemente und anorganische Verbindungen .	1019		
Bibliographie: 955. 964. 969. 999. 1000. 1004.			
1052. 1054. 1057. 1076.			
Buchbesprechungen: 955.			
		1005. 1008. 1013. 1021. 1022. 1029.	

## Namenregister

- Abrahamson 978.  
 Adams 1054.  
 Addison 975.  
 Aelion 976.  
 Agster 1063.  
 Ahearn 962.  
 Akerlof 965.  
 Alba 957.  
 Albertson 990.  
 Albrecht [1013].  
 Albright [1008].  
 Alessker 1006.  
 Aljajew 1067.  
 Aluminum Co. of America 1036.  
 American Cyanamid Co. 1017. 1041. 1045. 1065.  
 Ames [1021].  
 Anderson 1003.  
 Andrews 976.  
 Anglo-Iranian Oil Co. Ltd. 1072.  
 Arledter 1064.  
 Armour and Co. 1048.  
 Arner 1026.  
 Arnous 956.  
 Aten jr. 954.  
 Attorney General of the United States 1038.  
 Awdijenko 1056.  
 Babcock & Wilcox Co. 1036.  
 Bading [1029].  
 Bär 1002.  
 Bagot 975.  
 Baker, H. R. 1074.  
 Baker, J. T., Chemical Co. 1029.  
 Baker, R. H. 992.  
 Ball [1076].  
 Balzer [1054].  
 Bar 955.  
 Barajas 957.  
 Barbaras, G. 1021.  
 Barbaras, G. D. 1021.  
 Bardeen 962.  
 Barry 1060.  
 Barth 1032.  
 Batault 1060.  
 Batunek 1062.  
 Bean 1002.  
 Bear 1028.  
 Beeman 961.  
 Beman 1061.  
 Bender 965.  
 Bendix Aviation Corp. 1021.  
 Berger 969.  
 Berkhout 1021.  
 Berry 1002.  
 Beyer 1034.  
 Bickford 1057.  
 Birse 967.  
 Blankmeyer 1054.  
 Blout 970.  
 Boatner 1057.  
 Bock 1009.  
 Böringer 1064.  
 Boor 1003.  
 Booth, A. D. 960.  
 Booth, E. T. 957.  
 Borei 1019.  
 Bosers 1064.  
 Botts 1005.  
 Bourdet 1054.  
 Bradford 1032.  
 Brecht 1060.  
 Brendel 1054.  
 British Resin Products Ltd. 1021.  
 Brodski [955].  
 Broser 958. 959.  
 Brown 993.  
 Brüne [1029].  
 Buffalo Electrochemical Co., Inc. 1066.  
 Burg 1000.  
 Burrell 998.  
 Calaway 991.  
 California Research Corp. 1076.  
 Calvert 976.  
 Carbide and Carbon Chemicals Corp. 1065. 1072.  
 Caridroit 1006.  
 Caron 1019.  
 Carter 1009.  
 Casey 1061.  
 Castillon 1057.  
 Castle 1003.  
 Chabrier 984.  
 Champetier 976.  
 Chand 1023.  
 Cheldelin 1001.  
 Chevallier 1000.  
 Chipman jr. 1062.  
 Chodroff 987.  
 Christiani 1000.  
 Claassen 1019.  
 Clark 1035.  
 Clayton 1058.  
 Coates 1055.  
 Cohen 953.  
 Collie 961.  
 Collins 988.  
 Commercial Solvents Corp. 1023.  
 Condon 1068.  
 Cooper 1028.  
 Copeman [1013].  
 Corbey 1019.  
 Cornell 992.  
 Coursac, de 981.  
 Cowdry 999.  
 Crabalona 1004.  
 Crank 1043.  
 Crez 1049.  
 Crocker 1055.  
 Cron 992.  
 Crook 991.  
 Curme 998.  
 Daglej 1001. 1002.  
 Dahlberg 1056.  
 Dallemagne 1006.  
 D'Ans 968.  
 Darneal 1018.  
 Daschkewitsch 979.  
 Dassigny 988.  
 Daudel 953.  
 Daunt 954.  
 David 1005.  
 Davison Chemical Corp. 1029.  
 Demidenko 1024.  
 Dennig 1008.  
 Déribré 1018. 1049.  
 Dessert 982.  
 Dialer 954. 955.  
 Dienes 959.  
 Dietz 1012.  
 Dijkstra 965.  
 Dingemans 965.  
 Distillers Co., Ltd. 1040.  
 Dobbelman N. V. 1017.  
 Doering 1064.  
 Dooley [1013].  
 Drevenstädt 1054.  
 Dreyfus 1066.  
 Driess 1064.  
 Dudawski 1026.  
 Duffau 1054.  
 Du Pont de Nemours, E. I., & Co. 1037. 1040. 1041. 1042. 1050. 1051.  
 Dye jr. 977.  
 Eagle 1002.  
 Eastman Kodak Co. 1046. 1050.  
 Eben 1045.  
 Eckstrom 973. 974. 975.  
 Eggers 1009.  
 Eisenberg 1034.  
 Eisenkolb 1031. 1033.  
 Ekstein 961.  
 Elöd 1044.  
 Ellsner 1034.  
 Entin 1031.  
 Erhardt 1010.  
 Espagnet, d' 956.  
 Eugat, v. 1000.  
 Fackelmeier 1054.  
 Falconbridge Nickel Mines Ltd. 1035.  
 Fansteel Metallurgical Corp. 1023.  
 Feaster 1055.  
 Feklissow 1069.  
 Feld 957.  
 Ferguson 973.  
 Fernstrom Paper Mills, Inc. 1056.  
 Ferry 976.  
 Filtrol Corp. 1071.  
 Finholt 1021.  
 Fink, H. 1007.  
 Fink, K. 1005.  
 Fink, R. M. 1005.  
 Finn 1049.  
 Firth 1013.  
 Fisher, C. H. 1066.  
 Fisher, G. S. 1057.  
 Fisher, P. 979.  
 Fiske 1005.  
 Floekin [1000].  
 Forman 984.  
 Forró 958.  
 Forstat 957.  
 Fox 988.  
 Franck 958.  
 Frank 1012.  
 Frantz [955].  
 Frederickson 965. 968.  
 Freeman 10001. 1002.  
 Freise 991.  
 Frese 1006.  
 Frey-Wyssling 1004.  
 Fricke 967.  
 Fröhlich 1044.  
 Fuchs 1010.  
 Fuchs, E. 1011.  
 Fulmer 965.  
 Furry 968.  
 Fuson 986.  
 Gäbler 1029.  
 Galat 985.  
 Gallaway 1067.  
 Garman 1028.  
 Geerling 1021.  
 Gehrcke 1008.  
 Geigy, I. R., Akt.-Ges. 1015.  
 General Biochemicals, Inc. 1016.  
 General Electric Co. 1039. 1040.  
 Gertler 1007.  
 Getty 975.  
 Geyer jr. 1063.  
 Gik 1024.  
 Gilbert [1008].  
 Gilmore 1060.  
 Ginsburg 1031.  
 Glemser 967.  
 Glinka [955].  
 Glowacki 991.  
 Gnesh 1004.  
 Goeckermann 957.  
 Goldman 1006.  
 Goldstein 1030.  
 Gontscharow 1026.  
 Goodrich, B. F., Co. 1053.  
 Gordon 1004.  
 Goss 1069.  
 Gottlieb 1003.  
 Govaerts 1006.  
 Graef Fernandez 958.  
 Grafe [1008].  
 Grand 1032.  
 Grand 1011.  
 Greger 1025.  
 Grenier 1018.  
 Grillet 962.  
 Grosch 1010.  
 Gross 961.  
 Grosse 957.  
 Grunwald 969.  
 Guillemet 1054.  
 Guntz 959.  
 Gurbaxani 1002.  
 Guthmann 1033.  
 Guy 1005.  
 Haas 1062.  
 Habermann 1012.  
 Hagen 1018.  
 Hain 1074.  
 Hall 1057.  
 Halsall 993.  
 Halsey 1063.  
 Halverstadt 982.  
 Hanson-Van Winkle-Munning Co. 1035.  
 Harrison, G. T. 1057.  
 Harrison, J. L. 1030.  
 Hartley 1030.  
 Hartmann 1059.  
 Hasted 961.  
 Hauser 987.  
 Havens jr. 956.  
 Havill 978.  
 Hawk 1003.  
 Headlee [1076].  
 Heisenberg 963.  
 Hekking 1021.  
 Heller 1000.  
 Hellwig 1009.  
 Hercules Powder Co. 1035. 1053.  
 Hess, K. 1058.  
 Hess, H. H. [1076].  
 Hildebrand [955]\*.  
 Hintenberger 1018.  
 Hippel, v. 964.  
 Hisbrunner 1045.  
 Hirst 993.  
 Hobbs 961.  
 Hodges 971.  
 Hoffmann, F. de 957.  
 Hoffmann, F. W. 977.  
 Hoffmann, W. 1014.  
 Hoffmann-Ostenhof 1000.  
 Hofmann-Bang 976.  
 Holton 955.  
 Honig 970.  
 Houdry Process Corp. 1022. 1071.  
 Houston 998.  
 Howard 1025. 1026.  
 Hutchinson 975.  
 Imperial Chemical Industries Ltd. 1015. 1037. 1040. 1048.  
 Interchemical Corp. 1049.  
 International Nickel Co., Inc. 1035.  
 Isida 988.  
 Jacquemin 969.  
 Jaffe [1021].  
 Jander 964.  
 Jayme 1062.  
 Jenckel 999.  
 Jesse 957.  
 Joffe 978.  
 Johnson 1011.  
 Johnston 954.  
 Jones, J. K. N. 993.  
 Jones, S. 959.  
 Jong, de 993. 994.  
 Kaesberg 961.  
 Kahn 1061.  
 Kaiser 1032.  
 Kallmann 958. 959.  
 Kalpers 1030.  
 Kappert [1005].  
 Karplus 970.  
 Kassatkin [1022].  
 Kå 959. 960.  
 Kellogg, M. W., Co. 1072.  
 Kharasch 979. 980.  
 Kieffer 1030.  
 Kilby 1003.  
 Kilpper 1064.  
 King 1001.  
 Kisckin 1033.  
 Klotz 978.  
 Klein, A. 1059.  
 Klein, H. C. 987.  
 Kleine-Natrop 1012.  
 Klinge 1007.  
 Klingsberg 998.  
 Kljuschkin 1056.  
 Klotz 998.  
 Kolachow 1054.  
 Koltzoff 992.  
 Koppe 963.  
 Kormeman [1021].  
 Kosikowski 1056.  
 Kosstrikin 1018.  
 Kotte [1029].  
 Kowalenko 1069.  
 Kraus 973.  
 Kressmann 1009.  
 Krifka 1030.  
 Künzl 1045.  
 Kuhlmann 1013.  
 Kumet 1054.  
 Kunert 1013.  
 Kusjak 1024.  
 Kusminski 1052.  
 Kwasskow 1030.  
 Kyame 1057.  
 La Mer 971.  
 Landfermann 1069.  
 Langham 984.  
 Langley 984.  
 Lanskaja 1031.  
 Lapin 993.  
 Lasky [969].  
 Lathrop 1061.  
 Latunzow 1031.  
 Laue, v. 963.  
 Lautié 964.  
 Lebacqz 964.  
 Lee 992.  
 Lees 1033.  
 Leffingwell 1058.  
 Loggatt 1028.  
 Lehmann [1029].  
 Leitch 1022.

Leland 954.  
 Lembach 1008.  
 Lettow 1010.  
 Leussing 992.  
 Libbey-Owens-Ford Glass Co. 1026.  
 Libby 1061.  
 Libermann 985.  
 Lifschitz 1024.  
 Liga 1064.  
 Lister 1019.  
 Ljalikow [1021].  
 Logan 1076.  
 Long, De 1034.  
 Loughridge 1018.  
 Louvier 1059.  
 Lowgren 1061.  
 Lucy 966.  
 Ludwig 1034.  
 Lukina 983.  
 Lurje 1018.  
 Macallum 992.  
 McBay 980.  
 Mc Cartney 1045.  
 McCauley 975.  
 McClelland [1076].  
 McDuffie jr. 982.  
 McKennis jr. 982.  
 McCladlan jr. 960.  
 McSkimln 955.  
 McWilliam [1057].  
 Magoon 1054.  
 Maimin 1067.  
 Maisin [1000].  
 Makinson 977.  
 Mallinckrodt Chemical Works 1041.  
 Manly [1022].  
 Manuel 1000.  
 Maresch 1063.  
 Mariller 1054.  
 Marney 956.  
 Marschalk 988.  
 Martin 953.  
 Mason 955.  
 Massart 1001.  
 Massignon 956.  
 Masslennikow 1069.  
 Matalon 966.  
 Mathieson Alkali Works, Inc. 1042.  
 1056.  
 Matussewitsch 1049.  
 Matuszak 1068.  
 Maximow 1067.  
 Mayor 1063.  
 Melville, C. 1013.  
 Melville, H. W. [999].  
 Mendheim 1010.  
 Menzl 1022.  
 Merrill 975.  
 Meunier [999].  
 Meyer [1004].  
 Mhatre 1044.  
 Michaels 1014.  
 Migeotte 970.  
 Miller 1003.  
 Millett 1066.  
 Mills 966.  
 Millson 1060.  
 Monde 999.  
 Moncorps 1012.  
 Mond, Du 953.  
 Monsanto Chemical Co. 1037, 1050.  
 Mooradian 1060.  
 Moore 968.  
 Morales 1003.  
 Mortimer 1034.  
 Moulton [1000].  
 Müller, Adolf 999.  
 Müller, Alfred 1045.  
 Munch 958.  
 Murray III, A. 984.  
 Murray, M. J. 1067.  
 N. V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij 1023.  
 N. V. de Gruyter & Zoon 1057.  
 N. V. H. Hartogs Fabrieken 1057.  
 N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken 1039.  
 N. V. W. A. Scholten'sche Chemische Fabrieken 1039.  
 Naffziger 1061.  
 Nair 1056.  
 Nalskaja 1059.  
 Narasimhan 1044.  
 Nash 1011.  
 Natter 1030.  
 Nebarow 1060.  
 Neiman 1032.  
 Neimark 1031.  
 Nennet [1022].  
 Nepenin 1061.  
 Neu 1013.  
 Newell 1030.  
 Niagara Alkali Co. 1066.  
 Niederl 994.  
 Nier 954.  
 Nobis 1012.  
 Nopco Chemical Co. 1066.  
 Nordstiedk 973.  
 Notton 1013.  
 Nozaki 995, 996.  
 O'Connor 1057.  
 Oehme 1010.  
 Oppmeyer 1012.  
 Oppegaard 954.  
 Osborne [1052].  
 Ottoson 1024.  
 Overmann 1055.  
 Ozai-Durrani 1058.  
 Paden 1028.  
 Paetsch 1053.  
 Page 1028.  
 Paquot 981.  
 Parke, Davis & Co. 1017.  
 Pearson 962.  
 Peeters 1001.  
 Pence 1053.  
 Pepinsky 1018.  
 Perlman 957.  
 Persoz 1018.  
 Petiau 956.  
 Petitpas, G. 1061.  
 Petitpas, T. 1061.  
 Petrolite Corp. Ltd. 1069.  
 Petrow 1058.  
 Petrussewitsch 1033.  
 Phelps 1060.  
 Phillips Petroleum Co. 1070.  
 Plard 962.  
 Piletkajka 1031.  
 Pillai 1002.  
 Pittsburgh Plate Glass Co. 1038, 1051.  
 Podsewalow 1056.  
 Polubarinowa-Kotschina 1067.  
 Pomeroy 1040.  
 Popow 1062.  
 Post 978.  
 Preston 1044.  
 Price [1013].  
 Price, W. J. 955.  
 Probst 954.  
 Prowse 953.  
 Pugatschewitsch 966.  
 Pullman 953.  
 Pychatschew 1067.  
 Rabbitt 968.  
 Rada 1000.  
 Radkowsky 959.  
 Rainwater 956.  
 Randebaugh 1034.  
 Rank 971.  
 Rappaport [1013].  
 Raquet 1019.  
 Rasstegajew 1030.  
 Raudnitz 978.  
 Rauen 1055.  
 Ravinet 1049.  
 Rayonier Inc. 1065.  
 Reddy 1007.  
 Reeve 1029.  
 Rehberg 1066.  
 Rehfuß [1013].  
 Reichardt 1063.  
 Reifenstein [1008].  
 Reik 1036.  
 Reiner 1052.  
 Reynolds 963.  
 Reynolds Metals Co. 1036.  
 Rideal [999].  
 Rielsomer 989.  
 Riedel 1056.  
 Riedemann 1062.  
 Riester 1055.  
 Ringer 962.  
 Risler 967.  
 Ritland 961.  
 Ritson 961.  
 Rivers [1004].  
 Roberts 967.  
 Robertson, H. H., Co. 1027.  
 Robinson 1001.  
 Roesch 1031.  
 Rogers, H. T. 1028.  
 Rogers, L. R. 1049.  
 Rohde 1006.  
 Rose 1033.  
 Rosevear 973.  
 Ross 969.  
 Rouaix 985.  
 Royer 1063.  
 Rusta Restor Corp. 1036.  
 Saitzew 1056.  
 Salsbury's, Dr., Laboratories 1014.  
 Sandorfy 953.  
 Sannii 993.  
 Saperstein 987.  
 Sarett 996.  
 Saul 984.  
 Saunders 977.  
 Scharin 1052.  
 Scharer [1008].  
 Schatnyi 1024.  
 Scheck 1019.  
 Scheid 1010.  
 Schellenberger 1055.  
 Schenk 1062.  
 Schlesinger 1021.  
 Schlittler 994.  
 Schlitz, J., Brewing Co. 1054.  
 Schmelzer 973.  
 Schmidt, H. 964.  
 Schmidt, M. 1029.  
 Schmitt 1001.  
 Schneider 1054.  
 Schneider, K. 1032.  
 Schöberl 1030.  
 Schrepp 976.  
 Schroeder, C. W. 1056.  
 Schroeder, H. A. 1006.  
 Schulz 1054, [1057].  
 Schwab 1012.  
 Seborg 1066.  
 Sêchet 1005.  
 Seidenfaden 1045.  
 Seitz 962.  
 Sharbaugh jr. 973.  
 Sharp 1026.  
 Shell Development Co. 1043, 1051, 1053, 1065, 1074.  
 Sheppard 971.  
 Shivers 987.  
 Shockley 955.  
 Shull 956.  
 Siegel 961.  
 Siegmund 1011.  
 Sierp 1022.  
 Silberstein 994.  
 Sinclair Refining Co. 1040, 1071.  
 Singman 1024.  
 Sisido 988, 995, 996.  
 Skell 979.  
 Skramlik, v. 1013.  
 Slobodin 1049.  
 Smarzewska 984.  
 Smith, L. A. 1054.  
 Smith, M. L. 1019.  
 Smith, T. L. 976.  
 Snyder 1003.  
 Soc. d'Etude pour l'Industrie du Manganésium 1036.  
 Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc 1014.  
 Socony-Vacuum Oil Co., Inc. 1042, 1070, 1071, 1072, 1073, 1075.  
 Sonntag 1013.  
 Souchay 967.  
 Southern Shell Fish Co., Inc. 1057.  
 Speitel 994.  
 Spence, P., & Sons, Ltd. 1041.  
 Spenkuch 1010.  
 Sperber 1008.  
 Srinivasan 1007.  
 Ssaidakowski 1067.  
 Ssaposchnikow 1020.  
 Ssemishdin [955].  
 Sserobabin 1067.  
 Ssokolow [1076].  
 Stacey 977.  
 Stamm 1066.  
 Standard Oil Co. 1073, 1075.  
 Standard Oil Development Co. 1023, 1027, 1070, 1074.  
 Stanjukowitsch 1031.  
 Stapleton 999.  
 Stark 1054.  
 Stein, H. 1063.  
 Stein, P. R. 957.  
 Steinmann 1004.  
 Stettner [1022].  
 Steudel 1007.  
 Stevens, C. M. 982.  
 Stevens, F. J. 988.  
 Stockert 1059.  
 Stoutjesdijk 1041.  
 Straiton 1018.  
 Strobel 974, 975.  
 Sublett 991.  
 Subrahmanyan 1002.  
 Sun Oil Co. 1042.  
 Szasz 971.  
 Tabury 970.  
 Tadros 1043.  
 Fan 986.  
 Taptas [1008].  
 Tarassewitsch 1020.  
 Tatton 1001.  
 Taube 970.  
 Teisseire 1004.  
 Templeton 957.  
 Thinius 1048.  
 Thompson, H. W. 970.  
 Thompson, W. R. 1002.  
 Timber Engineering Co. 1050.  
 Tobias 999.  
 Tobolsky 976.  
 Tolbert 1018.  
 Toth 1028.  
 Townsend [964].  
 Trager 1017.  
 Triebler 1030.  
 Trikojus 984.  
 Tschesche 999.  
 Tuller 965.  
 Turowa-Poliak 983.  
 Tykatschinski 1024.  
 Tyrer 1043.  
 Union Oil Co. of California 1076.  
 United States of America, Secretary of Agriculture 1029, 1057.  
 United States Rubber Co. 1038.  
 Universal Oil Products Co. 1058.  
 Urry 980.  
 Very 1060.  
 Vigneaud, du 982.  
 Vinet [999].  
 Vogel 971, 972.  
 Vollenweider 1012.  
 Wadhwanji 1002.  
 Walker 998.  
 Wallimont 1054.  
 Walter [1005].  
 Ward 1056.  
 Warren 1001.  
 Wasserman 999.  
 Wassermann 1005.  
 Watt 968.  
 Waugh 1005.  
 Webber 963.  
 Weith jr. 961.  
 Welker 962.  
 Werthesen 1005.  
 West jr. 1018.  
 Westenbrink 1001.  
 Weston 1035.  
 Weyerhaeuser Timber Co. 1066.  
 Weyl 1024, 1025.  
 Weymouth 999.  
 Weysser 1009.  
 Whewell 1060.  
 White 1060.  
 Wichser 1055.  
 Wiles 1055.  
 Wilhelm 1055.  
 Williams, A. E. 1057.  
 Williams, P. A. 1057.  
 Williamson, B. 971.  
 Williamson, M. 962.  
 Willkie 1054.  
 Wingfoot Corp. 1074.  
 Winogradow 1068.  
 Winsten 969.  
 Wintersteiner 998.  
 Wintrobe 1003.  
 Wisniewski 963.  
 Wittkopf 964.  
 Wollan 956.  
 Wood 982.  
 Wotschke 1030.  
 Wozenroft 1014.  
 Wu 956.  
 Wyandotte Chemicals Corp. 1027.  
 Wyeth Inc. 1016.  
 Yensen 1031.  
 Yuill 1003.  
 Zachariassen 954.  
 Zahn 1064.  
 Zapffe 1034.  
 Zeller 1007.  
 Zisman 1074.  
 Zuber 1026.  
 Zuchanowa, J. A. 1066.  
 Zuchanowa, O. A. 1066.

# -CHEMISCHES ZENTRALBLATT

---

## Ausschnitt-Exemplare

Wie früher, wird auch jetzt wieder eine  
EINSEITIG BEDRUCKTE AUSGABE  
des „Chemischen Zentralblattes“ herge-  
stellt. Trotz der Papierknappheit kommt  
der Akademie-Verlag den vielen Wünschen  
aus Abonnementkreisen nach und hofft,  
damit die wissenschaftlichen Forschungs-  
arbeiten weitgehend zu unterstützen

*Der Bezugspreis dieser Ausgabe  
beträgt DM 66,—  
vierteljährlich (zuzgl. Porto)*

Wir bitten, uns Bestellungen bis zum Ende Mai  
d. J. zuzusenden

AKADEMIE-VERLAG · BERLIN NW 7

## A. Allgemeine und physikalische Chemie.

W. A. Prowse, *Räumliche Diagramme zur Darstellung von Resonanzphänomenen.* Die Resonanzkurven für mechan. u. elektr. schwingungsfähige Systeme beruhen auf derselben Differentialgleichung 2. Ordnung. Man kann ihren Verlauf mit Hilfe von Vektordiagrammen darstellen. Für Unterrichtszwecke wurde ein Drahtmodell entwickelt, das aus einer Spirale von einer Windung besteht. Der Verlauf der Resonanzkurve als Funktion der relativen Frequenz wird in Betrag u. Phase durch den Schatten des Drahtes auf die 3 zueinander senkrechten Koordinatenebenen erhalten. (Proc. physic. Soc. 60. 132—35. 1/2. 1948. Durham, Univ.) 431.6

Bernard Pullman, *Verwendung der Moleküldiagramme in der chemischen Kinetik: Darstellung der Elektronenanordnung des Übergangszustandes.* Das Verf. der Mol.-Diagramme, wie es von PULLMAN u. DAUDEL entwickelt worden ist (J. Physique Radium [8] 7. [1946.] 59, 74, 105; Ann. Chimie [12] 2. [1947.] 5), bezweckt, eine Vorstellung der stat. Elektronenanordnung der Moll. in ihrem Ruhe- u. aktivierten Zustand zu geben. Die wichtigste Anwendung des Verf. ist die Deutung der Reaktionskräfte komplexer Moleküle. Am Beispiel der Hydrierung arom. Moll. ist auch die Anwendung der Diagramme für die Darst. der Entw. chem. Rk., bes. für die Best. von experimentell nicht isolierbaren Zwischenstufen, gezeigt worden. Vf. dehnt das Anwendungsgebiet des Verf. auf die Kinetik einer Rk. aus, wobei er Diagramme aufstellt, die die Verteilung der Elektronenladungen für Zustände zwischen 2 bestimmten Phasen wiedergeben. Im einzelnen werden untersucht: der Übergangszustand einer Substitutionsrk. u. einer Additionsreaktion. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 15. 273—80. März/April 1948. Paris, Inst. du Radium.) 397.6

Raymond Daudel und Camille Sandorfy, *Über die Anwendung des Verfahrens der Mesomeriemoleküldiagramme auf die Untersuchung der Adsorption und der heterogenen Katalyse.* Von anderer Seite (La Rev. sci. 85. [1947.] 929) wurde darauf hingewiesen, daß ein  $\pi$ -Elektronen enthaltendes Mol., wenn es adsorbiert ist, einem freien Radikal ähnelt. Diese Anschauung wird mit Hilfe des Verf. der Mesomerie-Mol.-Diagramme bestätigt. Die erhaltenen Ergebnisse ermöglichen es, den Vorgang der heterogenen Katalyse zu erläutern. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 15. 358—61. März/April 1948.) 397.6

Raymond Daudel und Monique Martin, *Anwendung der Methode der Mesomeriemoleküldiagramme auf das Studium substituierter und heteroatomarer Moleküle.* Unters. über die Grundzüge der Mesomerietheorien bei substituierten Moll. u. bei Moll. mit Heteroatomen. Erläuterung der Mol.-Diagramme unter Berücksichtigung von Mesomerieerscheinungen. Vorzüge u. Nachteile dieser Meth. im Vgl. mit der Meth. der Mol.-Bahnen. Anwendungsmöglichkeiten in der Praxis. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 15. 559—66. Mai/Juni 1948.) 407.6

Jesse W. M. DuMond und E. Richard Cohen, *Unser Wissen um die Atomkonstanten F, N, m und h im Jahre 1947 und andere, aus ihnen abgeleitete Konstanten.* In dieser Arbeit werden die Werte der in der Atomphysik gebräuchlichsten Konstanten diskutiert, die Art der Berechnung angegeben u. die Werte nach den verschied. Bestimmungsmethoden miteinander verglichen. Einige Größen mußten revidiert, andere müssen noch eingehend untersucht werden, z. B. die FARADAYSche Zahl, da alle Bestimmungen bisher ohne Berücksichtigung der Isotopen durchgeführt wurden. Als Standardgrößen werden angegeben: a) RYDBERG-Konstante für Kerne unendlicher M.:  $109737,303 \pm 0,05 \text{ cm}^{-1}$ ; b) elektr. Umrechnungsfaktoren von internationalen in absol. Einheiten: 1 internationales Ohm =  $1,000495$  absol. Ohm; 1 internationales Volt =  $1,00033$  absol. Volt; 1 internationales Ampere =  $0,999835$  absol. Ampere; c) FARADAY-Konstante  $F = 9648,5 \pm 1,0$  absol. e.m.E./Äquivalent (chem. Skala der At.-Gew.); d) AVOGADROSche (= LOSCHMIDSche) Zahl  $N = (6,02338 \pm 0,00043) \cdot 10^{23} \text{ Mol}^{-1}$  (chem. Skala); e) Lichtgeschwindigkeit:  $c = 299\,776 \pm 4 \text{ km/sec}$ ; f) Verhältnis chem. zu physikal. At.-Gew.-Skala:  $r = 1,000272 \pm 0,000005$ ; g) Elektronenladung  $e$  (als vorläufig abgeschätzter Wert aus  $F/N$ ) =  $(1,60184 \pm 0,00033) \cdot 10^{-20}$  e.m.E. oder =  $(4,80193 \pm 0,00100) \cdot 10^{-10}$  c.s.E.; h)  $e/m = (1,75920 \pm 0,00038) \cdot 10^7$  absol. e.m.E.  $\cdot \text{g}^{-1}$

als endgültiger Wert; i) At.-Gew. des Elektrons  $mN$  aus spektroskop. Daten =  $(5,48690 \pm 0,00075) \cdot 10^{-4}$  (physikal. Skala) oder =  $(5,48541 \pm 0,00075) \cdot 10^{-4}$  (chem. Skala); k) Röntgenstrahlen-Brechungsindex des Diamanten (als Best. für  $c/m$ ) vorläufig =  $(1,69824 \pm 0,00035) \cdot 10^{11}$  c.m.E. (chem. Skala); l)  $h/c = (1,3786 \pm 0,0004) \cdot 10^{-17}$  ergsec (e.s.E.)<sup>-1</sup>; m)  $h/(c m)^{1/2} = 1,00084 \pm 0,00058) \cdot 10^{-8}$  e.s.E.; n)  $c^2/mh = (3,8197 \pm 0,0045) \cdot 10^{34}$  e. s. E.; o) Feinstrukturkonstante  $\alpha = 2\pi c^2/hc = 1/(136,95 \pm 0,05)$ ; p)  $h/m = 7,255 \pm 0,022$  cgs-E. — Diese Werte weichen zum Teil von den offiziellen ab, sie sind gemittelt aus vielen Bestimmungsgleichungen, die zum Teil überbestimmt waren (z. B. einmal 10 Bestimmungsgleichungen mit 3 Unbekannten). (Rev. mod. Physics 20. 82—108. Jan. 1948. Pasadena, Calif., California Inst. of Technol.) 287.10

A. G. Oppegaard, *Das Periodische System der chemischen Elemente in drei Dimensionen. (Das „fünf-fünf System“.)* Es wird eine neue Klassifikation der chem. Elemente beschrieben. Sie ist charakterisiert durch eine Anordnung der Elemente in allen drei Dimensionen, das heißt im Raum u. nicht in einer „Ebene“. In der neuen Form zerfallen die Elemente in 5 verschied. „Ebenen“ u. 5 verschied. „Gruppen“. Für das neue Syst. wird die Bezeichnung „5-5-Syst.“ vorgeschlagen. Auf den „Ebenen“ werden die Elemente mit verwandten chem. Eig., aber mit verschiedener typ. Valenz zusammengefaßt; in den „Gruppen“ sind die Elemente mit der gleichen typ. Valenz vereinigt. Das Syst. besteht aus langen u. kurzen homologen Serien. In den langen Serien nehmen die bas. Eig. im allg. zu, in den kurzen Serien ab, u. zwar mit steigendem At.-Gewicht. Das neue Syst. ist tabellar. u. zeichner. wiedergegeben. (J. chem. Soc. [London] 1948. 318—21. März. Fredrikstad, Norwegen, Titan Co. A/S.) 110.12

J. G. Daunt, R. E. Probst und H. L. Johnston, *Untersuchungen über die Isotopeneigenschaften von Helium in der flüssigen Phase.* Es wurden Unterss. angestellt über den Filtrationsprozeß des Isotops <sup>3</sup>He mittels Suprafluß durch Supraoberflächenfilme in Kontakt mit fl. He II unter Änderung der Anfangskonzentrationen. Solche Filme wurden als semipermeable Membranen zwischen zwei Behältern von fl. He II ausgebildet. Sie erlauben nur das Fließen des <sup>4</sup>He-Isotops u. geben zur Bldg. eines osmot. Druckes Anlaß. (Physic. Rev. [2] 73. 1263. 15/5. 1948. Columbus, O., Ohio State Univ.) 110.13

Wallace T. Leland und Alfred O. Nier, *Die relative Häufigkeit der Zink- und Cadmium-Isotope.* In 2 Tabellen werden die Häufigkeiten der Isotopen von Zn u. Cd mitgeteilt. Für Zn wird ein chem. At.-Gew. von 65,40 u. für Cd eines von 112,42 berechnet. (Physic. Rev. [2] 73. 1206. 15/5. 1948. Minneapolis, Univ., Dep. of Phys.) 286.13

A. H. W. Aten jr., *Die isotope Zusammensetzung von Xenon.* X macht eine Ausnahme von der Regel, wonach die Summe der geradzahlgigen Isotopen größer ist als die der ungeradzahlgigen, denn <sup>129</sup>X kommt mit einer relativen Häufigkeit von 26,3% vor. Es wird angenommen, daß <sup>129</sup>X durch  $\beta$ -Emission aus <sup>129</sup>J gebildet wird, womit seine Häufigkeit zwanglos zu erklären ist. (Physic. Rev. [2] 73. 1206—07. 15/5. 1948. Amsterdam, Niederlande, Inst. für Kernforschung.) 286.13

W. H. Zachariasen, *Krystallradien von schweren Elementen.* Zum Teil auf Grund bekannter krystallstruktureller Daten, zum Teil mittels neuer röntgenograph. Unterss. wurden die Ionenradien einer Reihe schwerer Elemente berechnet. Für die folgenden Dioxyde, die im Fluorittyp krystallisieren, wurden als Elementarkörperdimensionen gefunden:  $ThO_2$   $a = 5,5859 \pm 0,0005$  Å,  $UO_2$   $a = 5,4568 \pm 0,0005$  Å,  $NpO_2$   $a = 5,425 \pm 0,001$  Å,  $PuO_2$   $a = 5,386 \pm 0,001$  Å u.  $AmO_2$   $a = 5,372 \pm 0,005$  Å. Die untersuchten Trifluoride krystallisieren im Tysonittyp u. haben folgende Dimensionen:  $AcF_3$   $a = 4,27 \pm 0,01$  Å,  $c = 7,53 \pm 0,02$  Å,  $UF_3$   $a = 4,138 \pm 0,003$ ,  $c = 7,333 \pm 0,004$  Å,  $NpF_3$   $a = 4,108 \pm 0,001$  Å,  $a = 7,273 \pm 0,004$  Å,  $PuF_3$   $a = 4,087 \pm 0,001$  Å,  $c = 7,240 \pm 0,001$  Å,  $AmF_3$   $a = 4,071 \pm 0,002$  Å,  $c = 7,225 \pm 0,004$  Å. Es ergeben sich folgende Ionenradien:  $Th^{+4}$  0,95 (Å),  $Pa^{+4}$  0,91,  $U^{+4}$  0,89,  $Np^{+4}$  0,88,  $Pu^{+4}$  0,86,  $Am^{+4}$  0,83,  $Ac^{+3}$  1,11,  $U^{+3}$  1,04,  $Np^{+3}$  1,02,  $Pu^{+3}$  1,01,  $Am^{+3}$  1,00,  $La^{+3}$  1,04,  $Ce^{+3}$  1,02,  $Pr^{+3}$  1,00,  $Nd^{+3}$  0,99,  $Sm^{+3}$  0,97 u.  $Eu^{+3}$  0,97. (Physic. Rev. [2] 73. 1104—05. 1/5. 1948. Chicago, Ill., Univ., Argonne Nat. Labor. and Dep. of Physics.) 110.14

K. Dialer, *Untersuchungen über das System Cermischmetall-Wasserstoff.* Vf. erzielt mit einer speziellen Sorptionsapp. konstante Sättigungswerte von  $H_2$  an dem untersuchten Ce-Mischmetall. Er kann nachweisen, daß Ce-Mischmetall bei peinlichem Ausschluß von  $O_2$  u. Wasserdampf auch ohne therm. Vorbehandlung schon bei Raumtemp.  $H_2$  bis zur Sättigung aufnimmt. Berechnungen von Gleichgewichtslagen für verschied. Temp. u. für die Annahme verschied. Reaktionsprodd. machen das Vorliegen einer Rk.:  $Ce + H_2 \rightleftharpoons CeH_2$  wahrscheinlich. Vf. errechnet aus aufgenommenen Isosteren u. aus Gleichgewichtsdrucken Reaktionsenthalpien, die in guter Übereinstimmung mit

calorimetr. Werten stehen. Die Reaktionsenthalpie bleibt bis zum Erreichen des Verhältnisses 1 Ce: 2 H konstant, um dann bis zum Sättigungswert stark abzufallen. (Mh. Chem. 79. 296—310. Aug. 1948. Innsbruck, Univ., Chem. Inst.) 401.22

**K. Dialer**, *Zur Bindungsfrage bei den Hydriden der seltenen Erden.* (Vgl. vorst. Ref.) Beitrag zur Klassifizierung der Hydride der seltenen Erden. Vf. zeigt im Anschluß an das Syst. *Cer-Mischmetall-Wasserstoff*, daß die Annahme einer mindestens teilweise polaren Bindung bei den Hydriden der seltenen Erden mit den bisherigen Untersuchungsergebnissen verträglich ist. Das 3. Valenzelektron verhält sich anders als die ersten, was jedoch durch die Zugehörigkeit der Valenzelektronen zu verschied. Schalen erklärt wird. (Mh. Chem. 79. 311—15. Aug. 1948. Innsbruck, Univ., Chem. Inst.) 401.22

**Gerald J. Holton**, *Weiterer Bericht über Hochdruckversuche der Ultraschallausbreitung.* Kurz besprochen werden die spezif. Wärmen, Relaxationszeiten u. Mol.-Assoziationen in Fl. wie Wasser. Es konnte gezeigt werden, daß sich die Absorption bei 16mc/sec u. Drucken von einigen Hundert bis zu mehreren Tausend Atmosphären in Abhängigkeit von der Temperatur dem theoret. Wert nähert. (Physic. Rev. [2] 73. 1268. 15/5. 1948. Cambridge, Mass., Harvard Univ.) 110.60

**William J. Price**, *Ultraschallreflexionen durch Gebiete in Rochellesalzkrystallen.* Es ist bekannt, daß Einkristalle von Rochellesalz in dem ferroelektr. Temp.-Gebiet eine Gebietsstruktur besitzen. Ancinanderstoßende Gebiete unterscheiden sich in der Richtung der spontanen Polarisation, entweder parallel oder antiparallel der kristallograph. x-Achse. Begleitet wird diese Polarisation durch eine Zugspannung in der y, z-Ebene; die Phasengrenzen stellen Spannungsbezirke dar, an denen Ultraschallwellen reflektieren können. Breitet sich eine Kompensationswelle entlang der kristallograph. y-Achse des Rochellesalzes aus, dann lassen sich Echos aus dem Inneren des Krystalls feststellen, deren Intensität geringer ist als die von den Krystalloberflächen. Diese Echos treten jedoch nur auf in dem Temp.-Gebiet, in dem der Krystall ferroelektr. ist, u. verschwinden allmählich, wenn sich die Temp. der CURIE-Temp. (24,2°) nähert. Die gleichen Echos, wenn auch in geringerer Intensität treten ebenfalls auf bei Ausbreitung des Ultraschalles in Richtung der x- u. z-Achse. Es war nicht möglich, diese Gebietsechos aufzulösen; ein Einblick in die Lage u. die Zahl der Gebiete gelang daher nicht. — Unterss. von Pulveranordnungen auf der Oberfläche von Rochellesalzkrystallen ergaben, daß die Gebiete 1—8 mm dicke Lamellen in der y-Richtung bilden, während die Ausdehnung in den x- u. z-Richtungen 1 cm oder mehr beträgt. (Physic. Rev. [2] 73. 1132—33. 1/5. 1948. Troy, N. Y., Rensselaer Polytechnic Inst.) 110.60

**W. P. Mason, H. J. McSkimin und W. Shockley**, *Ultraschallbeobachtung von Zwillingbildung in Zinn.* Es wird eine Anordnung beschrieben, mit der es möglich ist, durch leichten Druck in *Sn* hervorgerufene Zwillingbildung mittels Ultraschall nachzuweisen. (Physic. Rev. [2] 73. 1213—14. 15/5. 1948. Murray Hill, N. J., Bell Telephone Laborr.) 110.60

**A. I. Brodski**, *Physikalische Chemie.* 6. Aufl. Bd. I. Die Eigenschaften der Materie, chemische Thermodynamik. (488 S.) Bd. II. Lösungen, Elektrochemie, chemische Kinetik, Photochemie. (998 S.) M.-L. Goschimisdat. 1948. 30 Rbl. [in russ. Sprache].

**Harper W. Frantz**, *A laboratory study of chemical principles.* San Francisco: W. H. Freeman and Co. 1948. (288 S.) \$ 2.50.

**N. L. Glinka**, *Allgemeine Chemie.* 4. Aufl. M.-L. Goschimisdat. 1948. (608 S.) 17 Rbl. 50 Kop. [in russ. Sprache].

**W. I. Ssemishin**, *Praktikum der allgemeinen Chemie.* M.-L. Goschimisdat. 1948. (312 S.) 9 Rbl. [in russ. Sprache].

**J. H. Hildebrand**, *Principles of Chemistry.* 5th ed. New York: Macmillan Co. 1947. (1031 S.) \$ 6.—. — Ein kurz gefaßtes, mit größtem Lehrtalet zusammengestelltes Buch, das die wichtigsten Tatsachen aus dem Gebiet bringt, welches man in Deutschland als allgemeine Chemie bezeichnet. Es behandelt neben den alten grundlegenden Erkenntnissen und Gesetzmäßigkeiten auch die wichtigsten Ergebnisse modernster Forschung, so z. B. die Abtrennung des Plutoniums vom Uran aus den Plü-Produkten, sagt ganz kurz etwas über Silicone und bespricht ausführlich die Säure-Basen-Theorie von Brönsted, um nur einige Beispiele herauszugreifen. Für einen Nicht-Amerikaner dürfte dieses nun schon in 5. Auflage erschienene Buch auch dadurch ein besonderes Interesse haben, daß es nach jedem Kapitel eine Auswahl typischer Prüfungsfragen enthält, die den Unterschied zwischen der deutschen und amerikanischen Prüfungsmethode besonders deutlich macht. 10.10

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

**William Band**, *Statistische Mechanik von Mischungen der Bose-Einstein- und der Fermi-Dirac-Systeme.* MAYERS klass. Theorie der Phasenintegrale für Fl. (J. chem. Physics 10. [1942.] 629) wird quantentheoret. formuliert unter Benutzung des Verf. von KIRKWOOD (Physic. Rev. [2] 44. [1933.] 31), u. zwar gleich für Mischungen. Eine

Diskussion ist möglich in den beiden Fällen a) starke Wechselwrg. (klass. Fl.), schwache Entartung, b) schwache Wechselwrg. (klass.: fast ideales Gas), starke Entartung. Fall b) zeigt, daß sich eine FERMI-Komponente ( ${}^3\text{He}$ ) an der BOSE-EINSTEIN-Kondensation ( $\lambda$ -Punkt von  ${}^4\text{He}$ ) nicht beteiligt. Unterhalb des  $\lambda$ -Punktes versagt die Theorie, da wegen der überwiegenden Besetzung des tiefsten Zustandes die Grundannahmen der statist. Mechanik unzutreffend sind, worauf schon SCHIFF (C. 1942. I. 319) hinwies. (J. chem. Physics 16. 343—52. April 1948. Chicago, Ill., Univ., Inst. for Nuclear Studies.) 309.78

Gérard Petiau, *Über die Lorentz- und die Spin-Kraft in der Theorie des Elektrons von Dirac*. Ausgehend von der DIRAC-Gleichung wird gezeigt, daß der Erwartungswert der Elektronengeschwindigkeit  $v$ , berechnet nach der Formel  $\mathbf{v} = \eta/m$  ( $\eta$  = Impuls,  $m$  = Masse), äquivalent ist mit der zeitlichen Änderung des Erwartungswertes von  $\mathbf{r} + \vec{\pi} \cdot \mathbf{h}/4\pi m_0 c$ , also des Orts eines Nachbarpunktes ( $\vec{\pi} = i \vec{\alpha} \alpha_4$ ). Die Berechnung des Erwartungswertes der zeitlichen Impulsänderung führt auf die LORENTZ-Kraft einer Punktladung u. die Spinkraft, ausgeübt auf das elektr. u. magnet. Moment. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 226. 313—14. 26/1. 1948.) 309.78

Bernard d'Espagnat, *Anwendung der charakteristischen Quantenfunktion auf das Studium des harmonischen Oscillators*. Die charakterist. Statistikfunktion  $\Phi(s) = \langle \psi, \exp 2\pi i s A, \psi \rangle$  des Operators  $A$  für die Wellenfunktion  $\psi$  zur Zeit  $t$  wird berechnet für Ort u. Impuls eines linearen harmon. Oscillators. Es ergibt sich eine neue Einsicht in das Verh. von dessen Wellenpaketen. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 226. 316—18. 26/1. 1948.) 309.78

Edmond Arnous und Daniel Massignon, *Beobachtbare Größen und Wahrscheinlichkeitsfunktionen*. Die Quantenmechanik gibt an, wie sich Wellenfunktionen  $\psi$  u. Operatoren  $A$  zeitlich ändern, u. es ist leicht zu zeigen, daß der Erwartungswert von  $A(O)$ , bestimmt an  $\psi(t)$ , gleich ist dem von  $A(t)$ , bestimmt an  $\psi(O)$ . Dies ermöglicht die statist. Behandlung des zeitlichen Ablaufs u. die Herst. des Zusammenhangs mit der Theorie der Wahrscheinlichkeitsfunktionen. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 226. 318—20. 26/1. 1948.) 309.78

C. G. Shull, M. C. Marney und E. O. Wollan, *Laueaufnahme der Neutronenbeugung*. Es wurden LAUE-Diagramme erhalten von therm. Neutronen, die an einem Einkrystall gebogen worden waren. Method. wurde derart vorgegangen, daß vor dem photograph. Film eine In-Folie angebracht war. Neutroneneinfang in der In-Folie erzeugte eine  $\beta$ -Teilchenemission, durch welche Schwärzung des Films an den zu erwartenden LAUE-Punkten eintrat. (Physic. Rev. [2] 73. 1265. 15/5. 1948. Oak Ridge, Tenn., Clinton Nat. Labor.) 110.82

L. J. Rainwater, W. W. Havens jr. und C. S. Wu, *Spektrometrische Untersuchungen an Fe, Ni und Cu mit langsamen Neutronen*. Nach der Theorie von FESHBACH, PEASLEE u. WEISSKOPF (Physic. Rev. [2] 71. [1947.] 145) sollte der Neutronenstreuungsquerschnitt von Elementen  $\sigma \approx 4\pi R^2$  sein, wenn die Neutronenenergie nicht nahe einer Resonanz ist. Dies wurde für die meisten Elemente auch bestätigt mit Ausnahme von Fe, Ni u. Cu, welche in dem therm. Gebiet ungewöhnlich große Streuungsquerschnitte besitzen. Auf der Grundlage der obigen Theorie werden große Streuungsquerschnitte beobachtet für Energien gerade über den Resonanzenergien. Der Streuungsquerschnitt sollte dann mit der Neutronenenergie in einer definierten Weise abnehmen, die in Zusammenhang steht mit dem Niveaubestand u. der Lage des eigentlichen Niveaus. Für Fe wird der Wirkungsquerschnitt unterhalb 300 eV gut wiedergegeben durch den Ausdruck  $\sigma = 11,0 + 0,35 E^{-11}$ , u. zwar unter Vernachlässigung der Krystallinterferenzeffekte niederer Energie. Unterhalb 60 eV wird der Wirkungsquerschnitt dargestellt durch die Gleichung  $\sigma = 17,0 + 0,77 E^{-12}$  außerdem wurde eine Resonanz nahe 100 eV beobachtet. Für Cu lautet die Gleichung unterhalb 20 eV:  $\sigma = 7,8 + 0,54 E^{-12}$  Die Wirkungsquerschnitte nehmen bei höheren Energien ab. (Physic. Rev. [2] 73. 1265. 15/5. 1948. Columbia Univ.) 110.82

W. W. Havens jr., L. J. Rainwater und C. S. Wu, *Spektrometrische Untersuchungen über die Geschwindigkeit langsamer Neutronen: Krystallinterferenz und molekulare Bindungseffekte bei niedrigen Energien*. Der Wirkungsquerschnitt langsamer Neutronen von H in Paraffin ändert sich von etwa  $20,6 \pm 1$  oberhalb 1 eV bis etwa 76 bei 0,005 eV. Unterhalb 0,05 sind die Ergebnisse in guter Übereinstimmung mit der theoret. Kurve von BETHE (C. 1937. II. 2484). Der Wirkungsquerschnitt von  $D_2O$  nimmt von 10,5 oberhalb 1 eV auf etwa 20 bei 0,005, u. zwar auf Grund von red. Massenbindungseffekten, ab. Der Wirkungsquerschnitt ist in guter Übereinstimmung mit dem Ausdruck  $10 + 0,72 E^{-12}$  innerhalb des untersuchten Gebietes. An opt. Krystallen von Quarz u. Calcit wurden der



Grad der Durchlässigkeit bei niedrigen Energien, der Wert des additiven Wirkungsquerschnitts bei höheren Energien u. die Kurvenformen in dem Übergangsbereich bestimmt. Der Wirkungsquerschnitt von  $\text{SiO}_2$  war nahezu konstant bei 9,0 oberhalb 0,57 eV u. bei 1,25 unterhalb 0,01 eV mit einem mittleren Wert von 5,0 bei 0,1 eV. Ähnlich ist für  $\text{CaCO}_3$  der Wirkungsquerschnitt konstant bei 19,8 oberhalb 0,9 eV u. bei 3,5 unterhalb 0,009 eV mit einem mittleren Wert von 11 bei 0,08 eV. (Physic. Rev. [2] 73. 1265. 15/5. 1948. New York, Columbia Univ.) 110.82

R. H. Goeckermann und I. Perlman, *Charakteristiken des Wismutzerfalls mit Teilchen großer Energie*. Untersucht wurden die langlebigeren Zerfallsprod. von Bi nach Bestrahlen mit Deutonen von 200 MeV. Am häufigsten traten Zerfallsprod. einer fast symm. Spaltung auf, u. zwar mit fallender Ausbeute für niedrigere u. höhere Massenzahlen. Obwohl die Kurve der Zerfallsausbeute nur ein symm. Maximum zeigt, liegt die Symmetrielinie bei einer M. von etwa 100, während die bei der Einw. eines Deutons auf den  $^{209}\text{Bi}$ -Kern bei 105—106 liegen sollte. Es wurden die folgenden Zerfallsprod. identifiziert:  $^{45}\text{Ca}$ ,  $^{59}\text{Fe}$ ,  $^{66}\text{Ni}$ ,  $^{67}\text{Cu}$ ,  $^{72}\text{Zn}$ ,  $^{74}\text{As}$ ,  $^{77}\text{As}$ ,  $^{86}\text{Rb}$ ,  $^{89}\text{Sr}$ ,  $^{90}\text{Y}$ ,  $^{91}\text{Y}$ ,  $^{95}\text{Zr}$ ,  $^{99}\text{Mo}$ ,  $^{103}\text{Ru}$ ,  $^{106}\text{Ru}$ ,  $^{111}\text{Ag}$ ,  $^{112}\text{Pd}$ ,  $^{115}\text{Cd}$  (44 Tage),  $^{119}\text{Te}$ ,  $^{122}\text{Sb}$ ,  $^{124}\text{J}$ ,  $^{125}\text{J}$ ,  $^{126}\text{J}$ ,  $^{133}\text{Ba}$  u.  $^{139}\text{Ce}$ . Betreffs des Mechanismus des Bi-Zerfalls mit hochenerget. Deutonen muß wahrscheinlich angenommen werden, daß nur solche Kerne zerfallen, an die das Deutonen einen großen Teil seiner Energie abgibt. (Physic. Rev. [2] 73. 1127—28. [1/5. 1948. Berkeley, Calif., Univ., Radiation Labor. and Dep. of Chem.) 110.85

D. H. Templeton und I. Perlman, *Künstliche  $\alpha$ -aktive Wismutisotope*. Nach Bestrahlung von Pb mit hochenerget. Deutonen wurden in dem Kathodenmaterial einige neue kurzlebige  $\alpha$ -Strahler beobachtet. Die Zerfallskurve konnte aufgelöst werden in Aktivitäten von 2 Min., 9 Min., 27 Min. u. 1—2 Stunden. Die drei längsten Perioden konnten chem. mit der Bi-Fraktion identifiziert werden. Wurde Pb mit 100 MeV-Deutonen bestrahlt, dann konnten nur die 27 Min.- u. 1—2 Stdn.-Perioden nachgewiesen werden. Es folgt hieraus, daß die beiden kurzlebigeren Aktivitäten eine niedrigere Massenzahl besitzen als die längerlebigen. Es wird angenommen, daß alle diese Bi-Isotope eine niedrigere Massenzahl haben als 203, da mit  $^{204}\text{Pb}$  angereichertes Pb nach Beschießen mit 20 MeV-Deutonen keine  $\alpha$ -Aktivität zeigt. Die  $\alpha$ -Teilchenenergie der drei längeren Perioden lag bei  $5,5 \pm 0,3$  MeV. Die Halbwertszeiten für die 27 Min.- u. 1—2 Stdn.-Aktivitäten ergaben sich zu etwa 1 Monat u. 3 Jahren, wenn man annimmt, daß ein Elektron pro Zerfall durch Bahnelektroneneinfang emittiert wird. (Physic. Rev. [2] 73. 1211. 15/5. 1948. Berkeley, Calif., Univ., Radiation Labor. and Dep. of Chem.) 110.85

A. V. Grosse und E. T. Booth, *Langlebiges Zirkonium aus der Spaltung von  $^{235}\text{Uran}$* . Nach mehrtägigem Bestrahlen einer Lsg. von Uranylнитrat mit langsamen Neutronen konnte aus der Lsg. (nach Zugabe von  $\text{ZrOCl}_2$ -Lsg. als Träger) ein  $\text{ZrO}_2$ -Präp. isoliert werden, welches ein Zr mit einer Aktivität von 60 Tagen enthält. Bei diesem Zr handelt es sich um  $^{95}\text{Zr}$ , welches Elektronen von etwa 0,25 MeV Energie emittiert. Neben diesem Zr-Isotop existiert noch ein weiteres Zr mit einer Halbwertszeit von 17 Stdn., welches mit  $^{97}\text{Zr}$  zu bezeichnen ist. (J. Amer. chem. Soc. 70. 465—66. Febr. 1948. Columbia Univ., Dep. of Physics.) 110.85

F. de Hoffmann, B. T. Feld und P.R. Stein, *Verzögerte Neutronen aus  $^{235}\text{U}$  nach kurzer Bestrahlung*. Die verzögerten Neutronen aus etwa 10 mSck. bestrahltem  $^{235}\text{U}$  wurden untersucht u. 5 Aktivitätsgruppen festgestellt. (Physic. Rev. [2] 73. 636. 15/3. 1948. Los Alamos, Scientific. Labor.) 286.85

William P. Jesse und Harold Forstat, *Die Energien der  $\alpha$ -Teilchen von  $^{238}\text{Pu}$  und  $^{239}\text{Pu}$* . Es werden die Energien der  $\alpha$ -Teilchen verschied. Proben in einer Ionisationskammer verglichen. Als Vgl. diene  $^{210}\text{Po}$  (5,298 MeV). Es betragen die Energien der  $\alpha$ -Teilchen von  $^{238}\text{Pu}$  5,493 MeV u. von  $^{239}\text{Pu}$  5,140 MeV; die entsprechenden Reichweiten in der Luft sind 4,07 u. 3,67 cm. (Physic. Rev. [2] 73. 926—27. 15/4. 1948. Chicago, Ill., Argonne National Labor.) 286.90

Alberto Barajas, *Über die Hypothesen, die jeder Gravitationstheorie zugrunde liegen*. Es wird die allg. Form einer Theorie der Gravitation diskutiert, die das Äquivalenzprinzip erfüllt. Die Trajektorien sind die Bahnkurven. Aus zusätzlichen Bedingungen erhält man die Theorien von NEWTON, EINSTEIN u. BIRKHOFF. (Physic. Rev. [2] 73. 651. 15/3. 1948. Univ. of Mexico.) 194.134

Fernando Alba, *Die Bewegung eines Teilchens längs der Achse eines rotierenden Ringes in der Birkhoff'schen Gravitationstheorie*. Unter Benutzung des Potentials der BIRKHOFF'schen Gravitationstheorie kann die Bewegungsgleichung eines Teilchens längs der Achse eines rotierenden Ringes abgeleitet werden. Die relativist. M. des Ringes

ist  $m = m_0 (1 - 3v^2/2c^2)$ . Das erste Integral der Bewegungsgleichung bietet keine Schwierigkeiten, das zweite muß durch Reihenentw. gelöst werden. Man erhält so Bewegungsamplituden, die klein sind gegen den Ringradius. Die NEWTONSche Lösung des Problems führt auf ellipt. Integrale 1. u. 3. Art. Die Lösung des Problems in der neuen Theorie wird für kleine Teilchengeschwindigkeiten mit der NEWTONSchen identisch. (Physic. Rev. [2] 73. 651. 15/3. 1948. Univ. of Mexico.) 194.134

Carlos Graef Fernandez, *Die Begründung der Birkhoff'schen Gravitationstheorie durch die Partikelmechanik*. Es werden Postulate aufgestellt, auf die die BIRKHOFFSche Gravitationstheorie begründet werden kann. Der allg. Rahmen ist die MINKOWSKISCHE Raumzeit der speziellen Relativitätstheorie. Das Feld wird charakterisiert durch den BIRKHOFFSchen Gravitationstensor. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Gravitationsstörungen im leeren Raum ist gleich der Lichtgeschwindigkeit. Die zwischen den Partikeln wirkenden Kräfte sind vom NEWTONSchen Typ. Der von einem ruhenden Teilchen herrührende Feldtensor ergibt sich aus den Postulaten in Verb. mit Symmetriebetrachtungen. Das Gravitationsfeld eines bewegten Teilchens von konstanter Geschwindigkeit ergibt sich aus einer LORENTZ-Transformation. Für ein beschleunigtes Teilchen wird angenommen, daß sein Feld momentan ident. ist mit dem eines Teilchens gleicher Ruhemasse. Alle Bedingungen beziehen sich auf Teilchenfelder. In enger Analogie zur NEWTONSchen Gravitationstheorie kann die BIRKHOFFSche Theorie auf die Partikelmechanik gegründet werden. (Physic. Rev. [2] 73. 651. 15/3. 1948. Univ. of Mexico.) 194.134

Guido Munch, *Über Modelle der Sonnenatmosphäre*. Die von STRÖMGREN (Publikationer og mindre Meddelelser fra Kobenhavns Observatorium Nr. 138 [1944.]) behandelten Modelle der Sonnenatmosphäre wurden unter Benutzung der neuen Best. des kontinuierlichen Absorptionskoeff. des negativen Wasserstoffions durch CHANDRASEKHAR u. BREEN (Astrophysic. J. 104. [1946.] 429) revidiert. Die Werte der Opazität ( $\bar{k}$ ), pro  $g$  des Gesamtdrucks  $p$  u. des Elektronendrucks  $p_e$  für eine Reihe von Tiefen  $q$  zwischen 0,01 u. 1,4 wurden tabuliert für verschied. Werte des Verhältnisses Wasserstoff zu Metall. Die Werte  $p$  u.  $p_e$  sind systemat. kleiner als bei STRÖMGREN, während  $\bar{k}$  für Schichten mit  $q \geq 0,02$  um einen Faktor der Größenordnung 1,2 größer ausfällt. Diese Unterschiede sind von Bedeutung für die Schichten, in denen die FRAUNHOFER'schen Linien entstehen, u. für eine Neudiskussion der chem. Zus. der Sonnenatmosphäre. (Physic. Rev. [2] 73. 651—52. 15/3. 1948. Univ. of Mexico.) 194.134

M. Forró, *Bemerkungen über die Theorien, die den Magnetismus der Himmelskörper erklären*. Es wird betont, daß die WILSONSche Formel (Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A 104. [1923.] 451), nach der zwischen M. u. Ladung Proportionalität herrscht, nicht reversibel ist, u. daß eine befriedigende Erklärung dafür noch aussteht. (Physic. Rev. [2] 74. 218—19. 15/7. 1948. Budapest, Inst. für Exp. Phys.) 286.134

James Franck, *Bemerkungen über Luminescenz von Ionkristallen*. In Analogie zur strahlungslosen inneren Umwandlung von Anregungsenergie des Elektronensystems komplexer Moll. in atomare Schwingungen läßt sich erklären, daß bei Einfangen von Elektronen in Fallen des Kristallgitters keine Lichtemission zu beobachten ist. Die Leuchtfähigkeit von akt. Zentren läßt sich deuten durch schwache Kopplung eines Elektronenübergangs in mol. Komplexen mit dem Schwingungssystem des Kristallgitters. Es kann angenommen werden, daß die Anregung der Phosphorescenz in akt. Komplexen durch den Prozeß der sensibilisierten Fluorescenz erfolgt, bei der die prakt. strahlungslose Wiedervereinigung eines Elektrons mit einem Gitterbaustein die Sensibilisierung hervorruft. Auf Grund dieser Überlegungen wird das Verh. von TI-Alkalihalidphosphoren erklärt. (Ann. Physik [6] 3. 62—68. 1948. Chicago, Univ., Dep. of Chem.) 110.140

I. Broser und H. Kallmann, *Quantitative Messungen an  $\alpha$ -Teilchen mit dem Leuchtmassezähler*. Die Umwandlung der kinet. Energie von  $\alpha$ -Teilchen in Licht beim Szintillationsvorgang in pulverigen ZnS-Ag-Schichten wird an einzelnen u. an vielen  $\alpha$ -Teilchen quantitativ mittels eines Sekundärelektronenvervielfachers untersucht u. zur Energiebest. u. Eichung von  $\alpha$ -Strahlenquellen ausgebaut. Durch Zählung der Lichtblitze u. gleichzeitige Messung von deren Intensität wird nachgewiesen, daß die von  $\alpha$ -Teilchen gleicher Energie erzeugten Lichtblitze nicht gleich groß sind. Bei Benutzung von großen CdS-Einkristallen als Leuchtstoff beträgt diese Schwankung nur 25%, so daß sich einzelne  $\alpha$ -Teilchen bis herunter zu  $10^5$  eV registrieren u. ausmessenslassen. Aus Gleichstrommessungen mit vielen  $\alpha$ -Teilchen ergibt sich, daß die Lichtausbeute im Bereich von 0,1—5 MeV bei ZnS-Ag nahezu unabhängig von der Energie der erregenden  $\alpha$ -Teilchen ist. Es lassen sich noch 100  $\alpha$ -Teilchen/sec nachweisen. Die Messungen

führen zu Methoden, um  $\alpha$ -Aktivitäten beliebiger Stärke zu eichen. (Ann. Physik [6] 4. 61—68. 1948. Berlin-Dahlem, KWI für physikal. Chem. u. Elektrochem.) 102.140

I. Broser und H. Kallmann, *Anregung von Leuchtstoffen durch die energiereichen Kerntrümmer der Uranspaltung*. Mittels des *Leuchtmassenzählers*, der aus einem Leuchtstoffschirm u. einem Sekundärelektronenvervielfacher besteht, wird die Anregung von Leuchtstoffen durch einzelne, bei der *Uranspaltung* ausgesandte, hochgeladene energiereiche Teilchen untersucht. Dabei lassen sich die schweren Kerntrümmer auch bei Ggw. starker  $\gamma$ -Strahlen sehr leicht nachweisen. Die Lichtausbeute für ZnS-Ag ist geringer als bei Einw. von  $\alpha$ -Strahlen u. beträgt rund 3%. (Ann. Physik [6] 4. 85—89. 1948. Berlin-Dahlem, KWI für physikal. Chem. u. Elektrochem.) 102.140

Shannon Jones, *Mahleffekte bei Zink-Beryllium-Silicat-Phosphoren*. Es werden Daten über die Trockenmahlung synthet. Zn-Bc-Silicat-Phosphore mitgeteilt. (Physic. Rev. [2] 74. 116. 1/7. 1948. General Electric Co., Lamp Development Labor.) 286.140

Antoine A. Guntz, *Darstellung phosphoreszierender Sulfide*. Über die Darst. mit Alkaliyposulfit vgl. C. 1948. I. 1081. Vf. untersucht in Fortsetzung der Arbeiten die Brauchbarkeit von Thioharnstoff (I), Ammonrhodanid (II) u. Schwefelkohlenstoff (III) für die Darst. von ZnS nach derselben Methode. Es wurde in allen drei Fällen die Bldg. von ZnS beobachtet. Im Gegensatz zu Alkaliyposulfit sind I, II, III um so reaktionsfähiger, je alkalischer die Metallsalzlsg. ist. — Unter gewissen Bedingungen, z. B. bei Ggw. geringer Mengen Oxyde, luminescieren oder phosphorescieren die Ndd., ohne daß sie auf 1100—1200° erhitzt wurden, eine Stütze für die Annahme einer mikrokryst. Struktur der hergestellten Sulfide. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 226. 1280—82. 19/4. 1948.) 267.140

G. J. Dienes, *Aktivierungsenergie für die Diffusion von Fehlstellenpaaren in Alkalihalogenidkristallen*. Die theoret. Aktivierungsenergie für die Diffusion von neutralen, aus den Fehlstellen eines positiven u. eines negativen Ions zusammengesetzten Fehlstellenpaaren in Alkalihalogeniden wird bestimmt. Änderungen der COULOMB-, Repulsiv- u. Polarisationsenergie werden berücksichtigt u. geeignete Korrekturen für Effekte zweiter Ordnung angebracht. Energiebeiträge vom VAN DER WAALS-Typus werden vernachlässigt. Rechnungen für das ungestörte u. gestörte Gitter zeigen, daß Verzerrungseffekte während der Diffusion von merklicher Größe sind. Dieser Energiebeitrag wird in der Nähe des Sattelpunktes so genau wie möglich abgeschätzt. Für die Diffusion im KCl-Gitter ergibt sich eine Aktivierungsenergie von 0,375 eV. Dieser Wert zeigt, daß die Wanderung neutraler Paare den Diffusionsprozeß einzelner Fehlstellen überwiegt. Das experimentelle Beweismaterial für diesen Wanderungstyp wird besprochen. Es wird der Schluß gezogen, daß die Annahme einer Diffusion mittels neutraler Fehlstellenpaare durch die theoret. Resultate eher gestützt als widerlegt wird. (J. chem. Physics 16. 620—32. Juni 1948. Pittsburgh, Pa., Carnegie Inst. of Technol.) 283.144

Alvin Radkowsky, *Temperaturabhängigkeit von Elektronenenergieniveaus in festen Körpern*. In vielen kristallin. Isolatoren gibt es eine der Temp. proportionale Verschiebung der langwelligen Absorptionsgrenze nach größeren Wellenlängen hin. Dies sind Kristalle, welche eine breite, nahezu strukturlose Absorption zeigen, die durch den Übergang eines Elektrons aus einem vollbesetzten in ein unbesetztes Elektronenband verursacht wird. Frühere Deutungsverss. haben ergeben, daß die Wrkkg. der Wärmeausdehnung viel zu klein sind, um die beobachtete Verschiebung zu erklären. Vf. weist nach, daß Zusammenstöße mit dem therm. schwingenden Gitter zu einer Verbreiterung der Energieniveaus der Elektronen führen, welche die effektive Breite des verbotenen Energiebereichs zwischen besetzten u. Leitfähigkeitsbändern verkleinert. Berechnungen zeigen, daß in polaren Kristallen, für welche Beobachtungen vorliegen, dieser Effekt die richtige Größe hat, um die experimentellen Daten zu erklären. In nichtpolaren Kristallen ist die Verschiebung der Absorptionskante theoret. sehr klein u. experimentell nicht beobachtet. (Physic. Rev. [2] 73. 749—61. 1/4. 1948. Washington, D. C., Catholic Univ.) 283.144

Ting-Sui Kê, *Innere Reibung in festen Lösungen von C und O auf Leerstellen in Tantal*. Es ist seit längerer Zeit bekannt, daß Fe einen temperaturabhängigen Typ von innerer Reibung besitzt. Es tritt ein Maximum der inneren Reibung bei Zimmertemp. auf bei einer Schwingungsfrequenz von etwa 1 c/sec. Von СНОЕК (C. 1941. II. 2176) war gezeigt worden, daß diese innere Reibung auf einer Unelastizität beruht, welche bedingt ist durch eine spannungsinduzierte bevorzugte Verteilung der C- u. N-Atome in der prim. festen Lsg. von  $\alpha$ -Fe. Gehen nun die C- oder N-Atome in die oktaed. Leerstellen des raumzentriert-kub. Gitters, dann erfolgt eine tetragonale Deformation des Gitters mit der tetragonalen Achse entlang einer der (100)-Richtungen. Legt man eine

Zugspannung entlang einer dieser Richtungen, dann besteht eine größere Wahrscheinlichkeit dafür, daß ein gelöstes Atom in einer dieser Leerstellen mit tetragonaler Achse entlang dieser Achse liegt. Diese bevorzugte Verteilung der gelösten Atome verursacht ein Relaxationsphänomen u. ist erkennbar durch innere Reibung oder verwandte Effekte. Keine unelast. Effekte sind zu erwarten, wenn man die Zugspannung entlang einer (111)-Richtung wirken läßt, denn dann sind alle Leerstellen äquivalent; dies konnte auch experimentell bestätigt werden. Um festzustellen, ob dieser Typ von stark temperaturabhängigen unelast. Effekten auch in anderen Metallen mit körperzentriert-kub. Gitter auftritt, wurden Messungen der inneren Reibung durchgeführt an Ta mit C u. O in fester Lösung. Zu den Verss. wurde verwandt ein Ta mit 0,013% C, ferner eine Probe, die durch Bestreichen mit koll. Graphit u. Anlassen im Vakuum bei 1200° einen C-Geh. von 0,062% erhalten hatte sowie eine Ta-Probe mit 0,13% C, die nach Erhitzen in O<sub>2</sub> bei 500° einen Sauerstoffgeh. von etwa 0,06% besaß. Messungen der inneren Reibung an der ersten Probe bei einer Frequenz von etwa 1 c/sec ergaben ein Maximum der inneren Reibung bei etwa 150° u. ein zweites bei etwa 350°. Die mit dem Maximum bei 150° assoziierte Aktivierungswärme wurde bestimmt zu 25000 cal pro Mol. Aus den entsprechenden Messungen an der zweiten Probe konnte geschlossen werden, daß das beobachtete Maximum der inneren Reibung bei beiden Proben (bei 150°) durch die Ggw. von C bedingt ist. Da nun der Relaxationsprozeß nur eine Relaxationszeit hat, folgt, daß das Maximum seine Entstehung nur dem C allein verdankt. Bei der O-enhaltenden Probe erreicht die innere Reibung ein Maximum bei 172° u. eine Schwingungsfrequenz von 1,11 c/sec. Die mit der Relaxation verknüpfte Aktivierungswärme beträgt 29 000 cal pro Mol. Der bei dieser Probe maximale Wert der inneren Reibung kann jedoch nicht durch eine einzelne Relaxationszeit mit nur einer Aktivierungsenergie gedeutet werden. Die weitere Diskussion der erhaltenen Ergebnisse führt zu dem Schluß, daß die C-Atome nur die oktaedr. Leerstellen des Gitters besetzen, während die O-Atome auf den oktaedr. u. tetraedr. Leerstellen statist. verteilt sind. (Physic. Rev. [2] 74. 9—15. 1/7. 1948. Chicago, Ill., Univ., Inst. for the Study of Metals.) 110.145

Ting-Sui Kê, *Durch Druck induzierte Diffusion von Kohlenstoff- und Sauerstoffatomen in Zwischengitterplätze von Tantal.* Kurze Wiedergabe der vorst. referierten Arbeit. (Physic. Rev. [2] 73. 1231. 15/5. 1948. Chicago, Univ.) 110.145

Ting-Sui Kê, *Spannungsrelaxation durch atomare Diffusion auf Leerstellen in Tantal.* (Vgl. vorst. Ref.) Es war in den vorst. Arbeiten gezeigt worden, daß die bei Ta mit geringen Beimengungen C u. O beobachteten Maxima der inneren Reibung verursacht werden durch eine spannungsinduzierte bevorzugte Verteilung von C u. O auf den Leerstellen des Ta-Gitters. Um diese Feststellungen weiter zu untersuchen, wurden die mit diesen Relaxationen verbundenen Relaxationsstärken bestimmt durch Festigkeits-Spannungs-Relaxationsmessungen unter Zug innerhalb eines großen Temp.-Bereiches. Trägt man den reziproken Wert der Relaxationsstärke graph. gegen die absol. Temp. auf, so erhält man eine durch den Ursprung gehende gerade Linie. Diese lineare Beziehung stimmt mit der Theorie überein. Daß die extrapolierte Gerade durch den Ursprung geht, besagt, daß die gegenseitige Beeinflussung zwischen den gelösten Atomen zu vernachlässigen ist. (Physic. Rev. [2] 74. 16—20. 1/7. 1948. Chicago, Ill., Univ., Inst. for the Study of Metals.) 110.145

Dan McLachlan jr., *Erleichterungen bei der Fourieranalyse durch Einsetzen bereits bekannter Strukturdaten.* Die Zahl der Parameter u. damit der Rechenaufwand bei der Ermittlung unbekannter Strukturen mit Hilfe der PATERSON-Analyse kann dadurch vermindert werden, daß man alle aus anderweitigen Unters. bereits bekannten Abstände u. Winkel in die Ausgangsgleichungen einsetzt. Bes. bei komplizierten organ. Verb. kann diese Meth. viel Rechnerei ersparen. Sie beruht auf der Beziehung  $\rho(u/g) = \sum_h T^2(h_{00}) \cos 2\pi h^* u$ . mit  $h^* = g \cdot h$ , wenn  $\rho(u) = \sum_h F^2(h_{00}) \cos 2\pi hu$  ist. (Physic. Rev. [2] 73. 539—40. 1/3. 1948. Univ. of Utah.) 431.146

A. D. Booth, *Eine neue „Mittelungs“-Methode für die Angabe der Atomlagen aus Röntgenstrahlendaten.* Infolge des Abbrucheffectes u. des stärkeren Einfl. der höheren Ordnungen sind die aus den Maxima der n-dimensionalen ( $n = 1, 2, 3$ ) FOURIERreihen erhaltenen Atomlagen gewöhnlich gegen ihre wahre Lage in der Elementarzelle verschoben. In privaten Diskussionen mit Cox, Crowfoot, ROBERTSON u. dem Vf. ist nun vorgeschlagen worden, nicht die Atomlagen aus den Maxima der FOURIERreihe zu ermitteln, sondern die Schwerpunkte des jeweiligen kugelförmigen Bereiches der Elektronen um das wahre Dichtemaximum zu bestimmen. Vf. leitet durch Einführung einer kugelförmigen Oberfläche mit dem Radius R für den 3-, 2- u. 1-dimensionalen Fall eine Reihe für die Funktion  $qR(x_0, y_0, z_0)$  bzw.  $qR(x_0, y_0)$  u.  $qR(x_0)$  ab, in der  $x_0, y_0, z_0$  die Schwerpunktslagen der Atome sind. In diese Reihe gehen statt der beobachteten

$F(h, k, l)$  usw. die durch  $|F(h, k, l)|$  usw. u. den wählbaren Radius  $R$  bestimmten  $S(h, k, l)$  ein. Das Maximum für  $\varrho_R$  kann aus der angenäherten Lage  $x_0, y_0, z_0$  durch die vom Vf. (Trans. Faraday Soc. 42. [1946.] 444) angegebene Differentialmeth. bestimmt werden. Die für den 3-dimensionalen Fall gültige Reihe lautet, wenn  $x_0, y_0, z_0$  die Schwerpunktskoordinaten,  $\Theta_0 = 2\pi(hx_0/a + ky_0/b + lz_0/c)$ ,  $\alpha$  die Phase,  $d$  den Netzebenenabstand,  $R$  den wählbaren Radius u.  $\sum$  die dreifache Summation über  $h, k$  u.  $l$  bedeuten:

$$\varrho_R(x_0, y_0, z_0) = \frac{1}{V} \sum S \cos(\Theta_0 - \alpha) \text{ mit } S = S(h, k, l) = \frac{d^2}{2\pi^2} [\sin 2\pi R/d - 2\pi R/d \cos 2\pi R/d] \cdot |F(h, k, l)|. \quad (\text{Trans Faraday Soc. 44. 282—85. Mai 1948. London, Univ., Birkbeck Coll., Physics Dep.} \quad 135.146)$$

H. Ekstein und S. Siegel, *Achromatisierung von Debye-Scherrer-Linien*. Es wird zunächst theoret. auseinandergesetzt, wie man durch Achromatisierung eine größere Schärfe der DEBYE-SCHERRER-Linien erreichen kann. Nach dem vorgeschlagenen Prinzip wurde an angelassenem Stahl eine Aufnahme des achromatisierten Co-K $\alpha$ -Dublekts hergestellt, aus der die Brauchbarkeit der Meth. ersichtlich ist. (Physic. Rev. [2] 73. 1207—08. 15/5. 1948. Chicago, Ill., Armour Res. Found.) 110.146

Paul Kaesberg, H. N. Ritland und W. W. Beaman, *Anwendung des Doppelkrystalspektrometers bei Röntgenstrukturuntersuchungen zur Messung sehr kleiner Ablenkwinkel*. Bei der üblichen photograph. Meth. treten Schwierigkeiten bei der Messung sehr kleiner Ablenkwinkel auf, wobei ein Kompromiß zwischen dem Auflösungsvermögen (2—3 Bogenminuten) u. der Intensität (Belichtungszeiten bis zu einigen Tagen) gemacht werden muß. Mit dem Doppelkrystalspektrometer kann man bei gleichem Auflösungsvermögen größere Intensitäten erhalten, weil man einen breiten (ca. 3·4 mm) Röntgenstrahl, das heißt einen großen Brennfleck ausnutzen kann. Die beschriebene Anordnung besteht aus 2 Kalkspatkrystallen, zwischen denen sich das Präp. befindet. Mit dem ersten Krystall werden die Röntgenstrahlen parallel gemacht, während mit dem zweiten durch Drehung (Einstellung auf  $\frac{1}{2}$  Bogensekunde genau) die Richtung der gestreuten Strahlen festgestellt werden kann; ihre Intensität wird mit einem Argon-Alkohol-Zählrohr gemessen. Scharfe Maxima können noch bei einem Winkelabstand von 100 Bogensekunden vom Primärstrahl festgestellt werden. Die großen Abstände in faserförmigen Proteinmoll. (Präp. von gewässerten Ochsensehnen) werden mit dieser Meth. aus den Maxima der 1.—7. u. der 9. Ordnung zu 675,1 Å bestimmt, was in guter Übereinstimmung mit älteren, aus Elektronenbeugungsverss. erhaltenen Werten steht. (Physic. Rev. [2] 74. 71—73. 1/7. 1948. Madison, Wis., Univ.) 431.146

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

C. H. Collie, J. B. Hasted und D. M. Ritson, *Die dielektrischen Eigenschaften von Wasser und schwerem Wasser*. Es werden die Messungen der DE. u. des Verlustwinkels von W. u. schwerem W. bei drei Wellenlängen innerhalb des Bereiches der anomalen Dispersion beschrieben. Die Ergebnisse zeigen, daß die DEBYE-Gleichung exakt mit einer temperaturabhängigen Relaxationszeit erfüllt ist. Ferner wird festgestellt, daß bei 10—40° das Verhältnis der Relaxationszeiten von W. u. schwerem W. quantitativ mit dem der Viscositäten in diesem Bereich übereinstimmt. Das bedeutet, daß der Reorientierungsmechanismus in diesem Fl. derselbe ist wie der der Viscosität. Der Wert 5,5 für die opt. dielektr. Konstante entspricht demnach der Theorie von ONSAGER. Es wird gezeigt, daß diese Theorie eine Relaxationsgleichung der DEBYE-Type für Wechselfelder gibt. (Proc. physic. Soc. 60. 145—60. 1/2. 1948. Oxford, Clarendon Labor.) 382.161

A. J. Weith jr., Marcus E. Hobbs und Paul M. Gross, *Das elektrische Moment von Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff und Bromwasserstoff in verschiedenen nichtpolaren Lösungsmitteln*. Es wird das elektr. Moment von Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff u. Bromwasserstoff in Tetrachlormethan, *n*-Heptan, Benzol u. Dioxan bestimmt. Ausführliche Angaben über Reinigung der Lösungsmittel sowie die apparative Durchführung, bei der auf sehr weitgehenden Ausschluß von W. Wert gelegt ist. In allen Fällen wird ein positiver Lösungsm.-Effekt beobachtet in Übereinstimmung mit FAIRBROTHER (C. 1935. II. 979). Die Effekte werden gedeutet durch Einfl. des Dipol-Mol. auf das polarisierbare Lösungsmittel. Danach kann der Lösungsm.-Effekt 15—20% des elektr. Momentes der polaren Moll. betragen. Bei HF-Heptan prägt sich die Tendenz des HF zu Doppelmoll. aus. Aus dem Ansteigen der mol. Polarisation von HF in Bzl. mit der Konz. wird auf steigende Tendenz der End-zu-End-Assoziation des HF geschlossen. Beim Dioxan tritt Wasserstoffbrückenbindung ein. Die möglichen Grenzstrukturen der Halogenwasserstoffe werden diskutiert, u. das Moment von HF wird auf 1,9—2,0 Debye

geschätzt. (J. Amer. chem. Soc. 70. 805—11. Febr. 1948. Durham, N. C., Duke Univ., Dep. of Chem.) 166.161

**Léon Grillet, Kapazitätsmeßanordnung mit Neonröhren.** Zur Messung von kleinen Kapazitäten (kleiner als 1 nF) ist eine Anordnung geeignet, bei der der Prüfling, ein hochohmiger Widerstand u. eine Neonröhre in Reihe geschaltet werden u. über einen Spannungsgleichhalter 50Hz-Wechselspannung zugeführt wird. Die Größe der Spannung, bei der die Röhre zu leuchten anfängt, gibt das Maß ab für die Größe der Kapazität des Kondensators. (C. R. hebdomadaire Séances Acad. Sci. 226. 1968—69. 14/6. 1948.) 270.161

**Marjorie Williamson, Eine Bemerkung zur Methode der Impedanzmessung mit dem Lecherdrahtsystem.** Die von WILLIAMS (Proc. phys. Soc. 56. [1944.] 63) vorgeschlagene neue Impedanzmeßmeth. mit dem LECHER-System wird auf ihre Brauchbarkeit zur Messung von  $\epsilon'$  u.  $\epsilon''$  mit Meterwellen untersucht. Die Justierung der App. erfordert die Einstellung eines bestimmten, nur experimentell bestimmbareren Abstandes der beiden Strombrücken. Die dabei auftretenden Schwierigkeiten, die daher rühren, daß der Abschluß der Paralleldrahtleitung mit einer Kupferplatte keinen idealen Kurzschluß darstellt, werden diskutiert. (Proc. phys. Soc. 60. 388—91. 1/4. 1948. London, Bedford Coll.) 292.161

**A. Piard, Die dielektrischen Verluste und ihre Messung.** Um Fehler abzustellen, die häufig in Rechenformeln für die Best. von Verlusten in Dielektrika oder bei Best. des Verlustfaktors vorkommen, werden die Berechnungsgrundlagen für die Aufstellung solcher Formeln abgehandelt. (Ind. Plastiques 4. 366—68. Aug. 1948.) 407.161

**Frederick Seitz, Über die Beweglichkeit von Elektronen in reinen nicht polaren Isolatoren.** Nach der PETERLSSchen Bedingung muß die Beweglichkeit der im Krystall klass. verteilten Elektronen größer als 30 qcm/Vsec sein. Aus den Zusammenstößen der Elektronen mit den akust. Schwingungsarten wird ein Ausdruck für die Stoßfrequenz abgeleitet. Für Diamant wird so bei Zimmertemp. eine Beweglichkeit von 156 qcm/Vsec gefunden. Für einen Temp.-Bereich, in dem nur die akust. Schwingungen angeregt sind, wird für das Verhältnis der Beweglichkeiten zweier verschied. Substanzen eine Gleichung abgeleitet, aus der dann die nicht bekannte Beweglichkeit der 2. Substanz berechnet werden kann. Weiter wird der Einfl. der nicht akust. Zustände in nicht polarem Material diskutiert, bes. hinsichtlich der Verwendung solcher Krystalle in Krystallzählern. (Physic. Rev. [2] 73. 549—64. 15/3. 1948. Pittsburgh, Carnegie Inst. of Technol.) 286.165

**A. J. Ahearn, Die durch  $\alpha$ -Teilchen in Diamant induzierte Leitfähigkeit und deren Änderung bei den verschiedenen Proben.** Durch  $\alpha$ -Teilchenbestrahlung kann nicht nur ein im UV durchlässiger, sondern auch undurchlässiger Diamant leitfähig gemacht werden. Vf. schließt daraus, daß die Diamanten aus diesen 2 verschied. Arten, die miteinander gemischt sind, bestehen. Die von den  $\alpha$ -Teilchen ausgelöste Wrkg. ist größer als die der  $\gamma$ -Strahlen. (Physic. Rev. [2] 73. 1113. 1/5. 1948. Murray Hill, N. J., Bell Telephone Labor.) 286.165

**G. L. Pearson und J. Bardeen, Elektrische Eigenschaften von reinem Silicium und Siliciumlegierungen.** In dem Temp.-Bereich von 90—900° K wurden der elektr. Widerstand u. die HALL-Koeff. bestimmt von reinem Si u. von Si-Legierungen mit 0,0005—10% Verunreinigungen vom P-Typ u. vom N-Typ. Die Widerstandskurven zeigen in dem untersuchten Bereich eine Energieniveaubrennung von 1—2 eV an. In dem Übergangsbereich zwischen den wahren u. den verunreinigten Gebieten werden die HALL-Kurven flacher u. zeigen an, daß ein Elektron für jedes Atom Verunreinigung gebraucht wird. Die Beweglichkeit u. die freie mittlere Weglänge der Elektronen u. der Leerstellen wurden als Funktion der Temp. u. des Geh. an Verunreinigung berechnet. In dem Hochtemp.-Gebiet, in dem die Gitterstreuung vorherrscht, beträgt die Leerstellenbeweglichkeit  $5 \cdot 10^5 T^{-1/2}$  qcm/Vsec u. die mittlere freie Weglänge  $2 \cdot 10^{-4} T^{-1}$  cm. Bei jeder gegebenen Temp. ist das Verhältnis von Elektronenbeweglichkeit zu Leerstellenbeweglichkeit 2,9. Bei tieferen Temp. ist der Beitrag der Verunreinigungsatome zur Gitterstreuung derart, daß die Beweglichkeit u. die mittlere freie Weglänge ein Maximum erreichen u. dann, in Übereinstimmung mit der Theorie, mit abnehmender Temp. abnehmen. (Physic. Rev. [2] 73. 1256. 15/5. 1948. Murray Hill, N. J., Bell Telephone Labor.) 110.165

**Walter Ringer und Heinrich Welker, Leitfähigkeit und Halleffekt von Germanium.** Im experimentellen Teil der Arbeit wurden an unlegierten u. mit Cu legierten Ge-Präp., welche im Hochvakuum gegossen worden waren, Leitfähigkeits- u. HALL-Effekt-Messungen durchgeführt. Dabei wurde an dem reinsten Ge-Präp. mit einem Verunreinigungsgeh. von ungefähr  $10^{-3}$  Gew.-% der spezif. Widerstand  $\rho = 0,86 \Omega$  cm

u. die HALL-Konstante  $R = 2000$  cm/Ampsec gefunden, woraus sich eine Elektronenkonz. von  $n = 3 \cdot 10^{16}$  cm u. eine Elektronenbeweglichkeit  $b = 2000$  cmsec/ $V$ cm<sup>-1</sup> errechnet. Für die Präpp. mit einem Fremdstoffgeh. unter 0,1 Gew.-% ist die Elektronenbeweglichkeit konstant u. nimmt obigen Wert an, so daß die Leitfähigkeit in diesem Bereich nur noch von der Elektronenkonz. abhängig ist, welche ihrerseits wieder als dem Fremdstoffgeh. proportional erscheint. Für reinstes Ge ist demnach ein um Größenordnungen höherer Widerstand als der angegebene zu erwarten. Im theoret. Teil der Arbeit wird Ge mit anderen Gleichrichtern verglichen u. schließlich gezeigt, wie aus den Messungen gefundene außerordentlich hohe Beweglichkeit im Sinne der wellenmechan. Metalltheorie zu deuten ist. (Z. Naturforsch. 3a. 20—29. Jan. 1948. München, Univ., Physikal.-chem. Inst.) 283.165

M. v. Laue, *Supraleitung und Krystallklasse*. Es wird gezeigt, daß man durch Erweiterung der LONDONSchen Theorie auf nichtkub. Krystalle u. zwar durch den Ersatz der LONDONSchen Supraleitungskonstante  $\lambda$  durch einen Tensor zweiten Ranges den Zusammenhang zwischen Supraleitung u. Krystallklasse erhält. (Ann. Physik [6] 3. 40—42. 1948. Göttingen, Max-Planck-Inst. für Physik.) 110.166

Félix Joachim Wisniewski, *Über die Theorie der Supraleitfähigkeit*. Die von LONDON der Theorie der Supraleitfähigkeit zugrundegelegte Gleichung wird aus den Prinzipien der Mechanik abgeleitet, u. an Hand der daraus gezogenen Folgerungen werden Beziehungen für Amplitude u. Frequenz der unter dem Einfl. eines äußeren Magnetfeldes schwingenden Moll. bei Supraleitfähigkeit u. bei n. Leitfähigkeit aufgestellt. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 226. 1964—65. 14/6. 1948.) 270.166

Heinz Koppe, *Zur Theorie der Supraleitung*. II. Mitt. *Die Berechnung der Sprungtemperatur*. In der I. Mitt. (vgl. C. 1948. II. 374) ist die HEISENBERGSche Theorie der Supraleitung (vgl. C. 1947. 1548) nach der statist.-thermodynam. Seite hin ergänzt u. dabei eine Abschätzung der spez. Wärme der Supraleiter erreicht worden. Durch die genauere Berücksichtigung der Austauschenergie zwischen den Elektronen gleichen Spins gelingt nun auch die angenäherte Berechnung der Sprungpunkte. Interessant ist, daß die Theorie eine maximale Sprungtemp. liefert, die nicht überschritten werden kann. Auch bei Beachtung des Näherungscharakters der Rechnungen glaubt Vf. folgern zu dürfen, daß die Supraleitung immer ein Gebiet der Tieftemperaturphysik bleiben wird. (Z. Naturforsch. 3a. 1—5. Jan. 1948. Göttingen, Max-Planck-Inst. für Physik.) 283.166

Werner Heisenberg, *Das elektrodynamische Verhalten der Supraleiter*. Das früher vorgeschlagene Modell eines Supraleiters (vgl. C. 1947. 1548; 1948. II. 18) wird genauer auf sein elektrodynam. Verh. untersucht. Die Berechnung der Supraleitungskonstante  $\lambda$  ergibt die richtige Temp.-Abhängigkeit dieser Größe u. führt außerdem zu einem Zusammenhang mit dem Restwiderstand. Die n. Leitfähigkeit des Supraleiters sollte, wenn die Temp. unter den Sprungpunkt sinkt, ansteigen, u. zwar schließlich im Grenzfall tiefster Temp. bis zum doppelten Wert — im Gegensatz zu einer von v. LAUE im Zusammenhang mit VerSS. McLENNANS diskutierten Annahme. Eine Betrachtung der Energie des Suprastroms führt dazu, die LONDONSchen Spannungen als elast. Spannungen der Elektronengitter zu deuten. Bei der Erklärung des MEISSNER-OCHSEN-FELD-Effekts, die von der früher versuchten (Ableitung aus dem zweiten Hauptsatz) grundsätzlich verschieden ist, wird von der Existenz der spontan gebildeten u. im allg. statist. verteilten Stromfäden (nach Art der WEISSschen Bezirke im Ferromagneten) an einer wesentlichen Stelle Gebrauch gemacht. Die Überlegungen zeigen die Möglichkeit, den Diamagnetismus der Supraleiter als eine Folge der Existenz der spontanen Supraleitungsströme u. damit der unendlichen Leitfähigkeit anzusehen u. zu verstehen. Die Wärmeleitfähigkeit wird durch das Einfrieren von Elektronen in der Gitterphase herabgesetzt, ihre Temp.-Abhängigkeit wird mit Hilfe des Modells abgeschätzt. Vom Beitrag der Ionengitterwärmeleitung u. des von den Gitterschwingungen hervorgerufenen Widerstandes wird dabei abgesehen. Zuletzt wird auf die Thermokraft eingegangen u. das Verschwinden der thermoelektr. Konstanten beim Supraleiter am Beispiel des Peltier-Effektes deutlich gemacht. Aus den Ableitungen des Vf. ergibt sich, daß ein elektr. Feld im Supraleiter nicht notwendig verschwindet. Es wird ein Experiment vorgeschlagen, durch das vielleicht der indirekte Nachw. elektrischer, zur Kompensation eines Temp.-Gefälles erforderlicher Felder in Supraleitern gelingen könnte. (Z. Naturforsch. 3a. 65—75. Febr. 1948. Göttingen, Max-Planck-Inst. für Physik.) 283.166

Robert T. Webber und J. M. Reynolds, *Kritische Felder von supraleitendem Vanadium*. Untersucht wurden die Übergänge in den supraleitenden Zustand u. die krit. Felder an Kügelchen von 99,7%ig. V. Eine Induktionsmeth. wurde benutzt, in der ein schwaches

magnet. Wechselfeld stetigen Feldern von Intensitäten bis zu 9000 Gauß überlagert wurde. Die Übergänge in Abwesenheit eines konstanten Feldes waren sehr breit u. erstreckten sich von etwa 4,2—3,5° K. Die stetigen magnet. Felder, welche notwendig waren um die Supraleitfähigkeit zu unterdrücken, waren sehr intensiv u. nahmen um etwa 5000 Gauß pro Grad K unterhalb des Beginns der Umwandlung zu. (Physic. Rev. [2] 73. 1264. 15/5. 1948. New Haven, Conn., Yale Univ.) 110.166

A. von Hippel, *Struktur und Leitfähigkeit in der Gruppe VIb des Periodischen Systems*. Kurze Wiedergabe der C. 1948. II. 938 referierten Arbeit. (Physic. Rev. [2] 73. 1257. 15/5. 1948. Cambridge, Mass., Inst. of Technol.) 110.166

J. V. Lebacqz, *Messungen des Hochfrequenzwiderstandes eines Stückes Niobnitrids bei der Umwandlung*. Bei der Umwandlungstemp. des NbN wurde der Hochfrequenzwiderstand zwischen 600 u. 1000 kHz gemessen u. innerhalb des experimentellen Fehlers als mit dem Gleichstromwiderstand übereinstimmend gefunden. Theoret. Überlegungen lassen jedoch eine Änderung erwarten, wenn der Gleichstromwiderstand im Zustand der Supraleitung kleiner als  $10^{-2}$  Ohm wird. (Physic. Rev. [2] 73. 1476. 15/6. 1948. Baltimore, Univ., Dep. of Electrical Engng.) 286.166

Hans Schmidt, Ingeborg Wittkopf und Gerhart Jander, *Elektrolysen in Essigsäureanhydrid*. Es sollte die Gültigkeit des FARADAYSchen Gesetzes bei Elektrolysen in dem wasseranalogen Essigsäureanhydrid (I) an einer Reihe von Kationen u. Anionen nachgeprüft werden, um auf diesem Wege zu beweisen, daß die in ihm gelösten Salze ähnlich wie in anderen Lösungsmitteln zum Teil dissoziiert vorliegen. Während ein großer Teil anorgan. Salze, wie die Carbonate, Sulfide, Sulfit, Nitrate, Nitrite, Azide, Cyanide infolge der eintretenden Solvolyse ausscheidet, kommen für den vorliegenden Zweck hauptsächlich Acetate u. Halogenide in Betracht. Bei der Elektrolyse des bes. aussichtsvoll erscheinenden Thallium (I)-acetates an Pt-Elektroden konnte jedoch keine dem Äquivalentgesetz entsprechende Menge Metall gefunden werden, da dieses sich in I löst. Das als einziges Hg-Salz in I gut lösl. HgBr<sub>2</sub> lieferte als Kathoden-Nd. reines Hg<sub>2</sub>Br<sub>2</sub>, das durch sek. Rk. des Metalls gemäß  $Hg + HgBr_2 = Hg_2Br_2$  gebildet wird. Die nach dem FARADAYSchen Gesetz zu erwartende Menge betrug hierbei ca. 90%. Unter den Halogeniden von Bi, As u. Sb gibt SbBr<sub>3</sub> nahezu dem Äquivalentgesetz entsprechende theoret. Ausbeuten an Metall. Während sich aus SbJ<sub>3</sub> überhaupt kein Metall abschied, konnte aus einer Lsg. von 4,9 g SbCl<sub>3</sub> in 100 g I bei mehreren Elektrolysen nur eine kathod. Stromausbeute von 40% erhalten werden. Wurde dieser Lsg. aber KCl hinzugesetzt, so zeigte sich, daß die Lsg. den Strom wesentlich besser leitete u. die Kathode sich gleich zu Beginn der Elektrolyse mit metall. Sb überzog, wobei Kathodenausbeuten von 93—97% erhalten wurden. Für die Unters. der Elektrolyse von Alkalisalzen in Ggw. von wenigen Prozent Eisessig wird ein besonderer App. mit Meßbürette zur Best. des gebildeten H<sub>2</sub> beschrieben. Dessen Menge entspricht nach längerer Elektrolysendauer in allen Fällen (Na- u. K-Acetat, sowie KJ u. RbBr) dem FARADAYSchen Gesetz. Die Gültigkeit desselben konnte für die Abscheidung von Anionen — Halogenen, die an AgBr-Anoden abgeschieden wurden — noch besser bestätigt gefunden werden. Besser als Jodide, unter denen sich nur das CoJ<sub>2</sub> als geeignet herausstellte, waren die Bromide geeignet, die Gültigkeit zu beweisen. Geprüft wurden RbBr, HgBr<sub>2</sub>, AsBr<sub>3</sub>, SbBr<sub>3</sub>, BiBr<sub>3</sub>, [(CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>N]Br, MgBr<sub>2</sub>, ZnBr<sub>2</sub> u. SnBr<sub>4</sub>, von denen die drei letzten mit dem Äquivalentgesetz übereinstimmende Werte ergaben. Am besten eigneten sich aber zur Nachprüfung der elektrolyt. Abscheidung der Anionen die Chloride, die durchweg eine durchaus befriedigende Übereinstimmung mit den nach dem FARADAYSchen Gesetz berechneten Cl-Werten ergaben. (Z. anorg. Chem. 256. 113—24. März 1948. Greifswald, Univ.) 116.172

Raymond Lautié, *Notiz über die Elektrolyse der Acetate*. Vf. behandelt die Elektrolyse von Acetaten in wss. Lsg. u. in der Schmelze unter dem Gesichtspunkt der Äthanerzeugung (KOLBE-Synth.). Bei der Elektrolyse in wss. Lsg. im Gleichstrom empfiehlt Vf. zur Unterdrückung der störenden H<sub>2</sub>-Bldg. die Verwendung von Zn-Acetat u. einer Hg-Kathode (Bldg. von Zn-Amalgam). Es ergibt sich eine optimale Ausbeute an Äthan bei hoher Konz., einer Temp. zwischen 0 u. 10° u. einer Stromdichte von 1—2 Amp/qcm. Zur Elektrolyse in der Schmelze eignen sich wegen ihrer niedrigen FF. Alkali- u. Ammoniumacetat. Unter geeigneten Bedingungen wird bei einem Minimum an Sekundär-Rkk. ein verhältnismäßig reines Äthan mit einer Ausbeute, die denen der Elektrolyse in wss. Lsg. überlegen ist, erhalten. (Bull. Soc. chim. France, Mém. 1948. 63—66. Jan./Febr.) 408.172



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

P. Dingemans und L. L. Dijkgraaf, *Der Dampfdruck wäßriger Lösungen, die an Ammoniumnitrat und Natriumnitrat gesättigt sind*. Das Gleichgewicht für die vier Phasen: Wasserdampf, gesätt. Lsg., festes  $NH_4NO_3$  u. festes  $NaNO_3$  wird von  $10^\circ$  bis zum Ende der Dampfdruckkurve, das heißt dem Eutektikum von  $NH_4NO_3$ - $NaNO_3$ , gemessen. Die eutekt. Temp. des Salzpaars wird zu  $121,1^\circ$  bestimmt, das Eutektikum besteht aus 78,2 Gew.-%  $NH_4NO_3$  u. 21,8 Gew.-%  $NaNO_3$ . Die Dampfdruckkurve hat bei  $94,0^\circ$  ein Maximum bei einem Dampfdruck von 82,4 mm Hg, der relative Dampfdruck  $p/p_w$  ( $p_w$  = Wasserdampfdruck) ist von  $10$ — $121,1^\circ$  durch zwei nahezu lineare Gleichungen darstellbar, aus denen sich ein Schnittpunkt bei  $82,4^\circ$ , dem Umwandlungspunkt  $\gamma$ - $NH_4NO_3$   $\rightarrow$   $\delta$ - $NH_4NO_3$ , berechnet. Durch Extrapolation der betreffenden relativen Dampfdruckkurve wird das metastabile Eutektikum  $\gamma$ - $NH_4NO_3$ - $NaNO_3$  bei  $117,0^\circ$  gefunden. Unabhängige Berechnungen dieses Punktes sowie des Maximums der Dampfdruckkurve geben genügend übereinstimmende Werte. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 67. 225—30. April 1948. Delft, Techn. Univ., Labor. for Phys. Chem.) 205.183

P. Dingemans und L. L. Dijkgraaf, *Der Dampfdruck gesättigter Lösungen von Natriumnitrat in Wasser*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Dampfdrucke einer gesätt. wss. Lsg. von  $NaNO_3$  werden von  $10$ — $150^\circ$  nach einer stat. Meth. bestimmt. Der relative Dampfdruck wird durch eine Gleichung in Abhängigkeit von der Temp. dargestellt, der Verlauf ist nahezu linear. Bis  $80^\circ$  wird ein Fehler im Dampfdruck von 0,1 mm angenommen, der auf 0,3 mm bis  $170^\circ$  steigt u. darüber einige Millimeter beträgt. Der  $K_p$ - $^{760}$  der gesätt. Lsg. liegt bei  $120,5^\circ$ . (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 67. 231—34. April 1948. Delft, Techn. Univ., Labor. for Phys. Chem.) 205.183

G. C. Akerlof und Paul Bender, *Thermodynamik wäßriger Kaliumhydroxyd-Lösungen*. Die EKK. der Kette  $Pt, H_2/KOH(m)/K_xHg/KOH(m_r)/H_2, Pt$  werden von  $0$ — $70^\circ$  in  $10^\circ$ -Intervallen gemessen, die KOH-Lsgg. sind 0,22—17,5 molar,  $m_r$  ist klein u. konstant. Die sich ergebenden mittleren Ionenaktivitätskoeff. werden durch eine Gleichung mit vier empir. Koeff. wiedergegeben, die Tem.-Abhängigkeit der Koeff. wird durch Potenzgleichungen dargestellt. Die relative partielle mol. Entropie u. die Aktivitätskoeff. werden außerdem graph. wiedergegeben, in beschränktem Konzentrationsbereich werden für  $18^\circ$  einige Zahlen für die relative partielle u. Lösungswärme angegeben. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2366—69. Juli 1948. New Haven, Conn., Univ.) 205.188

A. F. Frederickson, *Thermische Differentialkurve von Siderit*. Vt. bespricht die in der Literatur auftretenden Diskrepanzen in der therm. Differentialkurve von Siderit. Er ist der Meinung, daß wenigstens ein Teil der Widersprüche durch Unterschiede in der Empfindlichkeit der von verschied. Seiten verwendeten App. erklärt werden kann. Über eigene Verss. soll später berichtet werden. (Amer. Mineralogist 33. 372 bis 374. Mai/Juni 1948. St. Louis, Miss., Washington, Univ.) 110.188

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

Elizabeth F. Tuller und E. I. Fulmer, *Elektrolytikoagulation von Eisenoxydhydrat-solen*. Unter Benutzung eines lichtelektr. Colorimeters wird die Agglomeration — von den Vff. definiert als Adhäsion der Kolloidteilchen unter Bldg. größerer Aggregate — von Eisenhydroxydsolen (nach SORUM) verfolgt. Die Lichtdurchlässigkeit nimmt mit steigender Agglomeration zu u. steigt an, sobald Koagulation erreicht ist; diese wird definiert als Endstadium der Agglomeration, das zur Trennung in zwei Phasen infolge der Sedimentation führt. Der Anstieg der Lichtdurchlässigkeit ist ein Maß für die Sedimentationsgeschwindigkeit. Die Zeit, bei der die Lichtdurchlässigkeitskurve ihre Richtung ändert, entspricht der Zeit für die Koagulation u. wird als krit. Zeit  $t_c$  bezeichnet. Innerhalb gewisser Grenzen ist  $t_c$  eine Exponentialfunktion der Elektrolytkonz., doch gilt diese Beziehung nur im Bereich schneller Koagulation. Die krit. Zeit für den Bereich schneller oder langsamer Koagulation kann so als Basis für den Vgl. der zur Koagulation eines bestimmten Sols nötigen Elektrolytkonz. gewählt werden. In einem zweiten Teil wird die Gültigkeit der Regel nach BURTON-BISHOP an  $Fe_2O_3$ -Solen verschiedenen Reinheitsgrades geprüft. Trägt man die Elektrolytkonz. gegen den  $\log t_c$  graph. auf, so gibt die Reihenfolge der Abschnitte dieser Geraden auf der Ordinatenachse die Reihenfolge für schnelle Koagulation wieder. Verlaufen diese Geraden annähernd parallel, so ist die Reihenfolge bei schneller u. langsamer Koagulation die gleiche. Schneiden sich aber die Geraden, so können die Koagulationswerte für die langsame Koagulation entgegengesetzt wie die für schnelle Koagulation verlaufen. Ist das dominierende Ion einwertig (NaCl), so ist für alle Reinheitsgrade des  $Fe_2O_3$ -Sols außer zwischen P 50—150 (Verhältnis Fe/Cl in g-Äquivalent) die Folge der schnellen Koagu-

lationswerte in Übereinstimmung mit der BURTON-BISHOPschen Regel. — Die Reihenfolge der langsamen Koagulationswerte stimmt mit der Regel nur bei Reinheitsgraden >250 überein. Ist das dominierende Ion zweiwertig ( $K_2SO_4$ ), so verhält sich der Elektrolyt wie zwischen 1- u. 2wertigen Ionen stehend, in Übereinstimmung mit der BURTON-BISHOPschen Regel. Obgleich wegen zu schneller Flockung u. Gelbdgd. die Koagulation mit einem 3wertigen Ion nicht in gleicher Ausführlichkeit untersucht werden konnte, zeigen die Versuchswerte mit  $K_3Fe(CN)_6$ , daß in Übereinstimmung mit der Regel die Werte für die schnelle Koagulation mit der Konz. an Koll. parallel gehen. (J. phys. colloid. Chem. 52. 787—808. Mai 1948. Ames, Ia., State Coll.) 116.195

F. A. Lucy, *Untersuchungen von Oberflächenfilmen durch Reflexion polarisierten Lichtes*. I. Mitt. *Eine genaue algebraische Berechnungsmethode*. Planpolarisiertes Licht wird im allg. durch Reflexion ellipt. polarisiert, wobei die Moll. der sehr dünnen oberflächenschicht an diesem Prozeß hauptsächlich beteiligt sind. Folglich kann diese Meth. zur Oberflächenerforschung — Filmdicke — bei zahlreichen Problemen Anwendung finden, wie z. B. beim Studium der natürlichen u. künstlichen Schmutzfilme auf Glas, der Adsorption von Gasen auf Metallen, der Oxydation u. anderer Korrosion von Metallen u. Mineraloberflächen, der Passivierungsschichten, der monomol. Schichten von Fettsäuren auf W. u. a. mehr. Die angewendeten Instrumente u. Verff. sind im allg. ausreichend erforscht, jedoch ist die Auswertung der Resultate oft nicht zufriedenstellend. Eine graph. Lösung ist langwierig, die algebraische wird von den meisten Autoren bevorzugt. Vf. gibt in vorliegender Arbeit eine algebraische Meth. an, die weniger Annahmen als die bisherigen enthält u. mit zwei früheren verglichen wird. Die nach vorliegenden genaueren Gleichungen gefundenen Werte stimmen mit denen nach den Gleichungen von DRUDE nicht bes. gut überein, während sie in einigen Fällen mit denen nach TRONSTADS Gleichungen erhaltenen in verhältnismäßig guter Übereinstimmung stehen. (J. chem. Physics 16. 167—74. März 1948. Palo Alto, Calif., Stanford Univ.) 311.198

Gervase L. Mills, *Teilchengrößenmessung*. Es wird eine Meth. ausgearbeitet, die es erlaubt, auf einfachste Weise die Korngröße in einem Pulver zu messen. In einem U-förmig gebogenen Glasrohr wird an der Spitze des einen Schenkels das zu untersuchende Pulver mit Hilfe eines durchlässigen Pfropfens gehalten. In den vertikal aufgestellten Schenkeln kann eine nichtpolare „netzende“ Fl. bis zu dem oberen Rand aufsteigen. Sie wird dann vorsichtig wieder gesenkt, wobei sie in dem einen Schenkel durch Adhäsionskräfte an dem Pulver hängen bleibt, aber in dem anderen Schenkel bis zu einer krit. Höhe fällt, bei der die Fl. in dem anderen Schenkel sich gerade abzulösen beginnt. Die Differenz der Menisken der Fl. an der krit. Stelle findet man in ihrer Abhängigkeit vom mittleren Radius (r) der Körnchen als gegeben durch den Ausdruck:

$$r = \frac{2mT}{h \cdot g \cdot a \cdot d_1 \cdot d_2 \cdot l}$$

wobei m das Gewicht des benutzten Pulvers, T die Oberflächenspannung der benutzten Fl. (hier  $CCl_4$ ),  $d_1$  bzw.  $d_2$  die DD. von Fl. bzw. Pulver u. a bzw. l der Querschnitt der Röhre bzw. die Höhe der Pulverschicht bedeuten. Offenbar ist die Benutzung einer unpolaren Fl. angezeigt, um Adsorption an das Pulver zu vermeiden, woraus eine Vergrößerung der effektiven Oberflächenspannung folgen würden. Vf. vergleicht die durch seine Meth. gelieferten Resultate mit denen der gewöhnlichen Meth. durch Zählung unter dem Mikroskop. Der Fehler dieser Meth. betrug im Falle eines mittleren Radius von 0,017 mm ca. 0,0008 mm. Der App. wird sicher auch auf andere Probleme, die mit Partikeln zusammenhängen, anwendbar sein, wie z. B. die willkürliche Packung von regelmäßigigen Körpern. (Nature [London] 161. 313—14. 28/2. 1948. Potters Bar, Middlesex, 37 Windmore Avenue.) 126.198

Raphaël Matalon, *Die Bedingungen für die Bildung eines Schaumes auf Grund der Dehnungs- und Schrumpfungskurven*. Die Schaumbildung hängt von folgenden beiden Faktoren ab: 1. Anreicherung der gelösten Substanz an der Grenzfläche Fl.—Luft in Gestalt eines Oberflächenfilms; dieser Vorgang hängt von der Diffusionsgeschwindigkeit aus dem Innern der Fl. an die Oberfläche sowie der Adsorptionsfähigkeit ab. 2. Physikal. Zustand des Grenzflächenfilms bei der Zerschäumung, bes. seine Beständigkeit. In sehr verd. Lsgg. erfolgt Schaumbildung, sobald die Schrumpfspannung des Films einen hinreichend niedrigen Wert erreicht. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 227. 634—35. 27/9. 1948.) 116.198

P. P. Pugatschewitsch, *Der Temperaturkoeffizient der Oberflächenspannung von Quecksilber und einige seiner Konstanten*. Die Oberflächenspannung von Hg wird im Temp.-Bereich von 24—353° mit Hilfe der Meth. des maximalen Druckes im Tropfen bestimmt u. eine lineare Temp.-Abhängigkeit gefunden ( $d\sigma/dr = -0,19$  dyn/cm°C). Es werden die vollständige Oberflächenenergie, Parachor u. Eötvös-Konstante berechnet, die für Hg Funktionen der Temp. sind. Die Experimente werden mit den Resultaten

anderer Autoren u. mit der Theorie verglichen. (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 17. 648—54. Juli 1947. Moskau, Univ., Physikal. Forschungsinst.) 421.198

R. Fricke, *Zur Oberflächenenergie fester Metalle*. Eine Gegenüberstellung der spezif. freien Oberflächenenergie  $\sigma_{sg}$  des festen u.  $\sigma_{lg}$  des betreffenden fl. Metalls für eine Reihe von Metallen ergab, daß  $\sigma_{sg}$  u.  $\sigma_{lg}$  beim F. für die hexagonal dichtest gepackten Metalle (*Zn, Cd*) von der gleichen Größenordnung sind. Da die Schmelzwärme sehr klein gegenüber der Verdampfungswärme ist, ist diese Beobachtung plausibel. Für die kub. flächenzentrierten Metalle (*Al, Pt, Cu, Ag, Au, Pb*) u. das kub. raumzentrierte *Fe* ist dagegen  $\sigma_{lg}$  sehr viel kleiner als  $\sigma_{sg}$ , das heißt, daß  $\sigma_{lg}$  ein sehr viel kleinerer Bruchteil der Verdampfungswärme ist, als bei Berechnung von  $\sigma_{sg}$  unter den angenommenen Voraussetzungen für die jeweils dichtest gepackte Ebene anzunehmen ist. (Naturwiss. 34. 313—14. 1947 [ausg. Juni 1948]. Stuttgart, TH, Labor. für anorgan. Chem.) 110.198

E. A. B. Birse und J. K. Roberts, *Wirkung und Bauweise mechanischer Filter für Staub und Rauch*. An den benutzten Aerosolen von Stearinsäure wurde die M.-Konz. in der Weise bestimmt, daß die in einem gemessenen Luftvol. durch Filtrierpapier zurückgehaltene Menge Staub mit PAc. abgelöst u. mit einer Filmwaage die gespreifete Fläche ausgemessen u. daraus die M. berechnet wurde. Als Filtermodell wurden mit Schlitz- oder kreisförmigen Bohrungen versehene Blenden verwendet. Es ergab sich, bei Benutzung der beschriebenen einfachen Versuchsanordnung, daß der vom Modellfilter zurückgehaltene Anteil Staub lediglich von der Strömungsgeschwindigkeit des Aerosols, nicht aber von der Spaltbreite abhängt. Die Ergebnisse werden theoret. unter Anschluß an die Wirbelbildg. nach KARMAN u. RUBACH erörtert, u. ihre Anwendung auf den Druckabfall beim Bau mehrstufiger Gasfilter wird besprochen. (Trans. Faraday Soc. 44. 273—78. Mai 1948. Cambridge, Univ.) 116.219

## B. Anorganische Chemie.

Oskar Glemser und Teut Risler, *Kohlenoxydverbindungen der Nichtmetalle*. I. Mitt. *Darstellung und Eigenschaften von Carbonylselenid, Carbonylselenid, COSe*, wird aus  $Al_2Se_3$  u.  $COCl_2$  durch Überleiten hergestellt. Eine maximale Ausbeute erhält man bei 219° u. 1,75 Liter  $COCl_2$ /Stde. (36%). Das entstehende  $AlCl_3$  wirkt autokatalytisch. Physikal. Daten des COSe: Tensionsgleichung  $\log p_{mm} = -1149,8/T + 7,4527$ . Kp. —21,7°. F. —124,4°. Mittlere mol. Verdampfungswärme 5260 cal. Troutonkonstante 20,9. Litergewicht bei 0° 4,8272 g. DE. 3,52 (COSe fl.). Dipolmoment  $\mu = 0,59 \cdot 10^{-18}$ . Konz.  $HNO_3$  oxydiert zu  $SeO_3^{2-}$ , ebenso  $H_2O_2$ . HCl hydrolysiert unter Abscheidung von Se, ebenso Alkalien unter Bldg. von Seleniden. Vollkommen trockenes COSe ist haltbar, durch Belichtung zerfällt es. (Z. Naturforsch. 3b. 1—6. Jan./Febr. 1948. Aachen, TH.) 338.270

P. Souchay, *Beitrag zur Untersuchung der Kondensationserscheinungen in der anorganischen Chemie*. II. Mitt. *Anwendung der Bestimmung der Gefrierpunktserniedrigung in Salzlösungen*. In einer früheren Arbeit (Bull. Soc. chim. France, Mém. 14. [5] [1947. 1914] wurde gezeigt, daß der Vers., gewisse neutrale Salze in saure oder bas. Salze umzuwandeln, nicht zu diesen, sondern zu Verbb. führt, in denen mehrere Radikale zu wirklichen Komplexen angehauft sind. Man teilt sie ein in Isokomplexe, z.B.  $K_6[Mo_7O_{24}]$ , u. Heterokomplexe, z. B.  $K_4[Si(W_3O_{10})_4]$ ; erstere enthalten nur einen Säurerest im Komplex; am Aufbau der letzteren beteiligen sich mehrere Säurereste. Zur Best. des Kondensationsgrades dienen 2 Verff.: 1. Die Diffusion u. die Dialyse; sie genügen in vielen Fällen nicht. 2. Die Best. der Gefrierpunktserniedrigung in reinen Lösungsmitteln oder in Salzlösungen. Dieses Verf. beruht auf folgender Überlegung: Um das Verh. eines Anions bei Ansäuerung (Aufreten kondensierter Ionen) zu prüfen, titriert man das entsprechende Na-Salz mit steigenden Mengen  $H_2SO_4$  u. mißt nach jedem Zusatz (im Umwandlungspunkt des  $Na_2SO_4$ ) die Gefrierpunktserniedrigung. Das Auftreten von Salzen mit kondensierten Anionen macht sich durch einen Sprung in der Kurve, die die Gefrierpunktserniedrigung in Abhängigkeit von der zugefügten Säure darstellt, bemerkbar. Nach der Menge der angewandten Säure kann man die Zus. der kondensierten Salze aus der Beziehung Säure: Base berechnen. Zur Ermittlung des Kondensationsgrades vergleicht man die Gefrierpunktserniedrigung der kondensierten Salze mit der des einfachen Ausgangssalzes. Wenn die Unters. besondere Genauigkeit verlangt, müssen die ursprünglichen mol. Gefrierpunktserniedrigungen u. nicht die der jeweiligen Konz. gemessen werden; z. B. bei der Feststellung, ob ein Paramolybdat 6- oder 7fach kondensiert ist. In diesem Fall mißt man die Gefrierpunktserniedrigung des Salzes bei verschied. Konz. u. errechnet die mol. Gefrierpunktserniedrigung, die man in Abhängigkeit von der Konz. aufträgt. Die erhaltene Kurve ist meist ein wenig gegen die Waagerechte geneigt,

was die Ergänzung des Kurvenverlaufs für die Konz. Null u. damit die Feststellung der ursprünglichen mol. Gefrierpunkterniedrigung ermöglicht. Wenn es sich um Heterokomplexe handelt, muß man mehrere Titrationskurven aufnehmen, weil ja weitere Ionen oder Gruppen auftreten. In diesen Fällen titriert man Mischungen von verschied. Anteilen der beiden zur Heterokomplexbildung geeigneten Verbindungen. Die den jeweiligen Anteilen entsprechende Kurve hat einen eigenen Verlauf, der sich von der Kurve anderer Mischungen u. der einer überschüssigen Verb. unterscheidet. An den Abszissen der Kurven lassen sich die jeweils möglichen Salze oder die Zersetzungsstoffe, an den Ordinaten (mit Hilfe einer Berechnung der mol. Gefrierpunkterniedrigung) die Kondensationsgrade erkennen. Vf. untersucht in der angegebenen Weise die Isokomplexe: Na-Stannat, Na-Silicat, Be-Sulfat, Cr-Nitrat, Al-Nitrat, Fe-Nitrat, Th-Nitrat u. die Heterokomplexe: Selenitomolybdate, Sulfitomolybdate, Methylarsinatmolybdate, Molybdomalate, Molybdotartrate. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 15. 143—56. Jan./Febr. 1948.) 397.280

George W. Watt und Thomas E. Moore, *Einige Reaktionen des Trinatriummonobismutids in flüssigem Ammoniak*. (Vgl. C. 1948. I. 321.) In einer Spezialapp. wird die Red. des  $\text{BiJ}_3$  durch Na in fl.  $\text{NH}_3$  durchgeführt. Sie ergibt bei Verwendung von 3 Mol Na elementares Bi, welches durch  $\text{O}_2$  in der Lsg. nicht oxydiert wird. Mit 6 Mol Na erhält man  $\text{Na}_3\text{Bi}$ , welches mit mol.  $\text{O}_2$  unter Bldg. von  $\text{BiO}$  u.  $\text{Na}_2\text{O}$  reagiert.  $\text{Na}_3\text{Bi}$  red. metall. Bi zu  $\text{Na}_3\text{Bi}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  zu Bi,  $\text{NH}_4^+$  zu  $\text{N}_2$  u.  $\text{H}_2$ ,  $\text{AgJ}$  zu Ag u.  $\text{BiJ}_3$  zu Bi. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1197—1200. März 1948.) 338.333

## C. Mineralogische und geologische Chemie.

W. H. Furry, *Theorie der Isotopentrennung in geologischen Prozessen*. Isotopentrennung in geolog. Prozessen kann verursacht werden durch Unterschiede in den Diffusionsgeschwindigkeiten oder durch Unterschiede in den chem. Gleichgewichten. Beide, sowohl der Anteil von betroffenem Material wie die Änderungen in der Konz., sind klein im Verhältnis zu den Ergebnissen in künstlichen Prozessen. Beachtenswerte Effekte werden jedoch durch die langen in Frage kommenden Zeiträume hervorgerufen. Messungen dieser Effekte wären vielleicht nützlich zur Aufklärung der Bedingungen, welche während gewisser geolog. Prozesse vorherrschend sind. (Physic. Rev. [2] 73. 1264. 15/5. 1948. Cambridge, Mass., Harvard Univ.) 110.378

A. F. Frederickson, *Über das Vorkommen von Titan und Zirkonium in Lateriten*. Unters. von Leukoxen u. ähnlichen Hydraten von Titanmineralen, sowie von Zirkon aus Lateriten. Zr wird leichter als Ti in alkal. Lsgg. entfernt u. bildet daher keine Hydrate. Offenbar sind Zirkoniat-Ionen an Aluminiumhydroxydminerale adsorbiert. Das Ionenpotential  $\left(\frac{\text{Valenz}}{\text{Radius}}\right)$  ist für Ti  $2,43^{++}$ , für Zr  $2,24^{++}$ , für Al  $2,45^{++}$ , ähnlich auch für Uran, so daß sie unter bestimmten Bedingungen gemeinsam auftreten. (Amer. Mineralogist 33. 374—77. Mai/Juni 1948.) 231.380

John C. Rabbitt, *Neue Untersuchung der Anthophyllite*. Anthophyllite von 96 Abarten werden chem., opt., nach ihrer D. u. röntgenograph. untersucht. 7 neue Anthophyllite sind aus Montana, für die übrigen sind Daten der Literatur entnommen. Die Formel der Anthophyllitserie lautet  $\text{H}_2\text{Mg}_5\text{Al}_2\text{Si}_6\text{Al}_2\text{O}_{24}$ ; FeII (u. MnII) ersetzen Mg von 5% bis 50%, Al tritt für 2 Atome Si ein, ebenso Mg u. FeII. Mn u. Ca sowie Na sind meist enthalten, obwohl weniger wichtig. Synonyme Gedrit, Amosit, Pikroamosit, Ferroanthophyllit sind gestrichen. Die Anthophyllite u. Cummingtonite bilden nicht eine isodimorphe Reihe. Die Lichtbrechung der Montanaanthophyllite wurde nach der EMMONS-Doppelvariationsmeth. bestimmt: z. B.  $x_D = 1,6566$  (1,6162),  $y_D = 1,6670$  (1,628),  $z_D = 1,6781$  (1,6410). Doppelbrechung = 0,0215 (0,0248); 2V (z. B. Nr. 1) für F  $-86^\circ$ , für D  $+87^\circ$ , für C  $\pm 90^\circ$ ; Pleochroismus: x, y, z schwachbräunlich bzw. farblos. D. (Nr. 1), 3,277. Eine sichere Best. des Anthophyllits erfolgt röntgenographisch. Das Mineral kommt ausschließlich in metamorphen, bes. in präkambr. Gesteinen vor, sehr selten in Hornfelsen neben Cardierit u. anderen. (Amer. Mineralogist 33. 263—323. Mai/Juni 1948.) 231.380

Jean D'Ans, *Über die Bildung und Umbildung der Kalisalzagerstätten*. Vf. bespricht zunächst kurz die verschied. Theorien über die Bldg. der Kalisalzagerstätten, u. zwar die Barrentheorie von OCHSENUS, die Wüstentheorie von WALTHER sowie die Deszendenztheorie von EVERDING. Nach einem weiteren Rückblick auf die bekannten Unters. von VAN 'T HOFF berichtet Vf. ausführlich über seine nach rein chem. Gesichtspunkten durchgeführten Unters. mit dem Ergebnis, daß die ältere Salzfolge des Zechsteins ihre Entstehung einem n. Eindampfprozeß n. Ozeanwassers verdankt; die jüngere Salzfolge, die einer Katastrophe folgte, ist ein Prod. der Eindampfung zu-

sammengeschwemmten Salzes. Durch Tiefenwässer wurden viel später die fertigen Salzlager an vielen Stellen weitgehend umgebildet. (Naturwiss. 34. 295—301. 1947 [ausg. Juni 1948]. Berlin, Kali-Forschungs-Anst. G. m. b. H.) 110.384

Clarence S. Ross, *Die optischen Daten von Gläsern aus Alamogordo, Neumexiko.* Bei der Explosion der Atombombe in Alamogordo wurden Feldspattonne u. Sandsteine geschmolzen. Die Lichtbrechung der alkalihaltigen Gläser liegt zwischen 1,51 u. 1,53. Sie zeigen Fließstrukturen. Die Kieselgläser besitzen als Brechungsquotienten 1,46, ihre Form ist kaum verändert. Die Temp. wird danach schnell auf über 1713° angestiegen sein, da die Umwandlung in Cristobalith fehlt. (Amer. Mineralogist 33. 360—62. Mai/Juni 1948.) 231.385

Samuel G. Lasky, *Geology and Ore Deposits of the Little Hatchet Mountains, Hidalgo and Grant Counties, New Mexico.* Washington: U. S. Geological Survey. 1947. (101 S. mit 18 Fig. u. 27 Taf.)

## D. Organische Chemie.

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

Ernest Grunwald und S. Winstein, *Die Beziehung der Solvolysengeschwindigkeiten.* Einer der wichtigen Mechanismen (A) für die Solvolyse von Alkylhalogeniden enthält mehr als eine Stufe u. kann zur Zeit am besten formuliert werden unter Einbeziehung einer geschwindigkeitsbestimmenden Ionisation zu einem kation. Intermediärprodukt.

Die Geschwindigkeitskonstante  $K_1 \text{RX} \xrightarrow{K_1} \text{R}^+ + \text{X}^-$  hängt von der sogenannten Ionisierungskraft des Lösungsm. ab. Es ist möglich, aus solchen Geschwindigkeiten die Lösungsmittel in einer relativen Reihenfolge anzuordnen. Es entsteht nun die Frage, ob es möglich ist, jedem Lösungsm. eine definierte Zahl  $Y$  zuzuordnen, welche ein quantitatives Maß der Ionisierungskraft bei der Best. von  $K_1$  ist. In der vorliegenden Arbeit berichten Vff. über eine Beziehung der einfachmol. Solvolysengeschwindigkeiten mit Hilfe eines Satzes von  $Y$ -Werten u. über eine einfache funktionelle Beziehung zwischen  $K_1$  u.  $Y$ . Zusätzlich zu dem Solvolysemechanismus A verläuft Solvolyse in neutralen u. sauren Lösungsmitteln durch einen Prozeß oder durch Prozesse (B u. Geschwindigkeitskonstante  $K_2$ ), für welche der nucleophile Charakter u. die Ionisierungskraft des Lösungsm. von Wichtigkeit sind. Gemessen wurden die Solvolysengeschwindigkeiten der folgenden Verbb. in verschied. Lösungsmitteln (A., Methylalkohol, beide in verschied. Konz., wss. Aceton verschied. Konz., Essigsäure verschied. Konz., Essigsäure + Essigsäureanhydrid u. zum Teil Ameisensäure): *n*-Butylbromid, tert. Butylchlorid, tert. Butylbromid, Neopentylbromid,  $\alpha$ -Methylnopentyl-*p*-brombenzolsulfonat,  $\alpha$ -Methylallylchlorid, Isopropyl-*p*-brombenzolsulfonat, Benzhydrylchlorid u.  $\alpha$ -Phenyläthylchlorid. Es wurde gefunden, daß für Verbb., welche durch eine geschwindigkeitsbestimmende Ionisation solvolysieren, die Beziehung zwischen dem Logarithmus der Geschwindigkeitskonstante erster Ordnung  $K$  in den verschied. Lösungsmitteln u. dem  $\log K$  für tert. Butylchlorid linear ist. Eine Reihe von Werten der sogenannten Ionisierungskraft  $Y$  wird definiert durch die Gleichung  $Y = \log K_{\text{BuCl}} - \log K_0_{\text{BuCl}}$ , wobei  $K_{\text{BuCl}}$  u.  $K_0_{\text{BuCl}}$  die Solvolysengeschwindigkeitskonstanten für tert. Butylchlorid bei 25° in einem gegebenen Lösungsm. u. in 80%ig. A. bedeuten. Die Solvolyseschwindigkeitskonstanten genügen der Gleichung  $\log K = mY + \log K_0$ . Diese beobachtete lineare Beziehung führt unter Zugrundelegung der BRÖNSTEDSchen Gleichung zu der Beziehung  $\log f_A/f_A^\ddagger = m_1/m_2 \log f_B/f_B^\ddagger + \text{const.}$  für die Beziehung zwischen den Aktivitätskoeffizienten ( $f_A \cdot f_A^\ddagger$  usw.) für je zwei Verbb. A u. B. Ausführlich diskutiert wurde unter Zugrundelegung der BRÖNSTEDSchen Gleichung die Solvolyse von tert. Butylchlorid. Es konnte gezeigt werden, daß in guter Annäherung  $f_{\text{BuCl}}^\ddagger$  sich in teilweise wss. Lösungsmitteln linear mit  $\log f_{\text{BuCl}}$  ändert u. daß in diesen Lösungsmitteln die Änderung von  $K$  hauptsächlich auf Änderungen in  $f_{\text{BuCl}}$  zurückzuführen ist. (J. Amer. chem. Soc. 70. 846—54. Febr. 1948. Los Angeles, Calif., Univ., Chem. Dep.) 110.400

René Jacquemain und Jean Berger, *Über die Oxydation des 2.4-Dimethylpentadien-2.4.* Nach Unterss. der Vff. ist die Oxydation des 2.4-Dimethylpentadien-2.4 eine unilaterale Gleichgewichtsrk., die autokatalyt. verläuft. Als Katalysator wirkt dabei das entstehende Peroxyd. Die Ergebnisse von Messungen der Reaktionsgeschwindigkeit bei verschied. Temp. stehen in Übereinstimmung mit der von den Vff. (C. 1948. II. 1102) aufgestellten Theorie über den Einfl. von polaren Moll. auf den Verlauf organ. Reaktionen. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 227. 512—14. 30/8. 1948.) 218.400

Henry Taube, *Die Wechselwirkung von Mangan(III)-Ionen und Oxalat. Geschwindigkeiten, Gleichgewichte und Mechanismus.* Verss. über die durch Mn(III)-Ionen katalysierte Rk. von Oxalsäure mit Chlor, in der der geschwindigkeitsbestimmende Schritt in der Oxydation der Oxalsäure durch das Mn(II)-Ion besteht (vgl. C. 1948. I. 1391). Die dort gegebene Interpretation der katalyt. Daten wird geprüft durch Unters. der Kinetik der Oxydation von Oxalsäure durch Mn(III)-Ionen in saurer Lsg., die nach der Bruttogleichung  $2\text{Mn}^{+++} + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 = 2\text{Mn}^{++} + 2\text{H}^+ + 2\text{CO}_2$  verläuft. Oxalsäurekonz.  $6 \cdot 10^{-6}$ –0,19 mol., teilweise HCl-Zusatz von 0,1–0,4n; frühere Unters. bei niedrigeren H<sup>+</sup>-Ionenkonz. mit teilweise widersprechenden Ergebnissen vgl. LAUNER (C. 1932. II. 3513; 1933. I. 3043), LIDWELL u. BELL (C. 1936. I. 1839) u. BRADLEY u. VAN PRAAGH (C. 1939. I. 882). Die Mn(III)-Ionen werden durch Umsetzung von überschüssigem MnCl<sub>2</sub> mit Permanganat erzeugt. Die Ionenstärke wird bei den meisten Verss. durch KCl-Zugabe konstant gehalten; Versuchstemp. meist 25,2°. Bei hohen HCl-Konz. (= niedrigen Oxalat-Ionenkonz.) steigt die Geschwindigkeit etwa nach 2. Ordnung mit der Säurekonz.; bei genügend hohen Oxalat-Ionenkonz. (0,1 mol. K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> in Abwesenheit von HCl) wird die spezif. Geschwindigkeit unabhängig von letzterer Variablen. Die Messungen können erklärt werden durch die Annahme, daß jedes der 3 Ionen Mn(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sup>+</sup>(I), Mn(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub><sup>-</sup>(II) u. Mn(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>3</sub><sup>---</sup>(III), die in raschem Gleichgewicht miteinander stehen, nach 1. Ordnung zerfällt u. zur Rk. beiträgt. Die Zerfallsgeschwindigkeiten von I, II u. III verhalten sich wie 12:0,05:0,02; für den Zerfall von I ergibt sich eine Aktivierungsenergie von  $18,3 \pm 0,5$  kcal, für den von III eine solche von  $22,2 \pm 0,5$  kcal. Die aus den früheren Katalyseverss. abgeleitete Zerfallsgeschwindigkeit von I ist damit in quantitativer Übereinstimmung. Bei der Oxydation von Oxalsäure durch Mn(III)-Ionen wird innerhalb einer begrenzten Säurekonz. (ca. 0,4–1nHCl) H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> gebildet; hieraus können gewisse Schlüsse auf den detaillierten Reaktionsmechanismus gezogen werden: Als Zwischenstufe auftretende Radikale wie C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>-</sup> (bzw. HC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) oder CO<sub>2</sub><sup>-</sup> (bzw. HCO<sub>2</sub>) können bei ihrer Assoziation Persäuren bilden, aus denen durch Hydrolyse H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> entsteht. Bei niedriger Säurekonz. würde die nach 1. Ordnung verlaufende Rk. der Radikale mit Mn<sup>+++</sup> gegenüber der Assoziation überwiegen, bei hohen Säurekonz. dagegen die rasche Rk. mit dem in steigender Menge vorliegenden Ion I. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1216–20. März 1948. Chicago, Univ., George Herbert Jones Labor.) 254.400

Richard E. Honig, *Massenspektrometrische Untersuchung einiger deuterierter Kohlenwasserstoffe.* Aus D<sub>2</sub>O (99% D-Geh.) wurden synthetisiert u. untersucht: CH<sub>3</sub>D, CD<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>D<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>D, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>D u. CH<sub>3</sub>CHDCH<sub>3</sub>. Die mit 50-V-Elektronen erhaltenen Massenspektren von CD<sub>4</sub> u. C<sub>2</sub>D<sub>2</sub> sind denen von CH<sub>4</sub> u. C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> sehr ähnlich, während die einfach deuterierten Verbb. infolge der unterschiedlichen Bindungsstärke Abweichungen zeigen. Durch Messung der Ionisierungsspannung mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,02$  V kann zwischen n. u. deuterierten Verbb. nicht unterschieden werden. Lediglich bei CD<sub>4</sub> u. CH<sub>3</sub> wurde eine Differenz von  $0,17 \pm 0,04$  V beobachtet, die mit den verschied. Nullpunktsenergien der beiden Moll. erklärt werden kann. (Physic. Rev. [2] 73. 1266 bis 1267. 15/5. 1948. Socony-Vacuum Labor., Res. and Development Dep.) 286.400

F. J. Taboury, *Allgemeiner Charakter der Spektren von Molekülkomplexen der Ketone.* Es werden zusammenfassend die Ergebnisse über die Komplexbldg. von Ketonen mitgeteilt, die auf spektroskop. (RAMAN-Effekt, Ultrarot, UV, DEBYE-SCHERRER), therm. u. elektrophoret. Unters. beruhen. Im einzelnen wird die Komplexbldg. mit Phenolen, Antipyrin u. Hydrochinon, mit Chloralhydrat, mit Aminen u. Ionen behandelt. (J. Chim. physique Physico-Chim. biol. 45. 110–114. April/Mai 1948. Poitiers, Fac. des Sci., Labor. de Chim.) 238.400

H. W. Thompson, *Beziehung zwischen Schwingungsabsorptionsspektren und Molekularstruktur.* In mehreren graph. Darstellungen werden die einer Reihe von freien Radikalen u. organ. Atom- u. Mol.-Gruppen zuzuordnenden Schwingungsfrequenzen wiedergegeben. (J. chem. Soc. [London] 1948. 328–31. März. Oxford, Univ., Phys. Chem. Labor.) 110.400

Marcel V. Migeotte, *Spektroskopischer Nachweis von Methan in der Erdatmosphäre.* Das Sonnenspekt. im Ultrarot wurde mit Gitterspektrographen hohen Auflösungsvermögens aufgenommen. Zwischen 3,33 u. 3,47  $\mu$  finden sich 14 Rotationslinien, die um  $\pm 0,7$  cm<sup>-1</sup> mit Methanlinien übereinstimmen. Q- u. R-Zweig der 3,33- $\mu$ -Bande sind durch Wasserdampfabsorption verdeckt. Die Zuordnung der Feinstrukturlinien bei 7,7  $\mu$  zu H<sub>2</sub>O-, N<sub>2</sub>O- oder CH<sub>4</sub>-Banden ist wegen des komplizierten Spektr. noch nicht möglich. (Physic. Rev. [2] 73. 519–20. 1/3. 1948. Columbus, O., Univ., Mendenhall Labor. of Physics.) 345.400

Elkan R. Blout und Robert Karplus, *Das Infrarotspektrum von Polyvinylalkohol.* Untersucht wurden die infraroten Absorptionsspektren von sorgfältig gereinigten u.

getrockneten Filmen von Polyvinylalkoholen verschied. Polymerisationsgrade zwischen 700 u. 4000  $\text{cm}^{-1}$ . Die Versuchsergebnisse sind graph. wiedergegeben. (J. Amer. chem. Soc. 70. 862—64. Febr. 1948. Cambridge, Mass., Polaroid Corp., Chem. Res. Labor.) 110.400

G. J. Szasz, N. Sheppard und D. H. Rank, *Spektroskopische Untersuchungen der Rotationsisomerie*. I. Mitt. *Flüssiges n-Butan und die Zuordnung der Normalschwingungen*. Nach Hinweisen mehrerer anderer Beobachter untersuchen Vff. photograph. das RAMAN-Spektr. von fl. n-Butan bei 305° K u. 147° K. Der Unterschied der Spektren läßt sich durch Anwesenheit zweier isomerer Formen deuten, denen folgende Frequenzen zukommen: Energiereiche Form (1455), 1282, 1167, 1077, 981 (p), 789 (p) u. 325 (p)  $\text{cm}^{-1}$ ; energieärmere Form 1455 (dp), (1370), 1304 (p), 1148 (p), 1058 (p), 956 (dp), 835 (p) u. 432 (p)  $\text{cm}^{-1}$ . Die Energiedifferenz wird durch Intensitätsmessungen an je 2 entsprechenden RAMAN-Linien der Isomeren bestimmt (photoelektr. RAMAN-Registrierspektrograph von RANK u. WIEGAND, vgl. J. opt. Soc. America 36. [1946.] 325). Sie beträgt  $770 \pm 90$  cal/Mol. Die Zuordnung der Normalschwingungen wird ausführlich diskutiert u. durchgeführt auf der Basis einer ebenen „Trans“-Form mit C<sub>2</sub>-Symmetrie u. einer „Cis“-Form mit C<sub>2</sub>-Symmetrie. Letztere ist nur sehr schwach vertreten. (J. chem. Physics 16. 704—11. Juli 1948. Pennsylvania State Coll., Dep. of Phys.) 345.400

Byron Williamson und Victor K. La Mer, *Die Kinetik der Aktivierung diffusionskontrollierter Reaktionen in Lösung. Die Temperaturabhängigkeit der Fluoreszenzauslöschung*. Untersucht wurde die Kinetik der Fluoreszenzauslöschung von Uranin durch Anilin mittels eines photoelektr. Fluorimeters. Die mol. Auslöschungskonstanten, korr. für Reabsorption u. andere Effekte, wurden in Abhängigkeit von der Temp. gemessen. Die Entw. einer Geschwindigkeitsgleichung, welche sowohl die Aktivierungsenergie wie die Zusammenstoßfrequenz einschließt, ist für Fl. nicht so einfach wie für Gase. RABINOWITCH (Trans. Faraday Soc. 33. [1937.] 1225) hatte gezeigt, daß Zusammenstöße in Fl. in Reihen auftreten; jede Reihe besteht aus vielen Zusammenstößen u. die Dauer einer Reihe hängt ab von der Viscosität u. der Temp. der betreffenden Flüssigkeit. Unter dieser Voraussetzung u. unter Einführung eines Terms für die Aktivierungsenergie in die SMOLUCHOWSKISCHE Diffusionsgleichung wurde eine allg. Gleichung für die Rkk. in Lsg. hergeleitet, deren Geschwindigkeiten gelenkt werden durch eine Aktivierungsenergie u. die Interdiffusion der Reaktionsteilnehmer. Die experimentellen Auslöschungskonstanten für die Uranin-Anilin-Rk. wurden an Hand dieser Gleichung gedeutet. Auslöschung tritt nur bei etwa einem von 1000 Zusammenstößen ein; daher ist Diffusion allein nicht für die beobachtete Auslöschungsgeschwindigkeit maßgebend. Eine Aktivierungsenergie von derselben Größenordnung wie die Aktivierungsenergie der Diffusion genügt jedoch für eine Übereinstimmung zwischen Theorie u. Experiment. Ganz allg. läßt sich sagen, daß die Fluoreszenzauslöschung in Lsg., wie erwartet, sowohl durch Aktivierung wie durch Diffusion kontrolliert wird. (J. Amer. chem. Soc. 70. 717—21. Febr. 1948. New York, N. Y., Columbia Univ., Dep. of Chem.) 110.400

Kenneth C. Hodges und Victor K. La Mer, *Lösungsmittelfeffekte der Fluoreszenzauslöschung von Uranin durch Anilin*. (Vgl. vorst. Ref.) Untersucht wurde die Kinetik der Fluoreszenzauslöschung von Uranin durch Anilin in Abhängigkeit von der Viscosität des Lösungsm., in dem die Rk. stattfand. Gemessen wurden die Diffusionskoeffizienten von Uranin u. Anilin in W., Methylalkohol, A., Isopropylalkohol, W.-Glycerin u. W.-Saccharose. Gefunden wurde, daß die mol. Auslöschungskonstanten von Eigg. abhängig sind, die andere sind als die makroskop. Viscosität des Lösungsmittels. Die erwartete lineare Beziehung zwischen Auslöschungskonstanten u. der reziproken Viscosität trifft demnach nicht zu. Die erhaltenen Ergebnisse ließen sich deuten durch die Diffusion der Reaktionsteilnehmer u. der Wahrscheinlichkeit der Rk., wenn die beiden Reaktionsteilnehmer sich in einer Reihe befinden. Die letztere Größe wird kontrolliert durch eine Aktivierungsenergie der Diffusion. Die funktionelle Abhängigkeit der Auslöschungskonstanten von der Viscosität ist abhängig von der Wahl des gebrauchten Lösungsm., um die Viscosität zu ändern. (J. Amer. chem. Soc. 70. 722—26. Febr. 1948. New York, N. Y., Columbia Univ., Dep. of Chem.) 110.400

Arthur I. Vogel, *Physikalische Eigenschaften und chemische Konstitution*. X. Mitt. *n-Alkybenzole*. (IX. vgl. J. chem. Soc. [London] 1946. 133; VIII. C. 1944. II. 305.) Von einer Reihe von n-Alkybenzolen, die in bes. reiner Form dargestellt worden waren, wurden Parachor, die Refraktionen für die C-, D-, F- u. G'-Linie, die Mol.-Refr. für die D-Linie, die Brechungsindices für die gleichen Linien wie oben sowie die DD. für verschied. Temp. ab 20° bestimmt. Aus den erhaltenen Werten wurde der Anteil der

CH<sub>2</sub>-Gruppe für das Parachor zu 39,2 u. für die Refraktionen (C-, D-, F- u. G'-Linie) zu 4,625, 4,645, 4,699 u. 4,734 bestimmt. Der Anteil der CH<sub>2</sub>-Gruppe für die Mol.-Refr. (für die D-Linie) ergab sich zu 20,66. Untersucht wurden die folgenden Verbb. (die anschließenden Zahlenwerte entsprechen dem Kp.,  $n_D^{20}$  u.  $D^{20}$ , für die betreffende Substanz): *Toluol* 110°/763 mm, 1,49669, 0,8665; *Athylbenzol* 135°/755 mm, 1,49598, 0,8675; *Propylbenzol* 157,5°/763 mm, 1,49215, 0,8613; *Isopropylbenzol* 151°/758 mm, 1,49088, 0,8616; *n-Butylbenzol* 181,5°/767 mm, 1,48960, 0,8595; *n-Amylbenzol* 203°/774 mm, 1,48849, 0,8594 u. *n-Hexylbenzol* 222,5°/766 mm, 1,48739; 0,8602. (J. chem. Soc. [London] 1948. 607—610. Mai. London, Woolwich Polytechnic.) 110.400

Arthur I. Vogel, *Physikalische Eigenschaften und chemische Konstitution*. XI. Mitt. *Ketone*. (X. vgl. vorst. Ref.) Von einer Reihe sorgfältig gereinigter höherer Alkylketone u. Arylalkylketone wurden unter den gleichen Bedingungen wie im vorst. Ref. angegeben Parachor, Refraktionen, Brechungsindices u. DD. gemessen bzw. bestimmt. Aus den erhaltenen Werten ergab sich als Beitrag der CO-Gruppe zu dem Parachor ein Wert von 45,9, für die Refraktionen (C-, D-, F- u. G'-Linie) die Werte 4,684, 4,713, 4,768, 4,830 u. für die Mol.-Refr. für die D-Linie ein Wert von 42,38. Es wurden die folgenden Substanzen untersucht (die beigefügten Zahlenwerte entsprechen dem Kp.,  $n_D$  u.  $D^{20}$ ): *Di-n-butylketon* 184°/750 mm, 1,41946, 0,8217; *Di-n-amylnketon* 223°/760,5 mm, 1,42782, 0,8245; *Athyl-n-butylketon* 146,5—147°/765 mm, 1,40880, 0,8181; *Athyl-n-amylnketon* 167°/749 mm, 1,41541, 0,8220; *Athyl-n-hexylketon* 187°/751 mm, 1,42081, 0,8241; *Athyl-n-heptylnketon* 203°/754 mm, 1,4252, 0,8251; *Methyl-n-heptylnketon* 193°/749 mm, 1,42096, 0,8208; *Methyl-n-nonylnketon* 228,5°/748 mm, 1,42907, 0,8250; *Benzylmethylketon* 102,5°/19 mm, 1,51635, 1,0018; *Benzyläthylketon* 113,5°/17 mm, 1,50728, 0,9877; *Benzylpropylketon* 243,5—244°/757 mm, 1,50627, 0,9718; *Methyl-2-phenyläthylketon (Benzylaceton)* 234,5°/770 mm, 1,51237, 0,9875; *Athyl-2-phenyläthylketon* 247,5—248,5°/763 mm, 1,50851, 0,9760; *2-Phenyläthylpropylketon* 138,5°/16 mm, 1,50232, 0,9602; *Acetophenon* 200°/759 mm, 1,53349, 1,0282; *Propiophenon* 215°/763 mm, 1,52181, 1,0101 u. *Butyrophenon* 228°/777 mm, 1,51988, 0,9885. (J. chem. Soc. [London] 1948. 610—15. Mai. London, Woolwich Polytechnic.) 110.400

Arthur I. Vogel, *Physikalische Eigenschaften und chemische Konstitution*. XII. Mitt. *Äther und Acetale*. (XI. vgl. vorst. Ref.) Unter den gleichen Bedingungen, wie in den vorst. Ref. angegeben, wurde eine größere Anzahl von aliph. Äthern, von Phenylalkyläthern u. von aliph. Acetalen untersucht. Der Beitrag des Äthersauerstoffs ergab sich für die aliph. Äther aus den erhaltenen Werten zu 19,8, der Beitrag zu den Refraktionen (C-, D-, F- u. G'-Linie) zu 1,753; 1,764; 1,786 u. 1,805; der Beitrag zu der Mol.-Refr. (für die D-Linie) beträgt 22,74. Für das O-Atom der aliph. Acetale ergaben sich (in der gleichen Reihenfolge wie oben) die Werte 18,0; 1,603; 1,607; 1,618; 1,627 u. 22,41. Für die Phenylalkyläther ist der Beitrag des O-Atoms zu dem Parachor von derselben Größenordnung wie bei den Alkyläthern; die Werte für die Refraktionen liegen dagegen über den Werten der Alkyläther. Es wurden die folgenden Substanzen untersucht (Bezeichnung der Zahlenwerte wie in den vorst. Ref.): *Diäthyläther* 34,0°/774 mm, 1,35272, 0,7135; *Dipropyläther* 90—90,5°/768 mm, 1,38086, 0,7487; *Diisopropyläther* 68°/753 mm, 1,36823, 0,7257; *Di-n-butyläther* 141°/765 mm, 1,39896, 0,7704; *Di-n-amyläther* 184°/739 mm, 1,41192, 0,7849; *Diisoomyläther* 171°/758 mm, 1,40850, 0,7777; *Di-n-hexyläther* 223°/763 mm, 1,42041, 0,7934; *Di-n-heptyläther* 258,5°/769 mm, 1,42747, 0,8008; *Di-n-octyläther* 288°/778 mm, 1,43269, 0,8063; *Methyl-n-butyläther* 70,5°/766 mm, 1,37364, 0,7443; *Athyl-n-butyläther* 91,5°/757 mm, 1,38175, 0,7490; *Methyl-n-amyläther* 99°/763 mm, 1,38729, 0,7606; *Athyl-n-amyläther* 117,5—118,5°/768 mm, 1,39270, 0,7622; *Methyl-n-hexyläther* 126°/770 mm, 1,39719, 0,7721; *Athyl-n-hexyläther* 142—143°/773 mm, 1,40082, 0,7722; *2,2'-Dichlordiäthyläther* 178°/744 mm, 1,45717, 1,2199; *Diäthylenglykoldiäthyläther („Diäthylcarbitol“)* 187—187,5°/775 mm, 1,41147, 0,9063; *Tetraäthylenglykoldimethyläther („Dimethoxytetraglykol“)* 266—267°/767 mm (unkorr.), 1,43249, 1,0087; *Anisol* 151°/736 mm, 1,51779, 0,9961; *Phenetol* 160°/766 mm, 1,50736, 0,9648; *Phenylpropyläther* 187°/751 mm, 1,51034, 0,9494; *Phenylisopropyläther* 174°/758 mm, 1,49753, 0,9408; *Phenyl-n-butyläther* 207,5°/755 mm, 1,49708, 0,9341; *Phenyl-n-amyläther* 226,5°/751 mm, 1,49469, 0,9270; *Phenyl-n-hexyläther* 244,5°/761 mm, 1,49203, 0,9174; *Phenylallyläther* 190,5°/765 mm, 1,52232, 0,9811; *Methyläther* 41,5°/754 mm, 1,35298, 0,8593; *Äthylal* 86,5—87°/749 mm, 1,37262, 0,8308; *Propylal* 136,5°/751 mm, 1,39261, 0,8338; *n-Butylal* 180,5°/760 mm, 1,40374, 0,8354; *Isobutylal* 163,5—164°/766 mm, 1,40029, 0,8244; *n-Amylal* 218,5—219°/761 mm, 1,41626, 0,8387; *n-Hexylal* 255—255,5°/770 mm, 1,42341, 0,8412; *Isopropylal* 120,5—121°/765 mm, 1,38413, 0,8181; *Dimethylacetal* 64°/762 mm, 1,36646, 0,8516; *Diäthylacetal* 102,5°/755 mm, 1,38054, 0,8264; *Dipropyl-*



acetal 147—147,5°/760 mm, 1,39670, 0,8304; Di-n-butylacetal 187,5°/774 mm, 1,40850, 0,8329 u. Diisobutylacetal 169,5—170°/757 mm, 1,40258, 0,8211. (J. chem. Soc. [London] 1948. 616—24. Mai. London, Woolwich Polytechnic.) 110.400

H. Nordsieck, F. B. Rosevear und R. H. Ferguson, *Röntgenographische Beobachtung des stufenweisen Schmelzvorganges beim wasserfreien Natriumpalmitat*. Beim Übergang vom kristallinen zum fl. Na-Palmitat hat man mit verschied. Methoden — zitiert werden mehrere Unterss. mit Dilatometer u. Polarisationsmikroskop, mit Calorimeter u. röntgenograph. Unterss. — 5 Phasen beobachtet, für deren Umwandlungspunkte man gut übereinstimmende Werte erhielt. Von Vff. vorgenommene röntgenograph. Unterss. zeigen einen inneren Zusammenhang zwischen den 3 ersten, wachähnlichen Phasen A 1, A 2, A 3 u. den beiden andern B 1, B 2. Beide Gruppen A u. B sind fl. Krystalle, B 1 u. B 2 sind smektisch. Auf den Diagrammen unterscheidet man zwischen den inneren Ringen, die von den großen Abständen in Richtung der stäbchenförmigen Moll. herrühren, u. den äußeren Ringen, die den geringeren Abständen zwischen den einzelnen Ketten zugeordnet werden. Trägt man die aus den inneren Ringen berechneten Abstände gegen die Temp. auf, so zeigt die Kurve 3 Unstetigkeitsstellen zwischen kristallin — A — B — fl.; von den 2 diffusen äußeren Ringen bei Gruppe A tritt bei B nur noch einer auf. Diese Unterschiede lassen sich darauf zurückführen, daß bei den 3 A-Phasen strukturelle Behinderungen wirksam sind, die mit steigender Temp. verschwinden. Ferner kann man annehmen, daß bei B 1 die Rotation der Mol.-Ketten noch eingefroren ist u. erst bei B 2 in Erscheinung tritt. Ein ähnliches Verh. beim Schmelzen zeigt wasserreiches Na-Stearat. Abschließend werden die Herst. des Na-Palmitats u. die Durchführung der Röntgenstrukturunterss. beschrieben; es wurde mit ebener Filmkassette gearbeitet. (J. chem. Physics 16. 175—80. März 1948. Ivorydale, O., Procter & Gamble Co., Chem. Div.) 431.000

A. H. Sharbaugh jr., C. Schmelzer, H. C. Eckstrom und C. A. Kraus, *Dielektrisches Verhalten von Elektrolytlösungen in Lösungsmitteln niedriger Dielektrizitätskonstante*. I. Mitt. Eine calorimetrische Methode zur Messung von Verlusten. Lsgg. mehrerer quaternärer u. tern. Ammoniumsalze in Lösungsmitteln mit niedriger DE. werden in einer mit zwei Elektroden versehenen Meßzelle einem Hochfrequenzfeld ausgesetzt. Die durch die Energieabsorption auftretende Erwärmung wird thermometr. aus dem Ansteigen der Meßlsg. in einem an der Zelle befindlichen Capillarrohr bestimmt. Die Zelle befindet sich in einem Luftbad von 25° ± 0,001°. Aus der an der Capillare bei einer Effektivspannung  $V_{eff}$  von der Kreisfrequenz  $\omega$  erhaltenen therm. Anstiegsgeschwindigkeit  $\Delta h/t$  in  $cm \cdot sec^{-1}$  ergibt sich die betreffende Wechselstromleitfähigkeit

$$\chi_{\omega} \text{ zu } \chi_{\omega} = \frac{\pi \cdot r^2 \cdot d \cdot c \cdot z}{0,239 \cdot \alpha \cdot V_{eff}^2} \cdot \frac{\Delta h}{t}, \text{ worin } r \text{ den Radius der Capillare in cm, } z \text{ eine empir.}$$

Zellenkonstante in  $cm^{-1}$ ,  $d$  die D. der Lsg. in  $g \cdot cm^{-3}$ ,  $c$  ihre Wärmekapazität in  $cal \cdot g^{-1} \cdot Grad^{-1}$  u.  $\alpha$  ihren Ausdehnungskoeff. in  $Grad^{-1}$  darstellt. Durch Messungen bei entsprechend niederen Frequenzen, wo noch keine nennenswerte Absorption durch Ionenpaare oder Dipole auftritt, sowie bei hohen Frequenzen wird die durch Dipole, Quadrupole, Oktapole usw. hervorgerufene „Dipolleitfähigkeit“  $\Delta \chi$  als Differenz dieser beiden Wechselstromleitfähigkeiten ermittelt. Als Maß für die dabei pro Schwingung auftretende Energieabsorption errechnet sich daraus ein Verlustfaktor von  $\Delta \epsilon'' = 1,80 \cdot 10^{12} \cdot \Delta \chi / \nu$ , wobei  $\nu$  die betreffende Frequenz darstellt. Nach näheren Angaben über die Apparaturen werden als Meßbeispiele einige Messungen mitgeteilt. Bei diesen wurde innerhalb der Meßgenauigkeit keine Änderung von Dipolleitfähigkeit u. Verlustfaktor mit der Feldstärke gefunden, dagegen ein starkes Anwachsen mit der Frequenz, etwa entsprechend der Theorie von DEBYE, festgestellt. (J. chem. Physics 15. 47—54. Jan. 1947. Providence, R. I., Brown Univ., Metcalf Res. Labor.) 300.400

A. H. Sharbaugh jr., H. C. Eckstrom und C. A. Kraus, *Dielektrisches Verhalten von Elektrolytlösungen in Lösungsmitteln niedriger Dielektrizitätskonstante*. II. Mitt. Dielektrische Absorption. (I. vgl. vorst. Ref.) Dipol- oder Absorptionsleitfähigkeit  $\Delta \chi$  u. Verlustfaktor  $\Delta \epsilon''$  werden auf Grund von Messungen mit der calorimetr. Meth. (siehe vorst. Ref.) von einer größeren Reihe lösl. Salze in organ. Lösungsmitteln mit niedriger DE. als Funktion von Temp. u. Konz. aufgenommen u. gemäß der Theorie von DEBYE ausgewertet. Die sogenannte „krit. Frequenz“  $\nu_c$ , bei welcher der Verlustfaktor  $\epsilon'' = \Delta \epsilon''$  ein Maximum erreicht, ergibt sich zu  $\nu_c = \frac{(\epsilon_0 - \epsilon_{\infty}) \cdot \nu^2}{1,80 \cdot 10^{12} \cdot \Delta \chi}$ , wobei  $\epsilon_0$  die stat. u.  $\epsilon_{\infty}$  die opt. DE. darstellen. Das Dipolmoment  $\mu$  ergibt sich für die benzol. Lsgg. zu  $\mu = 1,12 \cdot 10^{-21} \cdot \left( \frac{\Delta \epsilon''}{\nu \cdot \tau \cdot c} \right)^{1/2}$ , für die Lsgg. in Diphenylmethan zu

$\mu = 1,05 \cdot 10^{-21} \cdot \left( \frac{\Delta \epsilon''}{\nu \cdot \tau \cdot c} \right)^{\frac{1}{2}}$ , wobei  $\nu$  die Frequenz in MHz,  $\tau$  die Relaxationszeit in Sek. u.  $c$  die Molarität ist. Als Vertreter eines Salzes mit langkettigem Kation wie Anion wurde *Dibutyldioctadecylammoniumoctadecylsulfat* in Bzl. untersucht. Infolge geringer Löslichkeit konnte nur eine einzige Konz. gemessen werden, in welcher sich das Salz als monodisperses Syst. verhält, für die die DEBYESchen Gleichungen gültig sind. Es ergab sich daher gute Übereinstimmung mit der Theorie. Der sich hiernach errechnende wirksame Mol.-Radius  $a = 3,8 \cdot 10^{-8}$  cm ist im Vgl. mit dem anderer Moll., nach der gleichen Meth. berechnet, sehr niedrig. Als Vertreter eines schwachen Elektrolyten mit in bezug auf Gestalt u. Ladung unsymm. Ionen wurde *Triisoamylammonium-pikrat* (I) sowohl in Bzl. wie in Diphenylmethan in verschied. Konz. untersucht. Die  $\nu$ -Abhängigkeit von  $\epsilon''$  stimmt ebenfalls gut mit der Theorie überein u. beweist, daß I ziemlich unabhängig von der Konz. ein monodisperses Syst. darstellt mit rotierenden Dipolen von wohldefinierten Abmessungen. Der aus den Verlustmessungen errechnete wirksame Mol.-Radius ergab sich unabhängig von Konzentrations- u. Viscositätsänderungen zu  $5,2 \cdot 10^{-8}$  cm in guter Übereinstimmung mit den aus Polarisations- u. kryoskop. Messungen errechneten Werten. Beim *Tetra-n-butylammoniumthiocyanat* (II) mit seinen beiden in bezug auf Gestalt u. Ladung relativ hochsymm. Ionen wurden dagegen deutliche Abweichungen vom theoret. Verh. monodisperser Systeme beobachtet u. eine hohe Verteilungsbreite der Relaxationszeiten festgestellt. All dies deutet in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Polarisations- u. kryoskop. Unters. auf die Anwesenheit verschieden stark assoziierter Moll. mit überlappenden Dispersionsgebieten hin, deren Größenverteilung stark von der Konz. abhängt. Das *Di-n-butyl-dioctadecylammoniumthiocyanat* (III), ein Übergang zwischen dem hochsymm. II u. dem hochunsymm. I, besitzt Ionenpaar-Dipole aus einem unsymm. negativen Ion u. zeigt bei niedrigen Konz. noch n. monodisperses Verh. mit einer einzigen, wohl definierten polaren Struktur. Beim Übergang zu höheren Konz. treten mehr u. mehr physikal. u. elektr. verschied. größere polare Aggregate auf u. geben zur Verbreiterung der Relaxationszeiten Anlaß sowie zu einer Verschiebung von  $\nu_0$  zu niederen Werten. Partikelgrößen bis zu  $35 \cdot 10^{-8}$  cm wirksamem Radius wurden dabei errechnet. (J. chem. Physics 15. 54—64. Jan. 1947. Providence, R. I., Brown Univ., Metcalf Res. Labor.)

300.400

H. A. Strobel und H. C. Eckstrom, *Dielektrisches Verhalten von Elektrolytlösungen in Lösungsmitteln niedriger Dielektrizitätskonstante*. III. Mitt. *Der Einfluß der Konstitution auf die dielektrische Absorption*. (II. vgl. vorst. Ref.) Mit der in der I. Mitt. (vgl. vorvorst. Ref.) näher beschriebenen calorimetr. Meth. wurden konstitutionelle Einfl. auf die dielektr. Absorption bei einer Reihe langkettiger quaternärer Ammoniumsalze in Bzl. bei 25° untersucht, u. zwar an Nitrat, Formiat, Thiocyanat, Pikrat, Jodid u. Chlorid von *Octadecyltri-n-butylammonium* (I), an Chloriden von *Octadecyltri-n-butylammonium* u. *Dioctadecyltri-n-butylammonium* (II), an Thiocyanaten der unter II genannten Kationen sowie von *Dioctadecyldimethylammonium* u. *Tetra-n-butylammonium* (III) u. an *Triisoamylammonium-pikrat* (IV). Letzteres Salz wurde außer in Bzl. auch in Anisol (V) als schwach polares Mittel untersucht. Aus den Meßdaten wurden auf der Basis der DEBYESchen Theorie Relaxationszeit  $\tau$ , krit. Frequenz  $\nu_0$  (vgl. vorst. Ref.), wirksamer Teilchenradius  $a$  u. Dipolmoment  $\mu$  berechnet. Da vielfach das Verlustfaktormaximum bei der krit. Frequenz niedriger ist als der theoret. Wert nach DEBYE u. auch das beobachtete Absorptionsgebiet breiter verläuft, als es sich theoret. unter der Voraussetzung nur einer einzigen polaren Partikeltype ergibt, wurde auch der von COLE u. COLE (C. 1941. II. 1827) vorgeschlagene Faktor  $\alpha$  aus dem beobachteten Verlustfaktormaximalwert  $\Delta \epsilon''_{\max}$  u. der theoret. Beziehung:  $\Delta \epsilon''_{\max} = \frac{1}{2} (\epsilon_0 - \epsilon_\infty) \cdot \text{tg} [(1-\alpha) \cdot \pi/4]$ , worin  $\epsilon_0$  die stat. u.  $\epsilon_\infty$  die opt. DE. darstellt, berechnet;  $\alpha$  lag im allgemeinen bei den untersuchten Stoffen bei 0,4—0,6 u. wurde nur vereinzelt bei sehr niedrig mol. Lsgg. 0. Bei I erwies sich die Absorption für eine gegebene Konz. als abhängig von der Konst. des Anions, u. zwar wuchs sie vom Formiat über Nitrat, Chlorid, Jodid zum Thiocyanat. Im allgemeinen waren diese Differenzen jedoch nicht beträchtlich, nur beim sehr großen Pikrat anion trat eine beachtliche u. grundlegende Veränderung in den dielektr. Eigg. ein, so daß statt des üblichen Verlustmaximums eher ein Minimum im beobachteten Frequenzgebiet zu konstatieren war, was eventuell durch die Existenz eines Gleichgewichtes zwischen zwei besonderen Partikeltypen mit weit auseinanderliegenden Absorptionsgebieten erklärt werden könnte. Bei II u. III zeigte sich eine merkliche Abhängigkeit der Absorption u. der daraus berechneten Abmessungen der Teilchenaggregate von der Größe des Kations. Jede Substitution einer Octadecylgruppe in diesem erniedrigte die krit. Frequenz  $\nu_0$  um etwa eine Zehnerstufe. Im übrigen erwiesen sich alle untersuchten Salzlsgg. mit einer mol. Konz. unterhalb

0,005 in ihrem Verh. als monodispers. Von 0,01 mol. Lsgg. ab traten in fortschreitendem Maße größere Aggregate auf. Die Lsgg. wurden bei wachsenden Konz. in zunehmendem Maße hochdispers mit ansteigendem Verlustmaximum u. abnehmender krit. Frequenz. In einigen Fällen wird bei erhöhten Konz. die Komplexität der „Ionenwolken“ red., z. B. durch Aggregation der Dipole zu Quadrupolen usw., wodurch  $\alpha$  wieder absinkt. Wie die Vgl. zwischen IV u. V zeigen, neigen sogar in schwach polaren Lösungsmitteln die Salze zur Bldg. von monodispersen Systemen mit herabgesetzten Teilchenradien, was durchaus im Sinne der üblichen Beziehung zwischen der elektrol. Dissoziation u. der Polarität des Lösungsm. ist. (J. chem. Physics 16. 817—26. Aug. 1948. Providence, R. I., Brown Univ., Metcalf Res. Labor.) 300.400

**H. A. Strobel und H. C. Eckstrom, Dielektrisches Verhalten von Elektrolyllösungen in Lösungsmitteln niedriger Dielektrizitätskonstante. IV. Mitt. A. Dielektrische Absorption von Butylalkohol. — B. Der zweite Wien-Effekt.** (III. vgl. vorst. Ref.) Es wurden an sorgfältig gereinigten Proben von n-Butylalkohol auf calorimetr. Wege (vgl. vorst. Ref.) die dielekt. Eigg. bestimmt, die in guter Übereinstimmung mit der DEBYESCHEN Theorie stehen. Während bei höheren Frequenzen von 0,1—28 MHz Lsgg. langkettiger organ. Ammoniumsalze in Bzl. keine Abhängigkeit der Leitfähigkeit u. des Verlustfaktors von der Feldstärke zeigen (vgl. drittvorst. Ref.), werden bei 60 Hz an derartigen Lsgg. bei schwachen Konz. (0,001—0,008 mol.) entsprechend der ONSAGER-SCHEN Theorie des zweiten WIEN-Effektes steigende Leitfähigkeiten mit wachsender Feldstärke erzielt. Bei höheren Konz. konnte auch bei 60 Hz kein derartiger Effekt beobachtet werden. (J. chem. Physics 16. 827—31. Aug. 1948. Providence, R. I., Brown Univ., Metcalf Res. Labor.) 300.400

**Reynold C. Merrill und Raymond Getty, Der Einfluß alkalischer Elektrolyte auf die Micellenbildung in Seifenlösungen.** Mit Hilfe des von CORRIN u. HARKINS (C. 1948. I. 979) angegebenen Titrationsverf. mit Pinacyanolchlorid als Indicator sowie des Verf. der „Löslichmachung“ von Orange OT wird die krit. Konz. der Micellenbildg. für Na- u. K-Laurat u. -Palmitat in Ggw. gewisser bei der techn. Seifenherst. anwesender Elektrolyte bestimmt, nämlich NaCl, NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, Natriumsilicate mit verschied. Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>-Verhältnis, Calgon u. Carboxymethylcellulose. Berechnet auf gleiche Na-Konz. ist der Einfl. der alkal. Elektrolyte auf die Erniedrigung der krit. Konz. nahezu der gleiche. Ferner wird die „Löslichmachung“ von Orange OT in wss. Lsgg. von Na- u. K-Laurat bei 60° allein u. in Ggw. der verschied. Na-Silicate gemessen u. tabellar. zusammengestellt. In Übereinstimmung mit anderen Autoren wird für Na-Laurat bei 60° eine krit. Konz. von 0,024 mol. gefunden. Na-Metasilicat erhöht den Anteil an Seifenmicellen. Gemäß dem Massenwirkungsgesetz wird die Herabsetzung der krit. Konz. in Seifenlsgg. durch Salzzusatz als Wrkg. des gemeinsamen Ions gedeutet. (J. phys. colloid Chem. 52. 774—87<sub>4</sub> Mai 1948. Philadelphia, Quartz Co.) 116.400

**C. C. Addison, J. Bagot und H. S. McCauley, Die Eigenschaften frisch gebildeter Oberflächen. VIII. Mitt. Ausdehnung löslicher Filme der Decylsäure auf Luft/Wasser-Grenzflächen. (VII. vgl. C. 1949. I. 274.)** Die theoret. Oberflächenspannung für Lsgg. der Decylsäure wurde a) aus derjenigen bei stationären Oberflächen nach der GIBBSschen Gleichung (vgl. VI. Mitt., J. chem. Soc. [London] 1946. 579) u. b) aus Messungen der Vol./Oberflächen-Beziehung für sich ausdehnende Tropfen berechnet. Dabei wurde gefunden, daß eine beträchtliche Diskrepanz zwischen den berechneten u. experimentellen Oberflächenspannungen besteht. Die verschied. Faktoren, die für die beobachtete Verminderung der Oberflächenaktivität eines sich ausdehnenden Filmes verantwortlich gemacht werden können, werden diskutiert; die befriedigendste Erklärung dafür ist der Orientierungswechsel der adsorbierten Moll., was auch bei andern langkettigen Adsorbaten beobachtet wurde. Ein zweiter Grund dafür kann ferner noch die langsame Einstellung des Diffusionsgleichgewichtes sein. (J. chem. Soc. [London] 1948. 936—42. Juli. Nottingham, Univ. Coll.; Preston, Harris Inst. Techn. Coll.) 311.400

**C. C. Addison und S. K. Hutchinson, Die Eigenschaften frisch gebildeter Oberflächen. IX. Mitt. Die Ausdehnung von Natriumdodecylsulfat auf Luft/Wasser- und Toluol/Wasser-Grenzflächen. (VIII. vgl. vorst. Ref.)** Die beobachtete Verminderung der Oberflächenaktivität von sich ausdehnenden langkettigen Moll. auf der Oberfläche (vgl. vorst. Ref.) wurde experimentell durch Oberflächenspannungsmessungen an wss. Na-Dodecylsulfat-Lsgg. bestätigt. Die Oberflächen- u. Grenzflächenspannung stationärer Oberflächen wurden nach der Vertikalplattenmeth. (vgl. VII. Mitt., C. 1949. I. 274), die sich ausdehnenden Oberflächen durch die Tropfengewichtmeth. gemessen. Die bei Konz. unter 0,02 mol. auftretenden Unterschiede bis zu 10 dyn/cm werden durch Des-

orientierung der adsorbierten Moll. während der Ausdehnung auf der Oberfläche erklärt. Grenzflächenspannungsmessungen auf Toluol zeigen bei Lsgg. unter 0,005 mol. ähnliche Unterschiede, jedoch bei größeren Konz. wird keinerlei Einfl. auf das Verh. eines Oberflächenfilmes beobachtet: beide Meßmethoden stimmen gut miteinander überein. Diese Erscheinung ist auch wieder auf der Basis einer Desorientierung zu erklären. (J. chem. Soc. [London] 1948. 943—48. Juli. Nottingham, Univ. Coll.)

311.400

Thor L. Smith, John D. Ferry und Frederic W. Schremp, *Übertragungsmessungen mechanischer Eigenschaften von Polymerenlösungen*. Vff. haben einen App. entwickelt zur Best. der mechan. Eigg. von konzentrierten Polymerenlsgg. unter geringen Deformationsbeanspruchungen durch tonfrequente Schwingungen. Eine Stange schwingt angeregt durch eine Spule in einem Magnetfeld vertikal längs seiner Achse in einem Röhrengefäß, in dem die Versuchslsg. sich befindet. Der Abstand zwischen Schwingstab u. Röhrenwand beträgt 1 mm u. die Schwingungsamplitude ungefähr  $2 \mu$ . Dynam. Viscosität u. Rigidität können dabei aus Messungen des Widerstandes u. der Reaktanz der Spule, nach empir. Eichung durch gegebene mechan. Bremswiderstände, nach bekannten Gleichungen errechnet werden. Es ergibt sich hierbei, daß bei hochpolymeren Lsgg. die dynam. Viscosität immer sehr viel niedriger ist als die gewöhnliche, viscosimetr. ermittelte Größe. (Physic. Rev. [2] 73. 1233. 15/5. 1948. Univ. of Wisconsin.)

300.400

R. D. Andrews, N. Hofmann-Bang und A. V. Tobolsky, *Elastoviscose Eigenschaften von Polyisobutylen*. I. Mitt. *Relaxation der Festigkeit des Gesamtpolymeren von verschiedenen Molekulargewichten bei erhöhten Temperaturen*. Unters. über die Festigkeitsrelaxation in Polyisobutylenen von verschied. durchschnittlichen Mol.-Gew. zwischen 30 u. 100° bei verschied. Dehnungen. Die Relaxations-Zeit-Kurven haben bei gegebenem Mol.-Gew. den gleichen Verlauf bei verschied. Temp. u. unterscheiden sich nur durch die verschied. Lage zur Zeitkurve. Dehnung unterhalb 70% übt auch einen Einfl. auf die Gestalt der Kurve aus. Oberhalb dieses Wertes wächst der relative Festigkeitsabfall zwischen zwei beliebigen Zeitwerten mit zunehmender Dehnung. Der Verlauf der Kurven entspricht weder Exponential- noch hyperbol. Tangential- oder exponentiellen Integral-Funktionen. Die experimentellen Punkte entsprechen am besten einer Hyperbel. Die Relaxationsgeschwindigkeit hängt mit genügender Empfindlichkeit vom Mol.-Gew. ab, so daß die Festigkeitsrelaxation prakt. zur Best. der Mol.-Gew. von Hochpolymeren direkt im festen Zustande dienen kann. Die Aktivierungsenergie der Relaxation erwies sich als unabhängig vom Mol.-Gew. u. ergab, nach ARRHENIUS berechnet, einen Mittelwert von 15,4 kcal. (Physic. Rev. [2] 73. 1221. 15/5. 1948. Princeton, N. J., Princeton Univ., Frick Chem. Labor.; Kopenhagen, Dänemark, Techn. Univ.)

300.400

G. Champetier und R. Aélion, *Einfluß der zwischenmolekularen Wasserstoffbindung auf die Eigenschaften der Polyamide*. Viele Eigg. der linearen Polyamide scheinen von Kräften abzuhängen, die von den H-Atomen der makromol. Ketten in den Polykondensationsprodd. von  $\omega$ -Aminosäuren oder von Diaziden u. Diamiden ausgehen. Dies gilt bes. für Löslichkeit, F. u. mechan. Eigenschaften. Es wird ein H-Bindungsindex definiert für Polyamide mit gerader  $\text{CH}_2$ -Gruppenzahl zwischen CO- u. NH-Gruppe sowie ein Index für die „H-Brücke“, der für alle Polyamide gültig ist. Die FF. der Polyamide sind eine lineare Funktion von diesem Index. Der Einfl. einer Methylierung der NH-Gruppe u. der einfachen Methylierung der  $\text{CH}_2$ -Gruppe, die der NH-Gruppe benachbart ist, wird untersucht. Über die Eigg. von Copolykondensationsprodd. methylierter u.  $\text{CH}_2$ -freier Ausgangsverbb. werden Angaben gemacht. Durch Mitkondensation derartiger methylierter Prodd. in wechselnden Mengen lassen sich die Eigg. der Polyamide in weiten Grenzen ändern. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 15. 683—88. Mai/Juni 1948. Paris, École de Physique et de Chimie industrielle, Labor. de Chimie macromoléculaire.)

407.400

Édouard Calvet, *Über die Mercerisation der Cellulose*. I. Mitt. *Calorimetrische Untersuchung*. Die bei der Rk. zwischen nativer Cellulose (Linters) u. NaOH abgegebene Wärmemenge  $q$  in cal/g Cellulose wird mikrocalorimet. gemessen. Dabei sind drei therm. Effekte zu unterscheiden, die sich überlagern: 1. Hydratation der Baumwolle, 2. Absorption von NaOH, 3. Verdünnung der Tauchlauge. Der Feuchtigkeitsgeh. der Proben beträgt in allen Fällen 3,5% nach Trocknung über  $\text{P}_2\text{O}_5$  im Vakuum. Die Konz. der Tauchlauge variieren zwischen  $N = 0$  u. 12,44 Mol NaOH pro Liter. Die Kurve  $q = f(N)$  geht nicht durch den Nullpunkt (für  $N = 0,0$  ist  $q = 3,0$  cal/g). Bis  $N = 0,5$  bleibt  $q$  konstant, um dann bis  $N = 6$  linear anzusteigen. Von dieser Konz. an wird  $dQ/dN$  kleiner, steigt aber dann langsam wieder an u. erreicht bei  $N = 10$

seinen ursprünglichen Wert wieder. Der Kurvenknick im Gebiet der für die Mercerisierung günstigsten Konz.  $N = 5-6$  zeigt an, daß die Mercerisation ein endothermer Vorgang ist, der, wie aus Messungen mit nativer u. mercerisierter Cellulose hervorgeht, etwa 4 cal/g Cellulose verbraucht. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 226. 1275-76. 19/4. 1948.) 267.400

K. Rachel Makinson, *Über die Ursache des Reibungsunterschiedes der Wollfaser.* Wollfasern üben in Richtung zur Faserspitze einen geringeren Reibungswiderstand aus als in der Gegenrichtung zur Wurzel hin. Diese Differenz der Reibungskoeffizienten, welche einer der Gründe für das Verfilzen der Wolle ist, wird meist als ein „Sperrklinkeneffekt“ auf Grund einer überlappenden Schuppenstruktur der Cuticula angesehen, doch ist auch neuerdings versucht worden, sie auf eine vermutete Asymmetrie der mol. Felder der Faseroberfläche zurückzuführen. VI. studiert das Gleiten einer Wollfaser an einer glatten, polierten Oberfläche aus Horn unter einer bestimmten Drucklast in einer ähnlichen Anordnung, wie sie zur Best. der stat. Reibungskoeffizienten verwendet wird. Eine Analyse des Vorganges führt auf Grund der Sperrklinkentheorie zu halbquantitativen Entwicklungen, die in guter Übereinstimmung mit den experimentellen Befunden stehen, während die obige Molekulartheorie zu einigen Beobachtungen in Widerspruch steht. Es ist daher wahrscheinlicher, daß die Reibungsunterschiede bei Wolle auf den Sperrklinkeneffekt zurückzuführen sind. (Trans. Faraday Soc. 44. 279-82. Mai 1948.) 300.400

## D<sub>2</sub>. Präparative organische Chemie. Naturstoffe.

Friedrich W. Hoffmann, *Herstellung aliphatischer Fluoride.* Der Austausch von Halogen in den aliph. Gruppen  $-CHX-$  u.  $-CH_2X$  ( $X = Cl, Br$ ) mittels KF erforderte bisher wegen der nötigen hohen Tempp. hohe Drücke. Bei Gebrauch passender Lösungsmittel für trocknes KF (Äthylenglykol [I], Glycerin, Diäthylenglykol [II], Polyäthylenglykole usw., auch Gemische derselben) gelingt die Rk. bei gewöhnlichem Druck u. in Glasgefäßen. Die Ausbeuten sind gut u. oft höher als beim Druckverfahren. Ggw. von Feuchtigkeit vermindert nur die Ausbeute (sonst gefährliche Druckerhöhung). Es werden genaue Vorschriften zur Herst. von  $FCH_2CH_2OH$  u.  $CH_3(CH_2)_4CH_2F$  mitgeteilt, wobei Gemische von I u. II benutzt u. Ausbeuten von 42,5 bzw. 54,1% erzielt wurden. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2596-97. Juli 1948. Maryland, Army Chem. Center.) 402.474

B. C. Saunders und G. J. Stacey, *Phosphorhaltige Ester.* IV. Mitt. *Diisopropylfluorophosphorsäureester.* (Vgl. auch McCOMBIE, SAUNDERS u. STACEY, J. chem. Soc. [London] 1945. 380.) *Dialkylfluorophosphate* werden in Ggw. von Lösungsmitteln

wie folgt erhalten:  $PCl_3 + 3HOR = P(OR)_3 \rightarrow P(OH)(OR)_2 \xrightarrow{Cl} OP(Cl)(OR)_2 \xrightarrow{NaF} OPF(OR)_2$ . Das Verf. ist auch einstufig durchführbar. Man erhält die gleichen Verb. wie nach LANGE u. KRÜGER (Ber. dtsh. chem. Ges. 65. [1932.] 1598) beim Erhitzen von trockenem *Disilberfluorophosphat* mit Alkyljodid. Es wird in Glasapp. gearbeitet. — *Diisopropylfluorophosphat*,  $C_6H_{14}O_3FP$ . Darst.: *Diisopropylchlorophosphat* wird in Bzl. mit NaF unter Wasserausschluß 3,5 Stdn. in langsamem Sieden erhalten. Dest. bei Unterdruck, Ausbeute 90%. — Nach einstufiger Meth. wird Isopropanol in  $CCl_4$  gelöst u.  $PCl_3$  langsam bei 50-60° zugefügt, Durchsaugen von getrockneter Luft bei Unterdruck, erneutes Chlorieren durch Einleiten bei 0° bis zur bleibenden Grünfärbung, erneutes Luftdurchsaugen, Fluorierung wie vorstehend. — Eigg.:  $Kp_{16} 73^\circ$ ,  $Kp_{760} 183^\circ$ , F.  $-82^\circ$ . Geruchlose Fl., hält sich in Glasgefäßen mehrere Jahre u. ist wesentlich beständiger gegen W. als die entsprechende Chlorverb. sowie die Methyl- u. Äthylester. Durch Einw. von W. wird HF abgespalten, jedoch ist die Rk. bei 15° erst nach 72 Stdn. beendet. Mit 0,2n Lauge erfolgt die gleiche Rk. wesentlich schneller. — In ihrer physiol. Wrkg. ist die Verb. einzig dem Cyanwasserstoff vergleichbar, zeigt bei Einatmung stärkere *Giftwirkung* als Phosgen u. Chlorpikrin. 50% der Versuchsratten starben innerhalb von 2 Stdn., wenn sie 10 Min. eine Konz. von 0,36 mg/l eingeatmet hatten. Dazu kommt ein starker miot. (pupillenverengender) Effekt, der nach 5 Min. dauernder Einw. bei Konz. von 0,0082 mg/l eintritt u. meist 3 Tage unverändert bestehen bleibt. Schließlich konnte eine starke Inhibitorwrkg. auf die Cholinesterase festgestellt werden. — Ferner werden ein Reiniungsverfahren für *Diammoniumfluorophosphat* angegeben sowie die FF. von Diisopropylfluorophosphat mit 2,2'-Dichlordiäthylsulfid. (J. chem. Soc. [London] 1948. 695-99. Mai. Cambridge, Univ., Chem. Labor.) 166.507

William T. Dye jr., *Die Entfernung von Aluminiumchlorid aus Friedel-Crafts-Mischungen, die wasserempfindliche Chlorphosphine enthalten.* Es wurden 2 neue, allg. zur Herst. arom. Chlorphosphine geeignete Verff. entwickelt. Beispiel: *Phenyl-*

*dichlorphosphin* (I). 1. Das molare Verhältnis von  $\text{Al}_2\text{Cl}_6$ , Bzl. u.  $\text{PCl}_3$  war 0,1 : 0,4 : 0,4. Nach beendeter Rk. u. Verdünnen mit Bzl. oder PAe. wurden 3 Mol W. eingerührt (auch in Form konz.  $\text{HCl}$ ), noch 50 ccm Bzl. zugefügt u. die obere Schicht dekantiert. Aufarbeitung durch Vakuumdest., 20,6–20,9 g I. — 2. Auf 1 Mol  $\text{Al}_2\text{Cl}_6$  wurde 1 Mol  $\text{POCl}_3$  zum heißen Reaktionsgemisch gegeben. Nach Entfernen von überschüssigem  $\text{PCl}_3$  u. Bzl. im Vakuum wurde unter  $40^\circ$  abgekühlt, mit 3 Raumteilen PAe. verd. u. die fl. Schicht vom Komplex  $\text{Al}_2\text{Cl}_6 \cdot 2\text{POCl}_3$  dekantiert. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2595 bis 2596. Juli 1948. Washington, D. C., Navy Res. Labor., Dep. of Chem.)

402.563

Hans Kittel, *Die Entwicklung der siliciumorganischen Chemie*. Überblick mit allg. Einführung, der Nomenklatur, Darstellungsmethoden, Eigg. u. Analyse der siliciumorgan. Verbindungen. 159 Literaturzitate (vgl. BURKHARD, ROCHOW, BOOTH u. HARTT, C. 1948. I. 996). (Farben, Lacke Anstrichstoffe 2. 50–53. April. 65–69. Mai. 113–117. Aug. 137–39. Sept. 1948.)

373.573

Edwin W. Abrahamson, Irving Joffe und Howard W. Post, *Untersuchungen über siliciumorganische Verbindungen*. V. Mitt. *Die Darstellung und Eigenschaften gewisser Polyäther des Tetrachlorsilans, Hexachlordisilans und Hexachlordisiloxans*. (Vgl. Post, C. 1942. II. 154.) Die Umsetzung von  $\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$  (I) u.  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$  (II), der Methyl- bzw. Äthyläther des Äthylenglykols mit Siliciumtetrachlorid oder Tetraäthoxyasilan (III),  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ , führte zur Bldg. von *Tri-β-methoxyäthoxychlorasilan*,  $\text{SiCl}(\text{OC}_2\text{H}_5 \cdot \text{CH}_2\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ , *Tetra-β-methoxyäthoxyasilan*,  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5 \cdot \text{CH}_2\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ , u. *Tetra-β-äthoxyäthoxyasilan*,  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5 \cdot \text{CH}_2\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ , die steigende Hydrolysenbeständigkeit zeigen. Die Rk. wasserfreier Alkohole mit Hexachlordisiloxan (IV),  $\text{Cl}_3\text{SiOSiCl}_3$ , ergab teils Tetraalkoxysilane u. teils Hexaalkoxydisiloxane, während der Umsatz mit Hexachlordisilan (V),  $\text{Cl}_3\text{SiSiCl}_3$ , zu Hexaalkoxydisilanen führte.

Versuche: *Tri-β-methoxyäthoxychlorasilan*, aus Siliciumtetrachlorid u. I, Kp.<sub>740</sub> 289°, Kp.<sub>9</sub> 186°,  $n_D^{20,3} = 1,4220$ ,  $D_4^{20} = 1,0804$ . — *Tetra-β-methoxyäthoxyasilan*, aus I u. III, Kp.<sub>740</sub> 292°, Kp.<sub>9</sub> 183°,  $n_D^{25} = 1,4213$ ,  $D_4^{20} = 1,0781$ . — *Tetra-β-äthoxyäthoxyasilan*, aus III u. II, Kp.<sub>740</sub> 312°, Kp.<sub>9</sub> 200°,  $n_D^{20,5} = 1,4226$ ,  $D_4^{20} = 1,0184$ . — Aus IV u. A. entsteht hauptsächlich *Tetraäthoxyasilan*, Kp.<sub>18</sub> 65–70°. — IV u. Propylalkohol ergeben gleiche Mengen *Tetrapropoxyasilan*,  $\text{Si}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ , Kp.<sub>25</sub> 125–130°, u. *Hexaäthoxydisiloxan*,  $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{SiOSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ , Kp.<sub>25</sub> 205–208°,  $D_4^{25} = 0,976$ . — *Tetraäthoxyasilan*,  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ , aus IV u. Butylalkohol, Kp.<sub>20</sub> 150–160°, neben *Hexaäthoxydisiloxan*,  $(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{SiOSi}(\text{OC}_4\text{H}_9)_3$ , Kp.<sub>20</sub> 245–250°. — *Hexaäthoxydisiloxan*,  $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{SiSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ , aus I u. A., Kp.<sub>18</sub> 140–150°. — *Tetrapropoxyasilan*, aus V u. Propylalkohol, Kp.<sub>25</sub> 125–130°, neben *Hexaäthoxydisiloxan*,  $(\text{C}_3\text{H}_7\text{O})_3\text{SiSi}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$ , Kp.<sub>25</sub> 190–195°. (J. org. Chemistry 13. 275–79. März 1948. Buffalo, Univ., Dep. of Chem.)

373.573

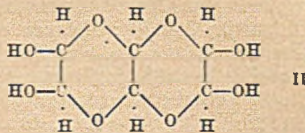
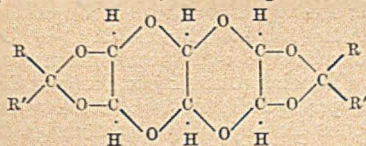
Martha E. Havill, Irving Joffe und Howard W. Post, *Untersuchungen über siliciumorganische Verbindungen*. VI. Mitt. *Darstellung und Eigenschaften der Polyäther des Trichlorsilans*. (V. vgl. vorst. Ref.) Die Rk. von Trichlorsilan (I),  $\text{SiHCl}_3$ , mit Äthyl-, Propyl- u. Butylalkohol führt nur bei letzterem in geringer Ausbeute zu Trialkoxysilan. Es entstehen aber Tetraalkoxysilane bzw. Hexaalkoxydisiloxane, wobei  $\text{H}_2$  entwickelt wird. Erst der Umsatz in Bzl. als Lösungsm. führt zu den gewünschten Trialkoxysilanen, wobei mit wachsender Kohlenstoffzahl des Liganden die Ausbeute steigt.

Versuche: *Tetraäthoxyasilan*,  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ , aus I u. A., Kp.<sub>18</sub> 135°, neben *Hexaäthoxydisiloxan*,  $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{SiOSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ , Kp.<sub>18</sub> 160°. — *Triäthoxyasilan*,  $\text{SiH}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ , aus I u. A. in Bzl., Kp.<sub>760</sub> 132–135°,  $D_4^{25} = 0,8745$ , 45% Ausbeute. — *Tetrapropoxyasilan*,  $\text{Si}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ , aus I u. Propylalkohol, Kp.<sub>750</sub> 224–225°,  $D_4^{25} = 0,9150$ . — *Tripropoxyasilan*,  $\text{SiH}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$ , aus I u. Propylalkohol in Bzl., Kp.<sub>750</sub> 190–194°,  $D_4^{25} = 0,882$ , 53% Ausbeute. — *Tributoxyasilan*,  $\text{SiH}(\text{OC}_4\text{H}_9)_3$ , aus I u. Butylalkohol, Kp.<sub>18</sub> 115–120°, Kp.<sub>760</sub> 223–237°,  $D_4^{25} = 0,889$ , 16% Ausbeute, neben *Tetraäthoxyasilan*. — *Tributoxyasilan*, aus I u. Butylalkohol in Bzl., Kp.<sub>760</sub> 237–238°, 71% Ausbeute. — *Triisobutoxyasilan*, aus I u. Isobutylalkohol in Bzl., Kp.<sub>751</sub> 224–228°. (J. org. Chemistry 13. 280–83. März 1948. Buffalo, Univ., Dep. of Chem.)

373.573

Harry Raudnitz, *Dibenzyliden- und Diisopropylidenglyoxal*. Benzaldehyd u. Aceton liefern mit Glyoxalsulfat Verbb., die keine Ketonrk. geben, keinen akt. H enthalten (Abwesenheit von OH-Gruppen), mit Ferrisulfat oder Tetranitromethan keine Färbung zeigen (Abwesenheit von Doppelbindungen), aber von verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  in die Ausgangsstoffe gespalten werden. Dieses Verh. spricht für eine Konst. gemäß Formel I. Für das trimere Glyoxal ergäbe sich dann die Formel II, die zwanglos die Tatsache erklärt, daß Glyoxal durch  $\text{KMnO}_4$  oder  $\text{H}_2\text{O}_2$  zu Ameisensäure statt zu Oxalsäure oxydiert wird, da diese Oxydationsmittel unter Spaltung der C–C-Bindung die

Glykolgruppierung angreifen. — *Dibenzylidenglyoxal*, C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>O<sub>8</sub>, aus Glyoxalsulfat, Benzaldehyd u. W. durch gelindes Erwärmen auf dem Wasserbad, 7 Tage bei Zimmer-temp. Stehenlassen, Trennung der festen roten M. durch Waschen mit A. von nicht-

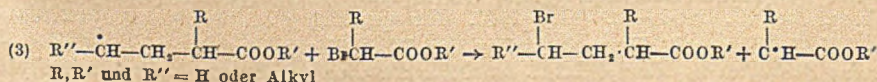
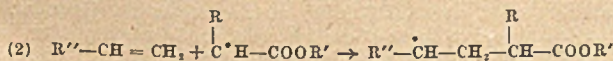
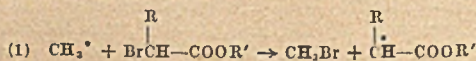


umgesetztem Glyoxalsulfat, Ausbeute 80%, aus Eisessig lange Nadeln, F. 268°. — *Diisopropylidenglyoxal*, C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>O<sub>8</sub>, durch 2tägiges Stehenlassen einer Lsg. von Glyoxalsulfat in Aceton u. wenig W., Waschen mit W., A. u. Ae. u. Umkrystallisieren aus Aceton, große Blättchen, F. 207°. (J. chem. Soc. [London] 1948. 763—64. Juni. Manchester, Coll. of Technol.) 198.589

B. N. Daschkewitsch, *Gewinnung von R-Methylketonen aus Carbomethylen*. Während DEAKIN u. WILSMORE (J. chem. Soc. [London] 97. [1910.] 1986) mit CH<sub>3</sub>MgJ fast nur polymerisiertes CH<sub>2</sub>:CO, Vf. (C. 1939. II. 1277) dagegen mit C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>MgBr Acetophenon, mit C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>MgBr aber hauptsächlich Cyclobutanion erhielten, gaben die offenbar weniger polymerisierend wirkenden C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>MgCl, n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>MgBr u. n-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>MgBr *Methylalkylketone*.

Versuche: *Methyläthylketon*. Man leitet in eine äther. GRIGNARD-Lsg. von 20 g C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Cl 2 Stdn. CH<sub>2</sub>:CO, aus 140 ccm Aceton nach SCHMIDLIN u. BERGMANN (Ber. dtsh. chem. Ges. 43. [1910.] 2821) bei 600—650° über geglühtem Ton mit 65% Ausbeute erhalten, ein, zersetzt in Ggw. von verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mit Eiswasser, sättigt mit NaCl u. dest. fraktioniert, Kp. 78—81°, Ausbeute 36,6%; *Semicarbazon*, F. 143°. — *Methyl-n-propylketon*, analog aus 40,2 g n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>Br (Kp. 70—72°), Rohausbeute 35,6%, Kp. 102°; *Semicarbazon*, F. 109—110°. — *Methyl-n-butylketon*, aus 40 g n-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>Br (Kp. 77,5 bis 78,5°), Kp. 126—127°, Ausbeute 32,7%; daraus *Semicarbazon*, F. 118°. Fraktion vom Kp. 128—145°, schwachgelbliche Fl., offenbar *Dimethylbutylcarbinol*. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 18. (80.) 205—08. Febr. 1948. Chem. Inst. der Zweigstelle Tadshikistan der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 391.605

M. S. Kharasch, P. S. Skell und Paul Fisher, *Reaktionen von Atomen und freien Radikalen in Lösung*. XII. Mitt. *Die Addition von Bromcarbonsäureestern an Olefine*. (XI. vgl. C. 1948. I. 1100.) In Ggw. von *Diacetylperoxyd* (I) reagieren  $\alpha$ -Bromcarbonsäureester mit Olefinen unter Bldg. von  $\gamma$ -Bromcarbonsäureestern. Durch therm. Zers. oder alkal. Hydrolyse mit nachfolgender Wasserabspaltung lassen sich diese  $\gamma$ -Bromester in  $\gamma$ -Oxycarbonsäurelactone überführen. Die Rk. wird ausgelöst durch das freie *Methylradikal*, welches sich durch Zers. von I bildet. Es entrißt dem  $\alpha$ -Bromester das Halogen unter Bldg. von Methylbromid u. einem freien Carbonsäuresterradikal nach (1). Dieses Radikal addiert sich an das Olefin unter Bldg. eines neuen Radikals nach (2), welches sich mit weiterem  $\alpha$ -Bromester unter Bldg. von  $\gamma$ -Bromester u. neuem Carbonsäuresterradikal nach (3) umsetzt. Es kommt zu einer Kettenrk., wobei pro freies Methyl-

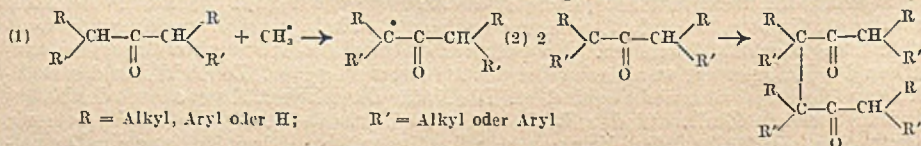


radikal zahlreiche Kondensationen stattfinden können. Schritt (1) erfolgt nur in der Anfangsphase. Di- $\alpha$ -alkylsubstituierte  $\alpha$ -Bromcarbonsäureester tauschen das Halogen leichter aus als unsubstituierte, doch ist die Addition des nach (2) gebildeten Radikals an das Olefin ster. behindert, u. je zwei solcher Radikale vereinigen sich zu *tetrasubstituierten Bernsteinsäureestern*. Monoalkylsubstituierte  $\alpha$ -Bromcarbonsäureester tauschen das Halogen nur wenig schneller aus als Bromessigester. Die Addition des Radikals an Olefine ist hier nicht behindert. Die Natur der alkohol. Komponente des Esters hat fast keinen Einfl. auf den Reaktionsverlauf, wenn sie keine kettenabbruchende Gruppe enthält. Als Olefine kommen geradkettige mit beliebiger Stellung der Doppelbindung in Frage. *Styrol* sowie *Acrylsäureester* geben niedermolekulare Polymere.

Versuche: Angewandte Ester:  $\alpha$ -Bromessigsäureäthylester (II, Kp.<sub>15</sub> 58—59°;  $n_D^{20} = 1,4489$ );  $\alpha$ -Brompropionsäureäthylester (III, 53°/16; 1,4461);  $\alpha$ -Brombuttersäure-

äthylester (IV, 63°/12; 1,4479);  $\alpha$ -Brompropionsäure-tert.-butylester (V, 62,2°/15; 1,4392);  $\alpha$ -Bromisobuttersäureäthylester (VI, 59,9°/18; 1,4438);  $\alpha$ -Bromisobuttersäuremethylester (VII, 52,2°/21; 1,4509);  $\alpha$ -Bromisovaleriansäuremethylester (VIII, 64—65°/11; 1,4530);  $\alpha$ -Bromisovaleriansäureäthylester (IX, 73—74°/12; 1,4496); Brombernsteinsäuredimethylester (X, 61°/3; 1,4630); Brommalonsäureäthylester (XI, 123°/20; 1,4521). — Darst. der  $\gamma$ -Bromcarbonsäureester u. der  $\gamma$ -Oxycarbonsäurelactone:  $\alpha$ -Bromcarbonsäureester u. Olefin werden bei 90° (gasförmige Olefine in einer Druckapp. aus Pyrexglas) mit dem in wenig  $\alpha$ -Bromcarbonsäureester gelösten Diacetylperoxyd (I) in 3—6 Stdn. versetzt, nachdem die Luft in der App. durch Stickstoff oder das angewandte gasförmige Olefin verdrängt wurde. Die Reaktionsprodd. werden nach Abdest. der nicht umgesetzten Anteile durch Dest. bei 0,1—1 mm oder Molekulardest. gereinigt. Das in der ersten Phase gebildete Methylbromid wird in einer mit fl. Stickstoff gekühlten Falle kondensiert u. durch Mol.-Gew. u. Dampfdruck identifiziert. Durch Erhitzen der  $\gamma$ -Bromcarbonsäureester auf 150—160°, 2 Stdn., im Vakuum von 55 mm entstehen die  $\gamma$ -Oxycarbonsäurelactone. —  $\gamma$ -Bromcaprinsäureäthylester, aus II (1,00 Mol) u. 1-Octen (XII, 0,244 Mol) in Ggw. von I (0,025 Mol), Kp.<sub>0,2</sub> 93—94°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4599 (57% Ausbeute). —  $\gamma$ -Oxycaprinsäurelacton, C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>, Kp.<sub>0,2</sub> 84°, n = 1,4489 (48%). —  $\gamma$ -Oxycaprinsäure-p-toluidid, aus vorst., F. u. Misch.-F. 133—134°. —  $\alpha$ -Methyl- $\gamma$ -bromcaprinsäureäthylester, aus III (1,02) u. XII (0,265) in Ggw. von I (0,019), Kp.<sub>0,1</sub> 92°, n = 1,4570 (77%). —  $\alpha$ -Methyl- $\gamma$ -oxycaprinsäurelacton, Kp.<sub>0,02</sub> 73—74°, n = 1,4460 (64%). —  $\alpha$ -Methyl- $\gamma$ -bromcaprinsäure-tert.-butylester, aus V (0,726 Mol) u. XII (0,196) in Ggw. von I (0,044). —  $\alpha$ -Methyl- $\gamma$ -oxycaprinsäurelacton, aus vorst., Kp.<sub>0,02</sub> 73—74°, n = 1,4460 (49%). —  $\alpha$ -Äthyl- $\gamma$ -bromcaprinsäureäthylester, aus IV (1,05) u. XII (0,25) in Ggw. von I (0,014), Kp.<sub>0,6</sub> 108°, n = 1,4576 (62%). —  $\alpha$ -Äthyl- $\gamma$ -oxycaprinsäurelacton, aus vorst., Kp.<sub>0,4</sub> 114°, n = 1,4480 (47%). —  $\alpha,\alpha$ -Dimethyl- $\gamma$ -bromcaprinsäureäthylester, aus VI (0,838) u. XII (0,178) in Ggw. von I (0,022), n = 1,4572. —  $\alpha,\alpha$ -Dimethyl- $\gamma$ -bromcaprinsäuremethylester, aus VII (0,739) u. XII (0,258) in Ggw. von I (0,027), Kp.<sub>0,3</sub> 98—102°, n = 1,458. —  $\alpha,\alpha$ -Dimethyl- $\gamma$ -oxycaprinsäurelacton, C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, aus vorst., Kp.<sub>0,3</sub> 83—84°, n = 1,4436 (24%). — Tetramethylbernsteinsäure, aus dem Vorlauf von vorst. (Kp.<sub>0,3</sub> 40—95°) durch Verseifen mit alkohol. NaOH, nach Vakuumsublimation F. u. Misch.-F. 192°. —  $\alpha$ -Isopropyl- $\gamma$ -bromcaprinsäureäthylester, aus IX (0,521) u. XII (0,132) in Ggw. von I (0,027), n = 1,4592. —  $\alpha$ -Isopropyl- $\gamma$ -bromcaprinsäuremethylester, aus VIII (0,676) u. XII (0,206) in Ggw. von I (0,024), Kp.<sub>0,03</sub> 84—85°, n = 1,4608 (46%). —  $\alpha$ -Isopropyl- $\gamma$ -oxycaprinsäurelacton, C<sub>13</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>, aus vorst., n = 1,4508 (41%). —  $\alpha$ -Carboxymethyl- $\gamma$ -bromcaprinsäuremethylester, aus X (0,437) u. XII (0,089) in Ggw. von I (0,012), n = 1,4669 (83%). —  $\alpha$ -Carboxyäthyl- $\gamma$ -bromcaprinsäureäthylester, aus XI (0,40) u. XII (0,44) in Ggw. von I (0,012), n = 1,4572 (74%). —  $\alpha$ -Carboxyäthyl- $\gamma$ -oxycaprinsäurelacton, C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>O<sub>4</sub>, aus vorst., n = 1,4504 (58%). —  $\alpha$ -Bromvaleriansäureäthylester ( $\gamma$ -Bromvaleriansäureäthylester, der Referent), C<sub>7</sub>H<sub>13</sub>O<sub>2</sub>Br, aus II (0,786) u. Propylen (XIII) in Ggw. von I (0,040), Kp.<sub>8</sub> 82—83°, n = 1,4552. —  $\gamma$ -Oxyvaleriansäurelacton, aus vorst., Kp.<sub>6</sub> 70°, n = 1,4328. —  $\gamma$ -Oxy-n-valeriansäureamid, aus vorst., F. u. Misch.-F. 49—50°. —  $\alpha$ -Methyl- $\gamma$ -bromvaleriansäureäthylester, aus III (0,602) u. XIII in Ggw. von I (0,025), Kp.<sub>0,5</sub> 82—84°, n = 1,4521. —  $\beta$ -Methyl- $\gamma$ -bromvaleriansäureäthylester, aus II (0,807) u. 2-Butylen in Ggw. von I (0,029), Kp.<sub>4</sub> 70—71°, n = 1,4588. —  $\beta$ -Methyl- $\gamma$ -oxyvaleriansäurelacton, aus vorst., Kp.<sub>8</sub> 91—92°, n = 1,4346. —  $\alpha,\gamma$ -Dimethyl- $\gamma$ -bromvaleriansäureäthylester, aus III (0,656) u. Isobutylen in Ggw. von I (0,015), Kp.<sub>4</sub> 69—70°, n = 1,4520. —  $\alpha$ -Brom- $\alpha'$ -methylbernsteinsäureäthylester, aus  $\beta$ -Brompropionsäureäthylester (1,04) u. XII (0,25) in Ggw. von I (0,019). (J. Amer. chem. Soc. 70. 1055—59. März 1948. Chicago, Ill.) 278.648

M. S. Kharasch, Henry C. McBay und W. H. Urry, *Reaktionen von Atomen und freien Radikalen in Lösung*. XIII. Mitt. Die Reaktion von Diacetylperoxyd mit aliphatischen Ketonen. Eine neue Synthese von 1,4-Diketonen. (XII. vgl. vorst. Ref.) Die Zers. von Diacetylperoxyd (I) in aliphat. Ketonen führt zur Bldg. von 1,4-Diketonen neben höheren Kondensationsprodukten. Die Rk. wird ausgelöst durch das bei der Zers. von



I gebildete freie Methylradikal, welches dem Keton ein  $\alpha$ -Wasserstoffatom entreißt, wobei es selbst in Methan übergeht [Gleichung (1)]. Zwei der neu gebildeten Radikale vereinigen sich dann zu dem Diketon (2). Einmal gebildetes Diketon kann in gleicher



Weise noch einmal mit Methylradikal reagieren u. Trimere u. höhere Kondensationsprodd. bilden. Je höher das Molverhältnis Keton zu I ist, um so weniger Polymere werden gebildet. Tert. u. sek. Wasserstoffatome werden leichter als prim. angegriffen. Als weitere Prodd. der Zers. von I entstehen Methan, Kohlendioxyd u. Essigsäuremethylester. Ketone, die eine Arylgruppe unmittelbar an die Carbonylgruppe gebunden enthalten, liefern keine Diketone, sondern nur höhermolekulare Polymere. Die im Verhältnis zu geringe Menge gebildetes Methan bei diesen Verss. deutet auf Rk. der Methylradikale mit dem Benzolring hin.

Versuche (Mengen der reagierenden Stoffe in Mol in Klammern): *3.4-Dimethyl-2.5-hexandion* (II), C<sub>8</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>, durch Zers. von *Diacetylperoxyd* (I, 0,517 Mol) in Butanon (4,0 Mol) bei 75°, Öl, Kp.<sub>30</sub> 92°, Kp.<sub>1</sub> 57°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4330. — *Meso-α,α'-dimethylbernsteinsäure*, aus II mit Natriumhypobromit, F. 206°. — *2.3.4.5-Tetramethylpyrrol*, aus II durch Erhitzen mit Ammoniumhydroxyd in Methanol, Krystalle aus Methanol, F. 110°. — *Pyridazinderiv.* von II, C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>, aus II mit Phenylhydrazin in A., F. 127—128°. — *3.3.4.4-Tetramethyl-2.5-hexandion* (III), C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>, durch Zers. von I (0,57) in 3-Methylbutanon (4,52) bei 93°, Öl, Kp.<sub>0,5</sub> 40°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4522. — *Trimeres 3-Methylbutanon*, aus dem Rückstand von vorst., hellgelbes Öl, Kp.<sub>0,5</sub> 103—125°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4713. — *x.x.x.x-Tetrabrom-III*, C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>Br<sub>4</sub>, aus III mit der berechneten Menge Natriumhypobromit, Nadeln aus Methanol, F. 117°. — *Tetramethylbernsteinsäure*, aus III mit Natriumhypobromit in W., 24 Stdn. bei 20°, 8 Stdn. bei 60—80°, Krystalle aus W., F. u. Misch-F. 200°, daneben entsteht etwas *Tetrabrom-III*. — *2.4.4.5.5.7-Hexamethyl-3.6-octandion*, C<sub>14</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>, durch Zers. von I (0,546) in 2.4-Dimethyl-3-pentanon (4,74) bei 135° neben höher sd. Prodd., Öl, Kp.<sub>1,5</sub> 75—78°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4520; gibt bei der Oxydation mit Chromtrioxyd in Eisessig, 5 Stdn. bei 0°, 1 Stde. bei 100°, *Tetramethylbernsteinsäure* u. *Aceton* (nachgewiesen als *2.4-Dinitrophenylhydrazon*). — *Meso- u. rac. 2.9-Dimethyl-5.6-diisopropyl-4.7-decandion*, C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>, durch Zers. von I (0,26) in 2.6-Dimethyl-4-heptanon (1,96) bei 115° neben höher sd. Prodd.; fl. Isomeres; Kp.<sub>1,5</sub> 95—97°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4430, kann durch Natriumalkoholat in nachst. verwandelt werden; festes Isomeres; Kp.<sub>1,5</sub> 110—114°, lange Nadeln aus Methanol, F. 87—90°. — *Meso- u. rac. 3.4-Diphenyl-2.4-hexandion* (*3.4-Diphenyl-2.5-hexandion*, der Referent), C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>, durch Zers. von I (0,17) in 1-Phenylpropanon (0,82) bei 125 bis 130° neben höheren Kondensationsprodd.; niedrighschmelzendes Isomeres, Krystalle aus Methanol oder Ligroin, F. 98—100°; hochschmelzendes Isomeres, Krystalle aus Methanol-A., F. 201—202°. — *Mesodiphenylbernsteinsäure*, durch Oxydation des hochschmelzenden Isomeren von vorst., Krystalle aus W., F. u. Misch-F. 253°. — *1.3.4-Triphenyl-2.5-dimethylpyrrol*, C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N, aus beiden Isomeren von vorvorst. mit Anilin in Eisessig, 6 Stdn., 120°, strohfarbene Nadeln aus Methylalkohol, nach Sublimation F. u. Misch-F. 135°. — *Symm. Tetraacetyläthan*, durch Zers. von I (0,55) in *2.4-Pentandion* (4,2) bei 125°, Krystalle aus Methylalkohol, F. 189—191°. — *2.2.7.7-Tetramethyl-3.6-octandion*, C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, durch Zers. von I (0,50) in *3.3-Dimethylbutanon* (3,74) bei 104° neben höheren Prodd., Öl, Kp.<sub>0,5</sub> 55—60°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4400; *Diphenylhydrazon*, C<sub>22</sub>H<sub>23</sub>N<sub>4</sub>, mit Phenylhydrazin bei 120°, Krystalle aus A., F. 144—147°. — *2.2'-Dioxodicyclohexyl*, C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>, durch Zers. von I (0,39) in Cyclohexanon (6,93) bei 130° neben höher sd. Kondensationsprodd., oranges Öl, Kp.<sub>1</sub> 114—117°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4958; beim Stehen scheiden sich Krystalle aus, aus Ligroin F. 70—71° (Stereoisomeres?). — *9-Methyl-oktahydrocarbazol*, aus vorst. mit Methylamin, F. 94—95°. — *Zers. von I* (0,47) in *2.5-Hexandion* (5,0) bei 145° gibt Öl, Kp.<sub>1</sub> 145—155°, Mol.-Gew. 330 (Trimeres?) u. dunkelroten Rückstand, Mol.-Gew. 552. — *Zers. von I* (0,60) in *Acetophenon* (2,3) bei 125° gibt dunkelrotbraunen Gummi, Mol.-Gew. 648. — *Zers. von I* (0,49) in *Propiophenon* (2,62) bei 115° gibt orangerotes halbfestes Harz, Mol.-Gew. 389. — *Zers. von I* (0,61) in *Phenylisopropylketon* (1,46) gibt orangeroten Sirup, Mol.-Gew. 784. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1269—74. März 1948. Chicago, Ill.) 278.648


Charles Paquot und Françoise de Goursac, *Über die Autoxydation der Palmitinsäure und ihrer Derivate*. Bei der Fortsetzung früherer Verss. über die Oxydation gesätt. Fettsäuren, bei denen außer flüchtigen u. gasförmigen Säuren von niedrigem Mol.-Gew. (CO<sub>2</sub>, Essig-, Butter-, u. Capronsäure) Monocarbonsäuren von geringerer C-Atomanzahl als die untersuchten Säuren, Dicarbonsäuren (Oxal-, Bernstein-, Adipin-), Oxyssäuren, Ketone, Ketosäuren u. Lactone erhalten wurden, wird in vorliegender Arbeit die Wrkg. von Luftsauerstoff auf die Äthylester der Caprin- u. Palmitinsäure sowie freier Palmitinsäure in Ggw. von Katalysatoren untersucht. Die Verss. wurden in der Weise ausgeführt, daß man über das auf 100° erhitze Ausgangsmaterial CO<sub>2</sub>-freie Luft leitete. Als Katalysator dienten *Nickelphthalocyanin* (I), das den Sauerstoff aktiviert, ohne die Art der Reaktionsprodd. zu beeinflussen, u. *Kaliumpalmitat* (II); vom Ni-Salz wurde 1%, vom K-Salz 18% genommen. Die Versuchsdauer war bei Caprin-

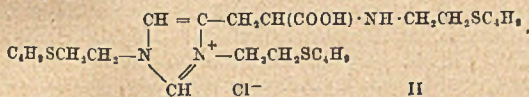
säureester u. I 200 Stdn., bei Palmitinsäure u. I 300 Stdn., mit II 140 Stdn. u. bei ihrem Ester mit I 160 Stunden. Bei Verwendung von II wurden eine größere Menge des Unverseifbaren sowie eine niedrigere SZ. u. VZ. beobachtet. Außerdem fehlten Säuren mit weniger C-Atomen als denen der Laurinsäure. Deshalb wurde auch die Einw. von Luft auf II in wss. Lsg. bei 100° (76 Stdn.) untersucht; dabei wurden (in Mol) 0,79% CO<sub>2</sub>, 0,86% Oxalsäure, 0,32% Unverseifbares u. 0,19% lactonartiger Prodd. (VZ. 484, was einem Gemisch von Capron-, Capryl- u. Caprinsäurelactonen entspricht) gefunden, jedoch keine niedrigeren Säuren als Laurinsäure, wodurch die vorhergehenden Resultate bestätigt werden. Mit I als Katalysator wurden bei der Palmitinsäure den früheren analoge Resultate erhalten. Caprinsäureester u. I lieferten CO<sub>2</sub>, Oxalsäure, Capron-, Capryl- u. Caprinsäure neben 0,1% Unverseifbarem. Als Resultat dieser Verss. ergibt sich, daß bei der Autoxydation von Säuren mit gerader Anzahl der C-Atome zum Teil eine Spaltung des Mol. in Bruchstücke von 2 zu 2 C-Atomen stattfindet unter Bldg. von Oxalsäure u. Säuren mit geringerer Anzahl von C-Atomen, als die Ausgangssäure enthält; ferner erfolgt Ketonbildg., jedoch in geringerem Maße, die durch Alkali begünstigt wird. Das Auftreten von stabilen Lactonen läßt eine Oxydation in  $\gamma$ - oder  $\delta$ -Stellung annehmen. Labile intermediäre Reaktionsprodd., die wohl vorhanden sind, wurden bisher nicht isoliert. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 226. 258—60. 19/1. 1948.)

119.650

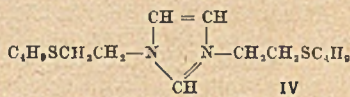
Alice M. Dessert und J. F. Halverstadt, *Synthese von  $\beta$ -Oxoestern aus Acylbrenztraubensäureestern*.  $\beta$ -Oxoester, die als Ausgangsstoffe für Thiouracile dienen, wurden durch Decarbonylierung von Acylbrenztraubensäureestern bereitet:  $\text{RCO-CH}_2\text{-CO-CO}_2\text{CH}_3 \rightarrow \text{RCO-CH}_2\text{-CO}_2\text{CH}_3$ . Zur Pyrolyse wurde mit gepulvertem weichem Glas (I) erhitzt. Bei leicht zersetzlichen Substanzen wurde eine „Blitzdest.“ vorgenommen (A) (Dest. über I von 365°), sonst wurde mit I verbacken (B). —  $\beta$ -Myristoylbrenztraubensäuremethylester (II), C<sub>18</sub>H<sub>32</sub>O<sub>4</sub>, F. 52—53°, korr. —  $\beta$ -Oxo- $\gamma$ - $\gamma$ -dimethylvaleriansäuremethylester, Kp. 91—96°, 80% Ausbeute, aus Pivalobrenztraubensäuremethylester nach B. —  $\beta$ -Oxopalmitinsäuremethylester, nach B aus II, Kp. 155—165°, F. 34—35° aus A.; Cu-Salz, C<sub>34</sub>H<sub>64</sub>O<sub>6</sub>Cu, F. 78—81° aus PAe. — Aus Butyrobrenztraubensäuremethylester nach A 65% Ausbeute an  $\beta$ -Oxocaprinsäuremethylester, Kp. 148—150°. —  $\beta$ -Oxovaleriansäuremethylester, Kp. 146—150° (50% Ausbeute) nach A. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2595. Juli 1948. Stamford, Conn., Amer. Cyanamid Co.) 402.795

Vincent du Vigneaud, Carl M. Stevens, Harold F. McDuffie jr., John L. Wood und Herbert McKennis jr., *Reaktionen senfgasartiger Vesicantia mit  $\alpha$ -Aminosäuren*. Vff. stellten fest, daß dem Senfgas (V) verwandte Verbb., die wie dies, nur weniger stark, blasenziehend wirken, nämlich C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Cl (Benzyl-V), CH<sub>3</sub>SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Cl (Methyl-V), CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Cl (Äthyl-V) u. CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Cl (Butyl-V), mit  $\alpha$ -NH<sub>2</sub>,  $\epsilon$ -NH<sub>2</sub>, Imidazolyl-, SH- u. phenol. OH-, nicht jedoch mit alkohol. OH-, Guanido- u. Indolylgruppen von  $\alpha$ -Aminosäuren (I) in alkal. Lsg. reagieren können. — N $\alpha$ -substituierte Derivv. wurden nach 3 Verff. dargestellt: A. 1 Mol I u. 3 Mol Soda oder NaOH, gelöst in 50%ig. A., wurden mit 2 Mol V-Verb. mehrere Stdn. bei 30—50° gerührt, mit Ae. extrahiert u. mit HCl neutralisiert; B. I wurde in 3 Mol InNaOH in 95%ig. CH<sub>3</sub>OH mit 2 Mol V-Verb. 24 Stdn. stehen gelassen, dekantiert, im Vakuum konz., mit Ae. extrahiert u. mit HCl neutralisiert. C. I, gelöst in 1 Mol InNaOH in 95%ig. CH<sub>3</sub>OH u. gleichem Vol. W., u.  $\frac{1}{4}$  Mol V-Verb. wurden gerührt u. mehrere Stdn. stehen gelassen. — Es wurden dargestellt (der Buchstabe bedeutet das Darstellungsverfahren.): N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthylglycin, C<sub>11</sub>H<sub>15</sub>O<sub>2</sub>NS, nach C, aus absol. A. F. 187—188°; 40% Ausbeute; N-Acetylderiv., C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>O<sub>2</sub>NS, aus verd. A. F. 148—149°; 75%. — N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl-d.l-alanin, C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>O<sub>2</sub>NS, nach C, aus W. F. 210—215°; 50%; N-Acetylderiv., C<sub>14</sub>H<sub>19</sub>O<sub>2</sub>NS, F. 120—121°; 80%. — N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl-d.l-valin, C<sub>14</sub>H<sub>21</sub>O<sub>2</sub>NS, nach B, aus 95%ig. A. F. 236—239°; 40%. — N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl-l-leucin, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>NS, nach A, aus 50%ig. CH<sub>3</sub>COOH F. 229—231°; 20%. — N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl-d.l-leucin, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>NS, nach B, aus 50%ig. A. F. 225—228°; 25%. — N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl-d.l-isoleucin, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>NS, nach B, aus 95%ig. A. F. 232—233°; 50%. — N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl-d.l-serin, C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>O<sub>2</sub>NS, nach B, aus 50%ig. A. F. 178—184°; 15%. — N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl-d.l-threonin, C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>O<sub>2</sub>NS, nach B, aus W. F. 226°; 30%. — N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl-d.l-phenylalanin, C<sub>13</sub>H<sub>21</sub>O<sub>2</sub>NS, nach B, aus W. F. 224—225°; 40%. — N- $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl-d.l-methionin, C<sub>14</sub>H<sub>21</sub>O<sub>2</sub>NS, nach B, aus CH<sub>3</sub>COOH F. 209—210°; 20%. — N.N-Bis-( $\beta$ -Benzylmercaptoäthyl)-glycin, C<sub>26</sub>H<sub>35</sub>O<sub>2</sub>NS<sub>2</sub>, nach C, aus Bzl. F. 113—114°; 4%. — N.N-Bis-( $\beta$ -benzylmercaptoäthyl)-l-tryptophan, C<sub>29</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, nach B, aus A. + Bzl. F. 185 bis 188°; 30%. — N- $\beta$ -Butylmercaptoäthylglycin, C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>O<sub>2</sub>NS, nach C, aus absol. A. F. 175—180°; 10%. — N- $\beta$ -Butylmercaptoäthyl-d.l-leucin, C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>NS, nach B, aus 50%ig. A. F. 260°; 25%. — N- $\beta$ -Butylmercaptoäthyl-d.l-phenylalanin, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>NS,

nach B, aus 95%ig. A. F. 225—226°; 35%. — *N*-β-Butylmercaptoäthyl-*l*-tryptophan, C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S, nach B, aus A. + Bzl. F. 178—181°; 5%. — *N,N*-Bis-(β-butylmercaptoäthyl)-glycin, C<sub>14</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, nach C, aus Bzl. F. 87—98°; 5%. — Die Lsg. von Lysinidihydrochlorid in 2,5%ig. Na-Tetraborat wurde mit CuCO<sub>3</sub> gekocht, mit Butyl-V gerührt, mit H<sub>2</sub>S behandelt u. angesäuert; C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>·CH(NH<sub>2</sub>)·COOH, C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S·HCl, aus verd. A. F. 240° Zers.; 15%. — Aus *l*-Cystin, Na in fl. NH<sub>3</sub> mit Benzyl-V unter Rühren *S*-(β-Benzylmercapto)-äthylcystein, C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, aus W. F. 187—189° (*Acetylderiv.* F. 125°); wie vorst. mit d,l-Homocystin *S*-(β-Benzylmercapto)-äthylhomocystein, C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, F. 225° (*Acetylderiv.* F. 70—72°). — Einw. von Butyl-V auf *l*-Tyrosin in lInNaOH u. CH<sub>3</sub>OH nach B gab RSCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O--CH<sub>2</sub>·CH(COOH)·NH·CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>SR, C<sub>21</sub>H<sub>35</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, aus 70%ig. CH<sub>3</sub>COOH F. 208—210°; 20%; wie vorst. mit Benzyl-V nach B gab eine Verb. mit voriger Strukturformel, C<sub>27</sub>H<sub>31</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, aus 80%ig. CH<sub>3</sub>COOH F. 203—205°; 20%; 24std. Einw. von Butyl-V auf *l*-Histidinmonohydrochloridmonohydrat in 0,5 mol. NaHCO<sub>3</sub> gab II, C<sub>24</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>Cl<sub>2</sub>S, aus CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> F. 187—188°. Imidazol (III) reagierte mit Butyl-V u. 0,7nKOH in 95%ig. CH<sub>3</sub>OH



II



nach Hinzufügen von Pikrolonsäure zum *Pikrolonat* eines monosubstituierten Imidazols: C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>S·C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>O<sub>5</sub>N<sub>4</sub>, aus W. F. 154—156° Zers. — III reagierte mit einer größeren Menge Butyl-V u. 0,5 mol. NaHCO<sub>3</sub> zum *Monohydrat* von IV, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>N<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>S·H<sub>2</sub>O, aus Bzl.-Aceton, F. 50—52°; nach langem Trocknen im Vakuum bei 40° bildete sich IV, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>N<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, F. 56—57°. Einw. von Butyl-V auf N<sup>α</sup>-Benzoyl-*l*-histidin in lInNaOH u. CH<sub>3</sub>OH gab das am Imidazol-*N*-Atom monoalkylierte N<sup>α</sup>-Benzoyl-*l*-histidin, C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>S, Rosetten aus W., F. 188—190°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1620—24. April 1948. New York, N. Y., Cornell Univ., Med. Coll., Dep. of Biochem.) 374.838

M. B. Turowa-Poljak und M. Ju. Lukina, *Isomerisation von Polymethylenkohlenwasserstoffen durch Einwirkung von Aluminiumchlorid*. XV. Mitt. *Isomerisation von Äthylcyclobutan*. (XIV. vgl. C. 1948. II. 1296.) AlCl<sub>3</sub> isomerisiert Äthylcyclobutan (I) hauptsächlich zu Cyclohexan (II), daneben zu Methylcyclopentan, auch zers. es I weitgehend; die Zersetzungsprodd. alkylieren vermutlich einerseits II, andererseits polymerisieren sie sich zu gesätt. hochsd. KW-stoffen.

Versuche: Äthylcyclobutan (I), C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>, aus Na-Malonsäurediäthylester u. Trimethylenchlorobromid nach KISHNER (Журнал Русского Физико-Химического Общества [J. russ. physik.-chem. Ges.] 37. [1905.] 507) 4-Bromtetramethylen-1,1-dicarbon säurediäthylester, aus dessen 1-Na-Verb. nach PERKIN (J. chem. Soc. [London] 61. [1892.] 36) u. WIBAУ (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 58. [1939.] 335) Cyclobutandicarbonsäure (Kp.<sub>755</sub> 193—196°, Kp.<sub>15</sub> 94—95°), daraus durch 6 std. Kochen bei 200—210° Cyclobutanarbon säure (Kp.<sub>12</sub> 88—89°), aus deren (1:3)-Gemisch mit Eisessig bei 400° mit Zn-MnO-Katalysator (Ber. dtsch. chem. Ges. 57. [1924.] 1933) Acetyl cyclobutan (nach Waschen mit Alkali, Extraktion mit Ae., Dest., Kp.<sub>762</sub> 135—138°), daraus nach KISHNER (Журнал Русского Физико-Химического Общества [J. russ. physik.-chem. Ges.] 45. [1913.] 973) das Hydraxon u. hieraus durch Dest. über KOH u. Pt-Kohle rohes I; nach Behandeln mit verd. CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H, Waschen mit W., Trocknen, Kochen u. mehrfacher Dest. über Na, Kp.<sub>748</sub> 70—70,2°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4014; D.<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0,7269; MR<sub>D</sub> = 28,10; beständig gegen KMnO<sub>4</sub>- u. Br<sub>2</sub>-Lsgg., gibt mit Br<sub>2</sub> u. AlBr<sub>3</sub> kein Bromid. — Einw. von AlCl<sub>3</sub> auf I: bei 20, 30—35° u. 100°, die (1:3)-Gemische reagieren heftig; ähnliche Zus. aller Reaktionsprodd., I nicht mehr nachweisbar; n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4330—1,4358; Ausbeute 36—37%; über Na fraktioniert dest., ergaben die aus 3 Verss. vereinigten u. einzeln nochmals dest. Fraktionen. 1. Fraktion: schwacher Geruch nach Polymethylen-KW-stoffen; Kp.<sub>72</sub> 72—90°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4140; D.<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0,7511; Unters. nach der Meth. der kombinierten Lichtstreuung; Hauptbestandteile Cyclohexan (II) u. Methylcyclopentan; nach 3facher Einw. von Pt-Kohle bei 300—305° Steigerung des hydroaromat. Charakters (bis n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4880). 2. Fraktion: Kp. 90—150°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4268; D.<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0,7738; Hauptbestandteil I. 3. Fraktion: Kp. 150—200°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4405; D.<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0,8052. 4. Fraktion: kaum merkbarer KW-stoff-Geruch, unähnlich dem von hochmol. KW-stoffen; kryst. nicht bei Kühlung mit fester CO<sub>2</sub>; Kp.<sub>200</sub> 200—240°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4472; D.<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0,8086; Hauptbestandteile gesätt. hochmol. KW-stoffe; gegen KMnO<sub>4</sub> unempfindlich. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 18. (80.) 179—83. Febr. 1948. Moskau, Lomonossow-Univ., Labor. für organ. Katalyse.)

Arthur Murray III, W. W. Foreman und Wright Langham, *Die Anwendung der Halogen-Metall-Austauschreaktion zu Synthesen mit Kohlenstoffisotopen*. Vff. gebrauchen die Austauschrk. zwischen n-Butyllithium (I), n-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>Li, u. p-Bromanilin, NH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>Br, bzw. 3-Brompyridin, NC<sub>5</sub>H<sub>4</sub>Br, zur Bldg. der entsprechenden Aryllithiumverb., die mit <sup>14</sup>CO<sub>2</sub> u. verd. Säure unter Bldg. von p-Aminobenzoesäure u. Nicotinsäure reagieren. Die jeweilige Carboxylgruppe ist durch <sup>14</sup>C markiert. Das <sup>14</sup>CO<sub>2</sub> wird aus Ba<sup>14</sup>CO<sub>3</sub> entwickelt.

Versuche: App. u. Versuchsablauf werden an Hand einer Zeichnung besprochen. — 23,8 mMol I in 37 ccm Ae. werden mit 4,74 mMol p-Bromanilin umgesetzt. Nach Auswaschen des p-Aminophenyllithiums mit Ae. werden 1,029 mMol <sup>14</sup>CO<sub>2</sub> aufgenommen. Es bilden sich 35 mg p-Aminobenzoesäure, NH<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub><sup>14</sup>COOH, F. 184—185°. — Zu 1,63 mMol I in 7,76 ccm Ae. werden 2,44 mMol 3-Brompyridin gegeben. Die Aufnahme von 0,81 mMol <sup>14</sup>CO<sub>2</sub> ergibt 30 mg Nicotinsäure, NC<sub>5</sub>H<sub>4</sub><sup>14</sup>COOH, F. 225—223°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1037—39. März 1948. Los Alamos Scientific Labor.) 373.1225

Pierre Chabrier und Klaudia Smarzewska, *Beitrag zum Studium der Sulfilimine*. Bei der Unters. über Einw. von Na-N-Chlorcarbamidsäuremethylester, CH<sub>3</sub>OOCNCINa, auf das Sulfid C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·CH<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>·S·CH<sub>2</sub>·CO<sub>2</sub>H, F. 54°, das aus Phenyläthylbromid u. Thioglykolsäure in alkal. Lsg. entsteht, wurde, als in Ae. oder Bzl.-Lsg. gearbeitet wurde, bei Verwendung äquimol. Mengen an Methylester u. Phenyläthylthioglykolsäure, eine lebhaft Rk. beobachtet, wobei NaCl ausgeschieden wurde. Beim Eindampfen der Lsg. bildete sich ein Sirup, aus dem sich nach etwa 2 Monaten Krystalle ausscheiden. Die Verb. hat die Bruttoformel C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>, F. 166°, ist unlösl. in Ae. u. besitzt das Mol.-Gew. 198 (kryoskop. in Essigsäure ermittelt) bzw. 205 (acidimetr.). Sie reagiert sauer u. red. NESSLERS Reagens in der Wärme. Aus diesen Eigg. wird die Formel CH<sub>3</sub>·O·CO·NH

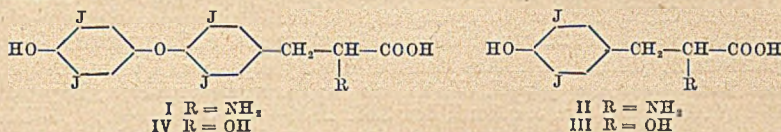
CH<sub>3</sub>·O·CO·N·CH<sub>2</sub>·CO<sub>2</sub>H abgeleitet u. die Verb. als N,N'-Di-carbomethoxyhydrazinoessigsäure (I) bezeichnet. Sie läßt als Zwischenprod. die Verb.

C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·CH<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>·S·CH<sub>2</sub>·CO<sub>2</sub>H      C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>·CH<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>·S·CH<sub>2</sub>·CO<sub>2</sub>H  
 CH<sub>3</sub>·O·CO·N $\begin{matrix} \diagup \\ \diagdown \end{matrix}$ N·CO·O·CH<sub>3</sub>      CH<sub>3</sub>·O·CO·N $\begin{matrix} \diagup \\ \diagdown \end{matrix}$ N·CO·O·CH<sub>3</sub>      vermuten, die  
 durch Umlagerung nach der Hydrolyse zu der Säure I führen würde. Die therm. Zers. ergab eine Zerstörung des Mol.; als Zersetzungsprodd. wurden HCN, CH<sub>3</sub>·NH<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub> u. N<sub>2</sub> neben NaCl festgestellt. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 226. 261—62. 19/1. 1948.) 119.1238

Wilson D. Langley, *Die Zersetzung von 2,5-Dinitrobenzoesäure durch Alkali*. Vff. fand, daß die alkal. Hydrolyse von 2,5-Dinitrobenzoesäure (I) zur Ablösung nur eines N-Atoms führt. — I (F. 177—178°) wurde in W. suspendiert u. NaHCO<sub>3</sub> hinzugefügt; nach Versetzen mit gleichem Vol. 0,8N NaOH wurde 1 Stde. gekocht u. mit 10%<sub>ig</sub> HCl auf Kongorot angesäuert. Es werden gefunden: 5-Oxy-2-nitrobenzoesäure, Krystalle aus Toluol, F. 165—166° (p-Nitrobenzylester, Krystalle aus A., F. 200—202°), 2-Oxy-5-nitrobenzoesäure, Krystalle aus Toluol, F. 224—225°, außerdem ein gefärbter Rückstand, wahrscheinlich eine Mischung von Azo- u. Hydrazoverbb., worin 3 Krystallformen gefunden wurden, von denen eine bei 262° schmolz; schließlich wurden noch wenig HNO<sub>3</sub> u. NH<sub>3</sub> gebildet. Eine ähnliche Mischung von Azo- u. Hydrazoverbb. entstand auch bei Red. von I mit Glucose in Sodalösung. — 2-Nitroso-5-nitrobenzoesäure (II), C<sub>7</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>, aus A., F. 202° Zers., aus 2-Acetamino-5-nitrotoluol über 2-Acetamino-5-nitrobenzoesäure, 2-Amino-5-nitrobenzoesäure u. deren Oxydation mit Ammoniumpersulfat in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 5°. — 2-Nitro-5-nitrosobenzoesäure (III), C<sub>7</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub> aus A., F. 270—270,5°, aus 3-Aminotoluol über 3-Acetaminotoluol, 3-Acetamino-6-nitrotoluol, 3-Acetamino-6-nitrobenzoesäure, 3-Amino-6-nitrobenzoesäure u. deren Oxydation wie vorstehend. — II u. III reagierten selbst bei Ggw. stark wasserabspaltender Mittel nicht mit den 2,5-Aminonitrobenzoesäuren zu gefärbten Produkten. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1633 bis 1634. April 1948. Buffalo 3, N. Y., Univ. of Buffalo, School of Med., Dep. of Biochem.) 374.1614

J. A. Saul und V. M. Trikojus, *Die Überführung von dl-3,5-Dijod-4-oxyphenylmilchsäure in ein Thyroxinanalogen*. In Analogie zur Bldg. von Thyroxin (I) aus Dijodtyrosin (II) unter zellmöglichen Bedingungen (vgl. v. MUTZENBECHER, C. 1940. I. 891; u. RIVERS, C. 1948. II. 857) untersuchen Vff. das Verh. von 3,5-Dijod-4-oxyphenylmilchsäure (III) u. stellen fest, daß aus III in schwach alkal. wss. Lsg. bei 37° eine zu I analoge Verb., die 3,5,3'.5'-Tetrajod-4-(4'-oxyphenoxy)-phenylmilchsäure (IV), entsteht, deren Konst. durch Infrarotspektren gesichert wird. III wird total-

synthet. aufgebaut durch Kondensation von 4-Oxybenzaldehyd mit N-Acetylglykokoll zum Azlacton (= 2-Methyl-4-[p-acetoxybenzyliden]-oxazolone) (V) u. Hydrolyse zur 4-Aceloxy- $\alpha$ -acelaminosäure, die weiter zur 4-Oxyphenylbrenztraubensäure (VI) verseift wird. VI wird zur 4-Oxyphenylmilchsäure red. u. diese durch Einw. von J<sub>2</sub> in III übergeführt.



Versuche: Azlacton der 4-Aceloxy- $\alpha$ -acelaminosäure (V), C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>O<sub>4</sub>N, aus N-Acetylglykokoll u. p-Oxybenzaldehyd durch 1std. Kochen mit Essigsäureanhydrid u. Na-Acetat, F. 128°, Ausbeute 85%. — 4-Aceloxy- $\alpha$ -acelaminosäure, C<sub>13</sub>H<sub>13</sub>O<sub>5</sub>N, aus V durch 10 Min. Kochen in W., aus W. gelbe Krystalle, F. 224°, Ausbeute 48%. — 4-Oxyphenylbrenztraubensäure (VI), C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>, aus vorst. durch 4std. Kochen mit 2nHCl, F. 210° (Rohprod.), Ausbeute 56%. — dl-4-Oxyphenylmilchsäure, C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>, aus VI durch Schütteln mit Na-Amalgam in W., Ansäuern u. Ausäthern, aus PAc.-Ac. Nadeln, F. 120°, Wiedererstarren u. F. 135°, nach längerem Aufbewahren F. 137—139°, Ausbeute 64%. — dl-3.5-Dijod-4-oxyphenylmilchsäure (III), C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>J<sub>2</sub>, aus vorst., in 2nH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + KJ gelöst, durch Eintropfen von HJO<sub>3</sub> u. Glykokoll (als Puffer); dann wird 20 Min. lang 2nNaOH zum p<sub>H</sub> 8 zugesetzt, eine Stde. bei 0° gerührt, mit 2nHCl angesäuert u. ausgeäthert, die Ac.-Lsg. mit wenig NaHSO<sub>3</sub>-Lsg. gewaschen, eingedampft u. der Rückstand mit sd. W. verrieben; aus der wss. Lsg. nadelförmige Krystalle, F. 164° (Krystallwasserverlust bei 75°), leichtl. in organ. Lösungsmitteln, schwer in kaltem W., wird durch 2std. Kochen in wss. Lsg. bei p<sub>H</sub> 7,5 → 5,5 zerstört. — 3.5.3'.5'-Tetrajod-4-(4'-oxyphenoxy)-phenylmilchsäure (IV), C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>J<sub>4</sub>, aus III durch 7tägiges Stehenlassen in wss. NaOH-haltiger Lsg. bei p<sub>H</sub> 8,8 u. 37° unter Durchleiten von O<sub>2</sub> u. gelegentlichem Zusatz von Butanol; dann wird 1n natronalkal. gemacht, mit Butanol ausgeschüttelt, die Butanolsg. mit 2nNaOH gewaschen, zur Trockene eingedampft, der Rückstand mit 2nEssigsäure angesäuert u. der Nd. aus verd. Essigsäure umkryst., Ausbeute 3%, F. 176—177°; gibt in n-Butanol-Lsg. mit wss. Alkali u. diazotiertem N'-Diäthylsulfanilamid eine intensive Purpurfärbung; diese Rk. wird von III u. Dijodtyrosin nicht gegeben. Das Absorptionsspektr. zeigt zwischen 5,5 u. 6,5  $\mu$  nur eine Bande bei 6,3  $\mu$ , charakterist. für die COOH-Gruppe, während  $\alpha$ -Ketoglutar säure außerdem eine intensive Ketonbande bei 5,89  $\mu$  zeigt. Dieser Vgl. schließt die Identität von IV mit der 3.5.3'.5'-Tetrajod-4-(4'-oxyphenoxy)-phenylbrenztraubensäure (F. 173°) aus. (Biochemic. J. 42. 80—81. 1948. Melbourne, Univ., Dep. of Biochem.) 356.1760

Alexander Galat, *Synthese von  $\alpha$ , $\beta$ -ungesättigten Amid.* Durch Kondensation von Aldehyden mit Malonsäuremonoamid (I) lassen sich unter Decarboxylierung ungesätt. Amide herstellen. I reagiert beim Erhitzen mit Salzen prim. Amine unter Bldg. von CO<sub>2</sub> u. NH<sub>4</sub>-Salz als Acetylierungsmittel. — Durch Verseifen von Malonsäure-diäthylester mit 1 Mol KOH in Methanol wurde das Kaliumsalz des Monoesters (II) hergestellt. Die Lsg. von II in konz. NH<sub>3</sub> wurde nach 1 Woche im Vakuum eingedampft, der Rückstand mit konz. HCl verrührt u. nach Zusatz von Isopropanol (III) vom KCl abfiltriert. Der Vakuumrückstand des Filtrats wurde durch III vom KCl befreit. Es kristallisierten 61% I vom F. 110—115° zers. aus. I reagiert in W. stark sauer u. ist glatt titrierbar. — Erwärmen von Benzaldehyd mit I in Pyridin u. einigen Tropfen Piperidin (Wasserbad) gab 57% Zimtsäureamid, F. 146—147° (Literatur 142°). (J. Amer. chem. Soc. 70. 2596. Juli 1948. Yonkers, N. Y., 61 So. Broadway.) 402.1898

David Libermann und André Rouaix, *Intramolekulare Umlagerung, die beim Studium der Pyrolyse von aromatischen Schwefelsäureestern festgestellt wurde.* (Vgl. auch LIBERMANN, C. 1948. II. 835). Um die Kenntnis von den Beziehungen zwischen dem Mechanismus der Zers. u. der Konst. von Schwefelsäureestern zu vertiefen, wurden einige neue Sulfite der Pyrolyse unterworfen. 4-Propylcyclohexylsulfid gibt bei Dest. unter gewöhnlichem Druck eine Mischung von 4-Propylcyclohexen-(1) u. 4-Propylcyclohexanol. 4-Propylcyclohexyläthylsulfid, dargestellt aus 4-Propylcyclohexanol u. Äthylchlorosulfid, zers. sich in 4-Propylcyclohexen u. A. (über den Einfl. der Nebenketten vgl. HARISPE, Ann. Chimie 6. [1936.] 335; C. 1937. I. 581). Während Phenylsulfid (I) allein sich gegen 200° unter SO<sub>2</sub>-Entw. u. unter Zurücklassen eines dunklen Sirups von nicht extrahierbaren phenol. Komponenten zers., wobei der Zersetzungspunkt durch etwas Pyridin auf 130—135° herabgesetzt wird, konnte dagegen bei der Pyrolyse in Xylol in Ggw. von Pyridin unter etwas SO<sub>2</sub>-Entw. Oxyphenylsulfinsäurephenylester

(wahrscheinlich p-), C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>S, erhalten werden, isoliert als eine in Xylol unlösl. Paste, lösl. in Sodalsg., durch Einleiten von CO<sub>2</sub> wieder ausgefällt als graues leichtes Pulver, leicht autoxydierend u. bei 90° erweichend, F. 95°. Vff. glauben, daß diese Verb. sich kaum anders gebildet haben kann als durch intramol. Umlagerung aus Dioxyphe-nyl-sulfoxyd, mit dem sie isomer ist. *Benzoylderiv.*, C<sub>19</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>S, F. gegen 85—90°. Durch Behandlung einer CHCl<sub>3</sub>-Lsg. von β-Naphthylsulfid mit HCl-Gas wurde ein entsprechender *Sulfinsäureester* erhalten, F. 215° (vgl. dagegen BERKENHEIM u. TSCHENZOFF, Журнал Общей Химии 3. [1933.] 947). Aus dem bei der Pyrolyse von I verwendeten Xylol wurde mit Soda noch eine *phenol. Verb.* isoliert; deren *Benzoylderiv.*, Krystalle aus A., F. 115°. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 226. 2157—59. 28/6. 1948.) 341.1984

Reynold C. Fuson und Tzi-Lieh Tan, *Vinylalkohole*. XIX. Mitt. *Mesitylphenylacetaldehyd*. (XVIII. vgl. C. 1947. 1655.) Die erstmalige Darst. eines Diarylacetaldehydes, *Mesitylphenylacetaldehyd* (I), gelang durch oxydative Spaltung von 3-*Mesityl-3-phenyl-1.2-propandiol*, das aus 3-*Mesityl-3-phenylpropanon* durch Selenioxydoxydation zu *Mesitylphenylmethylglyoxal* (II) u. nachfolgende Hydrierung erhalten wurde. II bildet nur ein Monoxim u. ist farblos. Dies führt zu der Annahme der Enolstruktur IIa für diese Verbindung. Bessere Ausbeuten an I erhält man bei der oxydativen Spaltung von 1.3-*Dimesityl-3-phenyl-1.2-propandiol* (III), wobei als Nebenprod. 2.4.6-*Trimethylbenzoin* auftritt, das wahrscheinlich aus I über *Mesitylphenylvinylalkohol* (IV) entsteht. I gibt ein Semicarbazon, das mit dem früher aus IV erhaltenen ident. ist. Beim Erhitzen auf 150° lagert sich I schnell in IV um. Vers., auf einem analogen Wege *Mesityl-p-tolylacetaldehyd* herzustellen, gelangen nicht. Bei der Spaltung von 1.3-*Dimesityl-3-p-tolyl-1.2-propandiol* entstand *Mesityl-p-tolyllessigsäure*.

Versuche: *Mesitylphenylmethylglyoxal* (II), C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>, aus 1-*Phenyl-1-mesitylpropanon* mit Selenioxyd in Dioxan, 6 Stdn. Rückfluß, nach Dest. (Kp.<sub>3</sub> 165—175°) Krystalle aus Hexan, nach Auslesen der gelben Krystalle (s. unten) F. 134—135°; Infrarotspekt.: Maximum bei 2,94 u. 6,02 μ. — *Mesitylphenyldiketon*, gelbe Krystalle (s. oben) aus A., F. 136—137°, entsteht auch beim Erhitzen von II mit 1/4 konz. Salpetersäure, 40 Min., 100°. — *Selenverb.* (gefunden C 82,53%, H 7,50%), aus den Mutterlaugen von vorvorst., rotes Öl, Kp.<sub>1</sub> 140—150°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,5791; gibt beim Behandeln mit Natriumäthylat wenig *Mesitylphenyllessigsäure*. — *Mesitylphenyllessigsäure*, aus II mit 30%ig. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in Dioxan, 4 Stdn. Rückfluß, Krystalle aus hochsd. PAc., F. u. Misch-F. 166—168°. — II-*Semicarbazon*, C<sub>19</sub>H<sub>21</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>, Krystalle aus Aceton, F. 140—145°. — II-*Oxim*, C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>N, Krystalle aus Hexan, F. 142—143°. — II-*Acetal*, C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>, aus II u. Acetanhydrid in Pyridin, 12 Stdn., 20°, Kuben aus PAc., F. 100 bis 101°; Hydrolyse mit NaOH in A. gibt II, Behandeln mit Semicarbazid II-*Semicarbazon*. — 3-*Mesityl-3-phenyl-1.2-propandiol*, C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, aus II mit PtO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub> in A., Krystalle aus Bzl., F. 147—148°; *Diacetal*, C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>, aus vorst. mit Acetanhydrid in Pyridin, Krystalle aus Hexan, F. 80—81°. — *Mesitylphenylacetaldehyd* (I), C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>O, aus vorvorst. in A. mit Kaliumperjodat in nH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 1/2 Stde. bei 18°, 1 Stde. bei 33°, oder aus III mit Kaliumperjodat in 0,1nH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Krystalle aus PAc., F. u. Misch-F. 73 bis 74°, Infrarotspekt.: Maximum bei 5,77 μ. — I-*Semicarbazon*, F. u. Misch-F. mit dem Semicarbazon von 2-*Mesityl-2-phenylvinylalkohol* (IV) 203—205°. — I-*Acetal*, Krystalle aus A., F. u. Misch-F. mit IV-*Acetal* 89—90°. — 2-*Mesityl-1.2-diphenyläthylalkohol*, C<sub>23</sub>H<sub>24</sub>O, aus I mit Phenyl-MgBr in Ae. unter Stickstoff, Krystalle aus hochsiedendem PAc., F. 133—134°. — 2-*Mesityl-1.2-diphenyläthylacetal*, aus vorst. mit Acetanhydrid in Pyridin, F. u. Misch-F. 125—126°. — 2-*Mesityl-2-phenylvinylalkohol* (IV), aus I mit KOH in A., 12 Stdn., 20°, oder durch Erhitzen auf 150°, 2 Stdn., Krystalle aus PAc., F. u. Misch-F. 112—113°. — α-*Oxy-β-mesityl-β-phenylpropionsäure*, C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>, aus 1.3-*Dimesityl-3-phenyl-1-propen-1-olperoxyd* (F. 132—134°) mit Kaliumjodid in Eisessig, 6 Stdn., 20°, Krystalle aus A., F. 160—162°; *Acetal*, C<sub>29</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>, Krystalle aus A., F. 195—196°. — 1.3-*Dimesityl-3-phenyl-1.2-propandiol* (III), C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>, aus vorvorst. mit H<sub>2</sub> in Ggw. eines Kupferchromitkatalysators, Krystalle aus A., F. 134 bis 135°. — III-*Diacetal*, C<sub>31</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>, Krystalle aus A., F. 187—188°. — Bei der oxydativen Spaltung von III in A. mit Perjodsäure bei 20° entstehen neben I (s. oben) *Mesitaldehyd* (V), Kp.<sub>5</sub> 89—90°, nachgewiesen als *Dinitro-V*, F. 166—167°, u. *Dinitro-V-phenylhydraxon*, F. 208—209°, sowie 2.4.6-*Trimethylbenzoin*, nach Dest. (Kp.<sub>5</sub> 186—187°) Krystalle aus PAc., F. u. Misch-F. 103—105°. — 1.3-*Dimesityl-3-(p-tolyl)-1-propen-1-olperoxyd*, C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>, aus *Mesitalacetomesitylen* u. *p-Tolyl-MgBr* u. Durchleiten von Sauerstoff durch die mit verd. HCl hydrolysierte Reaktionsmischung, 6 Stdn., 0°, Krystalle aus Ae.-Bzl.-PAc., F. 130,5—131,5°. — α-*Oxy-β-mesityl-β-(p-tolyl)-propionsäure*,

$C_{25}H_{32}O_2$ , aus vorst. mit Kaliumjodid in Eisessig, 8 Stdn., 20°, Krystalle aus A., F. 136 bis 138°; *Acetal*,  $C_{20}H_{24}O_3$ , Krystalle aus A., F. 170—171°. — *1,3-Dimesityl-3-(p-tolyl)-1,2-propandiol*,  $C_{28}H_{34}O_2$ , aus vorvorst. durch Hydrieren mit einem Kupferchromitkatalysator, Platten aus A., F. 147—148°; *Diacetal*,  $C_{28}H_{38}O_4$ , Krystalle aus verd. A., F. 163—165°. — Bei der oxydativen Spaltung von vorvorst. mit Kaliumperjodat in Dioxan- $nH_2SO_4$  entsteht neben V (Kp.<sub>3</sub> 85—86°, *Dinitro-V*, F. 166—167°) u. *Mesityl-p-tolylelessigsäure* (Kp.<sub>3</sub> 163—165°, aus PAc. Krystalle, F. 211—212°) eine *Verb. C<sub>25</sub>H<sub>32</sub>O* (Keton?), feine Nadeln aus A., F. 116—117°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 602—05. Febr. 1948. Urbana, Ill.) 278.2516

Saul Chodroff und Howard C. Klein, *Acylierung*<sup>7</sup> von Benzolverbindungen mit Jod als Katalysator. Vff. fanden, daß die aktiveren Bzl.-Verbb., wie Anisol (I), Acetanilid, im Gegensatz zu den alkylierten Bzl.-Verbb. mit J<sub>2</sub> als Katalysator acyliert werden. Aroylhalogenide gaben dabei höhere Ausbeuten als aliphat. Anhydride. Zweibas. aliphat. Anhydride reagieren nicht mit I. Die Rkk. waren nicht exotherm u. erforderten längere Zeit, höhere Temp. u. höhere Katalysatorkonz. als mit Furan u. Thiophen. Mit wachsenden Katalysatorkonz. wuchs die Ausbeute. Bei Naphthalinderivv. wurde die Bldg. der  $\alpha$ -Isomeren bevorzugt. — *Acetylanisol*, durch 2std. Erhitzen von 2 Mol I u. 1 Mol Acetanhydrid (II) mit J<sub>2</sub> (2 g), Kp.<sub>5</sub> 120—125°, Krystalle aus wss. CH<sub>3</sub>OH, F. 38° (*Semicarbazon*, F. 198—198,5°); 66% Ausbeute. — *p-Benzoylanisol*, aus 0,35 Mol I, 0,18 Mol Benzoylchlorid (III) u. J<sub>2</sub> (1 g) durch 8 std. Erhitzen, Kp.<sub>1</sub> 175—179°, Krystalle aus 90%ig. CH<sub>3</sub>OH, F. 61—62,5° (*2,4-Dinitrophenylhydrazon*, F. 180°); 88,6% Ausbeute. — *p-Acetylanilin*, durch Erhitzen von 0,4 Mol Acetanilid, II u. J<sub>2</sub> (4 g), nach weiterem Zusatz von II u. Entfernung des Lösungsm. Rückstand mit konz. HCl erhitzt u. alkalisiert, Kp.<sub>6</sub> 165—168°, Krystalle aus W., F. 105—106° (*Acetylderiv.*, F. 165 bis 166°), 19,4% Ausbeute. — *Phenyl- $\alpha$ -naphthylketon*, aus Naphthalin, III u. J<sub>2</sub>, Kp.<sub>1</sub> 165 bis 169°, Krystalle aus A., F. 74—75°, 51,7% Ausbeute (*Oxim*, F. 161°); außerdem entstanden 5% *Phenyl- $\beta$ -naphthylketon* (*Pikrat*, F. 112—113°). (J. Amer. chem. Soc. 70. 1647—48. April 1948. Harrison, N. J., Nopco Chem. Co., Fine Chem. Div.) 374.2523

Charles R. Hauser, Passie O. Saperstein und Joseph C. Shivers, *Reaktionstypen von Carbonsäureestern mit Grignardreagenzien*. *Diphenylelessigsäureäthylester* (I) wird beim Erhitzen mit Isopropyl-MgBr teilweise am  $\alpha$ -Kohlenstoffatom metalliert. Beim nachfolgenden Umsatz mit Benzoylchlorid erhält man *Benzoyldiphenylelessigsäureäthylester* (II). Selbstkondensation von I nach Art der Acetessigesterbildg. konnte nicht beobachtet werden. *Benzoesäuretriphenylmethylester* reagiert mit Methyl-MgJ unter Substitution des  $\alpha$ -Kohlenstoffatoms im Alkoxyteil des Esters unter Bldg. von  $\alpha,\alpha,\alpha$ -*Triphenyläthan*. *Mesitylsäure- $\alpha,\beta$ -diphenyläthylester* (III), der eine ster. behinderte Carbonylgruppe hat, gibt beim Kochen mit Phenyl-MgBr unter Eliminierung des  $\beta$ -Kohlenstoffatoms *Stilben* neben *Mesitylsäure*. Mit Methyl-MgJ oder Äthyl-MgBr tritt daneben noch *1,2,3,4-Tetraphenylbutan* (VI) auf, das seine Entstehung wahrscheinlich der Dimerisierung des intermediär auftretenden freien  $\alpha,\beta$ -*Diphenyläthylradikals* verdankt. Diese Rk. ist das erste Beispiel für die Eliminierung des  $\beta$ -C-Atoms im Alkoxyteil eines Esters durch ein GRIGNARD-Reagens. Welche der in nebenst. Formel durch Sternchen gekennzeichneten reaktionfähigen Stellen eines Carbonsäureesters mit dem einwirkenden GRIGNARD-Reagens tatsächlich in Rk. tritt, hängt weitgehend von der Struktur der beteiligten Moll. ab.

Versuche (Ausbeuten in Klammern): *Diphenylelessigsäureäthylester* (I), durch Carbäthoxylierung von *Diphenylmethylkalium* nach YOST u. HAUSER (J. Amer. chem. Soc. 69. [1947.] 2325), F. 57°. — *Benzoesäuretriphenylmethylester*,  $C_{26}H_{20}O_2$ , aus *Triphenylchloromethan* u. Silberbenzoat in Bzl., 6 Stdn., 80°, Krystalle aus Äthylacetat, F. 162—163° (50%). — *Mesitylsäure- $\alpha,\beta$ -diphenyläthylester* (III),  $C_{24}H_{24}O_2$ , aus *Phenylbenzylcarbinol* u. *Mesitylchlorid* in Bzl., 4 Stdn., 20°, Krystalle aus A., F. 55—57° (82%). — Rk. von I mit *Isopropyl-MgBr* in Ae. durch 48 std. Erhitzen, Zugabe von Benzoylchlorid u. nach 1/2 Stdn. Zers., ausgeschiedenes Öl mit 47%ig. HJ u. Eisessig 3 Stdn. kochen, saure Bestandteile extrahieren u. zurückbleibenden *Benzoyldiphenylelessigsäureäthylester* (II) aus A. krystallisieren, F. u. Misch-F. 146° (14%); aus den alkohol. Mutterlaugen wurde I, F. u. Misch-F. 57°, wiedergewonnen (29%). Blindvers. mit I u. Benzoylchlorid wie oben gab kein II. — Rk. von *Benzoesäuretriphenylmethylester* mit *Methyl-MgJ* (IV) durch Erhitzen in Ae., 8 Stdn., ergibt  $\alpha,\alpha,\alpha$ -*Triphenyläthan*, Krystalle aus A., F. 93—94,5° (45%). — Rk. von *Mesitylsäure- $\alpha,\beta$ -diphenyläthylester* (III) mit *Phenyl-MgBr* durch Kochen in n-Butyläther, 4 Stdn., nach Hydrolyse *trans-Stilben*, Krystalle aus A., F. u. Misch-F. 124° (68%), u. aus den alkohol. Mutterlaugen *cis-Stilben*,

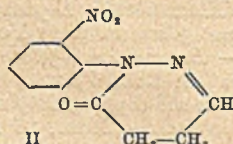
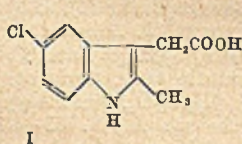
Kp.<sub>14</sub> 148° (13%) (aus beiden das *Dibromid*, F. 237°) sowie *Mesitylsäure* (V), F. 151° (90%). — Rk. von III mit IV durch Kochen in Butyläther wie vorst., gibt *trans-Stilben*, F. 124° (30%) u. 1.2.3.4-*Tetraphenylbutan*, C<sub>28</sub>H<sub>20</sub> (VI), Krystalle aus A., F. 177—179° (9%) sowie V (78%); in Ggw. von wasserfreiem Kobaltchlorür entstehen 18% VI sowie 40% V, aber kein *Stilben*. — Rk. von III mit *Äthyl-MgBr* durch Kochen in Butyläther wie vorst., gibt Mischung von *cis-* u. *trans-Stilben* (45%) sowie VI (8%) neben 76% V. (J. Amer. chem. Soc. 70. 606—08. Febr. 1948. Durham, N. C.) 278.2576

Clair J. Collins, *Die Synthese von Phenanthren-9-<sup>14</sup>C*. Wegen des Interesses an krebserregenden Stoffen mit radioaktivem <sup>14</sup>C wurde dessen Einführung in die 9-Stelle des *Phenanthrens* untersucht. Aus Fluoren wurde mit Triphenylmethyl-Na unter N<sub>2</sub> das *Fluoren-9-Na* hergestellt, das in einer im Original beschriebenen App. mit <sup>14</sup>CO<sub>2</sub> (aus Ba<sup>14</sup>CO<sub>3</sub>) unter Kühlung mit fl. N<sub>2</sub> zu *Fluoren-9-carbonsäure-10-<sup>14</sup>C* (I) umgesetzt wurde. Aus I mit Methanol u. Acetylchlorid *Methylester* von I. Dieser wurde in A. mit LiAlH<sub>4</sub> zu *Fluorenyl-(9)-methanol-10-<sup>14</sup>C* (II) reduziert. Bei Dehydratisierung von II mittels P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> erfolgte WAGNERSche Umlagerung zu *Phenanthren-9-<sup>14</sup>C*. Nach Reinigung über das Pikrat u. Umlösen aus A. F. 96—97°, F. bei Mischprobe mit Phenanthron unverändert. Ausbeute (auf Ba<sup>14</sup>CO<sub>3</sub> bezogen) 50—55%. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2418 bis 2420. Juli 1948. Oak Ridge National Labor.) 402.2751

Keiiti Sisido und Tyūzō Isida, *Zwei Derivate von 9.10-Dimethylantracen*. Vff. beschreiben Darst. u. Eig. von 9.10-Dimethyl-9.10-dihydroanthracen (I) u. 2-Acetyl-9.10-dimethylantracen (II). Bei der Acetylierung von 9.10-Dimethylantracen (III) in Ggw. von AlCl<sub>3</sub> wird die 2-Acetylverb. sofort gebildet, die 9-Acetylverb. entsteht dabei nicht intermediär wie sonst bei Anthracenderivaten. Vff. führen das auf ster. Hinderung bei III zurück. II ruft auf der Haut leicht Entzündungen hervor. — I, aus III mit Na u. A., aus A. F. 130°, die Verb. bildet kein Pikrat u. zeigt keine Fluorescenz. — II, C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O, aus III mit Acetylchlorid u. AlCl<sub>3</sub> in CS<sub>2</sub> bei 45°, gelbe Krystalle aus A., F. 164,5°, blaue Färbung mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1289. März 1948. Kyoto, Univ.) 218.2778

Ch. Marschalk und J. Dassigny, *Konstitutionsprobleme in der Reihe des Benzanthrachens-1.2*. Monoaminobenzanthrachinone, darstellbar nach D. R. P. 234 917 (F. 182°, blauviolett) u. D. R. P. 660 220 (C. 1938. II. 1679), können auch durch Kondensation von Phthalsäureanhydrid u. β-Benzoylaminonaphthalin mit AlCl<sub>3</sub> u. Cyclisierung des Reaktionsprod. (Ketosäure) mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nach D. R. P. 551 586 (C. 1932. II. 3019), erhalten werden (F. 182—185°, violett). Die Unters. ergibt, daß 2 Isomere vorliegen, deren FF. bei 227 bzw. 193° liegen. Beide sind Deriv. von Benzanthrachinon-(1.2), letzteres ident. mit 2'-Aminobenzanthrachinon-(1.2) (D. R. P. 555 081, C. 1932. I. 2243). Ersteres ist 3'-Aminobenzanthrachinon-(1.2). Veröffentlichung des experimentellen Teils wird für später angekündigt. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 15. 812—14. Juli/Aug. 1948. Usine de Villers-Saint-Paul, Service Scientifique Société Francolor.) 407.2819

Frank J. Stevens und Sidney W. Fox, *Aminosäureumwandlungsprodukte*. IV. Mitt. *Einige substituierte 3-Indolessigsäuren und einige substituierte Phenylhydrazone der β-Formylpropionsäure*. (III. vgl. Fox, C. 1947. 1368.) Zum Vgl. mit Indolessigsäure (Heteroauxin) u. den substituierten Phenoxyessigsäuren, die als Pflanzenwachstumsstoffe wirken, wurde eine Reihe von substituierten Indolessigsäuren (wie I) nach der E. FISCHER-Schen Indolsynth. aus den substituierten Phenylhydrazonen der Lävulinsäure durch Ringschluß gewonnen. Verss., die entsprechenden Phenylhydrazone der β-Formylpropionsäure zu cyclisieren, führten zu einem Pyridazonderiv. (wie II). Die 2-Methyl-5-chlorindoles-sigsäure (I) war im Erbsentest wirksamer als das 2-Methyl-7-chlor- u. das 2-Methyl-5.7-dichlorderivat.

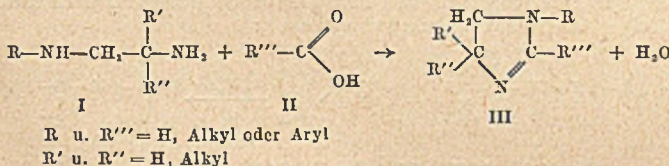


Versuche (Alle FF. sind corr.): *Lävulinsäure-o-nitrophenylhydrazon*, C<sub>11</sub>H<sub>13</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>, aus Lävulinsäure in heißem W. mit o-Nitrophenylhydrazin in 20%ig. Essigsäure, Krystalle aus A.-W., F. 150—160,5°; Ausbeute 81%. — *Äthylester*, C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub> (muß heißen C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>, der Referent), aus vorst. mit HCl-absol. A., orange Krystalle aus A.-W., F. 58,5—59°, Misch.-F. mit Prod. aus Lävulinsäureäthylester u. o-Nitrophenylhydrazin ohne Depression; Ausbeute 80%. — *2-Methyl-7-nitro-3-indoles-sigsäure*, C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, aus vorst. Ester durch Kochen (1 Stde.) mit ZnCl<sub>2</sub>-HCl, Krystalle aus Essigsäure-W., F. 265° Zers.; 28% Ausbeute. — *Lävulinsäureäthylester-o-chlorphenylhydrazon*, aus Lävulinsäureäthylester u. o-Chlorphenylhydrazin, Krystalle aus A.-W.,



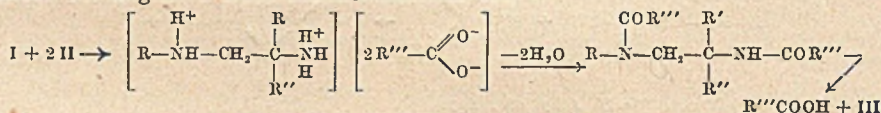
F. 58,5—59,5°, unbeständig. — 2-Methyl-7-chlor-3-indolessigsäure, C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>NCl, aus vorst. mit ZnCl<sub>2</sub>, 100°, 1 Stde., u. Behandlung des entstandenen braunen Öls nach Abtrennung von ZnCl<sub>2</sub> mit methanol. KOH, Nadeln aus Bzl. oder Bzl.-Hexan, F. 164 bis 164,5°; 30% Ausbeute. — Lävulinsäureäthylester-p-chlorphenylhydrazon, analog zweitvorst., F. 104—106°; 63% Ausbeute, zersetzlich. — 2-Methyl-5-chlor-3-indolessigsäure (I), C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>NCl, aus vorst. mit ZnCl<sub>2</sub>, 125—135°, 1 Stde., nach Verteilung zwischen W. u. Ac. u. Behandlung des Ae.-Rückstandes mit methanol. KOH u. nach Aufarbeitung Krystalle aus Bzl.-Hexan, F. 190° Zers.; 45% Ausbeute. — Lävulinsäureäthylester-2,4-dichlorphenylhydrazon, F. 74—76° Zers.; 91% Ausbeute, zersetzlich. — 2-Methyl-5,7-dichlor-3-indolessigsäure, C<sub>11</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>NCl<sub>2</sub>, aus vorst. analog zweitvorst. (165—170°, 1 Stde.), Krystalle aus Bzl.-Hexan, F. 220—221° Zers.; Ausbeute 38%. — β-Formylpropionsäure-2-nitrophenylhydrazon, aus β-Formylpropionsäure u. o-Nitrophenylhydrazin, F. 155—156° Zers.; — 2-chlorphenylhydrazon, analog vorst., F. 180—180,5°; — 2,4-dichlorphenylhydrazon, analog zweitvorst., F. 181—182°. — 4,5-Dihydro-2-(o-nitrophenyl)-3-(2)-pyridazon (II), C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>, aus drittvorst. mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (24 Stdn., 20°), nach Fällung mit W. u. Extraktion mit Ac., Krystalle aus Bzl., dann A.-W., F. 101,5—102°, unlösl. in kalter 5%ig. NaOH u. 5%ig. HCl. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2263—65. Juni 1948. Ames, Iowa State Coll., Chem. Labor.) 197.2935

J. L. Riebsomer, Die Synthese von Imidazolininen aus 1,2-Diaminen und Carbonsäuren. Vf. synthetisierte eine Anzahl von Imidazolininen, indem er 1 Mol. eines Diamins u. 1 Mol. Carbonsäure mit wenig Bzl. auf 140—220° erhitzte, wobei Bzl. u. das bei der Rk. gebildete W. abdest. u. dafür Sorge getragen wurde, daß ersteres in den Destillationskolben zurückkehren konnte. Es wird folgender Reaktionsmechanismus angenommen:



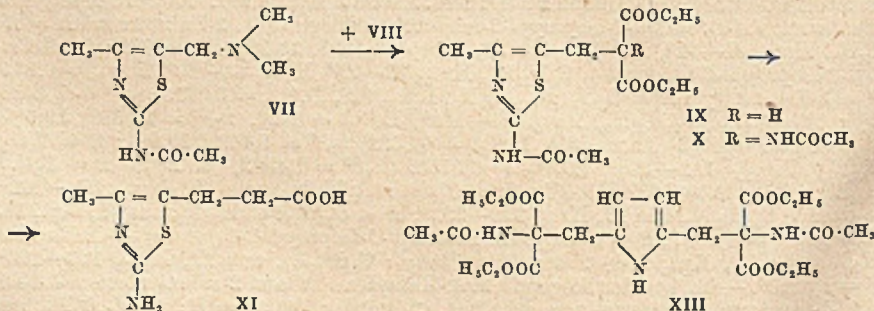
Außer III entstand fast immer noch ein höhersd. Prod. IV, ein Mol.-Komplex aus III u. II, in dem 1 Mol. III auf 2 Moll. II, bzw. wenn R = Aryl, auf 1 Mol. II kommt. Das Verhältnis von IV : III wächst dabei mit wachsender Kottenlänge von R'''. Wenn eine Aminogruppe des Diamins sek. ist, sind die Ausbeuten größer, als wenn beide prim. sind. IV hat Salzcharakter, da es leicht lösl. in W. u. unlösl. in Ae. oder PAe. ist, dest. jedoch bei relativ niedrigen Temp. u. zeigt schwach sauren u. bas. Charakter bei Überwiegen des ersteren. Einw. von 10%ig. NaOH bzw. KOH auf IV führte zu III. Umgekehrt führte Einw. von 2 Moll. II auf 1 Mol. III in guter, Einw. von 3 Moll. II in ca. 90%ig. Ausbeute zu IV. Vf. faßt IV, da III nur als einsäurige Base gegenüber Halogenwasserstoff wirkt, als Mol.-Komplex aus 1 Mol. Salz u. 1 Mol. II auf. Es wurden folgende 2-substituierte 4,4-Dimethyl-1-isopropyl-2-imidazoline dargestellt. 2-Substituent R = H: C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>19</sub> 81—82°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 0,8738, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4525, 13,3%; R = CH<sub>3</sub>: 2,4,4-Trimethyl-1-isopropyl-2-imidazolin, C<sub>9</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>15</sub> 72—75°, Kp.<sub>38</sub> 94—96°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 0,875, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,454, 23,0%; R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>: C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>22</sub> 92°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 0,8713, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4550, 12,9%; R = C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>: C<sub>11</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>20</sub> 97—100°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 8626, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4549, 19,0%; R = iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>: C<sub>11</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>20</sub> 88°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 0,8522, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4498, 10,0%; R = C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>: C<sub>12</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>18</sub> 112—115°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 0,8753, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4592, 18,2%; R = C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>: C<sub>13</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>18</sub> 125—128°, 15,4%; R = C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>: C<sub>19</sub>H<sub>38</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>8</sub> 160—162°, R = C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>: C<sub>21</sub>H<sub>42</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>18</sub> 219—222°; R = C<sub>15</sub>H<sub>31</sub>: C<sub>25</sub>H<sub>46</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>3</sub> 183 bis 185°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4691; R = C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>: 4,4-Dimethyl-1-isopropyl-2-heptadecyl-2-imidazolin, C<sub>25</sub>H<sub>50</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>3</sub> 204—206°; R = Phenyl: C<sub>14</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>28</sub> 163—166°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,5210°. — Es wurden folgende Mol.-Komplexe IV aus 2-substituierten 4,4-Dimethyl-1-isopropyl-2-imidazolin erhalten. 2-Substituent R = H: C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, aus dem Imidazolin u. HCOOH, Kp.<sub>28</sub> 150—151°; R = CH<sub>3</sub>: C<sub>15</sub>H<sub>30</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>19</sub> 128—130°, Kp.<sub>10</sub> 124—125°, Kp.<sub>15</sub> 122—124°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 1,026, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4609, 32,7%; R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>: C<sub>16</sub>H<sub>32</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>20</sub> 129—130°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 1,0012, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4610, 56,6%; R = C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>: C<sub>16</sub>H<sub>38</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>2</sub> 106—109°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 0,9759, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4600, 51,8%; R = iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>: C<sub>16</sub>H<sub>38</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>20</sub> 128—132°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 0,9744, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4588, 56,5%; R = C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>: C<sub>22</sub>H<sub>44</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>22</sub> 150°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 0,9525, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4607, 64,9%; R = C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>: C<sub>25</sub>H<sub>50</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>20</sub> 157—160°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4619, 65,2%; R = C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>: C<sub>43</sub>H<sub>86</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>1</sub> 160—162°, 87,8%; R = C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>: C<sub>49</sub>H<sub>98</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>8</sub> 206—209°, 92,5%; R = C<sub>15</sub>H<sub>31</sub>: C<sub>55</sub>H<sub>110</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, F. 43—43,5°; fast 100%; R = C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>: C<sub>61</sub>H<sub>122</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, F. 54—55°, aus Aceton; fast 100%; R = Phenyl: C<sub>23</sub>H<sub>32</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>; 73%. — Folgende substituierten 2-Imidazoline wurden her-

gestellt: 1-Phenyl-2,4,4-trimethyl-, C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>28</sub> 144—152°, D.<sup>20</sup><sub>20</sub> = 1,0143, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,5527, 87%; 1-Phenyl-2-heptadecyl-4,4-dimethyl- (V), C<sub>23</sub>H<sub>48</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, F. 39—40°; 1-(*m*-Methylphenyl)-2,4,4-trimethyl-, C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>20</sub> 155—158°, 76%; 1-*n*-Butyl-2,4,4-trimethyl- (VI), C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>20</sub> 105—108°, D.<sup>20</sup><sub>20</sub> = 0,8678, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4550, 15%; 1-*n*-Butyl-2-heptadecyl-4,4-dimethyl- (VII), C<sub>26</sub>H<sub>52</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>3</sub> 223—226°; 1-*sek*-Butyl-2,4,4-trimethyl- (VIII), C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>30</sub> 100—102°; 1-*sek*-Butyl-2-heptadecyl-4,4-dimethyl- (IX), C<sub>26</sub>H<sub>52</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>3</sub> 200—221°; 1-(1'3'-Dimethylbutyl)-2,4-dimethyl-4-äthyl- (X), C<sub>13</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>35</sub> 131—132°, D.<sup>20</sup><sub>20</sub> = 0,8694, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4568; 1-(1'3'-Dimethylbutyl)-2-heptadecyl-4-methyl-4-äthyl- (XI), C<sub>29</sub>H<sub>58</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>3</sub> 233—235°, D.<sup>20</sup><sub>20</sub> = 0,8573, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4635; 2-Pentyl-4,4,5,5-tetramethyl- (XII), C<sub>12</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>23</sub> 143°; 2-Methyl-4-oder-5-äthyl-, C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>, aus IV, Kp.<sub>24</sub> 116—118°, 20%. — Folgende Mol.-Komplexe IV aus 1 Mol. III u. 1 bzw. 2 Moll. II werden hergestellt: V + 1 C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>COOH: C<sub>40</sub>H<sub>84</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 40—43°, 94%; 1-(*m*-Methylphenyl)-2-heptadecyl-4,4-dimethyl-2-*imid*-azolin + 1 C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>COOH, C<sub>47</sub>H<sub>86</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 53—55°, 76%; VI + 2 CH<sub>3</sub>COOH, C<sub>14</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>2</sub> 112°, 28%; VII + 1 C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>COOH, C<sub>44</sub>H<sub>88</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>2</sub> 220—222°, 87%; VIII + 2 CH<sub>3</sub>COOH, C<sub>14</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>26</sub> 134—136°, 73%; IX + 2 C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>COOH, C<sub>62</sub>H<sub>124</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>2</sub> 213—216°, 84%; X + 2 CH<sub>3</sub>COOH, C<sub>17</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>26</sub> 139—140°, 80%; XI + 1 C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>COOH, C<sub>47</sub>H<sub>94</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>2</sub> 219—221°, XII + 2 C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>COOH, C<sub>24</sub>H<sub>48</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kp.<sub>2</sub> 168 bis 169°, 67%. — Aus N-(2-Aminoisobutyl)-anilin u. C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COOH, aus N-(2-Aminoisobutyl)-isopropylamin (XIII) u. CCl<sub>3</sub>·COOH, sowie aus XIII u. o-Chlorbenzoesäure bildeten sich keine entsprechenden Prodd.; aus 2,3-Dimethyl-2,3-diaminobutan u. CH<sub>3</sub>COOH bildete sich 2,3-Dimethyl-2,3-diaminobutandiacetat, C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, F. 156—157°, 10%; u. aus 1,2-Diaminobutan u. CH<sub>3</sub>COOH das Diacetyl-1,2-diaminobutan, C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 150—151°, 15%; neben etwas von dem entsprechenden III. Für die letzten Rkkt. nimmt Vf. folgenden Reaktionsmechanismus an:



(J. Amer. chem. Soc. 70. 1629—32. April 1948. Albuquerque, N. Mex., Univ. of New Mexico, Dep. of Chem.) 374,3093

Noel F. Albertson, Alkylierung mit nichtketonischen Mannichbasen. Aminothiazole und Pyrrol. Gramin[3-(Dimethylaminomethyl)-indol] (I) kann als „Alkylierungsmittel“ für akt. Methylengruppen wie im Malonester dienen (vgl. ALBERTSON u. Mitarbeiter, J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 500, u. SNYDER u. Mitarbeiter, J. Amer. chem. Soc. 66. [1944.] 200). Es wurde nun gefunden, daß außer dem aus Indol mit Formaldehyd (II) u. Dimethylamin (III) gewinnbaren I bzw. dessen quaternären Salzen sich auch die aus 2-Acetamidothiazol (IV) bzw. 2-Acetamido-4-methylthiazol (V) mit II u. III bildenden MANNICH-Basen (VI bzw. VII) in Form ihrer Methylsulfate mit Malonester (VIII) oder Natrium-



acetamidomalonester zu Verbb. wie IX oder X umsetzen lassen. Der Konstitutionsbeweis für IX wurde dadurch geliefert, daß IX nach Verseifung u. Decarboxylierung in  $\beta$ -[5-(2-Amino-4-methylthiazyl)]-propionsäure (XI) überging, die auch durch Vergleichssynth. aus  $\gamma$ -Acetobuttersäureester, Brom u. Thioharnstoff hergestellt wurde. — 2,4-Dimethylthiazol, 2-Methyl-4-phenyloxazol geben bei der MANNICH-Rkkt. mit II u. III nicht die erwarteten Resultate; 2-(Dimethylaminomethyl)-thiophen wirkt nicht als Alkylierungsmittel wie I, VI oder VII. Dagegen reagiert 2,5-Bis-(piperidinomethyl)-pyrrol (XII) ebenso wie 2-(Dimethylaminomethyl)-pyrrol (HERZ u. Mitarbeiter, J. Amer. chem. Soc. 68. [1946.] 2948) mit IX unter Bldg. von Pyrrol-2,5-bis-(2-acetamido-2-carbäthoxypropionsäureäthylester) (XIII).

Versuche (Ausbeuten in Klammern): *2-Acetamido-4-methyl-5-(dimethylaminomethyl)-thiazolhydrochlorid*  $C_9H_{15}ON_3S \cdot HCl$ , aus *2-Acetamido-4-methylthiazol* (V), 37%ig. Formaldehydlsig. u. Dimethylamin in Eisessig, 7 Stdn., 100°, nach Behandlung mit  $K_2CO_3$  u. Chlf. u. Abdest. des Chlf. Krystalle aus A. mit alkohol. HCl (92%), aus wss. Aceton F. 223°. — *Freie Base* (VII), F. 138—139,5°. — *2-Acetamido-5-(dimethylaminomethyl)-thiazol* (VI),  $C_7H_{11}ON_3S \cdot HCl$ , F. 248—249°, aus IV analog. vorst. — *2-Acetamido-5-(piperidinomethyl)-thiazol*,  $C_{11}H_{17}ON_3S$ , F. 159 bis 161,5°. — *5-(2-Acetamido-4-methyl)-thiazylmethylacetamidomalonsäurediäthylester* (X),  $C_{16}H_{23}O_6N_3S$ , durch Zugabe von Acetamidomalonester zu einer Lsg. von Na in A. u. Umsetzung mit IV u. Dimethylsulfat unter Kühlung in Eiswasser, 4 Stdn., Krystalle aus wss. A., F. 183,5°. — *5-(2-Acetamidothiazylmethyl)-acetamidomalonsäurediäthylester*,  $C_{15}H_{21}O_6N_3S$ , analog vorst. aus VI-Hydrochlorid, F. 224—225°. — *5-(2-Acetamidothiazylmethyl)-malonsäurediäthylester*,  $C_{13}H_{18}O_6N_2S$ , aus VI u. VIII analog vorst., F. 150,5 bis 152°. —  $\beta$ -[5-(2-Amino-4-methylthiazyl)]-propionsäure (XI),  $C_7H_{10}O_2N_2S$ , aus Na in A. + VIII, VII-Hydrochlorid u. Dimethylsulfat in Eiswasser, 4 Stdn., nach Abdest. des VIII u. A. bei 2 mm u. Hydrolyse mit HCl u. nach Zugabe von  $NH_4OH$  (pH 7) Krystalle, F. 253—257° Zers.; ferner aus  $\gamma$ -Acetylbuttersäureäthylester (s. unten) durch Schütteln einer Suspension mit Thioharnstoff mit Brom, dann 2 $\frac{1}{2}$  Stdn. bei 100°, nach Zugabe von  $NH_4OH$  (Schwarzfärbung!) 40 Min. Hydrolyse bei 100°, Krystalle, gereinigt durch Umfällen aus NaOH-Essigsäure oder HCl- $NH_4OH$ , F. u. Misch-F. 254—256°. —  $\beta$ -(Carbomethoxyäthyl)-acetessigsäureäthylester,  $C_{10}H_{16}O_5$ , aus überschüssigem Acetessigsäureäthylester u. Acrylsäuremethylester in Ggw. von  $NaOC_2H_5$ , gelbes Öl, Kp.<sub>2</sub> 109 bis 110°,  $n_D^{25} = 1,4385$  (73%). —  $\gamma$ -Acetylbuttersäure, aus vorst. durch Kochen mit konz. HCl. Bei Abdest. des W. kryst. das Monohydrat, das durch azetrophe Dest. mit Bzl. entwässert wird, Kp. 107,5—109° (85%). — *Äthylester*, Kp.<sub>1</sub> 52—59° (67%). — *2,5-Pyrrol-bis-(2-acet-amido-2-carbäthoxypropionsäureäthylester)*,  $C_{23}H_{35}O_{10}N_3$ , durch Zugabe von Acetamidomalonester, 2,5-Bis-(N-piperidinomethyl)-pyrrol u. Dimethylsulfat zu einer Lsg. von Na in absol. A. (12 Stdn., 20°), nach Verdünnen mit W. u. Extraktion mit Chlf. Krystalle aus Chlf.,\* dann verd. A., F. 160—160,8°, korr. (J. Amer. chem. Soc. 70. 669—70. Febr. 1948. Rensselaer, N. Y., Sterlin-Winthrop Res. Inst.) 197.3135

Kenneth E. Crook, Darstellung von 2- und 4-Benzylpyridin. Durch Modifikation früherer Verf. läßt sich die Ausbeute an 2- u. 4-Benzylpyridin auf 75% steigern. Dazu wird eine Mischung von 4 Mol Pyridinhydrochlorid (I) (als Lösungsm.), 5 g  $CuCl_2$  (als Katalysator) u. 1 Mol Pyridin bis zum Schmelzen von I erwärmt. Dann wird 1 Mol Benzylchlorid zugesetzt u. am Rückfluß gekocht. Nach Abdest. von I wird der ammoniakal. gemachte Rückstand mit Bzl. + Ligroin ausgezogen u. die organ. Schicht nach Trocknung mit festem KOH über eine Kolonne destilliert. — *2-Benzylpyridin*, Kp.<sub>730</sub> 276,5—277°; Pikrat, F. 139,5—140°. — *4-Benzylpyridin*, Kp.<sub>730</sub> 289—289,5°; Pikrat, F. 138,5—139°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 416—17. Jan. 1948. Norman, Okla., Univ. of Oklahoma, Dep. of Chem.) 405.3323

Henry Freise und William L. Glowacki, Einige physikalische Eigenschaften von 2-Picolin. Vff. haben von 2-Picolin, das durch fraktionierte Dest. u. Krystallisation sorgfältig gereinigt war, folgende Eigg. bestimmt. F. —66,55  $\pm$  0,08°; Kp.<sub>760</sub> 129,44°;  $D_4^{25} = 0,93963$  g/ccm; Expansionskoeff. bei 20° 9,92,10, bei 80° 11,27,10;  $n_{5893}^{20} = 1,50105$ ,  $n_{5893}^{20} = 1,49592$ ,  $n_{5461}^{20} = 1,50493$ ,  $n_{5461}^{20} = 1,49982$ ,  $n_{9358}^{20} = 1,52170$ ,  $n_{9358}^{20} = 1,51667$ ; Dipolmoment  $\mu = 1,92 \pm 0,01$  Debye. Die Viscositäten zwischen 0° u. 80° sowie das infrarote u. ultraviolette Absorptionsspektr. sind angegeben. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2575—78. Juli 1948. Pittsburgh, Mellon Inst. u. Univ.) 218.3324

R. L. Sublett und Paul K. Calaway, Alkoxyaryloxyketone und ihre Kondensation mit Isatin. (Vgl. C. 1948. I. 684.) In Ausbeuten zwischen 48 u. 73% wird nach den Angaben von HURD u. PERLETZ (J. Amer. chem. Soc. 68. [1946.] 38) eine Reihe Alkoxyphenoxyacetone,  $R \cdot O \cdot C_6H_4 \cdot O \cdot CH_2 \cdot CO \cdot CH_3$ , durch Umsetzung von Alkoxyphenolen mit Chloraceton gewonnen u. mit Isatin u. 5-Methylisatin nach PFITZINGER (J. prakt. Chem. 56. [1897.] 283) zu 3-Alkoxyphenoxychinaldin-4-carbonsäuren kondensiert. — *4-Methoxyphenoxyaceton* (I),  $C_{10}H_{12}O_3$ , aus p-Methoxyphenol u.  $K_2CO_3$  in absol. Aceton u. Chloraceton mit wenig KJ zunächst bei Zimmertemp., später am Rückfluß, aus wss. Methanol u. Cyclohexan, F. 48,5°, Ausbeute 64%; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, F. 149°; *Semicarbazon*, F. 192,3°. Analog 62% *4-Äthoxyphenoxyaceton*,  $C_{11}H_{14}O_3$ , F. 35,5°; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, F. 105,5°; *Semicarbazon*, F. 192°. 73% *4-Propoxyphenoxyaceton*,  $C_{12}H_{16}O_3$ , F. 39°; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, F. 91,5°; *Semicarbazon*, F. 188,8°. 37% *4-Butoxyphenoxyaceton*,  $C_{13}H_{18}O_3$ , F. 37°; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, F. 153°; *Semicarbazon*, F. 187,8°. 48% *4-Methyl-2-methoxyphenoxyaceton*,  $C_{11}H_{14}O_3$ , F. 28,5°; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, F. 136°; *Semicarbazon*, F. 153°. — *3-(4'-Methoxyphenoxy)chinaldin-4-carbonsäure*,  $C_{18}H_{15}O_4N$ , aus Isatin insd. 33%ig. wss. KOH mit I nach mehr-

maligem Umfällen mit verd. Essigsäure u. Krystallisieren aus W., F. 215°, Ausbeute 74%. 56% 3-(4'-Äthoxyphenoxy)-chinaldin-4-carbonsäure, C<sub>16</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>N, F. 214°. 7% 3-(4'-Propoxyphenoxy)-chinaldin-4-carbonsäure, C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>O<sub>4</sub>N, F. 208°. 77% 3-(4'-Butoxyphenoxy)-chinaldin-4-carbonsäure, C<sub>21</sub>H<sub>21</sub>O<sub>4</sub>N, F. 150°. 75% 3-(4'-Methyl-2'-methoxyphenoxy)-chinaldin-4-carbonsäure, C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>N, F. 232°. 67% 3-(4'-Methoxyphenoxy)-6-methylchinaldin-4-carbonsäure, C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>N, F. 234°. 64% 3-(4'-Äthoxyphenoxy)-6-methylchinaldin-4-carbonsäure, C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>O<sub>4</sub>N, F. 198°. 62% 3-(4'-Propoxyphenoxy)-6-methylchinaldin-4-carbonsäure, C<sub>21</sub>H<sub>21</sub>O<sub>4</sub>N, F. 204°. 60% 3-(4'-Butoxyphenoxy)-6-methylchinaldin-4-carbonsäure, C<sub>22</sub>H<sub>23</sub>O<sub>4</sub>N, F. 193°. 54% 3-(4'-Methyl-2'-methoxyphenoxy)-6-methylchinaldin-4-carbonsäure, C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>O<sub>4</sub>N, F. 242°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 674—75. Febr. 1948. Atlanta, Georgia School of Technol., Dep. of Chem.) 179.3343

T. S. Lee, I. M. Kolthoff und D. L. Leussing, Reaktion von 2- und 3-wertigem Eisen mit 1.10-Phenanthrolin. I. Mitt. Dissoziationskonstanten von Eisen (II)- und (III)-Phenanthrolin. 1.10-Phenanthrolin (Ph), C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>, erweist sich bei potentiometr. u. konduktometr. Titration in vss. Lsg. als typ. einsäurige Base. Der Grund hierfür wird in der räumlichen Nähe der beiden N-Atome gesehen. Die Dissoziationskonstante des Phenanthrolium-Ions bei 25° ist 1,1 · 10<sup>-5</sup>, 2wertiges Fe bildet mit Ph einen Komplex von roter Farbe, Ferriin (I) genannt, Fe(Ph)<sub>3</sub><sup>+</sup>. Der entsprechende Komplex des 3wertigen Fe heißt Ferriin (II), Fe(Ph)<sub>3</sub><sup>2+</sup>. Da durch das Gleichgewicht Fe(Ph)<sub>3</sub><sup>2+</sup> + 3 H<sup>+</sup> ⇌ Fe<sup>3+</sup> + 3 (Ph)H<sup>+</sup> neben der Aktivitätskonstante die quantitative Umsetzung von Fe<sup>3+</sup> zu Fe(Ph)<sup>2+</sup> beeinflusst wird, müssen bei der colorimetr. Best. des Fe<sup>3+</sup> in saurer Lsg. die Phenanthrolium-Ionen im Überschuß über die H-Ionen sein. Die Konstante für die Dissoziation des I [Fe(Ph)<sub>3</sub><sup>2+</sup> = Fe<sup>3+</sup> + 3 (Ph)] in verschied. Konz. von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ist bei 25° 5 · 10<sup>-22</sup>, die von II [Fe(Ph)<sub>3</sub><sup>+</sup> = Fe<sup>2+</sup> + 3 (Ph)] ist bei 25° in 0,05 mol. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 8,0 · 10<sup>-15</sup>, in 0,5 mol. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2,5 · 10<sup>-15</sup>, in 1 mol. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1,0 · 10<sup>-15</sup>, in 2 mol. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2,9 · 10<sup>-16</sup> u. in 8 mol. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 7,5 · 10<sup>-21</sup>. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2348—52. Juli 1948. Minneapolis, Minn., Univ. of Minnesota.) 402.3430

Robert H. Baker, Kathryn Herold Cornell und Martin J. Cron, Die Spaltbarkeit von Benzyläthern mit Wasserstoff. Cycl. Äther, die am α-C-Atom Phenylgruppen tragen, wie Phenylidiozan u. 2,3-Diphenylidiozan, werden bei der katalyt. Hydrierung zu Ätheralkoholen gespalten. Vff. diskutieren den Aufbau verschied. Diphenylidiozane mit unbekannter Struktur, die sie durch Vers. zur Hydrogenolyse untersuchten. Bei diesen Verb. ist zur Einleitung der Hydrierung ein Zusatz von HClO<sub>4</sub> oder H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> erforderlich. Benzoinäthylacetal kann in Ggw. von Pd-Tierkohle auch bei 70° nicht hydriert werden. — Durch Hydrierung von 2-Aryltetrahydropyranen können 5-Arylpentane in guter Ausbeute dargestellt werden. 5-Phenylpentanol, Kp.<sub>10</sub> 142—143°, D.<sub>20</sub><sup>4</sup> = 0,9857, Geruch nach Citronen. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1490—92. April 1948. Evanston, Ill., Northwestern Univ.) 218.3461

A. Douglas Macallum, Eine trockene Synthese aromatischer Sulfide: Phenylsulfidharze. Aromat. Sulfide u. Polysulfide werden durch Erhitzen arom. Chlorverbb. mit bestimmten Metallsulfiden oder -oxyden aus den Gruppen I u. II des Period. Syst. in Ggw. freien Schwefels in trockenem Zustande dargestellt. Durch genaue Kontrolle der Reaktionsbedingungen erhält man schwach lösl., hochschm., plast. Harze von den Mol.-Geww. 1500—17 000. Gemischte Schwefelharze, die zugleich gute Löslichkeit u. niedrigen F. zeigen, können auch nach dieser Meth. dargestellt werden.

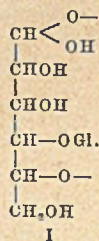
Versuche: Thianthren, C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>S<sub>2</sub>: 4 g CaS, 0,283 g S u. 4 g o-Dichlorbenzol werden in einer verschlossenen Röhre bei 25 mm Druck 20 Stdn. auf 300—340° erhitzt. Durch direkte Dest. über Cu-Pulver wird Thianthren in Krystallen, F. 158,8—159°, in einer Ausbeute von 75% erhalten. Phenylsulfid u. -disulfid: Durch 20 std. Erhitzen einer Mischung von 2,5 g CaO, 1,43 g S u. 4,52 g Chlorbenzol in einer verschlossenen evakuierten Röhre wird eine Mischung von Phenylsulfid u. -disulfid, Kp. 290—315°, in einer Ausbeute von 75% erhalten, woraus bei nochmaliger Dest. über Cu-Pulver Phenylsulfid, Kp. 290—296°, D.<sub>20</sub><sup>4</sup> = 1,118, gewonnen wird. Phenylsulfidpolymere: Eine pulverisierte Mischung von 3 g S u. 3,9 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> wird mit 3,3 g p-Dichlorbenzol 20 Stdn. auf 300—340° erhitzt. Das Reaktionsprod. (I) wird pulverisiert, mit H<sub>2</sub>O extrahiert u. getrocknet u. besteht aus 4,1 g eines schwefelfarbigen Harzes mit einem Gesamtgeh. an S von 56,2% u. einem Geh. an labilem S von 9—10%. I wird mit Aceton u. Toluol extrahiert, bei 140—150° getrocknet u. liefert 50—51% strohfarbiges Harz von der empir. Zus. C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>S<sub>2,3</sub>. Es ist elast. von 80—100° u. plast. von 180—350°. Beim Erhitzen von 1,2 g S, 4 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> u. 3,3 g p-Dichlorbenzol in der gleichen Weise erhält man 2,4 g eines schwach gelb gefärbten Harzes. Dieses wird genau wie oben durch kontinuierliche Extraktion gereinigt u. liefert 87—88% eines Pulvers vom F. 255° u. der empir. Zus. C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>S<sub>1,2</sub>. (J. Org. Chemistry 13. 154—59. Jan. 1948. London, Ontario, Canada.) 410.3464

C. Sannié (unter Mitarbeit von H. Lapin), *Die labilen Verbindungen (N-Glucoside) der Glucose mit den Aminobenzoesäuren und ihren Estern*. Bei der Kondensation der Glucose mit den o-, m- u. p-Aminobenzoesäuren, deren Methyl-, Äthyl- u. Butylestern usw. entstehen die entsprechenden *N-Glucoside* (I). Sie geben *Tetraacetylderiv.* u. verhalten sich wie echte *N-Glucoside* u. nicht wie SCHIFFSCHE Basen oder Isoglucosamine. — Die Verbb. sind verschieden gut in W. lösl., besitzen negative Drehvermögen u. werden durch Säuren u. Basen leicht gespalten.

Versuch: I der *o-Aminobenzoesäure*, C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>O<sub>7</sub>N·H<sub>2</sub>O, aus A. Krystalle, F. 125 bis 127° (im Rohr; Zers.); [α]<sub>D</sub><sup>22</sup> = -13,4° (c = 0,896; A.); [α]<sub>5780</sub><sup>20</sup> = -13,8° (c = 0,907; A. + Spur HCl); [α]<sub>5780</sub><sup>18</sup> = +102,5° (c = 0,9072; trockenes Pyridin = Py). Dieses I zeigt als einziges Rechtsdrehung in Pyridin. *Tetraacetylderiv.*, aus Methanol, F. 180—182°, [α]<sub>5780</sub><sup>18</sup> = -90,0° (c = 1,045; Py). — I der *m-Aminobenzoesäure*, C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>O<sub>7</sub>N·H<sub>2</sub>O, aus absol. A. Krystalle, F. 122—125° Zers., [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> = -50,06° (c = 0,6692; A.), [α]<sub>5780</sub><sup>18</sup> = -96,9° (c = 1,006; Py); *Tetraacetylderiv.*, F. 175—177° Zers., [α]<sub>5780</sub><sup>18</sup> = -89,5° (c = 1,3744; Py). — I der *p-Aminobenzoesäure*, C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>O<sub>7</sub>N·H<sub>2</sub>O, aus A. Krystalle, F. 132—134° Zers., [α]<sub>D</sub><sup>22</sup> = -65,61° (c = 0,8992; A.), [α]<sub>5780</sub><sup>19</sup> = -132,3° (c = 1,0732; Py); *Tetraacetylderiv.*, F. 155—157°, [α]<sub>5780</sub><sup>17</sup> = -107,7° (c = 1,091; Py). — I der *o-Aminomethylbenzoats*, C<sub>14</sub>H<sub>19</sub>O<sub>7</sub>N·H<sub>2</sub>O, aus absol. A. Krystalle mit violetttem Glanz, F. 145—146° Zers., [α]<sub>D</sub><sup>22</sup> = -63,23° (c = 0,9964; A.), [α]<sub>5780</sub><sup>17</sup> = -90,6° (c = 1,1368; Py); *Tetraacetylderiv.*, F. 151—152°, [α]<sub>5780</sub><sup>18</sup> = -56,20° (c = 1,468; Py). — I der *p-Aminomethylbenzoats*, C<sub>14</sub>H<sub>19</sub>O<sub>7</sub>N·H<sub>2</sub>O, aus A. Krystalle, F. 180 bis 181° Zers., [α]<sub>D</sub><sup>22</sup> = -101,9° (c = 0,4856; A. + ein Tropfen NH<sub>3</sub>), [α]<sub>5780</sub><sup>17</sup> = -153,6° (c = 1,2112; Py); *Tetraacetylderiv.*, F. 118—120°, [α]<sub>5780</sub><sup>18</sup> = -98,23° (c = 1,4456; Py). — I der *p-Aminoäthylbenzoats*, C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>O<sub>7</sub>N, aus absol. A. Krystalle, wasserfrei, F. 174—178° Zers. u. 156—158° Zers. Die Drehwerte schwanken ungemein stark, u. zwar bei A. von -45,36° bis +27,4°; desgleichen bei Pyridin von -32,7° bis +23,9°, ohne daß eine eigentliche Mutarotation zu beobachten wäre u. obwohl die Prodd. korrekte Analysen ergaben. *Tetraacetylderiv.*, F. 112—115°; [α]<sub>5780</sub><sup>18</sup> = +21,9° (c = 1,9408; Py). — I der *p-Amino-n-butylbenzoats*, C<sub>17</sub>H<sub>25</sub>O<sub>7</sub>N, aus Äthylacetat-A. Krystalle, F. 85—86° (mit 2 Moll. H<sub>2</sub>O) u. 125—128° Zers. (wasserfrei), [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> = -96,7° (c = 0,5532; A.), [α]<sub>5780</sub><sup>18</sup> = -121,8° (c = 0,862; Py); *Tetraacetylderiv.*, F. 127—130°, [α]<sub>5780</sub><sup>18</sup> = -91,97° (c = 1,4732; Py). (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 15. 892—95. Juli/Aug. 1948. Musée Nat. d'Histoire Naturelle, Labor de Chim.) 259.910

Charles Sannié, *Die N-Glucoside der Aminobenzoesäuren und ihrer Ester*. Inhaltlich ident. mit vorst. referierter Arbeit. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 226. 182—84. 12/1. 1948.) 121.910

F. Brown, T. G. Halsall, E. L. Hirst und J. K. N. Jones, *Die Struktur der Stärke. Das Verhältnis der Kettenglieder zu den Endgruppen*. (Vgl. HALSALL, C. 1948. 11. 1302.) Vff. ziehen zur Endgruppenbest. die Perjodatmeth. heran. Bei der Oxydation mit Perjodat können nur diejenigen Glucosereste der Ketten pro Einheit 1 Mol Ameisensäure liefern, welche das Konstitutionselement —CHOH—CHOH— enthalten, also die nur einsichtig über C der Kette angegliederte Endgruppen, die beim Abbau über die methylierte Stärke als Tetramethylglucose bestimmt werden, oder solche Kettenglieder, die über C<sub>1</sub> u. C<sub>6</sub> mit den benachbarten Glucoseresten zusammenhängen. Die aus der HCOOH-Ausbeute berechnete Zahl der so gebundenen Glucoseeinheiten stimmt mit der nach der Methylierungsmeth. ermittelten Zahl der Endgruppen befriedigend überein, so daß wenn überhaupt, so nur ganz wenige Glucoseeinheiten in der Kette über C<sub>1</sub> u. C<sub>6</sub> gebunden sein können. Die Ausbeuten an HCOOH variieren etwas in Abhängigkeit von der Provenienz der Stärke u. vielleicht auch in Abhängigkeit von rein botan. Faktoren. Für die Zahl der Kettenglieder pro Endgruppe berechnen sich für verschied. Stärkearten: Arrowroot: 31, Banane 27, Mais 25, Manioc 24, Kartoffel 31, Reis 23—24, Sago 24, Süßkartoffel 32, Tapioca 26, Weizen 26. Für Amylopektine wurde gefunden: aus gelber Maisstärke 20, aus Kartoffeln 24, dagegen für Kartoffelamylose 500 ± 100. — Die Ergebnisse widerlegen die Auffassung von PACSU u. HILLER (Text. Res. J. 16. [1946.] 243), daß die Glucoseeinheiten der Ketten in der Halbacetalform I vorliegen. (J. chem. Soc. [London] 1948. 27—32. Jan. Manchester, Univ.) 167.976

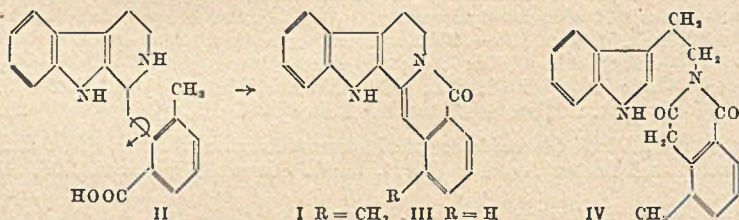


A. W. K. de Jong, *Das Vorkommen von Säureestern des l-Norekgonins in Coca-Blättern*. Die früher (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 42. [1923.] 993) aus mit NH<sub>3</sub>-Bzl. vorextrahierten Java-Cocablättern durch A.-Extraktion gewonnene Aminosäure erweist sich als *l-Norekgonin* (I), F. 233—234°, [α]<sub>D</sub> = -88° (vgl. EINHORN, Ber. dtsh. chem. Ges. 21. [1888.] 3029; 26. [1893.] 148). I ist in den Blättern mit Säuren ver-

estert. Die Ca-Salze dieser Ester u. das von I sind in einem Bzl.-CH<sub>3</sub>OH-Gemisch vom Kp. 68° u. in einem Bzl.-A.-Gemisch vom Kp. 68° lösl., wodurch ihre Abtrennung u. Best. ermöglicht wird. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 67. 97—100. Febr. 1948. Leiden, Univ., Pharmaceut. Labor.) 169.3700

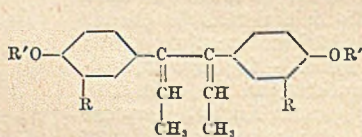
A. W. K. de Jong, *Die durch vollständige Extraktion von Cocoblättern erhaltenen Calciumsalze und die Bestimmung der Säureester des l-Norekgonins.* (Vgl. vorst. Ref.) Die nach der beschriebenen Meth. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 67. [1948.] 153) gewonnenen Ca-Salze enthalten neben den Säureestern des l-Norekgonins einfache Säuren, Ester einfacher Säuren u. ein Amid. Zur Best. der Säureester des l-Norekgonins werden die Ca-Salze mit HCl angesäuert u. die Säuren u. Ester der einfachen Säuren mit Ae. extrahiert. Die neutralisierte wss. Lsg. wird mit einer abgemessenen Menge 0,1nNaOH im KJELDAHL-App. gekocht; die Menge der Säureester ist äquivalent dem Verbrauch an NaOH, vermindert um die Menge des erhaltenen NH<sub>3</sub>. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 67. 214—16. April 1948.) 169.3700

E. Schlittler und R. Speitel, *Über das Ringgerüst des Yohimbins.* II. Mitt. *Ketoyobyrin.* (I. vgl. C. 1948. II. 211.) Da die Ketoyobyrinformeln von SCHOLZ (Helv. chim. Acta 16. [1933.] 1343) u. WITKOP (C. 1943. II. 904) dem neutralen Charakter der Verb. nicht Rechnung tragen u. mit spektrograph. Befunden nicht übereinstimmen (RAYMOND-HAMET, C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 221. [1945.] 387), wird für Ketoyobyrin die Lactamformel I vorgeschlagen. Für seine Bldg. aus Yohimbin durch Se-Dehydrierung wird ein Zwischenprod. II angenommen, das durch Dehydrierung u. Decarboxylierung in Yobyrin, durch Dehydrierung u. Lactamisierung in I übergeht. Die neue Formel wird gestützt durch die Ähnlichkeit des Ketoyobyrins mit dem Amid III (vgl. I. Mitt.), welches sich von I durch das Fehlen der CH<sub>3</sub>-Gruppe unterscheidet u. analog der Spaltung des Ketoyobyrins (in Hemellitylsäure u. Norharman) durch amyalkohol. KOH in o-Toluylsäure u. Norharman zerlegt wird. Schließlich erweist sich die analog III synthetisierte Verb. I als ident. mit Ketoyobyrin.



Versuche: III, aus Tryptamin u. Homophthalsäureanhydrid (vgl. I. Mitt.), liefert beim Kochen mit KOH in Amylalkohol o-Toluylsäure, F. 102°, u. Norharman, F. 195—197°. — 6-Methylhomophthaloyltryptamid, C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, aus Tryptamin u. 6-Methylhomophthalsäureanhydrid, F. 167—169°. — 6-Methylhomophthaltryptimid (IV), C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, aus vorst. Verb. durch Umsetzung mit CH<sub>2</sub>N<sub>2</sub> u. Schütteln der Reaktionslsg. mit verd. HCl, F. 219—221°. — I, C<sub>20</sub>H<sub>16</sub>ON<sub>2</sub>, aus vorst. Verb. durch Kochen mit POCl<sub>3</sub>, F. 326—328° Zers. (Helv. chim. Acta 31. 1199—1205. 2/8. 1948. Basel, Univ., Anst. für organ. Chem.) 169.3700

J. B. Niederl und R. M. Silverstein, *Synthetische Östrogene. Phenyl- und Benzylhexöstrole und dienöstrole.* Vff. synthetisierten das 3,4-Bis-(m-phenyl-p-oxyphenyl)-hexadien-2,4 (I) u. das 3,4-Bis-(m-benzyl-p-oxyphenyl)-hexadien-2,4 (II) sowie deren

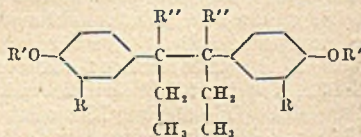


I R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, R' = H

Ia R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, R' = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>CO

II R = CH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, R' = H

IIa R = CH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, R' = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>CO



III R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, R' = R'' = H

IV R = CH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, R' = R'' = H

VII R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, R' = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>CO, R'' = OH

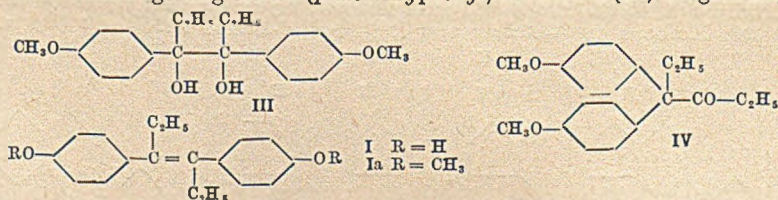
VIII R = CH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, R' = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>CO, R'' = OH

Hydrierungsprodd. 3,4-Bis-(m-phenyl-p-oxyphenyl)-hexan (III) u. 3,4-Bis-(m-benzyl-p-oxyphenyl)-hexan (IV). IV ist im physiol. Test bei Ratten mit 50 γ unwirksam, III mit 50 γ nur schwach wirksam (10% der Tiere positiv). — Die Synth. von I u. II geht aus von o-Phenylphenol bzw. o-Benzylphenol, die, mit Propionsäure verestert u. der

FRIESSCHEN Verschiebung unterworfen, *m*-Phenyl-*p*-oxypropiofenon (V) bzw. *m*-Benzyl-*p*-oxypropiofenon (VI) liefern. Deren Propionsäureester (Va bzw. VIa) werden mit Al-Amalgam in feuchtem Ae. zu den Pinakonen 3,4-Bis-(*m*-phenyl-*p*-propionoxyphenyl)-hexandiol-3,4 (VII) bzw. 3,4-Bis-(*m*-benzyl-*p*-propionoxyphenyl)-hexandiol-3,4 (VIII) red. u. aus diesen durch Wasserabspaltung die Propionsäureester von I bzw. II (= Ia bzw. IIa) erhalten, deren alkal. Verseifung I bzw. II liefert. I u. II werden in Acetonlsg. mit Pd-Kohle u. 3 at H<sub>2</sub> zu III bzw. IV hydriert.

Versuche: *m*-Phenyl-*p*-oxypropiofenon (V), C<sub>15</sub>H<sub>11</sub>O<sub>2</sub>, aus *o*-Phenylphenol durch Kochen mit Propionsäureanhydrid; dessen Überschuß wird im Vakuum abdest. u. der rohe Propionsäureester unter Rühren in eine Lsg. von 1½ Mol AlCl<sub>3</sub> in Nitrobenzol eingetropf, so daß die Temp. nicht über 30° steigt; nach 12std. Stehen bei Zimmertemp. wird 3 Stdn. auf 50° erwärmt, auf Eis gegossen, die wss. Schicht nach einigen Stdn. abgetrennt, ausgeäthert, die vereinigten Ae.- u. Nitrobenzolsgg. mit 10%ig. NaOH extrahiert, die alkal. Lsg. mit Ae. gewaschen, mit verd. HCl angesäuert u. der Nd. von V abfiltriert u. getrocknet; daraus durch Kochen mit Propionsäureanhydrid *m*-Phenyl-*p*-oxypropiofenon (Va), C<sub>15</sub>H<sub>11</sub>O<sub>3</sub>, Kp. 190—192°, kryst. beim Stehen, F. 46°. — *m*-Benzyl-*p*-oxypropiofenon (VI), C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>, aus *o*-Benzylphenol wie V; daraus *m*-Benzyl-*p*-oxypropiofenon (VIa), C<sub>16</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>, Kp. 208—209°, kryst. beim Stehen, F. 88—89°. — 3,4-Bis-(*m*-phenyl-*p*-propionoxyphenyl)-hexandiol-3,4 (VII), C<sub>30</sub>H<sub>38</sub>O<sub>6</sub>, aus Va u. amalgamiertem Al in Ae. durch Zutropfen von W.; nach 8 Stdn. wird filtriert, der Nd. mit Ae. gut ausgewaschen u. der Ae. verdampft; nicht kryst. Öl. — 3,4-Bis-(*m*-benzyl-*p*-propionoxyphenyl)-hexandiol-3,4 (VIII), C<sub>38</sub>H<sub>42</sub>O<sub>6</sub>, aus VIa wie vorst., nicht kryst. Öl. — 3,4-Bis-(*m*-phenyl-*p*-propionoxyphenyl)-hexadien-2,4 (Ia), C<sub>36</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>, aus VII durch 20 Min. Kochen mit Essigsäureanhydrid + Acetylchlorid, EingieBen in W. u. Umkrystallisieren aus CH<sub>3</sub>OH, F. 125—126°, Ausbeute über alle Stufen 10%. — 3,4-Bis-(*m*-benzyl-*p*-propionoxyphenyl)-hexadien-2,4 (IIa), C<sub>38</sub>H<sub>38</sub>O<sub>4</sub>, aus VIII wie vorst., F. 115—117°, Ausbeute über alle Stufen 5,6%. — 3,4-Bis-(*m*-phenyl-*p*-oxyphenyl)-hexadien-2,4 (I), C<sub>30</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>, aus Ia durch 2std. Erwärmen mit CLAISEN-Lsg. auf 60°; nach 12std. Stehen wird mit W. vord. filtriert, angesäuert, das ausfallende I abgeseigt u. aus verd. A. umkryst., F. 202—204° Zers.; Diacetal, C<sub>34</sub>H<sub>30</sub>O<sub>4</sub>, aus verd. A. kryst., F. 170—171°; Dibenzoat, C<sub>44</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>, aus A.-Essigester umkryst., F. 212—214°. — 3,4-Bis-(*m*-benzyl-*p*-oxyphenyl)-hexadien-2,4 (II), C<sub>32</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>, aus IIa wie vorst., F. 150—152°; Diacetal, C<sub>36</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>, F. 122—124°; Dibenzoat, C<sub>46</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>, F. 173°. — 3,4-Bis-(*m*-phenyl-*p*-oxyphenyl)-hexan (III), C<sub>30</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>, aus Ia in Aceton mit Pd-Kohle u. 3 at H<sub>2</sub> bei Zimmertemp. in 1 Stde., Verseifung wie bei I, aus verd. A. Krystalle, F. 219—221° Zers.; Diacetal, C<sub>34</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>, durch Kochen mit Essigsäureanhydrid, aus verd. A. kryst., F. 188 bis 190°; ebenso das Dipropionat, C<sub>36</sub>H<sub>38</sub>O<sub>4</sub>, F. 135—137°; Dibenzoat, C<sub>44</sub>H<sub>38</sub>O<sub>4</sub>, nach SCHOTTEN-BAUMANN, z. 23 A.-Essigester Krystalle, F. 154—157°. — 3,4-Bis-(*m*-benzyl-*p*-oxyphenyl)-hexan (IV), C<sub>32</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>, aus IIa wie vorst., F. 169—171°; Diacetal, C<sub>36</sub>H<sub>38</sub>O<sub>4</sub>, F. 122—123°; Dipropionat, C<sub>38</sub>H<sub>42</sub>O<sub>4</sub>, F. 119—121°; Dibenzoat, C<sub>46</sub>H<sub>42</sub>O<sub>4</sub>, F. 148—149°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 619—20. Febr. 1948. New York, Univ., Chem. Labor. of the Washington Square Coll.) 356.4000

Keiti Sísido und Hitosi Nozaki, Die Darstellung synthetischer Östrogene. I. Mitt. Die Synthese von Diäthylstilböstrol über die Pinakon-Pinakolin-Verbindungen. Vff. verbessern eine bereits von v. WESSELY (C. 1940. II. 2474) angegebene Synth. des Diäthylstilböstrols (I). Ausgehend von 3,4-Di-(*p*-methoxyphenyl)-hexandiol-3,4 (III) [durch Red. von *p*-Methoxypropiofenon (II) gewonnen] wird durch Wasserabspaltung unter Pinakolinumlagerung 3,3-Di-(*p*-methoxyphenyl)-hexanon-4 (IV) dargestellt, dieses



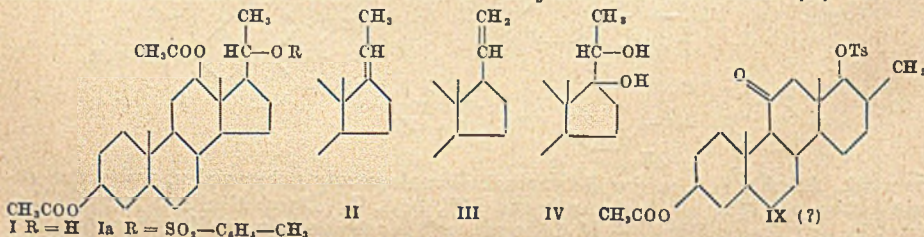
zum sek. Alkohol red. u. der Retropinakolinumlagerung unterworfen, wobei der Dimethyläther von I (Ia) entsteht; Ausbeute 14% bzgl. II. Durch Erhitzen mit CH<sub>3</sub>MgJ wird Ia in I übergeführt. — Modellverss. mit Acetophenon u. *p*-Methoxyacetophenon statt II lieferten 30% 2,3-Diphenylbuten-2 bzw. 32% 2,3-Di-(*p*-methoxyphenyl)-buten-2. — Das Schwed. P. Nr. 115 816 (C. 1947. 1682) beschreibt die Darst. von I aus *p*-Oxypropiofenon (statt II) auf gleichem Wege. Nach Verss. der Vff. ist die glatte Red. von *p*-Oxyacetophenon u. *p*-Acetoxyacetophenon zu den Pinakonen nicht möglich.

Versuche: 2.3-Diphenylbutandiol-2.3 (V), C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>, aus Acetophenon in Bzl.-A. mit Al-Folie + wenig HgCl<sub>2</sub>; nach anfangs heftiger Rk. wird 6 Stdn. gekocht, auf Eis + HCl gegossen u. mit Bzl. extrahiert; aus Bzl.-Ligroin umkryst., F. 122°. — 2.3-Di-(p-methoxyphenyl)-butandiol-2.3 (VI), C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>4</sub>, aus p-Methoxyacetophenon wie vorst., aus Essigester Prismen, F. 169—160°. — 3.4-Di-(p-methoxyphenyl)-hexandiol-3.4 (III), C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>, aus p-Methoxypropiofenon wie vorst., zur Aufarbeitung mit heißem Bzl. extrahieren, aus Ligroin oder Essigester umkryst., kleine Prismen, F. 192 bis 194°. — 2.2-Diphenylbutanon-3 (VII), C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O, aus V durch 1½ std. Kochen mit 50 vol.-%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; durch Vakuumdest. gereinigt, F. 40°. — 2.2-Di-(p-methoxyphenyl)-butanon-3 (VIII), C<sub>18</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>, aus VI wie vorst., aus Essigester-Pae. umkryst., F. 69—70°. — 3.3-Di-(p-methoxyphenyl)-hexanon-4 (IV), C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>, aus III wie vorst., Öl, Kp.<sub>3</sub> 215 bis 225°, Kp.<sub>6</sub> 224—228°. — 2.3-Diphenylbuten-2, C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>, aus VII in Xylollsg. durch Kochen mit Na unter Zutropfen von absol. Alkohol; das rohe Reduktionsprod. wird 1½ Stdn. mit 50 vol.-%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gekocht; aus A. umkryst., F. 104°. — 2.3-Di-(p-methoxyphenyl)-buten-2 (IX), C<sub>18</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>, aus VIII wie vorst., F. 126—128°. — 3.4-Di-(p-methoxyphenyl)-hexen-3 (Ia), C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>, aus IV wie vorst., aus PAe. Platten, F. 123—124°; die Mutterlaugen wurden bei 5 mm Hg dest., die bei 182—190° sd. Fraktion mit J<sub>2</sub> in Chlf. erhitzt u. dadurch weitere Mengen Ia erhalten. — 2.3-Di-(p-oxyphenyl)-buten-2, C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>, aus IX durch 40 Min. Erhitzen mit CH<sub>3</sub>MgJ auf 170°, Prismen, F. 194—196°. — 3.4-Di-(p-oxyphenyl)-hexen-3 (I), C<sub>18</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>, aus Ia wie vorst., F. 167—169°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 776—778. Febr. 1948. Kyôto, Univ., Dep. of ind. Chem.) 356.4000

Keiiti Sisido und Hitosi Nozaki, Die Darstellung synthetischer Östrogene. II. Mitt. Die Synthese von Hexöstrol und seinen Homologen. (I. vgl. vorst. Ref.) Die Synth. von Hexöstrol (3.4-Di-p-oxyphenylhexen) (I) aus p-Methoxy-α-brompropylbenzol bzw. der Chlorverb. wird von Vf. dadurch verbessert, daß zur Enthaloogenierung Fe-Pulver in wss. Suspension benutzt wird. In gleicher Weise werden 2.3-Diphenylbutan, 2.3-Dianisylbutan u. 2.3-Di-(p-methoxy-o-tolyl)-butan dargestellt.

Versuche: 2.3-Diphenylbutan, C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>, aus α-Chloräthylbenzol durch 3std. Rühren mit Fe-Pulver in W. bei 95—98°, Kp.<sub>13</sub> 145—155°, aus A. Krystalle, F. u. Misch-F. 125,5°. — 2.3-Dianisylbutan (II), C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, durch Einleiten von HCl-Gas in die gekühlte Lsg. von p-Vinylanisol, Waschen mit kaltem W. u. Eintragen in 40 Min. unter Rühren in eine 85° warme Suspension von Fe-Pulver in W.; dabei dest. das Ligroin ab; dann 3 Stdn. kochen, mit Bzl. extrahieren u. dest., Kp.<sub>10</sub> 185—205°, aus CH<sub>3</sub>OH-Ligroin Prismen, F. u. Misch-F. 132,5—133,5°. — 2.3-Di-(p-methoxy-o-tolyl)-butan, C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>, aus p-Vinyl-m-methylanisol wie vorst., aus A. Platten, F. 142°, Ausbeute 16%; liefert beim Erhitzen mit CH<sub>3</sub>MgJ 2.3-Di-(p-oxy-o-tolyl)-butan, C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, F. 188—189°; Diacetal, C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>, Platten, F. 164°. — 3.4-Dianisylhexan, C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>, aus Anethol wie bei II beschrieben, Kp.<sub>4</sub> 180—210°, aus CH<sub>3</sub>OH-Ligroin oder PAe. Platten, F. 144°, Ausbeute 10%, bei Verwendung von HBr statt HCl 15%. — Hexöstrol (I), C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, aus vorst. durch Erhitzen mit CH<sub>3</sub>MgJ, F. 186°; Diacetal, C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>, F. 140 bis 141°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 778—79. Febr. 1948. Kyôto, Japan, Univ., Fac. of Engng., Dep. of ind. Chem.) 356.4000

Lewis Hastings Sarett, p-Toluolsulfonate von 20-Oxy pregnanen. Vf. überträgt die Reaktionsfolge Pregnan-3α.20-diol-3α-acetat → Pregnan-3α.20-diol-3α-acetat-20-tosylat → Δ<sup>17</sup>-Pregnen-3α-ol (vgl. HIRSCHMANN, C. 1943. I. 1782) auf Pregnan-3α.12α.20-triol-3α.12α-diacetat (I), Pregnan-3α.20-diol-11-on-3α-acetat (VI) u. Pregnan-20β.21-diol-3.11-dion. I (dargestellt durch katalyt. Hydrierung von Pregnan-3α.12α-diol-20-on-diacetat) wird mit Toluolsulfochlorid zum Tosylat (Ia) umgesetzt; dieses liefert beim Kochen mit Kollidin ein Gemisch von Δ<sup>17</sup>-Pregnen-3α.12α-dioldiacetat (II) u. Δ<sup>20</sup>.



Pregnen-3α.12α-dioldiacetat (III), welches durch Behandlung mit OsO<sub>4</sub> u. Verseifung Pregnan-3α.12α.17.20-tetrol (IV) neben Pregnan-3α.12α.20.21-tetrol (V) ergibt. IV konnte durch Krystallisation abgetrennt werden, V wurde in der Mutterlauge durch Oxydation mit HJO<sub>4</sub> u. KMnO<sub>4</sub> zur Atiodesoxycholsäure nachgewiesen. IV liefert mit HJO<sub>4</sub> Atio-



*cholan-3 $\alpha$ .12 $\alpha$ -diol-17-on*, das als *Diacetat* isoliert wurde. — In gleicher Weise werden aus *Pregnan-3 $\alpha$ -ol-11.20-dionacetat* VI u. dessen *Tosylester* VIIa dargestellt u. VIIa durch Kochen mit Kollidin in  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-3 $\alpha$ -ol-11-onacetat* (VII) u.  $\Delta^{20}$ -*Pregnen-3 $\alpha$ -ol-11-onacetat* (VIII) verwandelt; als Nebenprod. entsteht dabei eine zu VIIa isomere Verb.  $C_{30}H_{42}O_6S$  (IX), vielleicht das *D-Homo-17-methylandrostan-3 $\alpha$ .17 $\alpha$ -diol-11-on-3 $\alpha$ -acetat-17 $\alpha$ -tosylat*. IX geht durch reduzierende Hydrolyse in ein *Dioxyketon*  $C_{21}H_{34}O_3$  über. Aus dem Gemisch von VII u. VIII entstehen durch Ozonolyse *Ätiocholan-3 $\alpha$ -ol-11.17-dionacetat* u. *3 $\alpha$ -Acetoxy-11-oxoätiocholansäure*, während Verseifung u. fraktionierte Krystallisation reines  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-3 $\alpha$ -ol-11-on* (X) ergeben. X wird mit  $OsO_4$  in *Pregnan-3 $\alpha$ .17.20-triol-11-on* übergeführt, das mit  $CrO_3$  zum *Ätiocholan-3.11.17-trion* oxydiert wird. — Als Vertreter der 21-Acetoxyverb. werden *Pregnan-20 $\alpha$ .21-diol-3.11-dion-21-monoacetat* (XI) u. *Pregnan-20 $\beta$ .21-diol-3.11-dion-21-monoacetat* (XII) (durch partielle Acetylierung aus den Diolen erhalten) der Rk. unterworfen u. in die Tosylester XIIa bzw. XIIb übergeführt. Nur das willkürlich als 20 $\beta$ -Verb. bezeichnete *Tosylat* XIIa reagiert leicht mit Kollidin u. liefert nach Verseifung  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-21-ol-3.11-dion* vom F. 128°,  $[\alpha]_D^{25} = +63^\circ$  (XIII); daraus entsteht durch Behandlung mit  $OsO_4$  u. Acetylierung das gleiche *Pregnan-17.20.21-triol-3.11-diondiacetat*, das auch aus einem früher dargestellten  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-21-ol-3.11-dion* vom F. 150°,  $[\alpha]_D = +56^\circ$  (XIV) erhalten wird. XIII u. XIV werden als verschieden. Krystallmodifikationen derselben Verb. angesehen.

Versuche (Alle FF. korr., alle opt. Drehungen in Aceton bei  $c \sim 1$  gemessen): *Pregnan-3 $\alpha$ .12 $\alpha$ .20-triol-3 $\alpha$ .12 $\alpha$ -diacetat* (I),  $C_{25}H_{36}O_6$ , aus *Pregnan-3 $\alpha$ .12 $\alpha$ -diol-20-on-diacetat* mit Pt-H<sub>2</sub> in Eisessig, ölig; *Tosylat*,  $C_{32}H_{42}O_7S$ , mit p-Toluolsulfochlorid in Pyridin bereitet, amorph; geht beim 25 Min. Kochen mit Kollidin in ein Gemisch von  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-3 $\alpha$ .12 $\alpha$ -dioldiacetat* (II),  $C_{25}H_{34}O_4$ , u.  $\Delta^{20}$ -*Pregnen-3 $\alpha$ .12 $\alpha$ -dioldiacetat* (III),  $C_{25}H_{34}O_4$ , über; daraus durch Behandlung mit  $OsO_4$  u. Pyridin in Ae., Zers. des Addukts mit  $Na_2SO_3$  in A.-W. u. Verseifung *Pregnan-3 $\alpha$ .12 $\alpha$ .17.20-tetrol* (IV),  $C_{21}H_{30}O_4$ , aus Aceton umkryst., F. 253—259°; liefert bei der Oxydation mit Perjodsäure in  $CH_3OH$ -W. u. anschließender Acetylierung mit Essigsäureanhydrid in Pyridin *Ätiocholan-3 $\alpha$ .12 $\alpha$ -diol-17-on-diacetat*, F. u. Misch.-F. 157—158°. — Die Mutterlauge von IV liefert bei dieser  $HJO_4$ -Oxydation, Acetylierung u. anschließender Oxydation mit  $KMnO_4$  in Acetonlsg., Ansäuern mit  $H_2SO_4$ , Ausäthern, Extrahieren der Ae.-Lsg. mit  $lnKOH$ , lstd. Erhitzen der alkal. Lsg. u. Ansäuern *Ätiodesoxycholsäure*,  $C_{20}H_{32}O_4$ , aus Aceton Krystalle, F. u. Misch.-F. 290—294°. — *Pregnan-3 $\alpha$ .20-diol-11-on-3-acetat* (VI),  $C_{22}H_{30}O_4$ , aus *Pregnan-3 $\alpha$ -ol-11.20-dionacetat* mit Pt-H<sub>2</sub> in Eisessig, kryst. aus Bzl.-PAe oder verd. Aceton, F. 205—206°,  $[\alpha]_D^{25} = +66^\circ$ , Ausbeute 83%; aus den Mutterlauge nach Acetylierung u. Chromatographie *Pregnan-3 $\alpha$ .20-epidiol-11-on-diacetat*,  $C_{22}H_{38}O_5$ , Krystalle (aus A. u. Ae.), F. 234—235°, Ausbeute 1,5%; liefert bei Verseifung mit methanol. KOH *Pregnan-3 $\alpha$ .20-(epi)-diol-11-on*,  $C_{21}H_{34}O_3$ , F. 219°. — *Pregnan-3 $\alpha$ .20-diol-11-on*,  $C_{21}H_{34}O_3$ , aus VI durch Verseifung, aus Aceton umkryst., F. 236—238°; *Diacetat*,  $C_{22}H_{38}O_5$ , aus VI durch Acetylierung, F. 160,5—161°,  $[\alpha]_D^{25} = +81^\circ$ . — *Pregnan-3 $\alpha$ .20-diol-11-on-3 $\alpha$ -acetat-20-tosylat* (VIa),  $C_{30}H_{42}O_6S$ , aus VI mit p-Toluolsulfochlorid in Pyridin, kryst. aus Ae.-PAe. mit Krystalllösungsm., schm. bei 100°, wird dann wieder fest u. schm. bei 141—143°, kryst. aus verd.  $CH_3OH$  ohne Krystalllösungsm., F. 144—145°,  $[\alpha]_D^{25} = +57,5^\circ$ , wandelt sich bei längerem Stehen in eine Modifikation vom F. 173° um. — Wird VIa 25 Min. mit Kollidin gekocht, so erhält man — neben der Verb.  $C_{30}H_{42}O_6S$  (IX), aus  $CH_3OH$  Krystalle, F. 197—200°,  $[\alpha]_D^{23} = +46,5^\circ$ , fast völlig stabil gegen sd. Kollidin; daraus mit Na-Amalgam in  $CH_3OH$ -W. Verb.  $C_{21}H_{34}O_3$ , aus  $CH_3OH$  Krystalle, F. 294—297°; *Diacetat*,  $C_{22}H_{38}O_5$ , mit Essigsäureanhydrid u. Pyridin bei 100°, F. 183° — als Hauptprod. ein Gemisch von  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-3 $\alpha$ -ol-11-onacetat* (VII) u.  $\Delta^{20}$ -*Pregnen-3 $\alpha$ -ol-11-onacetat* (VIII) u. daraus durch Verseifung mit methanol. KOH u. Krystallisation aus  $CH_3OH$  reines  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-3 $\alpha$ -ol-11-on* (X),  $C_{21}H_{32}O_2$ , F. 191—192°,  $[\alpha]_D^{25} = +55^\circ$ , auch aus VIIa durch Kochen mit 2n methanol. KOH erhältlich. — Das rohe Gemisch von VII u. VIII liefert bei der Ozonolyse (Meth. vgl. SARETT, J. biol. Chemistry 162. [1946.] 601) u. Verseifung *3 $\alpha$ -Oxy-11-oxoätiocholansäure*, aus Essigester umkryst., F. u. Misch.-F. 296—298°, u. *Ätiocholanol-3 $\alpha$ -dion-11.17*. — *Pregnan-3 $\alpha$ .17.20-triol-11-on*,  $C_{21}H_{34}O_4$ , aus X mit  $OsO_4$  u. Pyridin in Ae., durch 1 Stde. Stehenlassen bei Zimmertemp., Bindampfen u. 2std. Kochen mit  $Na_2SO_3$  in A.-W., aus Ae. Krystalle vom F. 189—191°, aus Bzl. Krystalle vom F. 210—212°, nicht ohne Krystalllösungsm. zu erhalten, bei längerem Erhitzen zersetzlich; *Diacetat*,  $C_{25}H_{38}O_6$ , F. 227—228°,  $[\alpha]_D^{25} = +24^\circ$ . — *Ätiocholantrion-3.11.17*,  $C_{19}H_{26}O_3$ , aus vorst. mit  $CrO_3$  in Eisessig, chromatograph. Adsorption u. Elution mit Ae.-Chlf., F. u. Misch.-F. 134—135°; weitere Elution liefert eine nicht identifizierte Substanz vom F. 177—182°. — *Pregnan-20 $\alpha$ .21-diol-3.21-dion-21-monoacetat* (XI),  $C_{23}H_{34}O_6$ , aus 378 mg *Pregnan-*

20 $\alpha$ .21-diol-3.11-dion von F. 182—183° in Dioxanlsg. durch 60std. Stehenlassen mit 161 mg Essigsäureanhydrid u. 138 mg Pyridin, nach chromatograph. Reinigung 97 mg Krystalle (aus Ae.), F. 166—170°; in gleicher Weise liefert das *Pregnan-20 $\beta$ .21-diol-3.11-dion* von F. 168° das *Pregnan-20 $\beta$ .21-diol-3.11-dion-21-monoacetat* (XII), C<sub>26</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub>, das mit Tosylchlorid in Pyridin in das 20 $\beta$ -*Tosylat-21-acetat* (XIIa), C<sub>30</sub>H<sub>40</sub>O<sub>7</sub>S, aus Aceton Krystalle von F. 193—194°, übergeführt wird. —  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-21-ol-3.11-dion* (XIII), C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>O<sub>3</sub>, aus XIIa durch 25 Min. Kochen mit Kollidin, chromatograph. Adsorption an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Elution mit PAe., Ae. u. Ae.-Chlf., Verseifen des amorphen  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-21-ol-3.11-dionacetals* mit K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + KHCO<sub>3</sub> in CH<sub>3</sub>OH-W., chromatograph. Reinigung u. Krystallisation aus Ae., F. 128—128,5°, oder aus  $\Delta^{17}$ -*Pregnen-3 $\alpha$ .21-diol-11-on-21-bernsteinsäurehalbester* durch Oxydation u. Verseifung wie bei SARETT (l. c.) beschrieben. — *Pregnan-17.20.21-triol-3.11-dioldiacetat*, C<sub>25</sub>H<sub>36</sub>O<sub>7</sub>, aus vorst. mit OsO<sub>4</sub> u. nachfolgender Acetylierung wie bei SARETT (l. c.) beschrieben, F. u. Misch-F. 212—213°,  $[\alpha]_D^{25} = +95^\circ$ . — XI liefert mit Tosylchlorid in Pyridin ein amorphes *Tosylat*, C<sub>30</sub>H<sub>40</sub>O<sub>7</sub>S, schwer löslich in absol. Ae., das bei 25 Min. Kochen mit Kollidin nur 20% Kollidin-p-toluolsulfonat bildet; neben Ausgangsmaterial u. Umlagerungsprod. wurde keine kryst. Verb. gefaßt. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1690—94. Mai 1948. Rahway, N. J., Merck u. Co., Res. Laborr.) 356.4000

Irving M. Klotz und Henry G. Curme, *Die Thermodynamik von Metall-Protein-Verbindungen. Kupfer und Rinderserumalbumin*. Das Ausmaß der Bindung von Cu(II)-Ionen an Rinderserumalbumin wurde nach der kürzlich beschriebenen Gleichgewichtsdialysentechnik (C. 1948. II. 82) bestimmt. Durch Verbesserung der Technik konnte die Gleichgewichtseinstellung in weniger als 6 Stdn. erreicht werden. Die Messungen wurden bei p<sub>H</sub> 4,8 u. Temp. von 0 u. 25° ausgeführt. Die Analyse des Cu<sup>++</sup> erfolgte bei 0,001—0,01 mol. Konz. nach der Triäthanolaminmeth. u. bei Konz. unterhalb 0,001 mol. durch die UV-Absorption der Cu-Ionen. Da die Bindung der Cu-Ionen durch das Rinderserumalbumin reversibel ist, lassen sich die Gleichgewichtszustände in Formeln erfassen, aus denen sich die freien Energien, Entropien u. Enthalpien berechnen lassen. Der Bindungsabfall bei p<sub>H</sub> 4,0 zeigt an, daß die Carboxylgruppen des Proteins an der Kationenbindung beteiligt sind; jedoch ergibt sich kein Zusammenhang zwischen dem Maximalwert gebundener Cu-Ionen (16) u. der Zahl der Asparaginsäure- u. Glutaminsäurereste im Rinderserumalbumin. (J. Amer. chem. Soc. 70. 939—43. März 1948. Evanston, Ill., Northwestern Univ., Chem. Labor.) 248.4010

Irving M. Klotz und F. Marian Walker, *Die Bindung einiger Sulfonamide durch Rinderserumalbumin*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Bindung verschied. Sulfonamide an Rinderserumalbumin wurde nach der Gleichgewichtsdialysentechnik untersucht. In einer Tabelle werden p<sub>K</sub>-Wert, Ionisationsgrad, Assoziationskonstante u. Bindungsenergie von *Sulfanilamid*, *Sulfapyridin*, *N<sup>1</sup>-Acetylsulfanilamid*, *5-Sulfanilamido-3-methylisoxazol*, *2-Sulfanilamido-5-chlorpyridin* u. *N<sup>1</sup>-Benzoylsulfanilamid* angegeben. Die Bindungsenergien steigen dabei in der angegebenen Reihenfolge u. sind von der strukturellen Beschaffenheit der Sulfonamide abhängig. (J. Amer. chem. Soc. 70. 943—46. März 1948. Evanston, Ill., Northwestern Univ., Chem. Labor.) 248.4010

Forrest G. Houston und R. C. Burrell, *Isolierung von Inulin und einer nicht-identifizierten C<sub>26</sub>-Verbindung aus den Wurzeln von Solidago canadensis L.* Aus den Wurzeln von *Solidago canadensis L.* (Goldrute) (970 g) werden durch Extraktion mit PAe. eine Verb. C<sub>26</sub>H<sub>26</sub>O<sub>3</sub> (I) (1,64 g), durch Extraktion mit heißem W. *Inulin* (25 g) isoliert. I, kub. Krystalle aus PAe., F. 89—90°, gibt mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> tiefrote Farb-reaktion. Es wird durch Kochen mit Acetanhydrid in eine anscheinend isomere Verb., F. 131—132°, umgewandelt. (Arch. Biochemistry 16. 299—300. Febr. 1948. Columbus, Ohio State Univ., Dep. of Agric. Chem.) 169.4050

O. Wintersteiner und Anna Klingsberg, *Streptomycin*. VII. Mitt. *Der Abbau von O-Tetramethylstreptamin zu d,l-Dimethoxybernsteinsäure*. Durch oxydativen Abbau mit KMnO<sub>4</sub> konnte *O-Tetramethylstreptamin* (I) in *d,l-Dimethoxybernsteinsäure* übergeführt werden. Wenn, wie es wahrscheinlich ist, *Streptamin* (II) u. *Streptidin* Mesoverbb. sind, folgt aus den Verss. trans-Stellung des 5-Hydroxyls in bezug auf die Hydroxyde 4 u. 6 (Xylo-Konfiguration). Das würde die Zahl der möglichen Mesoformen von II auf 4 herabsetzen. Bei der Oxydation von I wurde nach Methylierung weiter eine Verb. C<sub>10</sub>H<sub>17</sub>O<sub>6</sub>N gefunden, die entweder *2-Amino-3.4.5-trimethoxyadipinsäure-1-methylester-2.6-lactam* oder *3-Amino-2.4.5-trimethoxyadipinsäure-1-methylester-3.6-lactam* ist.

Versuche (Alle F. kor.) : *O-Tetramethyl-N,N'-diacetylstreptamin*, C<sub>14</sub>H<sub>26</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>, aus *N,N'-Diacetylstreptamin* (1.3-Diacetamido-2.4.5.6-tetraoxycyclohexan) mit Dimethylsulfat + NaOH, F. über 300°. — *O-Tetramethylstreptamin*dihydrochlorid,

$C_{10}H_{22}O_4N_2 \cdot 2HCl$ , aus vorst. durch Hydrolyse mit  $HCl$ , F. über  $300^\circ$ . — *O-Tetramethylstreptamin*,  $C_{10}H_{22}O_4N_2$  (I), aus vorst. F.  $83-84^\circ$ . — *d,l-Dimethoxybernsteinsäurediamid*,  $C_8H_{12}O_4N_2$ , aus I durch Oxydation mit neutraler  $KMnO_4$ -Lsg., Veresterung des Säuregemisches mit Methanol +  $HCl$ , Dest. der Ester u. Behandeln der niedrigst. Fraktionen mit  $NH_3$  in Methanol, F.  $266-268^\circ$  Zers. — *d,l-Dimethoxybernsteinsäure-di-N-methylamid*,  $C_8H_{16}O_4N_2$ , wie vorst. durch Behandeln der Ester mit Methylamin + Methanol, F.  $188-189^\circ$ . Diese u. vorst. Verb. geben mit Vergleichspräp. keine Depression. *Mesodimethoxybernsteinsäurediamid*, F.  $255-257^\circ$  Zers. — *Mesodimethoxybernsteinsäure-di-N-methylamid*, F.  $210-210,5^\circ$ . — *2-Amino-3.4.5-trimethoxyadipinsäure-1-methylester-2.6-lactam* (oder *3-Amino-2.4.5-trimethoxyadipinsäure-1-methylester-3.6-lactam*),  $C_{19}H_{17}O_6N$ , aus den höhers. Esterfraktionen (siehe oben), F.  $109-110^\circ$  (J. Amer. chem. Soc. 70. 885. Febr. 1948. New Brunswick, N. Y., Squibb Inst. for Med. Res., Div. of Organ. Chem.) 278.4050

H. W. Melville and E. K. Rideal, *The Chemistry of High Polymers and Surface Chemistry*. Cambridge: W. Heffer & Sons. 1948. (76 S.) 10 s.

P. Meunier et A. Vinet, *Chromatographie et Mésoérie*. Paris: Masson et Cie. 1947. (126 S.)

## E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

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

Rudolf Tschesche, *Optische Aktivität als biologisches Problem*. Zusammenfassender Bericht über Bldg. u. Entstehen opt. akt. Moll. unter besonderer Berücksichtigung ihrer Entstehung in biolog. Prozessen. (Pharmazie 3. 1-5. Jan. 1948. Hamburg, Univ., Chem. Staatsinst. u. Hamburg-Eppendorf, Kinderklinik.) 251.4100

Clemens Moncke, *Ultraschall und Medizin*. Erzeugung u. Verwendung des Ultraschalls, seine chem. u. physikal. Wrkg. auf biolog. Objekte werden geschildert u. der Wirkungsmechanismus wird erörtert. Über die wichtigsten Anwendungen in der Medizin u. die bislang gewonnenen Ergebnisse wird ein kurzer Überblick gegeben. (Dtsch. Gesundheitswes. 4. 4-7. 1/1. 1949. Rostock, Univ., Med. Klinik.) 415.4102

Ludolf Jenckel, *Über die Gesetzmäßigkeit der elektrischen Schwellenerregung von Nerven*. Vf. diskutiert krit. die HILLSche Reiztheorie über die Gesetzmäßigkeit der elektr. Schwellenerregung von Nerven u. zeigt, daß für die allg. Beschreibung der Vorgänge die Kenntnis zweier Bestimmungsgrößen, z. B. der Rheobase u. der Chronaxie, genügt, um ein vollständiges Bild der Vorgänge zu gewinnen. Der Elementarvorgang wird an einem elektr. Ersatzschaltbild erläutert, das aus einem Kondensator besteht, der mit einem Ladewiderstand in Reihe geschaltet ist; parallel dazu liegt ein weiterer Widerstand, der die Rückkehr des Syst. in den Normalzustand bewirkt. (Z. Naturforsch. 3b. 77-93. März/April 1948. Bremen, Atlas-Werke, elektromedizin. Entwickl.-Labor.) 251.4102

C. A. Tobias, P. P. Weymouth, L. R. Wasserman und G. E. Stapleton, *Einige mit dem Kernzerfall zusammenhängende biologische Wirkungen*. Der Anteil sek. ionisierender Strahlung u. der von radioakt. Prodd. des Kernzerfalls bei Einw. von Neutronenstrahlen auf den Organismus wird an Hand der Literatur diskutiert. Verss. an Mäusen erweisen den Einfl. der Kernspaltung durch langsame Neutronen in vivo: Mäuse erhalten  $^{235}U$  in Form von koll.  $UO$ , intravenös. Dieses erwies sich als weniger tox. als Uranylнитrat, seine Toxizität war jedoch von der Teilchengröße abhängig. Die Tiere erhielten  $2 mg UO_2$  intravenös u. wurden 3 Tage später mit langsamen Neutronen bestrahlt. Alle Tiere starben 3 Wochen nach der Bestrahlung, während unbestrahlte Kontrolltiere u. Tiere, die mit Röntgenstrahlen bestrahlt wurden, überlebten. Ebenso überlebten nicht mit  $UO_2$  vorbehandelte, mit Neutronen bestrahlte Tiere. Leber u. bes. die Milz der Versuchstiere waren stark verkleinert, die Keimzentren der Milz waren atroph. u. die Leber wies zahlreiche Nekrosen auf. Auch die Nieren zeigten deutliche Schäden (Nekrose in den Tubuli). Die Veränderungen des Blutbildes u. der Organe werden in einer zweiten Versuchsserie in ihrem zeitlichen Verlauf genauer studiert. (Science [New York] 107. 115-18. 30/1. 1948. Berkeley, Calif., Univ., Div. of Med. Physics, and Monsanto Chem. Co., Clinton Labor.) 120.4110

E. V. Cowdry, *Symbiose, Antibiose und Krebs*. Vf. überträgt die Anschauungen der Symbiose u. Antibiose zwischen verschied. Individuen auf das Verh. der Zellen der Vielzeller u. des Menschen. An zahlreichen Beispielen wird die Berechtigung dieser Auffassung diskutiert. Vf. erwartet, daß diese Arbeitshypothese sich fruchtbar erweist, indem sie körpereigene für die Tumorbehandlung brauchbare *Antibiotica* auffinden lehren wird. (Science [New York] 107. 101-04. 30/1. 1948. Washington, Univ., and St. Louis, Barnard Free Skin and Cancer Hosp.) 120.4160

Adolf Müller, *Strukturanaloge krebs erzeugender Verbindungen*. (Vorl. Mitt.) Verss. zur Auffindung von Antagonisten carcinogener Verbindungen. Im Hinblick auf die

Bedeutung der Methylgruppen (z. B. beim *Benzanthracen*, *Cholanthren* usw.) für die biolog. Wirksamkeit u. teilweise Möglichkeit zur Erzielung antagonist. Wrkgg. durch Ersetzen der Methylgruppen durch andere Substituenten hat Vf. eine systemat. Prüfung begonnen, wie sich die Einführung bestimmter Substituenten (außer u. neben Halogenen) bes. von Hydroxyl, der Aminogruppe u. von Phenyl statt Methyl in die für die krebs-erzeugende Wirksamkeit des 1.2-Benzanthracens wichtigen Stellungen auswirkt (Erhaltung der carcinogenen Wrkg., relative Unwirksamkeit, eventuell antagonist. Wirkung). — Weiter werden, um zu antagonist. carcinogenen Verbb. zu kommen, die Beobachtungen über die Beeinflussung der physiol. Wirksamkeit durch „Verdopplung“ des Mol. (unter Verknüpfung an den Methylgruppen) experimentell verfolgt. — Es wurden folgende neue Verbb. hergestellt: *9.10-Dichlor-1.2-benzanthracen*, F. 132—132,5°, Oxydation mit CrO<sub>3</sub> in Eisessig gibt 1.2-Benzanthrachinon-(9.10); *9.9.10.10-Tetrachlor-9.10-dihydro-1.2-benzanthracen*, F. 190° Zers., *9.10.10-Tribrom-9.10-dihydro-1.2-benzanthracen*, F. 150° Zers. (Mh. Chem. 79. 327—29. Aug. 1948. Wien, Univ., I. Chem. Labor.) 401.4160

A. Chevallier, S. Manuel und C. Burg, *Über die Oxydation des Methylcholanthrens in Gegenwart verschiedener tierischer Fette*. PAc.-Lsgg. von 10 mg Proben des Unterhautfettes von Ratten u. Meerschweinchen wurden ohne u. mit Zusatz von 37 u. 12  $\gamma$  cancerogenem *Methylcholanthren* (I) auf 8 qcm Filtrierpapier im Dunkeln bei 40° abgedunstet. Außerdem wurden die gleichen Mengen von I ohne Fett in gleicher Weise behandelt. Von den so behandelten Proben wurden die Absorptionskurven im UV bestimmt (für I bei  $\lambda = 2950 \text{ \AA}$ , für das oxydierte Fett bei  $\lambda = 2400 \text{ \AA}$ ). Von I allein sind nach 24, 48, 96 u. 216 Stdn. 3, 6, 9 u. 20% durch Oxydation (im Dunkeln) zerstört. In der Mischung von I mit dem Unterhautfett der Ratte ist die Oxydation deutlich beschleunigt. Von I sind hierbei nach 96 Stdn. 37% u. nach 243 Stdn. 75% zerstört. In der Mischung mit dem Unterhautfett des Meerschweinchens ist die Zerstörung von I noch mehr beschleunigt (nach 168 Stdn. 90%). (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 142. 382—84. März 1948.) 362.4160

Hans v. Euler und Leo Heller, *Freies Histidin im Blute normaler und tumortragender Individuen*. (Vgl. C. 1949. I. 400.) Vf. bestimmten den *Histidengeh.* im Oxalatplasma gesunder u. tumorkrankter Menschen nach der von EDLBACHER, (C. 1942. I. 1145) verbesserten PAULYSchen Diazoreaktion. Bei ähnlichen Verss. bei Ratten (dort wurde der Geh. im Serum bestimmt!) hatten die Tumortiere eine Verminderung des *Histidins* (I) um etwa 30% gezeigt (Ark. Kem., Mineral. Geol., Ser. A 24. [1947.] Nr. 37). Bei den menschlichen Fällen ergaben die verschied. Bestimmungen stark schwankende Werte, aber keine charakterist. Unterschiede zwischen kranken u. gesunden Individuen. Der I-Geh. der Erythrocyten lag rund 50% höher als der des Plasmas. (Ark. Kem., Mineral. Geol., Ser. A 25. Nr. 16. 1—10. April 1948. Stockholm, Univ., Inst. für organ.-chem. Forsch.) 273.4160

O. Hoffmann-Ostenhof und G. Rada, *Versuche zum Nachweis einer Buttersäuredehydrase im Normalserum*. (Vorl. Mitt.) Vf. können weder mit Hilfe der WARBURG-App. noch nach der Methylenblaumeth. in der THUNBERG-App. als enzymat. Standardmeth. die Existenz einer Buttersäuredehydrase nachweisen, welche von CHRISTIANI (vgl. nachst. Ref.) als wesentlicher Faktor in der Krebsgenese (als oxytropes Ferment im Normalserum mit gegenüber Krebszellen lyt. Wrkg., die durch im Blut von Krebskranken auftretenden Cholesterinbuttersäureester gehemmt wird), angesehen wird. (Mh. Chem. 78. 411—12. Mai 1948. Wien, Univ., I. Chem. Labor.) 401.4160

A. Christiani, *Bemerkungen zu der vorstehenden Arbeit von O. Hoffmann-Ostenhof und G. Rada*. (Vgl. vorst. Ref.) Vf. bringt eine Reihe von Belegen für die Richtigkeit seiner *Dehydrasethorie* u. verweist darauf, daß die physiol. auftretende Dehydrase vermutlich nur geringe Mengen Buttersäure im Normalen zu fermentieren habe; der Abbau bewegt sich nach Ansicht des Vf. in Dimensionen, die chem. durch keine bekannte Meth. erfaßt werden können, da die in Betracht kommenden Mengen unter der Ablesbarkeitsschwelle liegen. (Mh. Chem. 78. 412—15. Mai 1948. Wien-Lainz, Krankenhaus Lainz, Labor. für Krebsforsch.) 401.4160

M. Florkin, *L'évolution biochimique*. 2ème éd. Paris: Masson. 1947. (210 S.) frs. 300.

J. Maisin, *Cancer: Héritéité, Hormones, Substances Cancérigènes*. T. I. Tournai, Belgium; Paris: Casterman, S. A. 1948. (248 S.) Fr. 84.—

Forest Ray Moulton, *Approaches to Tumor Chemotherapy*. Washington: American Ass. for the Advancement of Science. 1947. (VIII+442 S.) \$ 7,75.

—, *Symposium on the use of isotopes in biology and medicine*. Madison: Univ. of Wis. (459 S.) \$ 5.—

E<sub>2</sub>. Enzymologie. Gärung.

H. G. K. Westenbrink, *Die biologische Synthese von Polysacchariden und Nucleotiden*. Zusammenfassender Vortrag über die in den letzten 20 Jahren entdeckten Enzyme u. phosphorylierten Zwischenprod. des Kohlenhydratabbaus, bes. die Rolle von Enzymen der tier. Gewebe bei der Synth. von Glykogen, Amylose, Amylopektin u. einigen Nucleotiden. (Chem. Weekbl. 44. 541—46. 25/9. 1948. Haarlem, Chem. Kring.)

198.4210

Alice M. Robinson und F. L. Warren, *Vorkommen von saure Phosphatase hemmenden Substanzen im normalen menschlichen Harn*. Bei gesunden Männern wurde die tägliche Ausscheidung von saurer Phosphatase (I) im Harn mit der Ausscheidung von 17-Ketosterinen (II) verglichen. I wurde nach BURGEN (Lancet 252. [1947.] 329), II wurde colorimetr. bestimmt. Die Menge von I nahm in einigen Fällen bei der Verdünnung des Harns zu. Harnproben einer Person zeigten bzgl. dieses Verdünnungseffektes verschied. Verhalten. Hieraus schließen Vff. auf das Vorhandensein von Hemmstoffen für I im n. menschlichen Harn, die aber noch nicht isoliert wurden. (Nature [London] 161. 397—98. 13/3. 1948. London, St. Bartholomew's Hosp., Pathol. Dep. and St. Mary's Hosp. Med. School, Physiol. Dep.)

362.4210

L. Massart und G. Peeters, *Hefezellen und basische Farbstoffe*. Atmung u. Fortpflanzung der Hefe (Bäckereihefe) werden durch bas. Farbstoffe (I) gehemmt. Die I reagieren mit den Nucleoproteiden u. Nucleotiden. Die Basophilie der Hefe beruht hauptsächlich auf dem Geh. an Ribonucleoproteiden, die mit I elektr. geladene Adsorptionskomplexe bilden. Ribonuclease hat nicht die Fähigkeit, solche Ionenkomplexe anzugreifen. (Braunweinwirtschaft 2. 180. Juni 1948. Paris.)

163.4270

Tsoo E. King und Vernon H. Cheldelin, *Pantothensäurestudien*. II. Mitt. *Der Einfluß von Glutaminsäure und Pantoinsäure auf das Wachstum der Hefe*. (I. vgl. CHELDELIN u. SCHINK, J. Amer. chem. Soc. 69. [1947.] 2625.)  $\beta$ -Alanin wird allg. als Vorläufer der *Pantothensäure* (I) beim Wachstum von Hefe angesehen, man glaubt, daß es in das vollständige Vitamin verwandelt wird durch Kuppeln mit *Pantoinsäure* (II). Untersucht wird der Einfl. von *Glutaminsäure* (III) u. II auf die Ausnutzung von I u.  $\beta$ -Alanin (IV) in synthet. Medium durch 4 Hefestämme. Das Wachstum wird erhöht durch 1 mg oder weniger III bei unter dem Optimum liegenden Konz. von I. Bei unter dem Optimum liegenden Konz. an IV wurden *Saccharomyces cerevisiae* Stamm „S.C.“ u. *S. carlsbergensis* durch III gehemmt, wogegen die Stämme LM u. 2504 gefördert werden. II fördert etwas das Wachstum von Stamm 1036 bei suboptimalen Mengen an IV, aber nicht in Ggw. von ausreichenden Mengen IV oder bei Ggw. einer beliebigen Menge I. Überschuß an II hemmt das Wachstum von allen Hefen. (Arch. Biochemistry 16. 231—38. Febr. 1948. Corvallis, Oreg., Oregon State Coll.)

266.4270

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

J. Schmitt, *Über die Verwendung von p-Aminobenzoessäure in Gonokokkennährböden*. Vf. erklärt das unterschiedliche Wachstum der Gonokokken (I) auf *Ascitesplatten* nach WERTHEIM auf Grund von Plattenserienverss. mit dem unterschiedlichen Eiweißgeh. der *Ascitesflüssigkeiten*. Vf. verwendet Blutplatten mit 5—10%ig. defibriniertem, inaktiviertem Menschenblut u. einem Zusatz von 10 cem 0,01%ig. wss. Lsg. von *p-Aminobenzoessäure* (II) (1 Liter Fleischwasser, 10 g Pepton, 5 g NaCl, 20 g Agar, pH 7,5 bis 7,6). Gleichlaufend benutzt Vf. MERCK-Standardnähragar u. Tryptosennähragar. Es wurden A- u. D-Platten nach NEUMANN (1935) angewandt. Hierbei wurden die D-Platten in einen mit CO<sub>2</sub> gefüllten Behälter gebracht. Vor dem Beimpfen wurden die Platten bedeckt 1 Stde. im Brutschrank angewärmt. Hierdurch wurden die für die Gonokokken günstigste Temp. u. der günstigste Feuchtigkeitsgeh. erreicht. Durch den II-Zusatz will Vf. nicht die Sulfonamidresistenz, die nur therapeut. Bedeutung hat, beseitigen. II ist für das I-Wachstum unbedingt erforderlich. Die Bedeutung des Kulturverf. gegenüber dem mkr. Nachw. von I wird besprochen. (Z. Haut- u. Geschlechtskrankh. Grenzgebiete 5. 388—92. 1/11. 1948. Frankfurt a. M., Univ., Dermatolog. Klinik.)

362.4310

S. Dagley, L. O. Freeman und J. O'G. Tatton, *Die Wachstumskinetik von Bact. lactis aerogenes in Gegenwart von Phenol, Alkoholen, Ketonen und Acetalen*. Nach FERGUSON (1939) hängt die physiol. Wrkg. eines Arzneimittels nicht nur von der innerlichen für das Mol. typ. Wrkg. ab, sondern auch von den physikal. Kräften, die die Verteilung des Mittels zwischen der Zelle u. ihrer Umgebung bedingen. — Die Zugabe einer Reihe n. *Alkohole* zu einer Kultur von *Bact. lact. aerogenes*, die in Ggw. von *Phenol* eine verminderte Zellteilung zeigen, verursacht eine Erhöhung der Teilungs-

geschwindigkeit bis zu einem Maximum, dem eine Abnahme folgt. Zufügen von *Ketonen* u. *Acetaten* zu einem zweiten Stamm dieses Bacteriums in Ggw. von *Phenol* ruft ein vermehrtes Wachstum u. Verkürzung der durch *Phenol* hervorgerufenen Verzögerungsperiode bis zu einem Minimum hervor. Man nimmt an, daß die Narkotica auf der Oberfläche adsorbiert werden u. dadurch das innerlich giftiger wirkende *Phenol* am Zutritt zu seinem Wirkungsfeld hindern (vgl. nachst. Ref.). (Biochemic. J. 43. Proc. IV. 1948.) 362.4310

S. Dagley, L. O. Freeman und W. R. Thompson, *Die Adsorption einer Reihe parasubstituierter geradkettiger Phenole aus Lösungen durch Bakteriensuspensionen.* (Vgl. vorst. Ref.). Dicke, gewaschene Suspensionen von *Bact. lactis aerogenes* wurden mit wss. Lsgg. geradkettiger p-substituierter Phenole geschüttelt. Die Phenolaufnahme der Zellen wurde colorimetr. bestimmt. Die Veränderungen der Aufnahme von einem Homologen zum nächsten zeigten eine Parallele zur bakterioostat. Wirkung. Es wurde berechnet, daß die je Zelle aufgenommenene Menge von nicht substituiertem *Phenol* (I) geringer ist als im gleichen Lösungsvolumen. Daraus folgt, daß das I an der Oberfläche adsorbiert wird u. nicht in die Zelle eindringt. In einem N als Ammonsalz enthaltenden Nährboden konnte die durch 0,04—0,06% I hervorgerufene Verzögerungsperiode durch Zugabe von *Glutaminsäure* u. *Melkionin* (0,008%), aber nicht durch 8 andere Aminosäuren fast aufgehoben werden. Die Zugabe von *Athylalkohol*, *Aceton* oder *Athylacetat* (II) zu mit p-n-Propylphenol geschüttelten Suspensionen verursacht in jedem Fall eine Verminderung der Phenolaufnahme der Zellen. Der Verteilungskoeffizient von I zwischen Olivenöl u. W. wird durch Ggw. von A. oder Aceton wenig beeinflusst, während die Ggw. von II die I-Aufnahme des Öls deutlich erhöht. (Biochemic. J. 43. Proc. IV. 1948.) 362.4310

H. Berry und H. S. Bean, *Baktericide Wirkung der Phenole in wässrigen Seifenlösungen.* Als wasserunlös. *Phenol* wurde 5-Chlor-2-oxydiphenylmethan (I) u. als Seife *laurinsaures Kalium* (II) benutzt. Die Löslichkeit des I in der II-Lsg. beginnt mit der Micellbildung. Die Löslichkeitskurve hat die gleiche Form, wie sie für die Löslichkeit wasserunlös. Farbstoffe in Seifenlsgg. beobachtet wurde. Die baktericide Wrkg. der I—II-Lsgg. ist eine Funktion der I-Konz. in den Micellen. Unter 0,01 Mol II fällt die Abtötungszeit für *Bact. coli* schnell. Bei 0,01 Mol II ändert sich die Kurve u. steigt schließlich bei 0,04 Mol II zu einem Maximum, um dann wieder mit steigender Konz. zu fallen. Die baktericide Wrkg. ist bei ungefähr 0,01 Mol II, wenn die Micellen mit I gesätt. sind, am größten. (Nature [London] 161. 396—97. 13/3. 1948. London, Coll. of the Pharmac. Society.) 362.4320

Friedrich Bär, *Über die Wirkung chemischer Substanzen auf Bakterien in der Diffusionsplatte (Agar-Guß-Platte).* Es wird eine große Anzahl verschied. Stoffe (*Pflanzenextrakte*, *äther. Öle*, *Chemotherapeutica*, wie *Penicillin*, *Sulfonamide*, *Salvarsan* u. a. auf der Diffusionsplatte hinsichtlich der Fähigkeit, Hemmungshöfe bei Einsaat verschied. Keime hervorzurufen, untersucht. Einzelheiten müssen im Original nachgelesen werden. (Pharmazie 3. 64—68. Febr. 1948. Jena, Univ., Hygien. Inst.) 120.4320

Harry Eagle, *Ein paradoxes Zonenphänomen bei der baktericiden Wirkung von Penicillin in vitro.* Bei Verfolgung der *Penicillin* (I)-Wrkg. in Verdünnungsreihen gegenüber verschied. Keimen lassen sich 3 charakterist. Konz. feststellen: eine Schwellkonz., bei der nur die Teilungsgeschwindigkeit herabgesetzt wird; eine Konz., bei der die Absterbe-geschwindigkeit größer wird als die Teilungsgeschwindigkeit; u. schließlich eine (meist 2—10mal größere Konz. als die Schwellkonz.), bei der maximale Absterbe-geschwindigkeit erreicht wird. Weitere, selbst 20000fache Erhöhung der I-Konz. führt zu keiner weiteren Steigerung der Absterbe-geschwindigkeit. Eine Anzahl von Stämmen (5 von 7 Stämmen von *Streptococcus faecalis*, 5 Stämme von  $\beta$ -hämolyt. Streptokokken der Gruppe A, 4 Stämme der Gruppe B u. 2 von 4 Stämmen der Gruppe C, 3 von 7 Stämmen von *Staphylococcus aureus* u. 1 von 2 Stämmen von *Staphylococcus albus*) zeigten ein „Zonenphänomen“, indem Steigerung der I-Konz. über die maximal wirksame zu einer Red. der Absterberate führte. Die die hohen Konz. überlebenden Keime hatten n. Resistenz. Auch *Penicillinase*bildg. konnte die Erscheinung nicht erklären. Das Zonenphänomen war jedoch abhängig von der Größe der Keim-insaats u. bei großer Keimzahl deutlicher. Es könnte auch in vivo eine Rolle spielen u. Mitarbeiter der Therapie erklären. (Science [New York] 107. 44—45. 9/1. 1948. Baltimore, U. S. Public Health Service, Labor. of Exper. Therapeutics, and Hopkins Univ., School of Hygiene and Public Health.) 120.4320

S. C. Pillai, T. K. Wadhvani, M. I. Gurbaxani und V. Subrahmanyam, *Beobachtungen über nitritbildende Bakterien verschiedener Herkunft und die Rolle von Protozoen bei der*

*Nitrifizierung.* Von 81 verschied. Bakterienstämmen, die aus Nähragar, Wasser, Erde, Abwässern, Kompost u. tier. Fäces isoliert wurden, bildeten 37 Stämme Nitrit (I) u. davon 16 Stämme nur I-Spuren in wss. Bodensuspensionen, Abwässern u. Kompostsuspensionen. In belüfteten Abwässern beginnt die I-Bldg. erst nach Flockung der suspendierten u. koll. Stoffe nach 24—72 Stdn. Belüftung. Sie ist abhängig von der Natur u. Konz. der organ. Stoffe u. des Impfmaterials. Die *Nitrat*bldg. beginnt nach 72—96 Stdn. Belüftung. Die I-bildenden Bakterien sind in der Natur weit verbreitet. Die durch die Bakterien allein gebildeten Mengen I sind geringer als in Ggw. der in aktiviertem Schlamm vorkommenden Protozoen *Vorticella* sp. (Current Sci. 17. 122 bis 123. April 1948. Bangalore, Indian Inst. of Sci., Dep. of Biochem.) 362.4330

B. A. Kilby, *Die bakterielle Oxydation von Phenol zu  $\beta$ -Keto adipinsäure.* Ein von HAPFOLD u. KEY (1932) aus algenhaltigem Gaswerksabwasser isoliertes gramnegatives Bacterium (vibrio) oxydiert Monophenole. Hierbei gibt die Kulturfl. eine deutliche violette ROTHERA-Reaktion. Nach Eindampfen der Kulturfl. im Vakuum bei 37° u. pH 7 wurde durch Ac.-Extraktion des angesäuerten Konzentrates zunächst *Lävulin-säure* als 2.4-Dinitrophenylhydrazon isoliert. Durch 40malige Ac.-Extraktion bei Raumtemp. u. Umkrystallisieren des Rückstandes (nach Abdest. des Ac. im Vakuum) aus Äthylacetat wurde  $\beta$ -Keto adipinsäure in weißen Nadeln, F. 119—120°, erhalten. Dies Prod. u. synthet. Säure geben die gleiche intensiv violette ROTHERA-Rk. in einer Verdünnung 1:100 000. Folgendes Oxydationsschema wird erörtert: Phenol  $\rightarrow$  Brenzcatechin  $\rightarrow$  o-Benzochinon  $\rightarrow$  1.2.5-Trioxybenzol  $\rightarrow$  5-Oxy-o-benzochinon  $\rightarrow$   $\beta$ -Keto adipat  $\rightarrow$  Succinat  $\rightarrow$  Acetat usw. (Biochemic. J. 43. Proc. V—VI. 1948. Leeds, School of Med., Dep. of Biochem.) 362.4330

John L. Yuill, *Bildung von Itacon- und Kojisäure durch eine Aspergillusart.* Die neue Aspergillusart mit gelben bis gelbbraunen Conidien wächst an der Oberfläche einer 20—25% Saccharose u. Salze enthaltenden Nährlsg. nach KARDO-SVYSOJEVA (1936) bei 28° in Ggw. von Calciumcarbonat u. bildet *Itaconsäure* (I) u. *Kojisäure* (II). Bei höheren Tempp. können mehr als 20% des angewandten Zuckers an I entstehen. I wird häufig als Ca-Salz an der Unterseite der Pilzkulturen ausgeschieden. I wurde durch C- u. H-Best. u. durch F. (163—166°) u. Misch-F. charakterisiert. (Ca-Salz 21,5% Ca.) II wurde über das unlösl. Cu-Salz isoliert. (F. 152—153°; blutrote Färbung mit FeCl<sub>3</sub>.) (Nature [London] 161. 397. 13/3. 1948. Birmingham, John and E. Sturge (Citric) Ltd.) 362.4330

C. Phillip Miller, Walter D. Hawk und Alden K. Boor, *Schutz gegen bakterielle Endotoxine durch Penicillin und seine Verunreinigungen.* Vorbehandlung von Mäusen mit 15 000 Einheiten reinem (I) oder unreinem Penicillin (II) verteilt auf 3 Gaben 20, 18 u. 2 Stdn. vor der Endotoxininjektion setzt die Toxizität von verschied. Bakterienendotoxinen deutlich herab. Das Endotoxin von *Shigella aertrycke* wurde so nach I 3mal, nach II 5mal weniger tox. gefunden, gemessen an der mittleren tödlichen Dosis. Nur einmalige Vorbehandlung oder Behandlung nach der Endotoxininjektion war weniger wirksam. Weitere Erhöhung der I- oder II-Dosis hatte keine stärkere Wirkung. II verliert durch *Penicillinase* einw. seine Wirksamkeit, wird jedoch durch nachträgliche Zugabe von I wieder voll reaktiviert. Analoges geschieht nach Hitzeinaktivierung von II. In weiteren Verss. gelang mit demselben II eine Verminderung der Endotoxintoxizität auf das 8fache. (Science [New York] 107. 118—119. 30/1. 1948. Chicago, Univ., Dep. of Med. and Health Service.) 120.4340

H. E. Carter, David Gottlieb und H. W. Anderson, *Chloromyecin und Streptothricin.* Der von Vff. aus einer Komposterde aus der Agriculture Experiment Station in Urbana isolierte antibiot. Pilz erwies sich als nahe verwandt mit *Streptomyces lavendulae*, u. das von ihnen daraus isolierte Antibioticum *Streptothricin* war ident. mit dem von den Laboratorien der PARKE, DAVIS & Co. aus einem analogen Actinomyces aus Erde von Venezuela isolierten (vgl. Science [New York] 106. [1947.] 417) *Chloromyecin*. (Science [New York] 107. 113. 30/1. 1948. Urbana, Ill., Univ.) 120.4340

William B. Castle, Maxwell M. Wintrobe und Laurence H. Snyder, *Über die Nomenklatur der Anti-Rh-Typen-Sera.* Im Auftrag des U. S. PUBLIC HEALTH SERVICE beriet der REVIEW BOARD im Oktober 1947 die Nomenklatur der *Anti-Rh-Sera*. Nach sorgfältiger Überlegung bevorzugt er die Benennungsweise nach WIENER, da sie die ältere u. allg. verständlich ist, schreibt jedoch vor, daß in Klammer die Bezeichnung nach FISHER-RACE beizufügen ist. Etiketten u. Literatur sollen auch den Test, für den das jeweilige Serum bestimmt ist, angeben. (Science [New York] 107. 27—31. 9/1. 1948.) 120.4370

Manuel F. Morales und Jean Botts, *Angenäherte Verteilungsfunktionen für die Gruppierung bestimmter Aggregate von kugelförmigen Molekülen.* Modellberechnungen

für die Gruppierung kugelförmiger Teilchen in kub. u. hexagonal dichtester u. einfacher kub. Kugelpackung. Anwendung der Ergebnisse auf das physiol.-chem. Modell der Antikörper-Antigen-Kombination. (J. chem. Physics 16. 587—91. Juni 1948. Chicago, Ill., Univ., Dep. of Physiol., Sect. of Math. Biophysics.) 283.4371

Irving Gordon und Gladys M. Gnesch, *Der Effekt der relativen Konzentration bei der Komplementbindung durch identische Mengen von Antigen und Antikörper*. Bei der Standardisierung von Antigen des Influenzavirus zeigte sich, daß bei sonst konstanten Versuchsbedingungen durch gleiche Mengen Antikörper (I) u. Antigen (II) verschieden viel Komplement (III) gebunden wird. Verss. zeigten, daß die Erscheinung darauf beruht, daß äquivalente Mengen von I u. II bei verschied. Verdünnung verschieden viel III binden, auch dann, wenn die Lsg. sofort nach Mischung von I, II u. III mit NaCl-Lsg. verd. bzw. auf ein gemeinsames Vol. gebracht wird. Es werden als Beispiel die Ergebnisse mit Pneumokokkenpolysaccharid (IV) gebracht, wo dieser Effekt ebenfalls beobachtet wurde: IV-Antiserum wird mit III versetzt; hierzu werden jeweils die gleichen Mengen, aber in verschied. Verdünnung einer IV-Lsg. gebracht, nach 15 Min. alle Proben mit physiol. NaCl-Lsg. auf das gleiche Vol. aufgefüllt, bei 3—6° 24 Stdn. aufbewahrt, rote Blutkörperchen (Schaf) hinzugegeben, bei 37° bebrütet u. der Hämolysegrad quantitativ im Colorimeter bestimmt. Es zeigte sich nun, daß die maximale Menge des gebundenen III von einem optimalen Vol. abhängt. Da alle Verss. unter den genau denselben Bedingungen durchgeführt sind, unterscheiden sie sich lediglich im Anfangsstadium durch die verschied. Zugabe von IV-Lsg. Da eine Fixierung von III nur sehr langsam, die Rk. zwischen I u. II aber sehr schnell verläuft u. deren Konz. einen Faktor darstellt, der bestimmend ist für die Zus., Menge u. Sichtbarkeit des Präcipitates, so mußte eine Hypothese zur Erklärung dieses Effektes von der Annahme ausgehen, daß die Größe der Aggregation zwischen I u. II von der Konz. u. deren Zus. abhängt. Ein analoger Effekt, die Abhängigkeit des Grades der Koagulation gleicher Mengen eines (anorgan.) Sols von der Konz. ist bereits bei Goldsol bekannt. (Science [New York] 107. 143—50. 6/2. 1943. Albany, N. Y., State Dep. of Health.) 321.4371

Rudolf Meyer, Mikrobiologisches Praktikum. Wolfenbüttel u. Hannover: Wolfenbütteler Verlagsanstalt. 1948. (90 S.) DM 6,—.

Thomas M. Rivers, Viral and Rickettsial Infections of Man. Philadelphia: J. B. Lippincott. 1948. (587 S. mit 77 Abb.) \$ 5,—.

### E<sub>4</sub>. Pflanzenchemie und -physiologie.

L. Crabalona und P. Teisseire, *Über das Vorkommen von rechtsdrehendem  $\alpha$ -Pinen im Extrakt der Immortelle (*Helichrysum angustifolium* DC) aus der Provence*. Der braune PAc.-Extrakt der vollreifen, Mitte Juni bis Mitte Juli geernteten Pflanzen liefert bei der Wasserdampfdest. 13—17% eines gelben Öls, das fraktioniert bei 33—35°/8 mm 7,2%  $\alpha$ -Pinen ergibt. Identifizierung durch Vgl. der physikal. Daten:  $K_p^{745}$  152°,  $D_4^{14}$  = 0,862,  $n_D^{20}$  = 1,4650,  $\alpha_D^{20}$  = +43°40' ( $l = 1$  dm) mit den von GILDEMEISTER u. KÖHLER (C. 1909. II. 2158) mitgeteilten Werten, Überführung in Pinonsäure vom F. 70° durch Oxydation mit  $K_2MnO_4$  in wss. Lsg. u. Darst. des Semicarbazons vom F. 220—222° nach GRANDPERRIN (C. 1936. II 4219). (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 15. 270—71. März/April 1948.) 430.4420

L. Crabalona, *Über das Vorkommen eines kristallisierten Lactons im Extrakt der Costuswurzel (*Saussurea lappa*, Clark)*. Man erhält den Extrakt durch Wasserdampfdest. der zerriebenen Wurzeln der im Tal von Kaschmir vorkommenden Saussurea lappa. SEMMLER u. FELDSTEIN (C. 1914. II. 1236. 1355) haben darin u. a. zwei bei gewöhnlicher Temp. fl. ungesätt. bicycl. Lactone, *Costuslacton*,  $C_{15}H_{20}O_2$ , u. *Dihydrocostuslacton*,  $C_{15}H_{18}O_2$ , festgestellt. Vff. haben beim Stehenlassen des Extraktes 3—5% eines kryst. farblosen Lactons folgender Daten erhalten: F. (aus PAc.) 61,5°, SZ. = 0, VZ. = 242,6, JZ. (HÜBL) = 192,3, JZ. (KAUFMANN) 325, Mol.-Gew. (kryoskop.) 224—227. Daraus u. aus den Ergebnissen der Hydrierung mit RANEY-Ni ergibt sich eine Bruttoformel von  $C_{15}H_{18}O_2$  eines bicycl. Lactons mit 3 Doppelbindungen, das bereits von UKITA (C. 1939. II. 1922) in Spuren erhalten worden ist. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 15. 357—58. März/April 1948.) 430.4420

A. Frey-Wyssling und E. Steinmann, *Die Schichtendoppelbrechung großer Chloroplasten*. (Vgl. C. 1948. I. 1415.) Vff. untersuchten die Dispersion des Gangunterschieds bei Chloroplasten von *Mougeotia* im sichtbaren Spektrum; im roten Gebiet trat selektive Lichtstreuung auf. Es wurde eine Meth. gefunden, die es ermöglicht, an einem Chloroplasten die Fixierung u. nachherige Behandlung mit verschied. Imbibitionsmitteln



zu studieren. OsO<sub>4</sub> in 2%ig. Lsg. war das am besten fixierende Mittel, Gemische von Aceton u. Methylenjodid als Imbibitionsmittel gaben die gleichmäßigsten Doppelbrechungskurven. Die aufgenommenen Schichtendoppelbrechungskurven zeigten, daß die Plastiden lamellierte Proteinmischkörper mit orientiert eingelagerten Lipoiden sind. Da die Restdoppelbrechung gering ist, können die Lipoide (30% der Plastidensubstanz) nur unvollkommen gerichtet sein. (Biochim. biophysica Acta [Amsterdam] 2. 254—59. Aug. 1948. Zürich, ETH, Pflanzenphysiol. Inst.) 273.4450

Robert M. Fink und Kay Fink, *Radiokohlenstoff und Filtrierpapier-Verteilungs-chromatographie*. Nachdem Verss. mit Radiojod <sup>131</sup>I die Brauchbarkeit der Papierchromatographie für biochem. Unterss. mit radioakt. Isotopen gezeigt hatten (vgl. FINK, DENT u. FINK, C. 1948. II. 557), haben Vff. mit dieser Meth. die Assimilation u. den Stoffwechsel der Alge Chlorella mit <sup>14</sup>CO<sub>2</sub> verfolgt. 1 mg Chlorella, in W. suspendiert, wurde in Ggw. einiger γ <sup>14</sup>CO<sub>2</sub> 4 Stdn. belichtet, überschüssiges CO<sub>2</sub> mit festem KOH entfernt u. ein Teil der Algensuspension mit 6nHCl 24 Stdn. hydrolysiert, ein anderer Teil mit heißem 80%ig. A. extrahiert. Beide Fraktionen wurden (nach Zusatz von Aminosäuren zwecks Markierung) der zweidimensionalen Papierchromatographie unterworfen, die Chromatogramme mit Phenol u. Kollidin entwickelt u. nach dem Trocknen gegen Röntgenfilme gepreßt, wobei radioakt. C-Verbb. sich durch Schwärzung verraten. Auf diese Weise wurden im Alkoholextrakt *Lipoide, Glucose, Glutaminsäure, Glykokoll, Alanin, Arginin, Valin, Prolin, Asparaginsäure, Serin, Threonin* neben 5 noch nicht identifizierten Verbb. aufgefunden. Die gleichen Substanzen konnten im Hydrolysat nachgewiesen werden, wobei radioakt. Aminosäuren u. Peptide in höherer Konz. auftraten. Eine wesentliche Absorption der β-Strahlen des <sup>14</sup>C im Filtrierpapier wurde nicht beobachtet. Die Anwendungsmöglichkeiten der „radioakt.“ Papierchromatogramme werden diskutiert. (Science [New York] 107. 253—54. 5/3. 1948. Rochester, Univ., School of Med. and Dentistry, Dep. of Radiol.) 356.4460

Roger David und Jean Séchet, *Der Einfluß der Kältbehandlung auf die Kohlenhydrate des Getreidekeimlings*. Werden Getreidekörner niedrigen Temp. ausgesetzt, so enthalten die daraus gezüchteten jungen Pflanzen mehr lösl. u. unlösl. Kohlenhydrate als die Testpflanzen. Diese Resultate erinnern an die Beobachtung, daß die Blütenbdg. bei erwachsenen Pflanzen durch Anhäufung von Kohlenhydraten begünstigt wird. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 227. 537—39. 6/9. 1948.) 273.4465

R. Guy, *Die synthetischen Phytohormone*. Vf. bespricht die Verwendung der Phytohormone (vor allem α- u. β-Naphthylsessigsäure, 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure, Indol-essigsäure, Indolbuttersäure) in der Praxis u. ihre verschied. Wrkgg. auf Wurzelwachstum, Bldg. parthenocarper Früchte, vorzeitigen Fruchtfall, Keimung der Kartoffel, Unkrautbildung. (Chim. et Ind. 60. 225—32. Sept. 1948.) 273.4485

A. Wassermann, *Adsorption von Calciumionen durch eine mit Säure extrahierte Braunalge bei fortlaufendem Durchfließen der Lösung*. *Ascophyllum nodosum* wurde 1/2 Stde. mit nHCl extrahiert. Durch die toten Zellen wurde dann (wie bei anorgan. chromatograph. Adsorptionsanalysen) eine Ca<sup>++</sup>-haltige Lsg. gesaugt. Vf. studierte die Aufnahmebedingungen u. fand, daß bei relativ hohem pH der Lsg. die Adsorptionsfähigkeit dieser Alge ähnlich der gewisser Kationen-Austauschstoffe ist. (Nature [London] 161. 562. 10/4. 1948. London, Univ. Coll., Sir William Ramsay and Ralph Forster Labor.) 273.4495

Thomas D. Waugh, *Färbung von pflanzlichem Stammgewebe durch Triphenyltetrazoliumchlorid*. Werden frische Gewebeschnitte verschied. Bäume u. Sträucher 4 bis 24 Stdn. in eine wss. Lsg. von 2,3,5-Triphenyltetrazoliumchlorid (1%ig.) gelegt, so färbt sich das Cambium rot. Bei Weidenzweigen erfolgt die Färbung schon nach 1—2 Minuten. Die Färbbarkeit verschwindet durch vorheriges Erhitzen im Wasserbad in allen Fällen. (Science [New York] 107. 275. 12/3. 1948. Boulder, Colo., Arapahoe Chemicals.) 273.4495

H. Kappert, *Die vererbungswissenschaftlichen Grundlagen der Pflanzenzüchtung*. Berlin: Paul Parey. 1949. (252 S. mit 79 Textabb.) DM 20,60.

Heinrich Walter, *Die Grundlagen des Pflanzenlebens und ihre Bedeutung für den Menschen*. Bd. 1 der „Einführung in die Phytologie“. Stuttgart (zur Zeit Ludwigsburg): Eugen Ulmer. 1947. (474 S. mit 264 Abb.) DM 15,—.

### E<sub>g</sub>. Tierchemie u. -physiologie.

Virginia M. Fiske und Nicholas T. Werthessen, *Einige Wirkungen von Stilböstrol und seinem Monomethyläther auf die immature männliche Ratte*. Vergleichende Unterss. über die Wrkgg. von Stilböstrol (I) u. seinem Monomethyläther (II) auf das Wachstum

der Samenbläschen immaturer Rattenmännchen zeigten schon bei Dosen von  $8 \gamma$  II u.  $0,5 \gamma$  I (täglich 2mal, 5 Tage lang), eine offensichtliche Wachstumsstimulierung der Bläschen. Der Prüfbereich ging bei beiden Verbb. über Dosen von  $0,5$ — $100 \gamma$ . I rief bei wiederholten kleinen Gaben in allen Fällen ein stärkeres Samenbläschenwachstum hervor als II, wogegen Einzelinjektionen der Gesamtdosen das umgekehrte Bild zeigten. In beiden Fällen war die Stimulierung des Bläschenwachstums eindeutig auf die Einw. der östrogenen Substanzen zurückzuführen. Die stärkere Wrkg. von II bei Gesamtinjektionen führen Vff. auf seine Eig. zurück, nach der Injektion neben seiner Eigenwrkg. I sukzessive freierwerden u. zur Wrkg. kommen zu lassen. Da bei wiederholten Teillinjektionen I, jedoch bei Gesamtinjektionen II die stärkere Wrkg. hatte, konnte die relative Wirkungsstärke der beiden Verbb. nicht festgestellt werden, das heißt in den beschriebenen Verss. bestimmte die Art der Verabfolgung ihre relative Wirkungsstärke. (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 92. 363—68. April 1948. Tyfts Med. School, Dep. of Physiol.) 401.4559

J. Govaerts und M. J. Dallemagne, *Einfluß von Follikulin auf den Knochenstoffwechsel, untersucht mit Hilfe von Radiophosphor,  $^{32}\text{P}$* . Tauben erhielten täglich  $0,15$  mg markierten P subcutan u. eine Diät, die  $80$  mg gewöhnlichen P pro Tag enthielt. Eine Gruppe von Tieren bekam zusätzlich  $0,25$  mg *Oestradioldiäpropionat* (*Ovocyclin P*, CIBA) täglich intramuskulär. Nach 20 Tagen wurde der Radio-P-Geh. der Knochen durch Autoradiographie u. mittels Zählrohr bestimmt. Die Knochen enthielten nach der *Follikulin*-behandlung wesentlich mehr Radio-P, bes. im medullären Teil, sowohl in den Epiphysen wie in den Diaphysen. Durchrechnung der P-Bilanz ergibt, daß nach *Follikulin*-behandlung  $13,1\%$  des P im Femur erneuert wurden, während bei den Kontrollen nur  $1,7\%$  neu eingebaut wurden. (Nature [London] 161. 977. 19/6. 1948. Liège, Univ., Labor. of Biochem., and Labor. of Nuclear Physics.) 120.4559

Melvin L. Goldman und Henry A. Schroeder, *Der unmittelbare pressorische Effekt des Desoxycorticosteronacetats*. Nach der i. v.-Injektion von  $5$  mg *Desoxycorticosteronacetat*, gelöst in  $2,5$  ccm Propylenglykol, bei je 5 Patienten mit arteriellem Hochdruck u. n. Blutdruck, kam es in der ersten Gruppe kurz danach ( $10$ — $15$  Min.) zu einem deutlichen Anstieg, in der zweiten Gruppe zu keiner oder nur geringer Wirkung. Am Venendruck, der Blutfüllung des Ohres u. dem Herzschlagvol. (gemessen mit opt. Membranmanometer bzw. photoslekt. Plethysmographen u. Ballistocardiographen), waren keine eindeutigen Änderungen zu beobachten. Leerverss. mit dem Lösungsm. Propylenglykol hatten keine Blutdruckwirkung. (Science [New York] 107. 272—73. 12/3. 1948. Washington, Univ. School of Med., Dep. of Internal Med. and Oscar Johnson Inst. and St. Louis, Barnes Hospital.) 439.4561

Fernand Caridroit, *Antagonistische Wirkungen des Adrenalins und des Thyroxins auf die Maskulinisierung des Kapannenkammes*. (Vgl. C. 1942. I. 67). Die Wrkg. von *Testosteron* ( $20 \gamma$  *Testosteronpropionat* täglich) auf das Kammwachstum von kastrierten Leghornhähnen wurde durch tägliche Gaben von  $1$  mg *Thyroxin* stark erhöht ( $5,5$  auf  $13$ ), von täglich  $0,5$  mg *Adrenalin* gebremst ( $5,5$  auf  $1,6$ ) u. durch das Gemisch  $0,5$  mg *Adrenalin* +  $1$  mg *Thyroxin* nur schwach gesteigert ( $5,5$  auf  $6,6$ ). Messung nach 5tägiger intramuskulärer Applikation der Hormone. — Vers. einer Erklärung der Befunde auf Grund der allg. Wrkg. von *Adrenalin* u. *Thyroxin* auf Stoffwechsel u. Zirkulation. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 227. 539—40. 1948.) 401.4561

O. Frese, *Über die Behandlung der Basedowschen Krankheit und der Hyperthyreosen mit Methylthiouracil*. Es wird über die Behandlung von 44 Fällen von Thyreotoxikosen mit *Methylthiouracil* berichtet. Bes. gut sprachen 21 Vollbasedowfälle an, während die übrigen Hyperthyreosen wechselnde Ergebnisse gaben. Die tägliche Dosis betrug  $0,3$ — $0,1$  g. Wöchentliche Blutkontrollen zur Feststellung eines drohenden Leukozytensturzes sind erforderlich. Nennenswerte Nebenerscheinungen wurden bei sorgfältiger Dosierung nicht beobachtet. (Dtsch. Gesundheitswes. 3. 659—62. 1/11. 1948. Halle a. d. Saale, Heilanst. Weidenplan.) 415.4562

W. Rohde, *Die theoretischen Grundlagen für die Insulinmedikation bei der akuten Poliomyelitis*. Vf. entwickelt neuartige Anschauungen über die Pathogenese der Poliomyelitis u. leitet aus diesen die Gründe für die Anwendung von *Insulin* ab. (Dtsch. Gesundheitswes. 3. 107—11. 15/2. 1948. Meiningen, Thür., Frauenbrunnen 22.) 120.4564

E. M. Alessker, *Die Einwirkung von Nicotinsäure bei Zuckerkranken*. Die Wrkg. von *Nicotinsäure* (I) auf den Zuckerspiegel im Blut wird bei 29 Zuckerkranken, 1 Patienten mit *Diabetes insipidus*, 1 mit *Nierendiabetes* u. 15 gesunden Kontrollfällen untersucht. Es werden  $200$  mg intravenös eingeführt. Bei den Gesunden wird keine Herabsetzung des Blutzuckers festgestellt, wohl aber bei den Zuckerkranken, wenn auch

schwächer als bei *Insulin*, dessen Wrkg. jedoch durch I noch verstärkt wird. 29 Zucker- kranke wurden mit I behandelt im Vgl. mit 10 unbehandelten Fällen. Am besten hat sich kombinierte Therapie mit Insulin + I bewährt, wobei die Insulindosis herabgesetzt u. die Besserung in kürzerer Zeit erzielt werden kann als ohne I. Bei leichten Fällen genügt I allein. Es wird empfohlen, ein kombiniertes Präp. zur Behandlung von Zucker- kranken darzustellen. (Терапевтический Архив [Therap. Arch.] 20. Nr. 3. 62—76. Mai/Juni 1948. Leningrad, Sanitäts-Hygien. Med. Inst., Therapeut. Klinik.) 424.4564

Hermann Steudel, *Über Nährsalze*. Vf. weist nach, daß die von LAHMANN als „Nährsalze“ bezeichneten Extraktivstoffe vegetabiler Nahrungsmittel mengenmäßig u. in ihrer Zus. für die menschliche Ernährung unbedeutend sind. Er kritisiert weiter die Berechnung der Säure- u. Basenäquivalente der Nahrung nach BERG u. spricht ihr eine Bedeutung bei Berechnungen des menschlichen Stoffwechsels ab. Das Koch- wasser von Gemüsen enthält neben unwesentlichen Mengen Aschebestandteilen zwar eine geringe Menge von *Vitaminen*, bes. B u. C. Es kann jedoch, wenn es schlecht riechende u. schmeckende Stoffe enthält, ohne Schaden für die Ernährung verworfen werden. (Med. Mschr. 2. 42—44. Febr. 1948. Berlin, Univ., Physiol.-Chem. Inst.) 120.4586

Hermann Fink, *Über den biologischen Wert des Eiweißes von Kefirpilzen im Ver- gleich zum Eiweiß der Milch, verschiedener Hefen und Schimmelpilze, sowie zum Kar- toffeleiweiß*. Inhaltlich ident. mit der C. 1948. II. 1429 referierten Arbeit. (Brauwissen- schaft 1948. 11—16. Juli. Kulmbach, Forschungsinst. für Gärungswissenschaft.) 342.4586

Wolfgang Gertler, *Über die Vigantolbehandlung des Lupus vulgaris*. Nach einer kurzen Schilderung der Vigantoltherapie (I) verschied. Formen der Hauttuberkulose, speziell des Lupus vulgaris, wird über die Behandlung von 101 Lupusfällen berichtet. 3 verschied. Dosierungen wurden gewählt, wobei mit täglichen Gaben von 40000 Ein- heiten gute Erfahrungen gemacht wurden. Klin. Erscheinungsfreiheit, die manchmal nach 50—60 Tagen zu beobachten ist, bedoutet noch nicht Heilung, wie die histolog. Unters. erweist. Eine Abheilung kann Monate bis Jahre erfordern. Die Nebenerscheinun- gen der I sowie die Wirkungsweise des Vitamin D<sub>2</sub> werden erörtert. Auffallend ist eine gewisse Parallelität zwischen I u. Diätbehandlung. Die Langwierigkeit von I wird durch die Schmerzlosigkeit des Verf., im Gegensatz zur Strahlen- u. Ätzbehand- lung, aufgewogen. (Dtsch. Gesundheitswes. 3. 730—35. 1/12. 1948. Leipzig, Univ., Hautklinik.) 415.4587

Fr. Zeller, *Die Behandlung der Hauttuberkulose mit hohen Dosen Vitamin D<sub>2</sub>*. Kurzer Bericht über auffallend günstige Erfolge der Behandlung bes. ulcerös-hypertroph. Formen des Lupus vulgaris durch hohe Dosen von *Vitamin D<sub>2</sub>* (*Vigantol forte*, eine Ampulle zu 15 mg wöchentlich, gelegentlich auch 3 Ampullen in der 1., zwei in der 2. Woche, bei Kindern u. schwächlichen Patienten alle 14 Tage eine Ampulle zu 15 mg oder alle 10 Tage eine Ampulle zu 10 mg). Zusätzliche Bestrahlungen mit der KROMAYER- schen Quarzlampe bewährten sich auch bei den übrigen Formen des Lupus. Einige Fälle werden kurz geschildert. Über die Dauerhaftigkeit des Heilerfolgs können noch keine Angaben gemacht werden. Auf die Gefahren einer Überdosierung wird hinge- wiesen. (Dtsch. med. Wschr. 73. 133—34. 12/3. 1948. Gießen, Albert-Jesonek- Krankenhaus.) 1 0.4587

F. Klinge, *Tödlich verlaufener Lupusfall nach Behandlung mit größten Vigantol- dosen*. Mitt. des Falles eines 50jährigen Patienten, der im Anschluß an Lupusbehand- lung mit *Vigantol* (150 mg innerhalb 6 Wochen) infolge Lungenembolie u. Urämie starb. Die Autopsie ergab neben schwerer Nephrose ausgedehnte Gefäßverkalkungen in den Eingeweidegefäßen. Eingehendere Schilderung der feineren Gewebsveränderun- gen wird in Aussicht gestellt. Nachdrückliche Warnung vor den Gefahren der Über- dosierung von *Vigantol*. (Dtsch. med. Wschr. 73. 136. 12/3. 1948. Mainz, Univ., Pathol. Inst.) 120.4587

D. V. S. Reddy und V. Srinivasan, *Die 2.4-Dinitrophenylhydrazinfarbreaktion von Vitamin K*. Das Verf. von NOVELLE (Science [New York] [N.S.] 93. [1941.] 358) wird ab- geändert: 1. Fettlösl. Naphthochinonderivate. 0,5—0,15 mg der in Öl gelösten Sub- stanz werden mit 0,5 ccm A. geschüttelt, dazu werden 0,1 ccm einer 1%ig. Lsg. von 2.4-Dinitrophenylhydrazin (I) in 2N HCl (II) gegeben; das Ganze wird etwa 10 Min. lang im Wasserbad von 70° erhitzt, danach gekühlt u. mit 0,3 ccm einer 20%ig. Sodalslg. unter Umschütteln versetzt u. 1 ccm Amylalkohol u. 1 ccm dest. W. zugefügt. Die grün gefärbte Amylalkoholschicht wird colorimetr. gemessen. — 2. Wasserlösl. Deri- vate. 0,5—0,15 mg Substanz werden mit 0,5 ccm W. verd., mit 0,1 ccm Reagens I

in II versetzt u. etwa 3 Min. lang im Wasserbad auf 70° erhitzt. Nach Kühlung u. Zusatz von 0,3 cem einer 20%ig. Sodalg. u. 1 cem Amylalkohol wird die grüne Amylalkoholschicht colorimetr. gemessen. Grenzkonz. 0,005 mg. Gutes Arbeiten ist gewährleistet bei Mengen von 0,05—0,15 mg Chinongeh. 4 untersuchte Handelspräpp.: *Kapilin*, *Vitaminon K*, *Synkamin* u. *Synkavit* ergaben Brauchbarkeit des Verfahrens. (Current Sci. 17. 22—23. Jan. 1948. Madura, Med. Coll., Dep. of Physiol.)

342.4587

I. Sperber, *Spezifischer und nichtspezifischer Wettstreit in der tubulären Ausscheidung*. Die Möglichkeiten eines spezif. Wettstreites in der Exkretion von Anionen u. eines unspezif. Wettstreites durch Beeinflussung der Rückresorption werden diskutiert. Intravenöse Injektion von 100—200 mg *Hippursäure* beim Huhn setzt die *Harnsäure*-ausscheidung für kurze Zeit herab. Es folgt eine leichte Steigerung der *Harnsäure*-ausscheidung. Eine Verminderung der Nierendurchblutung als Ursache der Ausscheidungseinschränkung wird dadurch unwahrscheinlich, daß die Ausscheidung von *Piperidin* unter den gleichen Bedingungen nicht beeinflusst wird. Intravenöse *Harnsäure*-injektion hemmt die Ausscheidung von *Phenolrot*, u. auch hier kann eine Änderung der Nierendurchblutung durch die Konstanz der Ausscheidung von *Methylnicotinsäureamid* ausgeschlossen werden. Beim Menschen kommt spezif. neben unspezif. Wettstreit in der Ausscheidung vor, indem neben der Ausscheidungshemmung von *Harnsäure* auch eine unspezif. Hemmung der Rückresorption durch *Hippursäure* oder *Dio-drast* eine Rolle spielt. (Nature [London] 161. 236—37. 14/2. 1948. Upsala, Royal Coll. of Agric.)

120.4597

E. Gehrcke, *Neue Versuche über Farbsehen*. Ausgehend von bekannten Verss. über die Erzeugung subjektiver Farben mittels der BENHAMSchen Scheibe bringt Vf. eine Anzahl von Ausführungsformen für die Gestaltung der schwarzen u. weißen Teilflächen dieser Scheibe, mittels deren bei langsamer Rotation (ca. 1—3 pro Sek.) u. bei Beleuchtung mit monochromat. Licht (Na,  $\lambda = 589 \text{ m}\mu$ ) je nach Gestaltung die Farbeempfindungen der 4 Urfarben Rot, Blau, Grün u. Gelb, dazu noch Weiß u. Schwarz, hervorgerufen werden können. Vf. weist darauf hin, daß sich die Erscheinungen nicht dadurch erklären lassen, daß die Farbeempfindung an drei oder vier Arten von Netzhautelementen gebunden sei, die jedes für sich gereizt werden müssen, u. schließt daraus, daß ein besonderes Organ außerhalb der Netzhaut im Gehirn für die Farbeempfindung besteht (primäres Schzentrum?). Zuletzt zählt Vf. sechs Möglichkeiten der Entstehung von Farbeindrücken auf. (Ann. Physik [6] 2. 345—54. 1948. Jena.)

378.4597

Albright and Reifenstein, Parathyroid Glands and Metabolic Bone Disease. Baltimore: Williams & Wilkins. 1948. (424 S. mit 157 Fig.) § 8.—

Frank A. Gilbert, Mineral nutrition of plants and animals. Norman: Univ. of Okla. Press. 1948. (143 S.) § 2,75.

E. Grafe, Diabetes und Tuberkulose. Stuttgart: Georg Thieme. 1948. (51 S. mit 4 Kurven u. 12 Tab.)

K. Scharrer, Die physiologisch-chemischen Grundlagen der tierischen Ernährung. Minden (Westf.): Aug. Lutzeyer. 1948. (72 S.) DM 2,40.

Nicolas Taptas, Respiration et machine humaine. Paris: Libr. Le François. 1947. (221 S. mit 56 Abb.)

## E<sub>6</sub>. Pharmakologie. Therapie. Toxikologie. Hygiene.

Karl Lembaech, *Über baktericide Wirkung von Sonnenblumen-, Ricinusöl und Lebertran*. (Vgl. C. 1948. II. 871.) Eine baktericide Wrkg. gegenüber gewöhnlichen Eitererregern (*Staphylococcus aureus*, *albus* u. *citreus*, *Streptococcus pyogenes*) sowie gegen *Coli* war nach Einsaat in *Lebertran* (I), *Sonnenblumenöl* (II) oder *Ricinusöl* (III) bei I nach 2 Stdn. nachweisbar u. nach 4 Stdn. vollständig, bei II nach 4 Stdn. nachweisbar u. nach 8 Stdn. vollständig, bei III erst nach 24 Stdn. nachweisbar. Die Wrkg. wurde durch 2std. Halten der Öle beim Kp. nicht aufgehoben u. ist daher nicht durch *Vitamin A* oder *D* bedingt. Morpholog. oder färber. Änderungen der Keime treten auch bei längerem Aufenthalt in den Ölen nicht ein. Abwaschen mit 5%ig. A. stellt die Lebensfähigkeit der Keime nicht wieder her. Im Oberflächenvers. u. in Mischungen von Bakterienschwemmungen in W. mit den Ölen trat die Wrkg. langsamer ein. Infektionsverss. an Mäusen mit Streptokokken zeigten lebensverlängernde u. lebenserhaltende Wrkg. von gleichzeitig injiziertem I. II kann als Ersatz von I zur Salbenbehandlung von Wunden empfohlen werden. (Med. Mschr. 2. 50—51. Febr. 1948. Hochheim, Labor. für Blut- u. Serumforsch.)

120.4619

H. Dennig, *Der heutige Stand der praktischen Sulfonamidanwendung*. Die besten *Sulfonamide* sind *Sulfathiazol* u. *Sulfapyrimidin*, es folgen in geringem Abstand *Albucid* u. *Globucid* u. in weitem Abstand *Sulfanilamid*. Überholt wegen schlechter Verträglichkeit sind *Eubasin* u. *Prontosil*. Anaerobier werden nicht durch Sulfonamide, sondern

durch *Marbadal*, das in dem Kombinationspräp. aus *Methylsulfapyrimidin* u. *Marbadal* enthalten ist, beeinflusst. Letzteres scheint bes. bei Lungenabszessen u. auch bei einigen Fällen von Endocarditis lenta erfolgreich. Ein endgültiges Urteil über seine allg. Überlegenheit ist noch nicht möglich. Prüfung des reinen *Methyldebenals* bei Pneumonie wäre erwünscht. Ausreichende Dosierung der Sulfonamide (10 g am 1. Tag, 6 g an den 3 folgenden Tagen u. 4 g durch einige Tage nach der Entfieberung) ist wesentlich. Darreichung alle 6, besser alle 4 Stunden. Injektionen sind weniger zweckmäßig. Hauptindikationen: kruppöse Pneumonie, Pleuraempyeme, Meningitis epidemica, Sepsis, Lungenabszesse, Coli- u. Ruhrinfektionen, infektiöse Erkrankungen der Gallenwege u. des Urogenitaltraktes, Gastroenteritiden u. Durchfallserkrankungen bei *Achyilia gastrica*. Beiletzteren ist auch *Sulfaquamidin* zweckmäßig. Sulfonamide sind nicht anzuwenden bei Grippe, Mumps, Schnupfen oder einfacher Angina, sowie bei nicht komplizierten Viruserkrankungen, ferner bei Leber- u. Nierenschäden. Die Nebenwrgg. werden kurz besprochen. (Dtsch. med. Wschr. 73. 131—33. 12/3. 1948. Stuttgart, Karl-Olga-Krankenhaus.) 120.4619

P. Eggers, *Die Pneumonie im Röntgenbilde bei Behandlung mit Sulfonamiden*. Bei 86 Kranken wurde die Lsg. lobärer Pneumonien nach Behandlung mit *Sulfonamiden* (*Eubasin*, *Globucid*, *Cibazol*, *Eleudron*, *Tibatin*) röntgenolog. verfolgt. Sie erfolgte bei jugendlichen Patienten (bis 25 Jahre) bevorzugt nach dem 2. Lösungstyp nach JAKSCH u. ROTKY u. war mit dem 14. bis 25. Krankheitstag beendet, also deutlich verkürzt. Bei den älteren Patienten war die Lsg. jedoch deutlich verlängert (5—7 Wochen, gelegentlich bis zu 77 Tagen) u. häufig nicht nach den Lösungstypen nach JAKSCH u. ROTKY zu klassifizieren. Nach am 10. Krankheitstage einsetzender unregelmäßiger Aufhellung der vorher homogenen Verschattung bildeten sich Aufhellungen aus, die tuberkulösen Kavernen täuschend ähnlich sahen. Sie verschwanden im weiteren Verlauf des Lösungsprozesses. Einschmelzung von Lungenwebe kam dabei nicht vor. (Hippokrates 19. 61—67. März 1948. Halle-Wittenberg, Martin-Luther-Univ., Med. Klinik u. Hamburg, Allg. Krankenhaus Heidelberg.) 120.4619

K. A. Bock, *Typhusbehandlung mit Sulfonamid-Pyrifer und Bluttransfusion*. Bei einer Typhusepidemie 1947 ergab eine *Cibazol-Badional-Pyrifer*-Therapie günstige Resultate. Von 128 Fällen mit schwerem Typhus abdominalis reagierten 57 mit schneller, bleibender Entfieberung nach einmaliger Behandlung, 23 erforderten eine Wiederholung u. 48 zeigten nur eine vorübergehende eintägige Entfieberung. Wo die Pyrifertherapie nicht angezeigt erschien, konnten mit wiederholten Transfusionen von Rekonvaleszentenblut oder mit solchem von akt. Immunisierten günstige Erfolge erreicht werden, auch in Fällen, wo die kombinierte Sulfonamid-Pyrifer-Behandlung versagt hatte. (Dtsch. Gesundheitswes. 3. 763—66. 15/12. 1948. Erfurt, Städt. Krankenanstalten, Med. Klinik.) 415.4619

E. Weysser, *Zur Differentialtherapie mit Supronal (De-Ma)*. Eingehender klin. Bericht über 9 mit *De-Ma* behandelte Krankheitsfälle (3 Mißerfolge, 5 Erfolge, ein zweifelhafter Fall, ein Todesfall). Vf. hat den Eindruck, daß das Präp. noch wirksam ist, wenn andere Sulfonamide versagen. Allerdings gelang die Heilung einer Lenta-sepsis nicht. Bei 3 Kranken war Unverträglichkeit von seiten des Magens sehr störend. Dosierung 3 Tage täglich 10 g, dann täglich 3 g. (Hippokrates 19. 67—73. März 1948. Stuttgart, Robert-Bosch-Krankenhaus.) 120.4619

Ingeborg Hellwig, *Erfahrungen von Supronal*. Von 44 Fällen, die mit *Supronal* behandelt wurden, sprachen 29 sehr gut an. Vor allem reagierten frische u. akute Pyelitiden u. Cystitiden, frische Pneumonien, postoperative Parotitiden ausgezeichnet, während schwere chron. Infektionen sich nur kurzfristig oder überhaupt nicht besserten. Neben der relativ guten Verträglichkeit per os steht als recht günstig die rektale Anwendungsform. (Dtsch. Gesundheitswes. 3. 74—41. 1/12. 1948. Jena, Univ., Chirurg. Klinik.) 415.4619

Martin Kressmann, *Über die therapeutischen Wirkungsgrenzen von „De-Ma“ bei Gonorrhöe (Debenal-M-Marbadal)*. Eine *Penicillinmangelsituation* gab Gelegenheit, 77 Gonorrhöefälle mit *De-Ma* (dessen Eigg. u. Pharmakologie kurz besprochen werden) zu behandeln. Von 31 Frischfällen männlicher u. weiblicher Gonorrhöe heilten beim ersten Stoß 22,8, beim 2. 48,4% unter ausschließlicher *De-Ma*-Behandlung. Von 24 chron. Fällen heilten unter Kombination mit *Olobintlin* 79,1%, von weiteren 18 Fällen in Kombination mit *Pyrifer* 77,7%. Die *De-Ma*-Dosierung wurde nicht gleichmäßig gehandhabt. Es wurden Behandlungsschemen mit absteigender Dosierung von 40 g in 4 oder 5 Tagen u. von 45 g in 4 Tagen angewendet. Unangenehmere Nebenerscheinungen (Erbrechen, Kopfschmerzen) wurden bei 3 Fällen, leichtere (Kopfschmerzen, Übelkeit) bei 14 Fällen beobachtet. *NaHCO<sub>3</sub>* u. *Belladonna-Neutrale* wirkten hier günstig.

Alle Versager der *De-Ma*-Behandlung wurden nachträglich mit *Penicillin* geheilt. (Z. Haut- u. Geschlechtskrankh. Grenzgebiete 4. 374—82. 15/5. 1948. Erlangen, Univ., Hautklinik.) 120.4619

W. Grosch, *Zur Penicillinresistenz der Gonorrhöe*. Red. der *Penicillin*(I)-Dosis von 200 000 auf 100 000 Einheiten hatte eine Zunahme der Versager von 1,6 auf 18,9% beim I. Behandlungsstoß der männlichen Gonorrhöe zur Folge. Die Versager werden nach HÖDE in 5 Gruppen (diagnost. Irrtümern, Neuinfektion, Kunstfehler, Konstitutionsversager u. echte I-Versager) eingeteilt. Die ersten beiden Gruppen wurden durch die Verkleinerung der I-Dosis nicht beeinflusst, echte I-Versager konnte Vf. ebenso wie HÖDE auch nicht feststellen. Als techn. Fehler können zu kurze Injektionsnadeln, längeres Aufbewahren der Injektionslsgg. neben den sonst bekannten techn. Fehlermöglichkeiten eine Rolle spielen. Als konstitutionelle, die Heilung nachteilig beeinflussende Faktoren kommen zusätzliche unspezif. Infektionsherde (vielleicht durch Ablenkung des I) in Frage, während spezif. Komplikationen meist nicht ungünstig wirken. Frische Nebenhodenkomplifikationen wirken allerdings auf die Heilungsaussichten verschlechternd, u. man sollte erst durch unspezif. Maßnahmen die Entzündung beeinflussen u. erst dann mit der I-Behandlung beginnen. Ausbildg. anatom. Veränderungen durch chron. Komplikationen wirkt ebenfalls nachteilig u. kann durch Hyperämie, durch Diathermie oder *Arthigon*-Behandlung vor Einsetzen der I-Behandlung ausgeglichen werden. Kombinierte *Sulfonamid*-I-Behandlung kann von Nutzen sein. Kranke mit allg. konstitutioneller Schwäche (vielleicht Schilddrüsenunterfunktion) neigen manchmal zu Rezidiven. (Z. Haut- u. Geschlechtskrankh. Grenzgebiete 5. 421—29. 15/11. 1948. Darmstadt-Eberstadt, Städt. Hautklinik.) 120.4619

Fuchs, *Penicillinbehandlung einer Sepsis mit Schleimhaut- und Darmnekrosen auf der Grundlage einer Salvarsanagranulocytose*. Schwere im Verlauf einer *Salvarsan*-Behandlung bei Lues aufgetretene Agranulocytose mit ulceröser Angina u. sept. Allgemeinerkrankungen, sowie mit nekrotisierender Vaginitis u. Proctitis heilte unter 1,2 Millionen Einheiten *Penicillin* MADAVS (alle 3 Stdn. 50000 Einheiten) rasch ab. Da auch der Partner der Patientin unter der *Salvarsan*-Behandlung eine Agranulocytose bekam, schließt sich Vf. der Ansicht an, daß die Spirochäte für die Genese der Agranulocytose nach *Salvarsan* eine zusätzliche Rolle spielt. Alle beobachteten *Salvarsan*-agranulocytosen traten bei Lues II-Behandlungen auf. (Z. Haut- u. Geschlechtskrankh. Grenzgebiete 4. 363—64. 15/5. 1948. Chemnitz, Städt. Hautklinik.) 120.4619

F. Lettow, *Indikationsstellung, Erfolge und Mißerfolge der Penicillinbehandlung in der Orthopädie (besonders bei chronisch fistelnden Knochen- und Gelenkkrankheiten)*. Durch Allgemeinbehandlung mit Gaben von 20000 bis 100000 Einheiten 3stündlich intramuskulär oder durch lokale Behandlung mit Lsgg. mit 1000 bis 5000 Einheiten *Penicillin* im cem lassen sich bei banalen u. bei tuberkulösen, mit empfindlichen Keimen mischinfizierten Prozessen beachtliche Erfolge erzielen. Bei chron. Fällen gestattet die bakteriolog. Diagnose u. Best. der Penicillinempfindlichkeit der Keime den Erfolg vorauszusagen, bei bedrohlichen akuten Zuständen kann allerdings der bakteriolog. Befund nicht abgewartet werden. Auch die prophylakt. Anwendung von *Penicillin* bei Operationen osteomyelit. Zustände bewährt sich. (Dtsch. Gesundheitswes. 3. 97—100. 15/2. 1948. Berlin-Dahlem, Oskar-Helene-Heim.) 120.4619

Albert Erhardt, *Die chemotherapeutische Prüfung von Wurmmitteln*. Zusammenfassende Darst., in der nach Schilderung der Unzulänglichkeiten von in vitro-Verss. bei der Prüfung von Wurmmitteln die Testierung am infizierten Tier gefordert wird. Geeignete Tierverss. für die verschied. Parasiten u. ihre Technik werden besprochen. Zahlreiche einschlägige Literaturangaben. (Pharmazie 3. 49—58. Febr. 1948. Heidelberg, Univ., Pharmakol. Inst.) 120.4620

G. Scheid, H. Mendheim und M. Spenkuch, *Erfahrungen mit dem neuartigen Oxyurenmittel Fedoxyn*. *Fedoxyn*, ein neues Wurmmittel der SOLVAT-CHEMIE GMBH., München, erwies sich in einer Dosierung von 625 mg des „terpenartigen Wirkstoffes“ (bei Kindern entsprechend weniger) durch 4 Tage bei gleichzeitiger schlackenarmer Ernährung als vollkommen unschädlich. Der schwer zu beurteilende Erfolg ist sehr von anschließendem gutem Abführen abhängig, im ganzen jedoch zufriedenstellend. (Med. Mschr. 2. 44—45. Febr. 1948. München, Univ., Med. Klinik u. Kinderpoliklinik.) 120.4620

J. Oehme, *Klinische Behandlung von Durchfallsstörungen mit Betasan*. *Betasan* ist ein von der Firma DEUBEL, Leipzig hergestelltes *Pektin*präp., das aus Abfällen der Zuckerrübenverarbeitung gewonnen wird. Vf. hat 3 Verarbeitungsproben, die sich durch Vermahlungsgrad u. Süßstoffzusatz unterschieden, auf ihre klin. Wirksamkeit bei

Dyspepsien u. Intoxikationen von Säuglingen untersucht. Mit einer 5%ig. Lsg. wurden rasch geformte Stühle erzielt. Bei ambulanten Fällen genügte der Zusatz zur Normalkost. Eine entgiftende Wrkg. bei tox. u. subtox. Zuständen war nicht nachweisbar. (Dtsch. Gesundheitswes. 3. 115—17. 15/2. 1948. Leipzig, Univ., Kinderklinik.)

120.4621

O. H. Sigmund, V. L. Nash und H. R. Granger, *Die vasopressorische Wirksamkeit einiger neuer, oral wirkender sympathicomimetischer Amine*. An Hunden in Pentothalnarkose wurde die wss. Lsg. der zu untersuchenden Stoffe in die Vena Femoralis oder direkt in das Lumen des Duodenum gespritzt. Nicht narkotisierten Tieren wurden die Verbb. per os gegeben. Die Herzfrequenz wurde durch Auskultation gemessen. Es wurden folgende Verbb. auf Blutdruckwrkg. untersucht: 1-(*m*-Oxyphenyl)-2-aminopropanolhydrochlorid (I); 1-(*p*-Oxycyclohexyl)-2-aminopropanhydrobromid (II); das *N*-Methylhomologe (III) von II; *d*-Isomeres von 1-Cyclohexyl-2-methylaminopropan (IV) u. das *l*-Isomere (V) von IV. I war bei intratestinaler Gabe am wirksamsten. (2,0 mg/kg führten zu einem Blutdruckanstieg von +76 mm Hg von 90 Min. Dauer.) IV war bei gleicher Applikation am wenigsten wirksam (5 mg/kg = Blutanstieg von +34 mm Hg von über 77 Min. Dauer.) Die Zahlen für die anderen Stoffe: II: 3 mg/kg Blutdruckanstieg von +42 mm Hg. III: 3 mg/kg Blutdruckanstieg +34 mm Hg. V: 3 mg/kg Blutdruckanstieg +46 mm Hg. Verglichen wurde mit *Propadrin* als Standard (1 mg/kg Blutdruckanstieg +31 mm Hg 67 Min. lang). Durch orale Gabe bei nicht narkotisierten Tieren wird mit 0,5 mg/kg I Blutdruckanstieg von 34 mm Hg nach 80 Min. erreicht. Der Unterschied der Isomere IV u. V (vgl. oben!) ist hier verschwunden. Die Toxizität (LD 50) beträgt bei intraperitonealer Injektion an Mäusen für I 440 mg/kg, für II 1000 mg/kg u. für III 580 mg/kg, von IV u. V werden 75 u. 73 mg/kg benötigt. Die *p*-Oxy-Gruppe in III vermindert die Toxizität gegenüber IV u. V beträchtlich. Alle Stoffe außer I haben zentralnervöserregende Eigenschaften. I hat bis 80 mg/kg keine deutliche Wirkung. Auffallend ist hier, daß V bedeutend wirksamer als die *d*-Verb. ist. (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 92. 207—13. März 1948. Detroit 31, Mich., Pharmacol. Res. Labor. Frederick Stearns and Co., Div. of Sterling drug Inc.)

441.4623

Ernst Fuchs, *Über die Wirkung des Coffeins auf den Blutdruck des gesunden Menschen*. Fortlaufende unblutige Messung des arteriellen Drucks am Menschen mit der Meth. von WAGNER. Es wird der Einfl. von *Coffein* nach intravenöser, intramuskulärer (0,1—0,2 g *Coffeinbase* in Form der üblichen Doppelsalze) oder peroraler Anwendung (0,3—0,5 g) untersucht. Nach intravenöser Gabe wird kurzdauernde geringe Drucksenkung mit leichter zentral bedingter Bradycardie u. Abnahme der Blutdruckamplitude (erklärt durch Minderung des Schlagvol. als Folge von Drosselung der Lungendurchblutung) beobachtet. Leichte Drucksteigerungen treten im Anschluß an die Senkung (vielleicht teilweise durch überschießende Gegenregulationen zu erklären) oder auch ohne vorangehende Drucksenkung nach intramuskulärer oder peroraler Gabe auf. Das Verh. der TRAUBE-HERINGSCHEN Wollen u. der Dierotie läßt vermuten, daß die Wrkg. nach intramuskulärer u. peroraler Gabe vorwiegend auf verstärkte arteriomotor. Schwankungen in der Peripherie zurückzuführen ist, während Drucksteigerungen nach intravenöser Gabe durch direkte ionotrope Wrkg. auf das Herz zu erklären wären. (Med. Mschr. 2. 46—50. Febr. 1948. München, Univ., Physiol. Inst.)

120.4623

E. P. Johnson, *Stickstofflose bei Hühnerleukose*. Behandlungsverss. mit den beiden Stickstofflostverb. *Methyl-bis-( $\beta$ -chloräthyl)-amin* (I) u. *Tris-( $\beta$ -chloräthyl)-amin* (II) bei experimenteller, durch den Beltsville Stamm A des Leukosevirus hervorgerufener Hühnerleukose. Die Mehrzahl der im Alter von einer Woche intravenös oder intraperitoneal infizierten Tiere entwickelte in 4—6 Wochen eine akute erythrogranuloplast. Leukose, während die übrigen an der chron. visceralen Form unter enormer Vergrößerung von Milz, Leber u. anderer visceralen Organen erkrankten oder die nervöse Form der Erkrankung mit Infiltration der Nerven u. dadurch bedingten Lähmungen entwickelten. 3—5 mg von I oder II intravenös je kg bewirkten schon leichte tox. Erscheinungen (Speichelfluß, Durchfall). II war etwa doppelt so giftig wie I. 2 mg I oder 1 mg II je kg bewirkten Schrumpfung der Milz, Degenerationen im Knochenmark u. allg. Atrophie des Lymphgewebes in verschied. Organen. Bei den behandelten Leukosetieren verschwanden die unreifen Zellformen aus dem Blutbild, die patholog. vergrößerten Organe wurden verkleinert. Heilungen wurden bei Behandlung von 19 Tieren mit I erzielt bei 3 mit leukäm. Form der Erkrankung, bei 6 mit Neurolymphomatose u. bei 2 mit der visceralen Erkrankungsform, bei Behandlung von 14 Tieren mit II bei 2 Tieren mit der leukäm. Form. Von 7 visceralen Spontanerkrankungen wurde ein Tier durch II vollkommen geheilt, 2 wurden vorübergehend gebessert. Ver-

besserung der Behandlungstechnik dürfte die Resultate günstiger gestalten. (Science [New York] 107. 40—42. 9/1. 1948. Blacksburg, Va., Virginia Agricult. Exper. Station, Sect. of Animal Pathol.) 120.4628

Hans Vollenweider, *Cholagoga und Choloretica. Zur Therapie der Gallenblasen- und Gallenwegserkrankungen.* Übersichtsbericht. (Süddtsch. Apotheker-Ztg. 88. 262—65. 15/9. 1948. Cannstadt.) 306.4628

Herbert Oelmeyer, *Novocainblock bei Asthma bronchiale.* Vf. diskutiert die Empfehlungen von KADEN (vgl. C. 1948, I. 1139). Er möchte wegen der möglichen Gefahren die operative oder durch *Novocain*blockierung erzielte Ausschaltung des Ganglion stellatum nur auf bestimmte, durch die üblichen Behandlungsmethoden nicht beeinflussbare Fälle beschränkt wissen. Unbedenklicher u. meist gut wirksam ist die intravenöse Behandlung mit *Impletol*, die bei Fällen mit Herzmuskelschädigung zweckmäßig durch gleichzeitige Anwendung von *Strophanthin* ergänzt wird. Die Injektionen werden 2- bis 3mal wöchentlich, gelegentlich auch täglich verabreicht u. sind sehr langsam durchzuführen. Nach 6 Spritzen Pause von einigen Wochen. (Dtsch. Gesundheitswes. 3. 119—20. 15/2. 1948. Erfurt, Sophienstr. 2.) 120.4628

A. Frank, *Herpes Zoster bei chronischer myeloischer Leukämie.* Nach kurzer Diskussion der Pathogenese der Herpes zoster wird die Schilderung eines Falles einer chron. Myelose wiedergegeben, bei dem es nach Behandlung mit *Urethan* unter gleichzeitigem Auftreten einer myeloblast. Phase im peripheren Blut zu einer ausgedehnten hämorrhag. Herpes zoster kam. Prodromalerscheinungen, Fieber u. Schmerzen fehlten. (Dtsch. med. Wschr. 73. 119—20. 12/3. 1948. Göttingen, Univ., Med. Klinik.) 120.4628

O. Dietz, *Ein Beitrag zur Behandlung der Alopecia areata.* Die Deutungsverss. der Alopecia areata werden krit. besprochen. Der Annahme von vasomotor. Störungen wird dabei der Vorzug gegeben. Dafür sprechen erfolgreiche Behandlungsverss. mit *Acetylcholin*. Vf. konnte diese bei 15 Fällen bestätigen (2mal wöchentlich zahlreiche Intracutanquaddeln mit je 0,1 ccm 2%ig *Acetylcholin* ROCHÉ u. zusätzlich UV-Strahlungen). Bei 4 trat nach 2 Wochen, bei 8 nach 3 Wochen u. bei 3 nach 5 Wochen wieder Behaarung auf. (Z. Haut- u. Geschlechtskrankh. Grenzgebiete 5. 446—47. 15/11. 1948. Berlin, Krankenhaus der Polizei.) 120.4628

Wolfgang Nobis, *Über die Behandlung spitzer Condylome mit Podophyllin.* Nach kurzer Schilderung der Nachteile der üblichen chirurg. oder medikamentösen Behandlung spitzer Condylome wird über sehr gute Erfolge mit folgender Behandlungstechnik bei 25 Fällen berichtet: nach Bad u. Pinselung mit 2%ig. *Pantocain* wird eine sorgfältige Pinselung mit 25%ig. Lsg. von *Podophyllin* in A. vorgenommen. Nach 12 Stdn. auftretende Schmerzen können durch neuerliche *Pantocain*pinselung oder auch durch neuerliches Bad, das an sich zweckmäßig ist, bekämpft werden. Bei größeren Condylomen Wiederholung des Behandlungsturnus in 48std. Intervallen. Bei größerer Ausdehnung ist stationäre Behandlung für 2—3 Wochen nötig. Bettruhe auf alle Fälle angezeigt. (Z. Haut- u. Geschlechtskrankh. Grenzgebiete 5. 525—28. 15/12. 1948. Berlin-Britz, Krankenhaus.) 120.4628

H. E. Kleine-Natrop, *Die therapeutische Wirkung von Kupfersalzen bei der experimentellen Meerschweinchen-trichophytie.* Verss. mit einem Kupferpräp. [*Mykosan-Tetrol-cupricarbonat* bzw. *bas. Kupfer (II)-carbonat*] zur Behandlung der Meerschweinchen-trichophytie ergaben einen gemilderten Verlauf u. Heilungsbeschleunigung um 8 bis 10 Tage. (Arch. Dermatologie Syphilis 187. 114—25. 1948. Kiel, Univ., Hautklinik.) 130.4628

C. Moncorps, *Zur Frage der toxikologischen Wirkung des Tetrachlorkohlenstoffes.* Hinweis auf die Möglichkeit der frühzeitigen Erfassung feinerer neurolog. Störungen mittels Chronaxieunterss. bei Tetrachlorkohlenstoffschädigungen. Per inhalationem traten bisher trotz begünstigender Bedingungen keine Intoxikationen auf, dagegen Rauschzustände bei Verwendung als Anthelminticum. Mit Tetrachlorkohlenstoff zubereitete Teer- u. Cignolinlsgg. zeigen gegenüber acetonhaltigen bessere Verträglichkeit ohne Gefahr tox. Nebenerscheinungen. (Z. Haut- u. Geschlechtskrankh. Grenzgebiete 5. 297—98. 1/10. 1948. Münster/Westf., Univ., Hautklinik.) 439.4650

Hans Schwab, *Psychische Störungen bei Triorthoresylphosphatvergiftung.* Kurzer klin. Bericht über das Auftreten einer rasch vorübergehenden exogenen Psychose bei 2 Fällen im Anschluß an *o-Trikresylphosphat*vergiftung durch vergällten Alkohol. Vers. einer Erklärung durch tox. Hirnschädigung. (Dtsch. med. Wschr. 73. 124—25. 12/3. 1948. Frankfurt a. M., Univ., Nervenklinik.) 120.4650

H. Habermann, *Das spastische Syndrom bei der o-Trikresylphosphatvergiftung.* Kurzer klin. Bericht über einige Fälle von *Trikresylphosphat*(I)-Vergiftung durch in



„Speiseöl“ unklarer Herkunft zubereitete Kartoffelpuffer. 4 Fälle bei jugendlichen Patienten werden bes. wiedergegeben. Bei ihnen entwickelten sich 8—15 Monate nach der I-Vergiftung deutliche Zeichen einer Läsion der Pyramidenbahn. Anderweitige Erklärungsverss. der beobachteten Erscheinungen werden abgelehnt. Vielleicht sind jugendliche Kranke für diese Art der Schädigung durch I bes. empfindlich. Die Differentialdiagnose gegenüber der amyotroph. Lateralsklerose wird besprochen. (Dtsch. med. Wschr. 73. 122—24. 12/3. 1948. Göttingen, Univ., Nervenklinik.) 120.4650

**Emil von Skramlik**, *Vergleichende Untersuchung über die Giftigkeit des Nicotins*. Unters. der Giftwrgk. des *Nicotins* (I) an Wassertieren: Amphibien, Fischen, Amphioxus, Manteltieren, Insektenlarven, Krebson, Weichtieren, Würmern u. Hohltieren unter konstanten Versuchsbedingungen (rac. I, reinst, MEROK, bestehend aus gleichen Anteilen der beiden Stereoisomeren des I, in gepufferter wss. Lsg., die auf das  $p_H$  des W. abgestimmt wird). Die Konz. der I-Lsg., die zu einer schweren, aber nicht tödlichen Vergiftung führt, schwankt im Verhältnis 1:10<sup>4</sup> bis 10<sup>5</sup>. Starke Abwehrkrk. der Tiere: Fluchtbewegungen, Abschluß der Körperöffnungen, Ausstoßung des Giftes aus Magen- u. Darmkanal, starke Schleimabsonderung der Haut, vielfach Einstellung der Flimmerbewegungen u. dadurch der Kiementätigkeit sowie Einschränkung des Kreislaufs. Die Herzstätigkeit wird geschwächt, Gefäße erfahren vielfach maximale Zusammenziehungen, quergestreifte Muskeln werden kontrahiert. Da Kiementätigkeit u. Kreislauf nicht entbehrt werden können, kommt es noch während der Gifteinwirkung zu einer Wiederaufnahme ihrer gedrosselten Funktionen, wodurch es zur Weiterverbreitung des Giftes kommt. Bes. stark wurden die zentralnervösen Mechanismen geschädigt, die anfangs stärkstens erregt u. dann gelähmt werden. — Nachwrgg.: Änderung der Herzform, schwere Schädigungen, oft Schwund der Kiemen, teilweise Abstoßung von Körperteilen. — Adaption u. Kumulierung von I im Organismus konnten nicht nachgewiesen werden. — Umfangreiche Literatur. (Z. vergleich. Physiol. 31. 149—226. 1/11. 1948. Jona, Friedr.-Schiller-Univ., Tabakwiss. Inst.) 401.4650

W. S. C. Copeman, *Treatment of rheumatism in general practice*. Baltimore: Williams & Wilkins. 1948. (264 S.) \$ 12,50.

Marion Sylvester Dooley and Josephine Rappaport, *Pharmacology and Therapeutics in Nursing*. New York: McGraw-Hill Book Co. 1948. (444 S. mit 26 Abb.) \$ 3,75.

Rehlfuss, Albrecht and Price, *A Course in Practical Therapeutics*. Baltimore: Williams & Wilkins. 1948. (840 S.) \$ 15,—.

—, *Chemotherapy of filariasis*. New York: N. Y. Academy of Sciences. 1948. (151 S. mit Abb. u. Diagr.) \$ 2,50.

## F. Pharmazie. Desinfektion.

**H. E. E. Notton**, *Der Feuchtigkeitsgehalt elastischer Gelatine kapseln*. Der Feuchtigkeitsgeh. geht im wesentlichen parallel der Elastizität, die in einem geeigneten App. durch Belastung mit Gewichten gemessen werden kann. (Pharmac. J. 161. ([4] 107.) 250. 9/10. 1948.) 306.4766

**Arthur Firth**, *Gepreßte Tabletten: Eine Studie über die Abmessungen*. VI. stellte bei einer Reihe von Tabletten Durchschnittsgewicht, D. u. Abmessungen fest. (Pharmac. J. 161. ([4] 107.) 283. 23/10. 1948.) 306.4766

**Gisbert Kunert**, *Über das Öl der Lappafrüchte*. Die Früchte enthalten ca. 15,5% eines trocknenden Öles mit folgenden Kennzahlen:  $D_{20}^{25} = 0,9277$ ;  $n_D^{20} = 1,4769$ ; SZ. 19,3; VZ. 188,7; Esterzahl 169,4; JZ. 154,7; Rhodanzahl 79,2; Unversifbares 3,18%. Das Öl ist für Genußzwecke nicht geeignet, wohl aber für techn. u. pharmazeut. Zwecke. (Pharmaz. Ztg. 84. 332—33. 15/7. 1948. Werdau, Sa.) 306.4782

**Colin Melville**, *Die Herkunft der Johore-Ipecacuanha*. Der Vgl. der Drogen ergab mit großer Wahrscheinlichkeit, daß die Johore-Ipecacuanha von der Stammpflanze der Matto-grosso-Ipecacuanha (Brasilien) herkommt. Sie stammt von einem Kultivierungsvers. in Sikkim u. ist verwildert. (Pharmac. J. 161. ([4] 107.) 300. 30/10. 1948. Manchester, Univ.) 306.4782

**Richard Neu**, *Der Wachsanteil im Galium verum*. (Vorl. Mitt.) Der Wachsanteil enthält *Phytosterin*, je nach Extraktionsmittel 3,66% (mit Ae. extrahiert) bzw. 3,98% (mit Trichloräthylon extrahiert). (Süddtsch. Apotheker-Ztg. 88. 239—40. 31/8. 1948. Leipzig, Univ., Inst. für Pharmazie.) 306.4786

**F. Sonntag und G. Kuhlmann**, *Zur Kenntnis homöopathischer Verreibungen unter besonderer Berücksichtigung der niedrigen Potenzen von Metallen*. Vff. untersuchten, wie sich der Anteil der Präpp. an koll. Metall durch Änderungen der Verreibungstechnik

steigern läßt. Bei *Cuprum metallicum D*, steigen die koll. Anteile bei längerem Verreiben mit Milchzucker nur unwesentlich an (von 0,77 auf 0,98% des eingesetzten Metalls). Der Geh. stieg jedoch bis auf 2,9%, wenn das Metall zunächst für sich längere Zeit verrieben wurde. Bei *Mercurius vivus* hingegen war die Dauer der Verreibung von ausschlaggebender Bedeutung. — Es werden photometr. Prüfungsmethoden beschrieben. (Süddtsch. Apotheker-Ztg. 88. 268—70. 15/9. 1948.) 306.4804

C. J. M. Wozencroft, *Die „Lösung G“ und andere harnsteinlösende Mittel*. Die „Lösung G“ besteht aus Citronensäure 32,3 (g), Magnesiumoxyd 3,8, Natriumcarbonat (wasserfrei) 4,4 im Liter u. dient zu Instillationen. (Pharmac. J. 161. ([4] 107.) 111. 14/8. 1948. Cardiff Royal Infirmary.) 306.4806

I. Michaels, *Sterilisation von Natriumbicarbonatlösungen*. Um CO<sub>2</sub>-Verluste auszuschließen, muß man die Lsgg. in Ampullen oder fest verschlossenen Gefäßen sterilisieren. (Pharmac. J. 161. ([4] 107.) 160—61. 4/9. 1948. London, Chelsea, Polytechnic.) 306.4836

Walter Hoffmann, *Über eine neue Bestimmung der Sulfonamide auf der Sulfatbasis*. (Vgl. auch C. 1947. 229.) Sulfonamide lassen sich mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> oxydieren u. die nebenbei entstehende Aminosulfonsäure mit HCl + NaNO<sub>2</sub> versetzen. Best. als BaSO<sub>4</sub>. (Süddtsch. Apotheker-Ztg. 88. 216—17. 15/8. 1948. Hannover, Tierärztl. Hochschule.) 306.4880

Walter Hoffmann, *Analytisches über die Supronalpräparate*. Angaben über Rkk. zur Erkennung der Supronalkomponenten *Marbadal* u. *Debenal-M*. (Pharmazie 3. 307—08. Juli 1948. Hannover, Tierärztl. Hochschule, Chem. Inst.) 306.4880

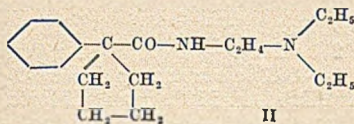
Walter Hoffmann, *Analytisches über Marbadal*. Es werden Rkk. zur Erkennung u. Differenzierung gegenüber anderen Sulfonamiden angegeben. (Pharmazie 3. 252—54. Juni 1948. Hannover, Tierärztl. Hochschule, Chem. Inst.) 306.4880

Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc, übert. von: Ernest Fourneau, Paris, Frankreich, *Aminodioxacyclopentane*. Tert. Amino der allg. Zus. I, worin R<sub>1</sub> H, eine gegebenenfalls mit Hydroxyl substituierte Alkylgruppe oder eine Dialkylgruppe, R<sub>2</sub> H oder Alkylgruppen, R<sub>3</sub> u. R<sub>4</sub> gleiche oder verschied. Alkylgruppen u. n eine ganze Zahl bedeutet, besitzen in Form ihrer quaternären Salze bemerkenswerte physiol. Eigg. u. sind daher von therapeut. Wichtigkeit. Man erhält sie durch Erhitzen halogenierter Acetale mit mehrwertigen Alkoholen. — Man erhitzt 31 (g) Äthylenglykol u. 99 Bromacetal (II) 4 Stdn. bei 150° auf dem Ölbad u. fraktioniert das erhaltene Gemisch im Vakuum. Man erhält 57 2-Brommethyl-1.3-dioxacyclopentan (III), Kp.<sub>22</sub> 79°. 25 III erhitzt man zusammen mit 70 ccm einer 33%ig. Dimethylaminlsg. in Bzl. 15 Stdn.

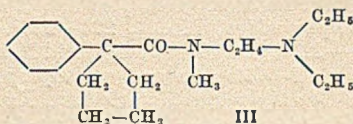
im geschlossenen Rohr bei 150°, kühlt, filtriert das auskristallisierte Methylaminhydrobromid ab, entfernt das überschüssige Dimethylamin (IV) u. das Bzl. durch Dest. u. fraktioniert den Rückstand unter vermindertem Druck. Man erhält 18 2-Dimethylaminomethyl-1.3-dioxacyclopentan, Kp.<sub>20</sub> 68°. Mit Methyljodid (a) erhält man das Methojodid, Plättchen aus A., F. 196°. — In ähnlicher Weise erhält man aus Glycerin u. II 2-Brommethyl-4-oxymethyl-1.3-dioxacyclopentan u. geringe Mengen 2-Brommethyl-5-oxymethyl-1.3-dioxacyclohexan u. daraus mit IV 2-Dimethylaminomethyl-4-oxymethyl-1.3-dioxacyclopentan, Kp.<sub>27</sub> 137°, das noch etwas 2-Dimethylaminomethyl-5-oxymethyl-1.3-dioxacyclohexan enthält. Durch Zugabe von a erhält man zwei Methojodide, von denen nur eines kryst., F. 175°. Durch Einw. von Acetylchlorid auf die Base erhält man das Acetylderiv., Kp.<sub>15</sub> 161°. — Aus dem α-Monochlorhydrin des Glycerins u. II erhält man in 75%ig. Ausbeute 2-Brommethyl-4-chlormethyl-1.3-dioxacyclopentan, Kp.<sub>18</sub> 112°, u. daraus mit IV 2.4-Di-(dimethylaminomethyl)-1.3-dioxacyclopentan, Kp.<sub>20</sub> 120°, Dimethojodid, Krystalle aus A., F. 180—181°. — Aus Pentantriol-1.2.5 u. II erhält man in 70%ig. Ausbeute 2-Brommethyl-4-(3'-oxypropyl)-1.3-dioxacyclopentan u. daraus mit überschüssigem IV 2-Dimethylaminomethyl-4-(3'-oxypropyl)-1.3-dioxacyclopentan, Kp.<sub>10</sub> 153°, dessen Methojodid hygroskop. ist. (A. P. 2 439 969 vom 8/5. 1946, ausg. 20/4. 1948. F. Prior. 17/4. 1944.) 813.4806

Dr. Salsbury's Laboratories, übert. von: Orley J. Mayfield, Neal F. Morehouse und Arthur W. Walde, Charles City, Ia., V. St. A., *Mittel gegen Hühnercoccidiose*, bestehend aus p-Phenylarsonsäure, p-Oxyphenylarsonsäure oder deren wasserlösl. Salzen zusammen mit einem Phenolsulfonat. Die Präpp. werden mit Lactose, Borsäure u. bzw. oder Cu-Arsenit vermischt u. dem Futter oder W. zugesetzt. Die wirksamen Mengen betragen zwischen 0,025 u. 0,2%. (A. PP. 2 449 080 vom 6/12. 1940, u. 2 449 081 vom 3/7. 1942, beide ausg. 14/9. 1948.) 823.4806

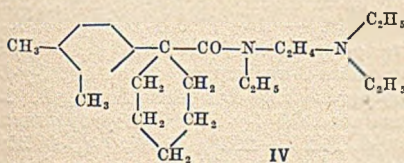
I. R. Geigy Akt.-Ges., übert. von: Henry Martin und Franz Häfliger, Basel, Schweiz, *Basische Amide von 1-Arylcycloalkyl-1-carbonsäuren*, die man in an sich üblicher Weise durch Aminieren der entsprechenden Carbonsäuren mit geeigneten Diaminen erhält, sind für *therapeut.* Zwecke verwendbar. Mit Alkyl- oder Alkylhalogeniden, Arylsulfonsäureestern, Dialkylsulfaten usw. erhält man aus den erhaltenen Amiden die entsprechenden quaternären Verbb. (I). Verwendet man für die Umwandlung der Cycloalkylcarbonsäure tert. Amine, wie Trimethylamin oder Triäthylamin, so werden die I unmittelbar erhalten. — Erhitzt man 20,8 (Teile) 1-Phenylcyclopentyl-1-carbonsäurechlorid u. 12 N.N-Diäthyläthylendiamin in 100 Raumteilen absol. Bzl. 10 Min. unter Rückfluß, filtriert das Hydrochlorid der entstandenen Base ab, löst in W., macht mit  $K_2CO_3$  alkal., äthert aus, trocknet den äther. Auszug u. dest. den Ae. ab, so erhält



II



III



IV

man das 1-Phenylcyclopentyl-1-carbonsäure-diäthylaminolamid der Zus. II, farblose Fl.,  $Kp_{0.03}$  140—142°. Ferner können erhalten werden: 1-Phenylcyclopentyl-1-carbonsäure-N'-N'-diäthylaminoäthyl-(N-methyl)-amid der Zus. III, Fl.,  $Kp_{0.05}$  138—140°; 1-(3',4'-Dimethylphenyl)-cyclohexyl-1-carbonsäure-N'-N'-diäthylaminoäthyl-(N-äthyl)-

amid der Zus. IV, farblose Fl.,  $Kp_{0.03}$  159—161°; 1-Phenylcyclohexyl-1-carbonsäure-diäthylaminoäthylamid,  $Kp_{0.03}$  148—150°. (A. P. 2437 545 vom 2/6. 1944, ausg. 9/3. 1948.) 813.4806

Imperial Chemical Industries Ltd., übert. von: Francis Henry Swinden Curd, Clifford Gordon Raison und Francis Leslie Rose, Blackley, Manchester, England, *Verfahren zur Herstellung von therapeutisch wertvollen Pyrimidinverbindungen*, welche in 2-Stellung eine Arylaminogruppe u. in 4-Stellung einen stark bas. Substituenten enthalten, der sich von einem Diamin herleitet, das wenigstens zum Teil aliphatisch oder alicyclisch ist. Zur Umsetzung der Ausgangspyrimidinverbb. werden z. B. folgende *Diamine* verwendet: Äthylendiamin, 2-Diäthylaminoäthylamin, 2-Dimethylaminoäthylamin, 3-Dimethylaminopropylamin, 3-Diäthylaminopropylamin, 4-Diäthylaminobutylamin, 4-Dimethylamino-1-methylbutylamin, 3-Diäthylamino-1,2-dimethylpropylamin, 3-Diäthylamino-2-oxypropylamin, 2-Methylaminoäthylamin, 3-Butylaminopropylamin, 3-Diäthylaminoäthoxypropylamin, 3-Diäthylaminoäthylmercaptopropylamin, 5-Diäthylamino-1-aminopentane, 2-Pyrrolidinoäthylamin, 1,3-Bis-(diäthylamino)-propylamin, 2-N-Äthyl-N-(β-diäthylaminoäthyl)-äthylendiamin, 2-Piperidinoäthylamin, 3-Piperidino-propylamin, p-Dimethylaminoäthoxyanilin, p-Diäthylaminoäthoxyanilin, p-Diäthylaminoäthylmercaptoanilin, 3-Diäthylamino-2,2-dimethylpropylamin u. 3-Di-n-butylaminopropylamin. — Als Ausgangsstoffe sind folgende Pyrimidinverbb. genannt: 4-Chlor-2-anilino-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-pyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-methylanilino)-pyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-methylanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-methylmercaptoanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(3'-chloranilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(2'-chloranilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(3'-methylanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-anilino-2-(2',4'-dichloranilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(3',4'-dichloranilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(2',5'-dichloranilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(2'-methyl-4'-chloranilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(3'-chlor-4'-methylanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(3',4'-dimethylanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(3',5'-dimethylanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(2'-methoxyanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(3',5'-dimethylanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-dimethylaminoanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-5-brom-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-6-phenylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-5-phenylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-methoxyanilino)-5-phenylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-5-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-5,6-dimethylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-5-äthyl-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(2'-naphthylamino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(6'-brom-2'-naphthylamino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(6'-methoxy-2'-naphthylamino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(1'-naphthylamino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-1'-naphthylamino-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-äthoxyanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-bromanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-n-butylanilino)-6-methyl-

pyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-carbomethoxyanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-phenylanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-nitroanilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-cyananilino)-6-methylpyrimidin, 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-5-phenoxyypyrimidin u. 4-Chlor-2-(4'-chloranilino)-5-benzyl-6-methylpyrimidin. — 25,4 (Teile) 4-Chlor-2-p-chloranilino-6-methylpyrimidin (I) u. 14,25 Diäthylaminoäthylamin werden 6 Stdn. bei 120 bis 130° erhitzt. Die erhaltene Schmelze wird in 500 heißer verd. HCl gelöst u. danach wird die Lsg. mit NaOH alkal. gemacht, wobei sich ein Öl abscheidet, welches mit Chlf. extrahiert wird. Der erhaltene Extrakt wird zweimal mit 250 Teilen einer 5%ig. wss. Essigsäure ausgeschüttelt. Die wss. Extrakte werden vereinigt u. mit NaOH alkal. gemacht. Die abgeschiedene Base wird mit Chlf. aufgenommen, der Chlf.-Extrakt über  $K_2CO_3$  getrocknet u. das Lösungsm. verdampft. Es hinterbleibt ein Öl, welches unter Vakuum dest. wird. Man erhält das 4- $\beta$ -Diäthylaminoäthylamino-2-p-chloranilino-6-methylpyrimidin, Kp.<sub>0,03</sub> 224—226°. Das Dipikrat kryst. aus  $\beta$ -Äthoxyäthanol, F. 219—220°. Das Dihydrochlorid hat den F. 270—271°. — In ähnlicher Weise wird aus I u. 1-Diäthylamino-3-aminopropan das 4- $\gamma$ -Diäthylaminopropylamino-2-p-chloranilino-6-methylpyrimidin erhalten, Kp.<sub>0,04</sub> 225°. Pikrat, F. 219°. Hydrochlorid, F. 252 bis 254°. — Aus I u. 1-Diäthylamino-4-aminopentan entsteht 4- $\delta$ -Diäthylamino- $\alpha$ -methylbutylamino-2-p-chloranilino-6-methylpyrimidin in Form eines gelben Öles, Kp.<sub>0,09</sub> 210°. Pikrat, F. 168—170°. Dihydrochlorid, F. 234—237°. — Aus I u. 1-Diäthylamino-4-aminobutan erhält man 4- $\delta$ -Diäthylaminobutylamino-2-p-chloranilino-6-methylpyrimidin. Dihydrochlorid, F. 245—247°. — Mit 1-Dimethylamino-3-aminopropan entsteht 4- $\gamma$ -Dimethylaminopropylamino-2-p-chloranilino-6-methylpyrimidin. Dihydrochlorid, F. 231 bis 234°. — Aus I u. 1-Piperidino-3-aminopropan entsteht 4- $\gamma$ -Piperidinopropylamino-2-p-chloranilino-6-methylpyrimidin (Dihydrochlorid, F. 289—292°), u. mit p-( $\beta$ -Diäthylaminoäthoxy)-anilin entsteht 4-p-( $\beta$ -Diäthylaminoäthoxy)-anilino-2-p-chloranilino-6-methylpyrimidin, F. 160—152°. — I u. 1-n-Butylamino-3-aminopropan geben 4- $\gamma$ -n-Butylaminopropylamino-2-p-chloranilino-6-methylpyrimidin. Dihydrochlorid, F. 232 bis 235°. — 11,5 (Teile) 4-Chlor-2-(4'-dimethylaminoanilino)-6-methylpyrimidin u. 7,1  $\gamma$ -Diäthylaminopropylamin werden zusammen 8 Stdn. bei 120—130° erhitzt. Dabei entsteht das 4- $\gamma$ -Diäthylaminopropylamino-2-(4'-dimethylaminoanilino)-6-methylpyrimidin, F. 256—258°. — In gleicher Weise werden umgesetzt 19 (Teile) 4-Chlor-2-(2'.4'-dichloranilino)-6-methylpyrimidin mit 10,8  $\gamma$ -Diäthylaminopropylamin unter Bldg. von 4- $\gamma$ -Diäthylaminopropylamino-2-(2'.4'-dichloranilino)-6-methylpyrimidin, Kp.<sub>0,02</sub> 208 bis 210°. Pikrat, F. 210—211°. — 4-Chlor-2-(3'.4'-dichloranilino)-6-methylpyrimidin u.  $\gamma$ -Diäthylaminopropylamin geben 4- $\gamma$ -Diäthylaminopropylamino-2-(3'.4'-dichloranilino)-6-methylpyrimidin. Dihydrochlorid, F. 237—239°. — 6,3 (Teile) 2-p-Chloranilino-4-chlor-6-phenylpyrimidin werden mit 3  $\beta$ -Diäthylaminoäthylamin 8 Stdn. bei 125—135° erhitzt. Dabei bildet sich das 2-p-Chloranilino-4- $\beta$ -diäthylaminoäthylamino-6-phenylpyrimidin. Dihydrochlorid, F. 277—279°. — Die erhaltene Pyrimidinverb. werden als chemotherapeut. Mittel verwendet u. dienen als Malariaabekämpfungsmittel. (A. P. 2 437 682 vom 26/5. 1944 u. 2 437 683 vom 5/4. 1945, beide ausg. 16/3. 1948. E. Prior. 11/6. 1943.)

808.4806

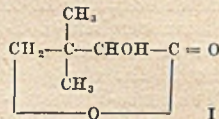
General Biochemicals, Inc., Chagrin Falls, übert. von: Joseph M. Tabor, Cleveland, Howard F. Seibert und Paul R. Frohring, Chagrin Falls, O., V. St. A., Verfahren und Vorrichtung zum Extrahieren von Pigmenten, besonders von Carotin, aus tierischen und pflanzlichen Ölen und Fetten durch Behandlung mit einem wss. Verseifungsmittel bei einer unter 80° liegenden Temp. unter so stark vermindertem Druck, daß die Reaktionstemp. ausreicht, um das W. mit den abziehenden Gasen u. Dämpfen zu verdampfen u. die M. gleichzeitig zu kühlen. Dabei wird die Seifenmasse in einen trockenen, fein verteilten Zustand gebracht. Die Pigmente werden daraus mit einem organ. Lösungsm., welches die Seifen nicht löst, extrahiert. Solche Lösungsm. sind z. B. Bzl., Nitrobenzol, Äthylendichlorid u. Petroläther. Als Ausgangsstoff dient z. B. geschmolzenes Palmöl. Es liefert ein Pigment, welches 80—90% Carotin enthält. — Zeichnung. (A. P. 2 440 029 vom 13/10. 1943, ausg. 20/4. 1948.)

808.4809

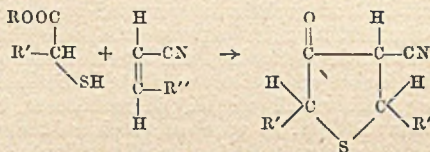
Wyeth Inc., Philadelphia, Pa., übert. von: Jesse Charney, New York, N. Y., V. St. A., Herstellung von konzentrierten Lösungen des Riboflavins (6.7-Dimethyl-9-d-ribitylisoalloxazin) für pharmazeut. orale oder parenterale Verwendung unter Verwendung eines lösl. machenden Mittels, z. B. von Propylenglykol, eines Monoxybenzaldehyds, Monoalkoxybenzaldehyds, z. B. von Vanillin (I). — 10 (g) I, 2 Riboflavin u. 1 Liter W. werden auf 100° erhitzt, bis eine vollständige Lsg. entstanden ist. Danach wird auf Raumtemp. abgekühlt u. filtriert. — 10 (g) I, 1 Riboflavin u. 1 Liter Propylenglykol werden bis zur Lsg. auf 100° erhitzt. (A. P. 2 449 640 vom 11/6. 1946, ausg. 21/9. 1948.)

808.4809

Parke, Davis & Co., Detroit, übert. von: Russel W. Van House, East Detroit, Mich., V. St. A., *Herstellung von Vitaminzwischenprodukten*. Ein Zwischenprod. zur Herst. der Pantothenensäure,  $\alpha$ -Oxy- $\beta$ - $\beta$ -dimethyl- $\gamma$ -butyrolacton der Zus. I, kann dadurch erhalten werden, daß man Formaldehyd (II) u. Isobutyraldehyd (III) in Ggw. einer starken alkal. wss. Cyanidlg. ohne Verharzung zum Formoisobutyraldol (IV) umsetzt u. IV dann mit stärkeren Säuren behandelt als Cyanwasserstoffsäure, ohne daß ein  $\alpha$ -Oxysulfonatreaktionsprod. mit dem Aldehyd entsteht. Aus IV erhält man dann über Formoisobutyraldolcyanhydrin I. — 110 (lbs.) III u. 124 einer 37%ig. II-Lsg. werden gemischt u. unter Kühlen u. kräftigem Rühren mit einer Lsg. von 106 K.-Cyanid (94 bis 96%) in ca. 23 gal. W. zuerst langsam u. später schneller versetzt, wobei die Temp. unter 30° bleiben soll. Nach 1 std. Rühren gibt man konz. HCl hinzu, bis das Reaktionsgemisch neutral gegen Lackmus ist. Dazu sind 151 HCl erforderlich. Nach 6 std. Stehen fügt man noch mehr konz. HCl hinzu, bis das Reaktionsgemisch kongosauer ist. Hierzu sind 385 HCl nötig. Das erhaltene Gemisch läßt man 8 Stdn. stehen, dampft in einem Glasgefäß im Vakuum zur Trockne ein, extrahiert den Rückstand mit Aceton, konz. die Acetonlg. auf dem Dampfbad u. dest. den Rückstand (154) unter vermindertem Druck. Man erhält 121 I, Kp.<sub>14</sub> 120—128°, Ausbeute 60,5%. (A. P. 2 443 334 vom 18/2. 1942, ausg. 15/6. 1948.) 813.4809



American Cyanamid Co., New York, übert. von: Bernard R. Baker, Nannet, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Cyanthiophanen* (I). I sind im allg. Öle, die in wss. Alkalien u. in organ. Lösungsmitteln, wie Bzl., CCl<sub>4</sub> u. CHCl<sub>3</sub>, lösl. sind. Sie werden erhalten, wenn man Mono- u. Dicarbonsäurethioester u. ungesätt. Nitrile gemäß der nebenst. Gleichung zur Umsetzung bringt, worin R ein Alkyl u. R<sub>1</sub> u. R<sub>2</sub> H, Alkyl, Carbalkoxy oder Carbalkoxyalkyl sein kann. Solche Ester sind: Äthyl-, Methylthioglykolat, Äthyl- $\alpha$ -thiopropionat, Methyl- $\alpha$ -thiopropionat, Äthyl- $\alpha$ -thiobutyrat, Methyl- $\alpha$ -thiovalerat, Äthyl- $\alpha$ -thiocaproat, Methyl- $\alpha$ -thiocaprylat, Äthyl- $\alpha$ -thiosuccinat, Methyl- $\alpha$ -thioglutarat, Äthyl- $\alpha$ -thioadipat, Methyl- $\alpha$ -thioadipat, Äthyl- $\alpha$ -thiopimelat u. Methyl- $\alpha$ -thiopimelat. Als Nitrile kommen in Frage: Acrylnitril,  $\beta$ -Methylacrylnitril,  $\beta$ -Äthylacrylnitril,  $\beta$ -Butylacrylnitril, Nitrile der allg. Formel HC(CN) = CH-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-COOR, worin n eine kleine ganze Zahl von 1—5 u. R Alkyl bedeuten, z. B. Methyl-6-cyan-5-hexenoat, Nitrile der allg. Formel HC(CN) = CH-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, worin n eine kleine ganze Zahl von 1—5 bedeutet, z. B.  $\beta$ -( $\delta$ -Phenoxybutyl)-acrylnitril. Die Umsetzung erfolgt zweckmäßig in einem inerten Lösungsm., wie Bzl., Ac. u. Dioxan. Als Katalysator dient ein Alkalimetall, ein Alkalialkoholat oder ein Alkaliamid. Das Reaktionsgemisch wird auf Temp. zwischen 60 u. 120° erhitzt. Die Prodd. sind wertvolle Zwischenprodd. für die Herst. von *Antivitaminen* u. *Vitaminen*, wie *Biotin*. (A. P. 2 440 659 vom 21/6. 1945, ausg. 27/4. 1948.) 819.4809



\* Dobbmann N. V., *Zahnpasta*. Zu den üblichen Bestandteilen der Zahnpasta werden 0,1% NaF oder KF u. 1% eines wasserlösl. Citrats zugesetzt. Mindestens 50% des zugegebenen Fluorids sollen bei Anwendung dieser Zahnpasta vom Zahn absorbiert werden. (Holl. P. 61 409, ausg. 15/7. 1948.) 805.4823

## G. Analyse. Laboratorium.

Wm. Trager, *Ein einfacher automatischer Pipettenwäscher*. Vf. beschreibt eine von ihm konstruierte einfache Vorr. zur automat. Reinigung von Pipetten. Sie besteht aus einem Glaszylinder (etwa 15·46 cm), in dem ein Saugheber angebracht ist (Durchmesser etwa 2 cm). In dessen im Zylinder befindliches Ende greift ein gekrümmtes Glasrohr (Durchmesser etwa 0,8 cm) von unten etwa 1/2 cm in den Saugheber ein. Dieses dünne Glasrohr ist mit einem Wasserhahn verbunden. Der Boden des Zylinders ist mit Glaswolle oder Glasperlen zur Schonung der Pipettenspitzen versehen. Wirkungsweise: Strömt W. durch das dünne Glasrohr ein, so wird der Wasserspiegel im Saugheber immer etwas höher sein als im Zylinder. Ist der Zylinder fast gefüllt, so tritt der Saugheber in Tätigkeit u. der Zylinder sowie die in ihm stehenden Pipetten entleeren sich in 10 bis 15 Sekunden. Die Wassersäule im Saugheber reißt ab, u. Zylinder sowie Pipetten

füllen sich von neuem. (Science [New York] 107. 175. 2/4. 1948. Princeton, N. J., Rockefeller Inst. for Med. Res.) 236.5014

B. Persoz und Grenier, *Eichung von Viscosimetern vom Typ L. C. H.* 2 Viscosimeter vom Typ L. C. H., ein größeres u. ein kleineres, werden mit dem BAUMÉ-Viscosimeter verglichen. Die Meßergebnisse dienen zur Ableitung linearer Beziehungen, die zur Ermittlung der kinemat. Viskosität führen. Es werden die Genauigkeitsgrenzen der Meth. angegeben sowie Einzelheiten, die bei den Messungen zu beachten sind. (Peintures-Pigments-Vernis 24. 23—24. Jan. 1948.) 407.5040

Ju. M. Kosstrikin, *Von den verschiedenen Varianten der Anwendung der Chemosorbentien zu analytischen Zwecken.* Die Chemosorbentien oder Organolithe können nach der Meth. des Vf. in der Art verwendet werden, daß die zu analysierende Fl. durch sie filtriert wird, oder wie Ju. Ju. Lurje es tut, durch Vermischen der Fl. mit einer bestimmten Menge Sorbens, Schütteln, Abgießen u. Wiederaufgießen. (Заводская Лаборатория [Betriebs-Lab.] 14. 173—78. Febr. 1948. Allunions Wärmetechn. Inst., Wissenschaftl. Labor.) 261.5050

G. E. Hagen und D. H. Loughridge, *Der Wiederaufbau von Geigerzählrohren aus Metall.* Es wurde gefunden, daß beim Wiederezusammenbau von Zählrohren die Mittelelektrode die Hauptrolle spielt. Entweder wird sie erneuert oder mit Baumwolle, die mit Aceton gesätt. ist, abgerieben u. mit reinem Aceton getrocknet. Nach solcher Behandlung waren die Zählrohre wieder gebrauchsfähig. (Physic. Rev. [2] 73. 1131. 1/5. 1948. Seattle, Wash., Univ.) 286.5052

Robert L. Darneal, *Einbettungsflüssigkeiten aus Methylenjodid.* Methylenjodid als ideale Einbettungsfl. zur Best. der Lichtbrechungsquotienten wird für Mischungen mit 1-Bromnaphthalin verwendet u. die Veränderung der Lichtbrechung nach den volumtr. Anteilen experimentell u. rechner. ermittelt. Sie ist keine lineare Funktion. Verschied. Methoden, die Dunkelfärbung zu entfernen, werden beschrieben. Nicht empfohlen wird, Zinn u. Quecksilber anzuwenden. Vielmehr soll man die verfärbte Lsg. mit verdünnter K(OH) schütteln, bis die ursprüngliche helle Farbe erscheint, dann mit dest. W. waschen, trocknen über CaCl<sub>2</sub> u. filtrieren. Man hebt sie über sauberen Kupferspänen auf. (Amer. Mineralogist 33. 346. Mai/Juni 1948.) 231.5066

M. Dérivé, *Ein neuer industrieller Apparat für die Analyse der Massenspektrograph.* Kurzer Überblick über die in der amerikan. Literatur beschriebene Anwendung des Massenspektrographen zur Analyse von Gemischen organ. Verbindungen. (Chim. analytique [4] 30. 132. Juni 1948.) 408.5063

Heinrich Hintenberger, *Über magnetische Zylinderlinsen mit korrigiertem Bildfehler.* Bei Massenspektrometern ist es möglich, durch geeignet geformte Polschuhgrenzen mit einem homogenen Magnetfeld eine bildfehlerfreie Abb. zu erhalten. Die hierfür notwendige Polschuhform wird mitgeteilt. (Z. Naturforsch. 3a. 125—127. Febr. 1948. Tailfingen, KWI für Chem.) 317.5063

R. Pepinsky und H. I. West jr., *Mikrophotometer für Röntgenbeugungsdiagramme.* Kurze Beschreibung eines neu konstruierten Mikrophotometers für Röntgenbeugungsdiagramme, das mit 2 Kathodenstrahlenscillographen u. einem Photomultiplier arbeitet. (Physic. Rev. [2] 73. 1235. 15/5. 1948. Alabama, Polytechnic Inst.) 110.5064

A. W. Straiton und C. W. Tolbert, *Messungen der dielektrischen Eigenschaften von Boden und Wasser bei 3,2 cm Wellenlänge.* Vff. berichten über Messungen an Bodenproben aus Arizona u. Texas sowie von dest. W. u. Seewasser aus dem Golf von Mexiko mit Mikrowellen von 3,2 cm Wellenlänge durch direkte Best. der auftretenden Phasenverschiebung u. Dämpfung beim Wellendurchgang durch die Proben, woraus DE. u. Leitfähigkeit der betreffenden Stoffe errechnet wurden. Die DE. lag bei trockenen Bodenproben zwischen 2,7 u. 3,2, wobei die Unterschiede hauptsächlich durch die mehr oder weniger lockere oder dichtere Packung bedingt waren. Bei feuchten Proben stieg die DE. mit dem W.-Geh. beträchtlich — bis zu maximal 19 — an. Die DE. des dest. W. u. des Seewassers mit 2,2% Salzgeh. ergeben sich bei 23° bzw. 28° zu 67 u. 65. Wesentlich stärkere Unterschiede zeigten sich bei der Leitfähigkeit. So wurden bei dem schwarzen sandigen Lehm Boden von Austin in Texas wie auch bei dem Flußsand u. Kiesgemisch des Colorado gegenüber dem Sandboden von Desert-Site bei Gila Bend in Arizona im trockenen u. feuchten Zustande um mindestens eine Zehnerpotenz niedrigere Leitfähigkeiten gefunden. Die Leitfähigkeit von Seewasser ergab sich gegenüber dem dest. W. nur um 25% höher. (J. Franklin Inst. 246. 13—20. Juli 1948. Austin, Tex., Univ. of Texas, Electr. Eng. Res. Labor.) 300.5099

## a) Elemente und anorganische Verbindungen.

**Hans Borei**, *Die Chloridbestimmung für meeresbiologische Zwecke*. Bei der Meth. läßt sich Cl mit einer Genauigkeit von  $3 \cdot 10^{-2}$  mg in 0,5 ccm Meerwasser bestimmen. Die Probe, die mit einer Pipette nach KROGH von 0,5 ccm Gezogen wird, titriert man in üblicher Weise mit  $\text{AgNO}_3$  unter Verwendung von  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  als Indicator. Für Näherungswerte kann man die Formel  $S\% = 0,030 + 1,805 \text{Cl}\%$  verwenden, wobei S die D. der zu bestimmenden Fl. bedeutet. (Ark. Kem., Mineral. Geol., Ser. B 25. 1—4. Juni 1948. Stockholm, Univ., Wenner-Gren's Inst. for exp. Biol.) 160.5100

**H. Caron und D. Raquet**, *Nitritbestimmung*. Die Meth. beruht auf der Oxydation von Nitriten durch Hypochloritüberschuß ( $\text{NaOCl}$  in Ggw. von  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ):  $\text{NaOCl} + \text{MNO}_2 = \text{MNO}_3 + \text{NaCl}$  u. Titration dieses Überschusses nach PONCUS. Zur Vermeidung jeglichen Nitritüberschusses arbeitet man zweckmäßig im alkal. Medium. — Zu einer Hypochloritlg. gibt man die dreifache Menge gesätt.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Lsg. sowie eine Spur Stärke u. titriert mit Jodkali bis zum Farbumschlag nach Blau. (Chim. analytique [4] 30. 108. Mai 1948.) 401.5100

**Ludwig Scheck**, *Eine neue Methode zur Bestimmung von Carbonaten, Bicarbonaten und Percarbonaten*. Die Meth. fußt auf gastitrimetr. Grundlage. Das aus dem Analysenmaterial mit einer nichtflüchtigen Säure entwickelte  $\text{CO}_2$  strömt in ein evakuiertes Gefäß u. wird in diesem von einer Barytlauge bekannter Konz. quantitativ absorbiert. Der hierbei unverbrauchte Anteil an  $\text{Ba(OH)}_2$  wird mit Oxalsäure (Indicator Phenolphthalein) zurücktitriert. Aus der Differenz zwischen dem im Überschuß vorgelegten  $\text{Ba(OH)}_2$  u. der bei der Rücktitration verbrauchten Oxalsäure läßt sich das aufgenommene  $\text{CO}_2$  bzw. der Geh. an Carbonat, Bicarbonat oder Percarbonat im Untersuchungsmaterial berechnen. — 2 Abbildungen. (Seifen-Oele-Fette-Wachse 74. 52—54. März 1948. Saugau in Würt.) 149.5100

**B. A. Lister und M. L. Smith**, *Die Trennung von Cer<sup>III</sup> und Neodym-Gemischen auf Ionenaustauschersäulen*. Es wird ein Verf. angegeben, nach dem  $\text{Ce}^{+++}$ ,  $\text{Pr}^{+++}$  u.  $\text{Nd}^{+++}$  mit Hilfe von Ionenaustauschern getrennt werden können. Zur Verwendung kommt Zeokarb H. I. P., eine sulfonierte Kohle. Die App. besteht aus 11 hintereinandergeschalteten Säulen mit 1 cm Durchmesser u. einer Gesamtlänge von 12 m. Die wss. Lsg. der Nitrats der seltenen Erden durchfließt die Säulen im Kreisprozeß mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 1,4 ml/min, bis sich in der austretenden Lsg. keine Ionen der seltenen Erden mehr nachweisen lassen. Zur Regeneration des Austauschers werden jeweils die zwei ersten u. letzten Säulen mit 4n  $\text{H}_2\text{SO}_4$  in entgegengesetzter Richtung mit einer Geschwindigkeit von 10 ml/min durchspült. Durchgeführt werden 2 Verss. mit m- u. m/4-Lsgg. mit einem Verhältnis  $\text{Ce}^{+++} : \text{Nd}^{+++} = 8,5 : 1$ . Der Ionenaustausch ist in der ersten nach 22,5 Stdn., in der letzteren nach 47,5 Stdn. beendet. — Es wird eine partielle Trennung der Ionen erreicht, da  $\text{Ce}^{+++}$  vorzugsweise absorbiert wird. Der Trenneffekt nimmt mit steigender Verdünnung zu, was auf eine Differenz im Hydratationsgrad der Ionen bei unterschiedlichen Konz. zurückgeführt wird. (J. chem. Soc. [London] 1948. 1272—75. Aug. Mitcham Junction, Survey, Philips Electr. Ltd., Material Res. Labor.) 125.5100

—, *Über den Nachweis von Verunreinigungen im Uran*. Uranmaterial enthält Verunreinigungen in einer Konz. von teilweise  $1 : 2 \cdot 10^7$ . Mit der spektrograph. Analyse konnten diese nicht festgestellt werden, da mehr als 20 000 Linien beobachtet werden. Es wurden daher die U.-Probe in eine schwer flüchtige Verb. (schwarzes Oxyd  $\text{U}_3\text{O}_8$ ) überführt u. die Verunreinigungen im Gleichstrombogen abdestilliert. Um auch die geringsten Verunreinigungen zu beseitigen, wurde als „Träger“ Ga-Oxyd in einer Konz. von 2% dem U-Oxyd zugesetzt. Wird diese Mischung nun im Gleichstrombogen mit besonderen Kohlelektroden erhitzt, so verflüchtigen sich die Verunreinigungen u. das Trägermaterial. Im Spektr. des Bogens können dann neben den Ga-Linien die charakterist. Linien der Verunreinigungen nachgewiesen werden. Die Genauigkeit ist  $\pm 10\%$  des Betrags der jeweiligen Verunreinigung. Bei B u. Cd können so Konz. von  $1 : 10^7$  leicht festgestellt werden. Die größte Empfindlichkeit wurde mit  $1 : 2 \cdot 10^7$  bei Ag beobachtet. (J. Franklin Inst. 245. 85. Jan. 1948.) 286.5100

**A. Claassen und J. Corbey**, *Die elektrometrische Bestimmung des Vanadiums in Stählen*. Zur Best. des V in W-freien Stählen diente das Verf. von THANHEISER u. DICKENS (Arch. Eisenhüttenwes. 5. [1931.] 105) mit der Abänderung, daß der zur Oxydation des Cr u. V gebrauchte Permanganat(I)-Überschuß nicht mit Oxalsäure beseitigt wurde, weil diese auch Vanadinsäure (II) teilweise red., so daß die Titration mit  $\text{FeSO}_4$  zu niedrige Werte liefert; daß vielmehr die I-haltige Lsg. elektrometr. mit  $\text{FeSO}_4$  titriert wurde. Dabei beobachtet man 2 Potentialsprünge (III), einen ersten, der die Beseitigung des I-Überschusses, u. einen zweiten, der das Ende der Red. der II anzeigt. Der Verbrauch

an  $\text{FeSO}_4$  zwischen den beiden III entspricht dem V-Gehalt. Die Abhängigkeit der Redoxpotentiale von der Säurekonz. ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  ohne u. mit  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) wurde bestimmt u. auf Grund des Ergebnisses das Verf. durch Erhöhung der III verbessert, indem man den ersten in schwach saurer, den zweiten in stark saurer Lsg. bewirkte. Bei Ggw. von Wolframsäure hindert die Bldg. der komplexen Vanadin-Wolfram-Phosphorsäure die vollständige Red. der II durch  $\text{FeSO}_4$ . Die von ТРАННЕЙСЕР u. ДИКЕНС hierfür empfohlene Arbeitsweise mit großem Überschuß an  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ist nur bei kleinen V-Mengen neben einem großen W-Geh. wirksam, verursacht aber eine Unschärfe des ersten III. Statt dessen wird der W-Stahl in  $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$  zum Schluß unter Zugabe von I gelöst u. dann die Lsg. mit einem Überschuß von  $\text{FeSO}_4$  einige Min. lang gekocht, wodurch auch die II der Heteropolysäure red. wird. Danach wird die Lsg. elektrometr. mit  $\text{KMnO}_4$  titriert, u. zwar nach Erreichung des ersten III, der hier der Oxydation des  $\text{FeSO}_4$  entspricht, unter Verdünnen u. Erwärmen der Lsg. auf 60–70°, um die Oxydation des  $\text{V}^{\text{IV}}$  zu II zu beschleunigen u. einen höheren zweiten III zu erzielen. Dieses Verf. der oxydimetr. Titration kann auch auf W-freie Stähle unter Wegfall des Kochens mit  $\text{FeSO}_4$  angewandt werden; doch ist das erste Verf. der reduktometr. Titration einfacher, weil es in der Kälte ausgeführt werden kann. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 67. 5–10. Jan. 1948. Eindhoven, N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken.) 129.5100

N. I. Tarasewitsch, *Über die Bestimmung des Kupfers mit o-Phenylendiamin*.  $\text{CuSO}_4$  gibt in neutraler, was.-alkohol. Lsg. die Komplexverb.  $\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{C}_6\text{H}_4(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ; nadelförmige, violette Krystalle. Die Ausfällung des Cu erfolgt bei einer Menge von 0,05 g in 30–40 ml Lsg. durch 20–30 ml einer 3%ig. alkohol. Lsg. des Fällungsmittels nicht über +15°. 4–6 mal waschen mit Waschl., 1 mal mit A., 3–4 mal mit Ac. u. 5 Min. im Vakuumexsikkator oder bei 105–110° trocknen. Die Ausfällung des Cu erfolgt zu 96–98%. — Cu-Nitrat bildet mit o-Phenylendiamin eine leichter lösl. Komplexverbindung. Cu-Chlorid u. Cu-Acetat geben keine Fällungen. (Журнал Аналитической Химии [J. analytic. Chem.] 3. 253–57. Juli/Aug. 1948. Lehrstuhl für analyt. Chem.) 240.5100

—, *Bestimmung von Eisen und Mangan*. Zur Best. von Fe in Sn- u. Pb-Legierungen sowie in Messing u. Bronze werden die Schwermetalle aus HCl-saurer Lsg. mit granuliertem Zn ausgefällt u. im Filtrat wird Fe colorimetr. mit Sulfosalicylsäure bestimmt. 0,5 g Substanz werden in  $\text{HNO}_3$ -HCl gelöst, die Lsg. zur Entfernung der  $\text{HNO}_3$  mehrfach mit HCl eingedampft u. die verd. Lsg. mit Zn-Granalien versetzt. Ein aliquoter Teil des Filtrats wird nach Zusatz von Na-Tartrat ammoniakal. gemacht u. mit Sulfosalicylsäure versetzt. Der Farbton der Lsg. wird mit einer in gleicher Weise hergestellten Lsg. mit bekanntem Fe-Geh. verglichen. — Mn wird in  $\text{H}_3\text{PO}_4$ -saurer Lsg. durch  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  quantitativ zu Permanganat oxydiert, die Ggw. von  $\text{AgNO}_3$  ist hierbei nicht notwendig. Titriert wird wie üblich mit Na-Arsenit-Lösung. — Für beide Verff. werden die genauen Arbeitsvorschriften angegeben. (Chem. Abt. 59. 459. 2/10. 1948.) 428.5281

### c) Bestandteile von Pflanzen und Tieren.

D. I. Ssaposchnikow, *Eine neue Methode zur Bestimmung von Carotin*. Wie Vf. findet, läßt sich *Carotin*, das, wie anzunehmen ist, in der lipophilen Phase des aus Eiweiß u. Pigment der Plastiden gebildeten Komplexes sitzt, aus pflanzlichen Objekten nach vorheriger Entwässerung durch Bzn. herauslösen. Das durch Bearbeitung von 150 bis 300 mg Pflanzenmaterial im Mörser mit 2–4 g geglühtem  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  nach 10 Min. erhaltene trockene Pulver wird 2 Min. mit 4–6 ml Bzn. u. anschließend 1 Min. mit weiteren 10 ml behandelt. Nach Abdekantieren der gelben Carotinlsg. wird noch 2–3mal mit je 10 ml Bzn. durchgewaschen u. die gesammelten Lsgg. werden im Vgl. mit einer Standardazobenzollsg., enthaltend 14,5 mg Pigment in 10 ml Lsg., colorimetriert. Dauer der Best. 30 Minuten. Die Übereinstimmung mit Parallelbestimmungen ist gut. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR]. [N. S.] 60. 1013–14. 21/5. 1948. Komarow-Inst. für Botanik der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 146.5676

D. I. Ssaposchnikow, *Eine neue Methode zur Abtrennung und quantitativen Bestimmung von Xanthophyll*. (Vgl. vorst. Ref.) Im Anschluß an die vorst. beschriebene Carotinbest. läßt sich in dem hinterbliebenen Pulver quantitativ das *Xanthophyll* (I) bestimmen, das in ihm neben *Chlorophyll* (II) vorliegt. Durch mehrmalige Bearbeitung des Pulvers mit einem A.-Aceton-Gemisch (1:3) werden beide Stoffe in Lsg. gebracht u. nach Best. von II (a + b) nach der früher (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR]. [N. S.] 32. [1941.] Nr. 5.) angegebenen Meth. ein Stück (ca. 1 g)



festes KOH in die Lsg. eingebracht u. hin u. wieder geschüttelt. Im Verlaufe von 15—20 Min. ist II verscift, man fügt 5—7 mg Bzn. hinzu, gießt in einen Scheidetrichter, spült den Kolben erneut mit 2—3 ml Bzn. aus, gibt 1—2 ml W. hinzu u. schüttelt kräftig durch. Es tritt Scheidung in 2—3 Schichten ein. Die untere W.-A.-Aceton-Schicht enthält die grünen Chlorophyllumwandlungsprodd., die obere Benzinschicht I. Zur vollständigen Abtrennung der II-Prodd. werden in den Scheidetrichter erneut 2—3 ml W. gegeben u. geschüttelt, welche Operation 2—3mal wiederholt wird. Eine Emulsionsbildg. ist bei Anwendung von Aceton-A. nicht zu befürchten. Die Benzinsol. von I wird colorimetriert, wobei als Vergleichslsg. eine Lsg. von 14,5 mg Azobenzol in 100 ml A. dient. 1 ml dieser Lsg. entspricht 0,00252 mg Xanthophyll. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR]. [N. S.] 60. 1361—62. 11/6. 1948. Komarow-Inst. für Botanik der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 146.5676

H. W. Berkhout, J. W. H. Hekking und H. Geerling, *Eine schnelle und zuverlässige Carolinbestimmung in getrocknetem Gras*. Es wird eine vereinfachte Form der Bestimmungsmeth. von VAN EKELEN, ENGEL u. BOS (C. 1943. I. 190) angegeben, die darauf beruht, daß zum Extrahieren des Untersuchungsmaterials ein Lösungsm. verwendet wird, das gleichzeitig als Elutionsmittel geeignet ist. Trotz so erzielter Arbeitersparnis u. erheblichen Zeitgewinns büßt das Verf. nichts an Genauigkeit ein, wie an zahlreichen Analysen von Gras-, Luzerne- u. Kleemehl gezeigt wird. Von der gut zerkleinerten, durch ein 0,5-mm-Sieb getriebenen u. gründlich gemischten Probe wird 1 g zwischen zwei Wattepfropfen 1,5 Stdn. unter Rückfluß warm mit einem Gemisch von Bzl. u. PAc. (3:2) extrahiert; nach dem Abkühlen wird über eine  $Al_2O_3$ -Säule gesaugt, mit Bzl.-PAc. nachgewaschen u. nach passender Verdünnung (zur etwaigen Erhöhung der Empfindlichkeit) colorimetriert. Es wird ein geeigneter Extraktionsapp. beschrieben, der aus einem weithalsigen Stchkölbchen mit Schliff, einer im Dampfstrom hängenden Extraktionshülse aus Glas u. einem Rückflußkühler besteht. (Chem. Weekbl. 44. 546—47. 25/9. 1948. Maastricht, Rijkslandbouwproefstation.)

198.5676

Maurice U. Ames and Bernard Jaffe, *Laboratory and Workbook Units in Chemistry*. New York: Silver Burdett Co. 1947. (XX+275 S.) \$ 1,92.

I. M. Korneman, *Mikrokristalloskopie*. M.-L. Goschimsdat. 1947. (320 S.) 18 Rbl. [In russ. Sprache]  
Ju. Ss. Ljalkow, *Physikalisch-chemische Methoden der Analyse*. M. Metallurgisdat. 1948. (362 S.) 12 Rbl. [In russ. Sprache].

—, *Analytical Methods for Aluminum Alloys*. Chicago: Aluminum Research Institute. 1948. (108 S.) \$ 1,25.

## H. Angewandte Chemie.

### I. Allgemeine chemische Technologie.

Geraldine Barbaras, Glen D. Barbaras, A. E. Finholt und H. I. Schlesinger, *Ursache von gelegentlich beobachteten Explosionen während des Eindampfens von Lösungen von Aluminiumhydrid und verwandten Verbindungen*. Bei Verss. mit Al-Hydrid u. mit Li- u. Na-Al-Hydriden in Ae. traten beim Abdampfen des Lösungsm. zuweilen Explosionen auf, u. zwar bes. am Ende der Destillationen. Es wurde gefunden, daß der Grund hierzu in der Ggw. von  $CO_2$  lag, denn nach vorheriger Entfernung des  $CO_2$  im Vakuum blieben die Explosionen aus; nach Einführung von  $CO_2$  in die gereinigten Proben konnten wieder Explosionen beobachtet werden. Die beobachtete  $CO_2$  befand sich als Verunreinigung in dem Äther. Bei einer anderen Gelegenheit wurde ebenfalls eine Explosion beobachtet, u. zwar beim Erwärmen des Rückstandes aus einer Verdampfung einer Lsg. von Al-Hydrid in Dimethylcellosolve. Das Al-Hydrid war durch  $AlCl_3$  verunreinigt, was bekanntlich die Stabilität des Hydrids vermindert. Bei gereinigtem Material wurde keine Explosion beobachtet. (J. Amer. chem. Soc. 70. 877. Febr. 1948. Chicago, Ill., Univ., Dep. of Chem.) 110.5864

Bendix Aviation Corp., South Bend, Ind., übert. von: Thornton R. Stenberg, Troy, N. Y., V. St. A., *Bremsmaterial*, bestehend aus 66—74% Asbestfasern, 14—6% Tung-nußpulver (I), 20—15% fl. Harz. I wird zur Entfernung des Öles geröstet. (A. P. 2450 171 vom 20/9. 1944, aueg. 28/9. 1948.) 811.5875

\* British Resin Products Ltd., übert. von: Wm. G. Daroux, *Reaktionen zwischen Flüssigkeiten*, bei denen sich voluminöse Polymerisationsprodd. abscheiden, werden durch eine Spezialvorr. so geführt, daß sich die beiden Fl. nur in dünnen Schichten berühren, indem man sie in sehr breiten u. dünnen Strömen übereinander wegfleßen läßt u. nach beendeter Rk. sofort vom Reaktionsprod. trennt. Auf diese Weise wird

das Röhren erspart u. trotzdem eine vollkommene Durchmischung erzielt. (E. P. 601 684, ausg. 11/5. 1948.) 805.5891

**Houdry Process Corp.**, Wilmington, übert. von: George R. Bond jr., Paulsboro, N. J., V. St. A., Herstellung von Zirkonerde enthaltenden Katalysatoren für die Umwandlung von Kohlenwasserstoffen, bes. von  $\text{SiO}_2 \cdot \text{ZrO}_2$ ,  $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{ZrO}_2$ - u.  $\text{SiO}_2 \cdot \text{ZrO}_2 \cdot \text{BeO}$ -Katalysatoren, durch Mischen eines Alkalisilicats mit einer Lsg. eines Alkali-Zirkoniumcarbonats (I). Die Lsg. von I wird erhalten durch Zusatz eines Zirkonialsalzes zu einer Alkalicarbonatlsg., z. B. einer Lsg. von Zr-Sulfat zu einer Lsg. von überschüssigem  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , wobei eine Lsg. von Ammonium-Zirkoniumcarbonat entsteht. — 51,3 (Vol.-Teile) einer Na-Silicat-Lsg. „N-Brand“, welche 28,7%  $\text{SiO}_2$  u. 8,9%  $\text{Na}_2\text{O}$  enthält (D. 1,25), werden mit 47,6 einer Lsg. gemischt, welche hergestellt wird durch Mischen von 11,37 (Teilen) Zr-Sulfat, 3,75  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  u. 32,3 W., u. danach Zusatz von 45,2 Vol.-Teilen einer Lsg. von 8,86 Gew.-Teilen konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  in 37,7 Wasser. Beim Verrühren der drei Lsgg. bildet sich ein Gel. Dieses wird nach  $\frac{3}{4}$  Stdn. abgetrennt, bei 200—210° F (93—99° C) etwa 18 Stdn. unter Durchleiten von Luft getrocknet u. danach mit W.,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -Lsg. u. wieder mit W. gewaschen u. nochmals bei 200—210° F getrocknet. Das in der Kugelmühle gemahlene Prod. wird mit W. angeteigt, in Kügelchen geformt u. 10 Stdn. in einer Atmosphäre von 95% Luft u. 5% Wasserdampf bei 1400° F (760° C) erhitzt. Der erhaltene Katalysator dient z. B. zum Cracken von leichtem Texas-Gasöl bei 800° F (427° C) ohne Zufuhr von Wasserdampf. — Ein Gemisch von gefälltem  $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$  wird durch Basenaustausch mit  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -Lsg. natriumfrei gewaschen u. danach mit einer Lsg. von  $\text{NH}_4$ -Zirkoniumcarbonat behandelt. Dabei tritt  $\text{ZrO}_2$  durch Basenaustausch ein. Das erhaltene Oxydgemisch wird 10 Stdn. lang in einer Atmosphäre von 95% Luft u. 5% Wasserdampf bei 1400° F erhitzt, dabei wird hochakt. Crackkatalysator erhalten. — Zur Herst. eines Lithium-Zirkoniumcarbonatkatalysators werden 25 (Vol.-Teile) einer  $6\text{NLi}_2\text{CO}_3$ -Suspension mit 16 einer Zr-Sulfat-Lsg., welche 167,4 g  $\text{ZrO}_2$  im Liter enthält, gemischt. Das dabei gebildete Sol wird durch Zusatz von 3 weiteren Vol.-Teilen Zr-Sulfat-Lsg. in Geform übergeführt. Das Gel wird getrocknet u. calciniert. Der erhaltene Katalysator dient zur mol. Dehydratation von Alkoholen u. Glykolen. (A. P. 2 444 913 vom 12/5. 1944, ausg. 13/7. 1948.) 808.5895

A. H. Kassatkin, Die Grundprozesse und die Apparaturen der chemischen Technologie. 1. Aufl. M.-L. Goschmisdat. 1948. (916 S.) 31 Rbl. 50 Kop. [In russ. Sprache].

Harold Phillips Manly, Drake's refrigeration service manual. Chicago: F. J. Drake. 1948. (317 S. m. Diagr.) § 2.—

H. Nennet, Practical Emulsions. 2nd ed. New York: Chemical Publishing Co. 1948. 48 s.

Hermann Stettner, Kälteanlagen. Mülhausen, Thür.: Rich. Markewitz. 1947. (327 S.) DM 18.—

#### IV. Wasser. Abwasser.

F. Sierp, Die amerikanischen Einheitsmethoden zur Untersuchung von Wasser und Abwasser. Es werden die in der 9. Ausgabe der amerikan. Einheitsverf. für W.- u. Abwasserunters. vom Jahre 1947 aufgenommenen Neuerungen besprochen. (Gesundheitsng. 69. 264—67. 1948. Essen, Ruhrverband.) 230.6054

Oswald Menzl, Über den Chlorgehalt der Niederschläge. Vf. berichtet über die Best. des Chlorgeh. von Regen- u. Schneeschmelzwasser auf einem Berggipfel (Donnersberg) mit industriereicher Umgebung u. einem industriearmen Ort (Haid, Kr. Tachau) in der Tschechei. Die Höhe des Chlorgeh. ist erstens von der Art der Ndd. abhängig — Böen-Ndd. haben einen bedeutend erhöhten Chlorgeh., der vielleicht durch ein Mitreißen von in tieferen Luftschichten vorhandenen Verunreinigungen hervorgerufen wird — u. zweitens weist sie auf örtliche Beeinflussung, z. B. Industrie, hin; eine jahreszeitliche Abhängigkeit (Heizperiode) wird dagegen nicht festgestellt. Es wird eine Übersicht über alle bisher bekannt gewordenen Chlorgehaltsmessungen von Regen- u. Schneeschmelzwasser gegeben. (Z. Meteorol. 2. 289—95. Okt. 1948. Eichstätt, Mittelfranken.) 236.6060

James L. Leitch, Belair, V. St. A., o-Tolidintabletten für die Trinkwasserprüfung. Zur Best. des freien  $\text{Cl}_2$  im W. nach Behandlung mit  $\text{NaClO}$  werden Tabletten verwendet, die 0,8—1,0 mg o-Tolidin, ein nicht alkal. reagierendes Füllmittel, z. B.  $\text{NaCl}$  oder Stärke, u. eine sauer reagierende Verb., z. B.  $\text{NaHSO}_4$ , enthalten, damit bei ihrem Gebrauch das W. auf der zur Entstehung der kanariengelben Färbung nötigen pH-Wert von 2 eingestellt wird. Nach der Chlorierung des W. verrührt man in 20 ccm eine Tablette; wenn nach 5 Min. noch keine Gelbfärbung eingetreten ist, enthält es noch kein freies  $\text{Cl}_2$  im Überschuß, u. die Behandlung muß fortgesetzt werden. (A. P. 2 436 814 vom 8/6. 1943, ausg. 2/3. 1948.) 805.6061

## V. Anorganische Industrie.

\* N. V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij, übert. von: Johan Overhoff, *Wasserstoffperoxyd und Aldehyd aus diese Verbindungen enthaltenden Flüssigkeiten*. Die unvollständige Verbrennung von gasförmigen KW-stoffen führt zu Fl., die organ. Peroxyde enthalten. Diese organ. Peroxyde werden durch Erhitzen der Fl. mit verd.  $H_2SO_4$  u.  $CH_3OH$  zu  $H_2O_2$  u. Aldehyd zersetzt. Der  $CH_3OH$  verbindet sich mit dem Aldehyd zu einem flüchtigen Acetal, das abdest. u. dadurch eine weitere Zers. des organ. Peroxyds verursacht. — 130 (g) einer Lsg., die 20,6  $CH_2O$  u. 28,3  $H_2O_2$  enthält (Mol-Verhältnis  $H_2O_2:CH_2O = 1:0,785$ ), mischt man mit 10 ccm 50%ig.  $H_2SO_4$  u. 127  $CH_3OH$  u. dest., bis der Kp. von 48° auf 63,5° gestiegen ist. Die Dest. wird dann unterbrochen. Der Rückstand enthält 20,8  $H_2O_2$  u. 1,6  $CH_2O$ , so daß 79%  $H_2O_2$  erhalten geblieben u. 92%  $CH_2O$  abdestilliert sind (Mol-Verhältnis im Rückstand 1:0,082). (Holl. P. 61 465, ausg. 16/8. 1948.) 813.6083

\* Dewan Nanak Chand, *Ammoniumsulfat*.  $NH_3$  und  $SO_2$  werden in W. von ca. 50° in Ggw. von S, der als Katalysator wirkt, gepumpt.  $(NH_4)_2SO_4$  wird aus der so hergestellten Lsg. durch Krystallisation erhalten. S wird als Nebenprod. gewonnen. (Ind. P. 31 756, ausg. 24/3. 1948.) 813.6087

Fansteel Metallurgical Corp., North Chicago, übert. von: Frederick L. Hunter, Lake Bluff, Ill., V. St. A., *Auflösung von HCl-Gas in Wasser*. Zur Erniedrigung der Reaktionswärme, die bei der Absorption von gasförmigem HCl entsteht u. die Löslichkeit von 500 Voll. (in 1 Vol. W.) bei 0° auf 160 Voll. bei 110° erniedrigt, wird zuerst nach dem Gegenstromverf. eine geringe Menge HCl-Gas in W. gelöst. Dann läßt man die so erhaltene verd. Säure im Kontakt mit HCl-Gas an einer Fläche herabfließen, die von der anderen Seite dauernd auf 140—180° F (60—82° C) abgekühlt wird. Die Restgase der 2. Absorption benutzt man wieder zur 1. Absorption, d. h. zur Herst. von verd. HCl. — Beschreibung der App., 2 Abbildungen. (A. P. 2 436 432 vom 26/2. 1943, ausg. 24/2. 1948.) 805.6095

Standard Oil Development Co., übert. von: Eger V. Murphree, Summit, N. J., V. St. A., *Gewinnung von Chlor aus HCl und Chloriden*. In einer Reaktionskolonne wird ein aufsteigender Strom von HCl bei erhöhter Temp. mit einem feinverteilten Metall-oxyd in Kontakt gebracht, das hierbei ein Chlorid bildet, z. B.  $Fe_2O_3$ . Das entstandene  $FeCl_3$  wird durch einen Dampfstrom aus der Reaktionszone entfernt, der Dampf aus diesem Gemisch durch ein andres Gas verdrängt u. das  $FeCl_3$  mit einem  $O_2$ -haltigen Gasmisch bei erhöhter Temp. in Kontakt gebracht, das  $Cl_2$  abspaltet u.  $Fe_2O_3$  regeneriert. Das letztere wird der Rk. sofort wieder zugeführt. — Beschreibung einer App. zur kontinuierlichen Durchführung des Verfahrens. 1 Abbildung. (A. P. 2 436 870 vom 31/10. 1942, ausg. 2/3. 1948.) 805.6095

\* Commercial Solvents Corp., übert. von: Glen H. Morey und Everet F. Smith, *Kaliumhydroxydsuspension in nichtwäßriger Flüssigkeit*. Fein verteiltes festes KOH, das in einer inerten mit W. nicht mischbaren Fl. suspendiert ist, erhält man dadurch, daß man aus einem Gemisch von KOH, W. u. der mit W. nicht mischbaren Fl. ein Gemisch der 2 Fl. abdest., wobei unter kräftigem Rühren des dest. Kesselinhalts die mit W. nicht mischbare Fl. kontinuierlich in den Destillationskessel zurückkehrt. (Can. P. 450 100, ausg. 27/7. 1948.) 813.6119

\* Herbert H. Greger, *Aluminiumphosphate*. Feste, in W. fein verteilbare Al-Phosphate erhält man dadurch, daß man fein verteiltes  $Al(OH)_3$  u.  $P_2O_5$  oder  $H_3PO_4$  getrennt in einem nichtwss. Medium, z. B. Kerosin, verteilt, die Dispersionen mischt, je nach Bedarf zur Durchführung einer beschränkten Hydratisierung  $H_2O$  zugibt u. aus dem Medium die festen Teilchen abtrennt. (E. P. 597 169, ausg. 20/1. 1948.) 813.6135

Standard Oil Development Co., übert. von: Robert P. Ferguson, Cranford, N. J., V. St. A., *Aluminiumhalogenide aus Aluminiumoxyd, Kohlenstoff und freiem Halogen*. Man schickt eine Suspension von kohlenstoffhaltigen Materialien in gasförmigem Halogen kontinuierlich in eine senkrechte Reaktionszone, durch die laufend ein Strom von in Verbrennungsgasen verteiltem, hochehitztem festem  $Al_2O_3$  geführt wird, wobei das Halogen u. die kohlenstoffhaltigen Materialien auf die zur Herst. des Al-Halogenids erforderliche Temp. gebracht werden. Das bei der Umsetzung verwendete  $Al_2O_3$  u. das kohlenstoffhaltige Material sind im Reaktionsgefäß im Überschuß vorhanden, u. kontinuierlich wird das erhaltene Aluminiumhalogenid u. ebenso kontinuierlich aus der Reaktionszone ein Gasstrom abgezogen, in dem  $Al_2O_3$  u. C verteilt sind. In diesem Gasstrom wird unter Zuführung von Luft der C verbrannt, um das  $Al_2O_3$  auf hohe Temp. zu bringen. Der so erhaltene Strom von Verbrennungsgasen mit hoch erhitzten  $Al_2O_3$ -Teilchen kehrt dann zur Umsetzung in die Reaktionszone zurück. — Eine zur Durch-

führung des Verf. geeignete App. wird an Hand einer Zeichnung beschrieben. (A. P. 2 446 221 vom 6/3. 1943, ausg. 3/8. 1948.) 813.6135

## VI. Silicatehemie. Baustoffe.

Axel Ottoson, *Verbesserung der Rohmaterialien für die Glasfabrikation*. Rohmaterialien von solcher Reinheit, daß sie ohne weiteres für die Glasherst. benutzt werden können, sind in den V. St. A. ziemlich erschöpft, so daß fast alle noch gereinigt werden müssen. Als Beispiele dafür werden die magnet. Entfernung von Fe aus *Glassand* u. die Flotation von *Feldspat* genannt. (Glass Ind. 29. 251—52. 288—89. Mai 1948. Bellaire, O., Imperial Glass Corp.) 121.6182

D. L. Gik, I. D. Tykatschinski und L. I. Singman, *Der Zusatz von Flußspat als Mittel zur Erhöhung der Leistungsfähigkeit mechanisierter Tafelglasfabriken*. Während ein Zusatz von 0,5%  $\text{CaF}_2$  zum Gemenge der Ausgangsmaterialien der Glasherst. keinen besonderen Einfl. hat, führt ein Zusatz von 1% zu einer wesentlichen Beschleunigung des Schmelzprozesses u. Verbesserung der Qualität zugleich mit einer Erhöhung des Oxydationspotentials. Man kann dabei die Ofenbeschickung um 20% erhöhen, trotzdem vermindert sich die von Beschickung u. Schäum eingenommene Ofenfläche nur um 18%. Die im Versuchsbetrieb gewonnenen Erfahrungen bestätigen sich im Fabrikationsbetrieb, ohne daß auf die Dauer eine Schädigung des feuerfesten Ofenmaterials erfolgt. (Стекло и Керамика [Glas u. Keramik] 5. Nr. 1. 4—7. Jan. 1948.) 185.6182

W. A. Kusjak, *Der Einfluß der Holzfeuchtigkeit auf den Betrieb von Glasschmelzöfen*. In mehreren Tabellen wird der Einfl. eines Feuchtigkeitsgeh. von 30—50% des Brennholzes auf den zur Erzielung einer Temp. von 800 bzw. 1000° erforderlichen Bedarf an Holz u. Sekundärluft usw. gezeigt. (Легкая Промышленность [Leichtind.] 8. Nr. 1. 22—24. Jan. 1948.) 185.6202

M. A. Lifschitz, *Zur Frage der Wahl eines Ofens zum Brennen von metallurgischem Dolomit*. Vf. bespricht die Eignung von verschied. Ofentypen zum Brennen von Dolomitsteinen für metallurg. Zwecke. Für Neuprojektierungen kommen nur mechanisierte Schachtöfen u. Drehrohröfen in Frage, wobei die ersten am wirtschaftlichsten sind, aber den Nachteil haben, daß sie nur auf leicht backende Dolomitsorten beschränkt bleiben, wogegen die Drehöfen univorseller sind u. bei Anwendung von trockener oder nasser Mahlung prakt. alle Dolomitsorten eines Lagerortes einschließlich Feinkorn u. Staub zu verarbeiten erlauben. (Огнеупоры [Feuerfeste Mater.] 13. 26—32. Jan. 1948.) 288.6202

I. Ss. Schatnyi und B. A. Demidenko, *Neuer Tunnelofen zum Brennen von Ziegeln mit Naturgas des Daschkowsker Vorkommens*. Beschreibung eines Ofens, bei dem das Gas im Gemisch mit den zurückgeführten Rauchgasen verbrannt u. in Höhe des Bodens der Ziegelwagen u. darüber zugeführt wird; der Ofen ist ganz aus Bau- u. feuerfesten Steinen gebaut ohne Verwendung von Formsteinen; Betrieb u. Charakteristiken des Ofens. (Стекло и Керамика [Glas u. Keramik] 5. Nr. 2. 17—18. Febr. 1948.) 185.6202

W. A. Weyl, *Chemie und Rolle des Boroxyds in der Glasindustrie*. I. Mitt. Vork. u. chem. Beschreibung von B u. B-Verb. in der Natur, sowie der chem. u. physikal. Eigg. von Schmelzen von  $\text{B}_2\text{O}_3$  mit anderen Oxyden in bin. u. tern. Mischungen. — Als Glaskomponente wurde  $\text{B}_2\text{O}_3$  von SCHOTT u. АBBÉ systemat. eingeführt u. brachte unerwartete Wrkgg.: obgleich es selbst eine starke Wärmeausdehnung hat, verringert es die des Glases; trotz seines geringen Brechungsindex erhöht es den des Glases; trotz seiner Wasserlöslichkeit setzt es die Löslichkeit des Glases herab. (Glass Ind. 29. 136—38. 156. 158. März 1948. State College, Pa., Pennsylvania State Coll.) 121.6210

W. A. Weyl, *Chemie und Rolle des Boroxyds in der Glasindustrie*. II. Mitt. (I. vgl. vorst. Ref.) Die Unters. des Röntgenspektr. von  $\text{B}_2\text{O}_3$  nach der Meth. von FOURIER ergab, daß es in 2 verschied. Modifikationen bestehen kann; in freiem Zustande u. im Gemisch mit  $\text{SiO}_2$  allein hat es eine plane Dreiecksstruktur, in der die O-Atome an den Ecken u. B in der Mitte sitzt, im Gemisch mit  $\text{SiO}_2$  u. Alkalioxyden besitzt es dagegen Tetraederstruktur wie  $\text{SiO}_2$  mit 4 O-Atomen in den Spitzen u. dem B-Atom in der Mitte. Die Umwandlung von  $\text{BO}_3$  zu  $\text{BO}_4$  geht jedoch nur innerhalb gewisser Temp. u. Konzentrationsgrenzen vor sich, der Geh. des Glases an  $\text{B}_2\text{O}_3$  darf 15% nicht überschreiten. Der Übergang von  $\text{BO}_3$  in  $\text{BO}_4$  macht die Gesamtstruktur des Glases der des reinen  $\text{SiO}_2$  ähnlicher u. erklärt damit die Erhöhung der chem. Widerstandsfähigkeit desselben bei gleichzeitiger F.-Erniedrigung. (Glass Ind. 29. 200—04. 228. April 1948.) 121.6210

W. A. Weyl, *Chemie und Rolle des Boroxyds in der Glasindustrie*. III. Mitt. (II. vgl. vorst. Ref.) Zusammenstellung der Untersuchungsergebnisse von verschied. Autoren über den Einfluß eines B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Zusatzes auf die Oberflächenspannung von Glas. — 8 Tabellen. (Glass Ind. 29. 264—65. 284. Mai 1948.) 121.6210

W. A. Weyl, *Chemie und Rolle des Boroxyds in der Glasindustrie*. IV. u. V. Mitt. (III. vgl. vorst. Ref.) Der Einfl. von B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> auf die elektr. Leitfähigkeit von Glas ist sehr komplex u. steht in keiner direkten Beziehung zu seiner Konz. im Glas. Steigerung des Na-Geh. bei Ggw. konstanter Mengen an B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bessert die Leitfähigkeit. Darüber hinaus sind seit den grundlegenden Verss. von GEHLHOFF, THOMAS u. FULDA (OSRAM-Berlin) keine neuen Ergebnisse gefunden worden. — B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> erniedrigt die Wärmeausdehnung des Glases u. seine Empfindlichkeit gegen Wärmeschocks, obgleich es selbst eine hohe Wärmeausdehnung besitzt. Dies kann nur dadurch erklärt werden, daß es die Struktur des Glases der von SiO<sub>2</sub> ähnlicher macht, das eine sehr geringe Wärmeausdehnung besitzt. Gleichzeitige Na-Zugabe verstärkt deshalb die Wrkg. von B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, während bei Zugabe von B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zu SiO<sub>2</sub> nur eine additive Wrkg. eintritt, da hier das die Strukturumwandlung herbeiführende Na fehlt. (Glass Ind. 29. 328—29. 346. Juni. 388—90. 413. Juli 1948.) 121.6210

W. A. Weyl, *Chemie und Rolle des Boroxyds in der Glasindustrie*. VI. Mitt. (V. vgl. vorst. Ref.) Die Gläser, in denen B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> einen der Hauptbestandteile bildet, sind in 3 Gruppen einzuteilen: 1. Typus der „Jenaer Gerätegläser“ mit B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> neben Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 2. Typus der „Pyrex“gläser mit viel B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> neben sehr wenig Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. ohne Oxyde zweiwertiger Metalle; 3. Typus der „Vycor“gläser, die mit Alkaliborat angesetzt werden, aus denen B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> jedoch im Laufe der Fabrikation zum größten Teile wieder entfernt wird. Analysentabellen über die chem. Zusammensetzung. Trotz großer Unterschiede darin ist allen 3 Glasarten die geringe Wärmeausdehnung u. hohe chem. Widerstandsfähigkeit gemeinsam. Vycor wird aus einer Schmelze von SiO<sub>2</sub> + Alkaliborat gewonnen, deren Wärmebehandlung so geregelt wird, daß SiO<sub>2</sub> darin eine schwammartige Struktur annimmt u. Alkaliborat sich als zusammenhängende Phase dazwischen lagert. Nach dem Erstarren des Glasmasse wird es bei 60—100° mit verd. Säuren herausgelöst, so daß ein SiO<sub>2</sub>-Gerüst übrig bleibt, das beim Erhitzen auf 1200° um 65% seines Vol. schrumpft. Das Endprod. hat dieselben Eigg. wie reines Quarzglas, das durch Schmelzen von Naturquarz hergestellt worden ist. Der B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Geh. bei der Herst. ist nicht wichtig, man verwendet z. B. Gemische aus 75% SiO<sub>2</sub>, 20% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. 5% Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O oder Li<sub>2</sub>O. Die Art der Wärmebehandlung ist dagegen sehr wichtig, da bei zur starker Erwärmung leicht Entglasung eintritt u. bei zu niedriger Temp. keine Phasentrennung erfolgt. (Glass Ind. 29. 444—45. 465. Aug. 1948.) 121.6210

W. A. Weyl, *Chemie und Rolle des Boroxyds in der Glasindustrie*. VII. Mitt. (VI. vgl. vorst. Ref.) Beispiele für die Zus. B-haltiger Gläser für opt. u. chem. Verwendungszwecke, ferner für röntgenstrahlendurchlässige Gläser, Isoliermaterial für elektr. Zwecke, Schleifmaterial (eventuell mit Diamanteinlage) u. für Al-Borat-Gläser höchster UV-Durchlässigkeit nach LINDEMANN. (Glass Ind. 29. 500—02. 524. 526. Sept. 1948.) 121.6210

W. A. Weyl, *Chemie und Rolle des Boroxyds in der Glasindustrie*. VIII. Mitt. (VII. vgl. vorst. Ref.) Boroxyd als Glaszusatz in geringer Menge, z. B. zu Flaschen- u. Fensterglas, dient dazu, die Entglasung zu verhindern u. die chem. Widerstandsfähigkeit u. Schmelzbarkeit zu verbessern. Ein Zusatz von 1% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zur Glasschmelze verkürzt z. B. die Schmelzzeit um 20—30%, u. ein Ersatz von 3% der SiO<sub>2</sub> in einem Dolomitglas durch B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> erhöht seine Widerstandsfähigkeit gegen verd. Säuren; ein weiterer Zusatz hat keine stärkere Wrkg. in dieser Beziehung. Noch stärker wirkt der Ersatz von Alkali durch B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, etwas weniger der von CaO + MgO. Der Reaktionsmechanismus von B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bei Verhinderung der Entglasung beruht wahrscheinlich darauf, daß B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sehr schwer zur Krystallisation zu bringen ist, Krystalle sind überhaupt nur auf Umwegen erhältlich. (Glass Ind. 29. 559—61. 594. Okt. 1948.) 121.6210

W. A. Weyl, *Chemie und Rolle des Boroxyds in der Glasindustrie*. IX. Mitt. u. Schluß. (VIII. vgl. vorst. Ref.) Zusammenstellung der in den vorangehenden Aufsätzen benutzten Literatur (130 Angaben). (Glass Ind. 29. 632. 634. Nov. 1948.) 121.6210

George A. Howard, *Das Schmelzen von Glas*. II. Mitt. (I. vgl. C. 1949. I. 824.) Beschreibung verschied. Typen von Glasschmelzöfen, 3 Abbildungen. Diskussion der beiden Mischverf. für die Bestandteile: das „Erosionsverf.“, bei dem zuerst die leichtschmelzbaren Bestandteile gemischt u. geschmolzen u. die schwer schmelzbaren dem

Glasfluß zugesetzt werden; u. das neuere Mischverf., bei dem alle Komponenten in fein verteiltem Zustande gemischt u. dann gemeinsam geschmolzen werden. (Glass Ind. 29. 694—97. 722. Dez. 1948. Butler, Pa.) 121.6210

George A. Howard, *Das Schmelzen von Glas*. III. Mitt. (II. vgl. vorst. Ref.). Theoret. Diskussion des Erosionsverf. beim Glasschmelzen u. über die Eig. eines idealen Glasschmelzofens. — 7 Abbildungen. (Glass Ind. 30. 34—36.) 121.6210

W. J. Arner und D. E. Sharp, *Verfärben von Glas durch Radiumstrahlung*. Es werden Spektralkurven u. Daten über die durch radioakt. Strahlen verursachten Färbungen von Borsilicatglas mitgeteilt. (Physic. Rev. [2] 74. 116. 1/7. 1948. Libbey-Owens-Ford Glass Co.) 286.6210

I. Je. Dudawski, *Die Anwendung von modernen physikalisch-chemischen Daten über die Struktur von Flüssigkeiten auf die Technologie der feuerfesten Dinaserzeugnisse*. Aus theoret. Überlegungen über die Struktur von Glasschmelzen u. den Einfl. von nichtglasbildenden (Na, K) u. glasbildenden (Al, B, P, Ge) Kationen auf die Struktur der Silicatmelze u. Beeinflussung der Eig. dieser Schmelzen wird eine techn. Meth. zur Vorarbeitung von Tarassow-Sandstein auf Dinaserzeugnisse entwickelt. Der beim Brennen sich stark auflockernde Sandstein wird durch Zusatz von Quarzit, FeO, MgO u. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zu einem guten Dinas mit 18—21% Porosität u. 300—600 kg/qcm Druckfestigkeit verarbeitet. Die Zus. entspricht 85—75% Tarassow-Sandstein, 15—25% Quarzit, bis 2% Eisenoxyd, 0,6% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. 0,5% MgO. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Zusatz erhöht die D. nach dem Brennen, u. MgO dient als oberflächenakt. Zusatz zur Verbesserung der Benetzung u. Ermöglichung des Eindringens des Flußmittels in das Grobkorn der Sandsteinmasse. (Огнеупоры [Feuerfeste Mater.] 13. 308—22. Juli 1948.) 288.6222

A. Zuber, *Das Trocknen von Asbestappen*. Die Trocknung auf dem Trockenzylinder gibt Ware von besonderer Güte, ist aber auch die teuerste; gewöhnlich arbeitet man mit dem Flachbahntrockner, der als Kanal- oder Kammertrockner in Gebrauch ist. (Gummi u. Asbest 1. 90. Nov. 1948.) 134.6226

W. W. Gontscharow, *Einfluß einiger Zusätze auf die Hydratation des Magnesiumoxyds und des Magnesits*. In Zusammenhang mit der techn. Lagerung von angefeuchtem Magnesitpulver untersucht Vf. den Einfl. von im Magnesit immer anwesenden Oxyden wie SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. CaO auf die Hydratation von MgO u. Magnesit; Brenntemp. 1400, 1500 u. 1600°. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> erscheint als prakt. wichtigster Zusatz bei der Hemmung der Hydratation von MgO bes. in Mengen bis zu 3% u. Brenntemp. von 1400°. Bei Magnesit wird durch Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Zusatz die Hydratation nur bei Brenntemp. von 1400° gehemmt. SiO<sub>2</sub> u. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wirken schwächer als Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. CaO erhöht die Hydratation entsprechend dem CaO-Gehalt. Mit dem Anstieg der Brenntemp. sinkt allg. der hemmende Einfl. der Zusätze. (Огнеупоры [Feuerfeste Mater.] 13. 266—73. Juni 1948.) 288.6234

Libbey-Owens-Ford Glass Co., Toledo, O., übert. von: Frank H. Verhoek, Worthington, O., und Willard L. Morgan, Haverford, Pa., V. St. A., *Spiegelherstellung durch chemischen Niederschlag*. Es können Spiegelndd. aus Silber, Kupfer, Gold oder Bleisulfid gefertigt werden. Bei einseitiger Behandlung der Glasscheibe u. bei Einschränkungen des Spiegelüberzuges auf einzelne kleinere Flächenteile werden die nicht überzogenen Flächenteile mit einem Schutzüberzug aus W. enthaltender anorgan. gelatinöser Lsg. versehen, der nach Fertigstellung der Spiegelflächen wieder entfernt werden kann. Zur Herst. eines Silberspiegels z. B. wird eine polierte Glasplatte gereinigt u. dann auf der einen Seite mit einer verd. Zinnchloridlsg. abgewaschen. Mit der anderen Seite streift die Platte Rollen, die in eine wss. Lsg. von 10% Ferrichlorid u. 10% Natriumhydroxyd oder Kaliumhydroxyd tauchen, wodurch eine W. enthaltende feuchte gelatinöse Überzugsschicht aus Ferrihydroxyd auf dieser Seite geschaffen wird. Diese Schicht ist von genügender Steife, so daß sie nicht von der Platte abgleiten kann. Mit dieser Schutzüberzugsseite wird die Platte auf einen kalt gehaltenen Spiegeltisch gelegt, u. die freie Plattenseite wird versilbert. Dazu wird eine 1,25%ig. Silbernitratlsg. zubereitet. Zu 100 cem dieser Lsg. werden 3,7 cem von konz. Ammoniumhydroxyd zur Klärung der Lsg. u. genügend Natriumhydroxyd gegeben, so daß etwa 1,0% davon in der Mischung enthalten ist. Auf einen Teil dieser Mischung wird ein Teil einer 5%ig. Invertzuckerlsg. unter lebhaftem Vermischen zugegeben. Diese Mischung wird schnell auf die Glasplattenoberfläche gegossen, wo ein Silberspiegelüberzug niedergeschlagen wird, ohne daß diese Versilberungslsg. irgendwie auf die Ferrihydroxydschicht einwirkt, z. B. keinerlei Silbernd. an der Schutzüberzugfläche entsteht.

Die gelatinöse Schutzschicht wird dann durch Waschen entfernt. Nach dem Trocknen ergibt die mit der Silberlsg. behandelte Glasfläche einen vollendeten Silberspiegel ohne irgendwelche Flecken. Die mit der Schutzschicht versehen gewesenen Flächen können dann z. B. noch später mit einem Goldspiegel belegt werden. Zur Fertigung eines Goldspiegelnd. werden Mischungen aus alkal. Goldchloridlsgg. u. Formaldehydlsgg. verwendet. Zur Herst. eines Bleisulfidspiegels wird eine Lsg. benutzt, die hergestellt wird aus einem Teil einer 4%ig. Bleiacetatlg. u. 4 Teilen einer 2%ig. Thioharnstofflösung. Nach inniger Vermischung dieser beiden Lsgg. wird die gemischte Lsg. unter lebhaftem Umrühren in 1,15 Liter einer 6%ig. Natriumhydroxydlsg. gegeben. Man erhält nach dem Aufgießen dieser Lsg. auf eine gereinigte vorbereitete Glasoberfläche einen Bleisulfidspiegel. Auch diese Lsg. wirkt auf den gelatinösen Schutzüberzug u. die damit belegte Glasoberfläche nicht ein. Die mit der Schutzschicht versehene Fläche kann nach Entfernung des Überzuges durch Abwaschen ebenfalls später mit einem Spiegelnd. versehen werden. (A. P. 2 445 253 vom 6/2. 1946, ausg. 13/7. 1948.) 800.6195

Wyandotte Chemicals Corp., Wyandotte, Mich., übert. von: Walter F. Wegst und Leslie R. Bacon, Wyandotte, und Thomas H. Vaughn, Grosse Ile, Mich., V. St. A., *Schutz von Glasoberflächen gegen Alkaliangriff*. Beim üblichen Reinigen von Milch- u. Getränkflaschen mit alkal. Lsgg. bei Temp. von 140—155° F (60—68° C) wird das Glas angegriffen. Die Glasoberfläche im Innern wird nach u. nach geätzt, geschrämmt u. überhaupt abgenutzt. Durch Beigabe von Zinkverb., die in alkal. Lsgg. Zinkat-Anionen bilden, wird dieser Nachteil behoben:  $\text{Na}_2\text{ZnO}_2 \rightarrow 2\text{Na}^+ + \text{ZnO}_2^-$ . Es müssen also zunächst in der alkal. Lsg. z. B. als eine Folge der Rk. von Zinkverb. mit Ätznatron Zinkate entstehen:  $2\text{NaOH} + \text{Zn}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{ZnO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ ;  $2\text{NaOH} + \text{ZnO} \rightarrow \text{Na}_2\text{ZnO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ ;  $4\text{NaOH} + \text{ZnSO}_4 \rightarrow \text{Na}_2\text{ZnO}_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ . Z. B. wird eine Vorratslg. hergestellt durch Vermischen von 143 $\frac{3}{4}$  lbs. Ätznatron mit 12 $\frac{3}{2}$  lbs. Zinkoxyd u. Einbringen dieser Mischung in 218 $\frac{3}{4}$  lbs. Wasser. Nach Vermischen der Bestandteile in einer Zeit von 10 Min. in einem Schnellmischer wird das Zinkoxyd vollständig aufgelöst, wobei die Temp. auf etwa 230° F (110° C) steigt. Zum Gebrauch wird dann diese Vorratslg. zu der erforderlichen Konz. verdünnt. Red. Teile von Zinkoxyd werden durch Zufügen von Ätznatron vor oder nach der Verdünnung wieder entfernt. Sodann gibt man noch entsprechende Anteile Alkalisalze, wie sie zum Reinigungsprozeß erforderlich sind, hinzu. (A. P. 2 447 297 vom 6/1. 1942, ausg. 17/8. 1948.) 800.6211

H. H. Robertson Co., Pittsburgh, übert. von: Dean S. Hubbell, Sharpsburg, Pa., V. St. A., *Sorelzementmischung*. Wenn man Gogonständen u. Körpern aus Magnesiumoxydchloridzement eine wesentlich größere Festigkeit u. vor allen Dingen eine größere Widerstandsfähigkeit gegen W. verleihen will, ist es üblich, in den Mörtel 3—10% feinste Kupferteilchen oder Kupferoxydteilchen einzubringen. Beim Erhärten des Zementmörtels finden Rkk. zwischen den Bestandteilen des Oxychloridzements u. den Kupfer- bzw. Kupferoxydteilchen statt. Bes. vorteilhaft ist das Einbringen von Kupferteilchen, die von Schutzfilmen auf Kupferoxyd umhüllt sind (Geh. an Kupferoxyd 18—42%) in einer Korngröße von etwa 5  $\mu$ . Von den Raffinerien für Kupferaufbereitung kann z. B. ein rotbräunlicher Kupferschlamm bezogen werden, dessen Teilchen als Verunreinigungen neben Verb. des Eisens, Aluminiums u. von SiO<sub>2</sub> auch Kupferoxyd in Mengen von 18—42% enthalten. Dieser Kupferschlamm wird von den Raffinerien in feuchtem Zustande in einem dichten Behälter verladen, so daß alle irgendwie vorhandenen Zwischenräume mit W. ausgefüllt sind (Geh. an W. etwa 22—27%), wodurch etwaiger Luftzutritt u. damit weitere Oxydation vermieden wird. Vor der Verwendung wird dieser angelieferte nasse Schlamm schnell vom W. befreit. Zunächst wird er in einem Trockner vorgetrocknet, so daß er etwa nur noch 10% W. enthält. Darauf wird er in einer Mühle vermahlen, wodurch der Feuchtigkeitsgeh. auf etwa 0,4% red. wird. Dieses schon ziemlich trockene Prod. wird sogleich danach in einer Pulver- bzw. Hammermühle, unter Vorbeizirkulieren von heißer Luft behandelt. Von diesem völlig trockenen Material werden etwa 3—10 Gew.-% im Oxychloridmörtel feinst verteilt. Das Kupferpulver kann auch den trocknen Bestandteilen eines Magnesiumoxydchloridzementmörtelgemenges beigemischt sein, so daß es an der Baustelle nur erforderlich ist, die entsprechende Wassermenge einzumischen. (A. P. 2 450 513 vom 29/6. 1945, ausg. 5/10. 1948.) 800.6235

Standard Oil Development Co., Del., V. St. A., übert. von: Charles M. Baskin, Toronto, Ontario, Canada, *Herstellung von Fasermaterial, das mit einer Bitumenschicht überzogen ist*. Eine Mischung von fein gepulvertem Calciumcarbonat u. fein gepulverter Stearinsäure ergibt ein Pulver von stark wasserabweisenden Eigenschaften. So kann man z. B. auch aus 95% Kalk u. 5% Stearinsäure eine stark wasser-

abweisende M. herstellen. Sprödes Bitumen, fein gepulvert, in Mischung mit etwa 5–20% gepulverter Stearinsäure ergibt ebenfalls eine wasserabweisende Masse. Vorgefertigtes faseriges Bedachungsmaterial wird nun zur Erzielung einer bes. wasserdichten Beschaffenheit zunächst bis zur Sättigung mit einer bituminösen M. imprägniert. Dieses vorbehandelte Prod. wird dann mit einem Überzug aus einer Mischung aus pulverisiertem Asphalt von hohem F. u. einem gepulvertem Metallsalz der Stearinsäure (meist Ca-Salz) versehen. Der Überzug kann auch aus einer Mischung von gepulvertem Asphalt mit hohem F. u. einer Verb. aus gepulvertem Kalk mit Stearinsäure hergestellt werden. (A. P. 2 438 890 vom 29/7. 1944, ausg. 6/4. 1948.) 800.6255

## VII. Agrikulturrehemie. Schädlingsbekämpfung.

H. P. Cooper, W. R. Paden, W. H. Garman und N. R. Page, *Eigenschaften, die die Verfügbarkeit von Bodencalcium für die Pflanzen beeinflussen*. Die vorwiegend durch die Bindungsenergie der Elektronen in der äußeren Elektronenschale bedingten Energieeigg. der Elemente finden in den n-Elektroden -u. Ionisationspotentialen ihren Ausdruck; letztere stehen in enger Beziehung zur Intensität der Entfernung von Kationen aus Bodenkolloiden u. Pflanzengewebe. Auf gleichem Boden mit gleichem oder ähnlichem Dünger behandelte Baumwoll- u. Weizenpflanzen zeigen deutliche Unterschiede im Mineralgehalt. Baumwolle enthält relativ viel Ca u. wenig Si, Weizen nur  $\frac{1}{20}$  Ca u. mehr als das 8fache an Si gegenüber Baumwolle. Das Fehlen von Ca in Samen, Knollen, Wurzeln, Früchten usw. kann Struktur, Festigkeit u. Haltbarkeit der Prodd. merklich beeinflussen. Es wurde festgestellt, daß die Behandlung von Früchten mit Ca-Salzen Festigkeit u. physikal. Aussehen der Prodd. verbessert. — 47 Literaturzitate. (Soil Sci. 65. 75—96. Jan. 1948. S. Carolina Agric. Exper. Stat.) 253.6302

Firman E. Bear und Stephen J. Toth, *Einfluß des Calciums auf die Verfügbarkeit anderer Bodenkationen*. 8jähriges Studium von 20 wichtigen Ackerböden von New Jersey, wobei die Wurzeln von Alfalfapflanzen als Kationextraktor benutzt wurden, führte zu folgenden Ergebnissen: Die Bedingungen erreichen das Optimum für die Kationennahrung von Alfalfa, wenn der Austauschkomplex des Bodens besetzt ist mit 65(%) Ca, 10 Mg, 5 K u. 20 H. Die Mengenverhältnisse der Nährkationen in der Alfalfapflanze zeigen nur wenig Ähnlichkeit mit denen im Austauschkomplex des Bodens. Ca herrscht im Boden vor, K im Alfalfa; letzteres nimmt mehr als die benötigte K-Menge auf, falls der Ca-Geh. nicht auf einem relativ hohen Niveau gehalten wird. Wenn das Ca-K-Verhältnis in den Alfalfaspitzen 4:1 überschreitet oder der K-Geh. unter 1% absinkt, wird lösl. K gern aufgenommen. Wenn irgendein Nährkation im Boden mangelt, nimmt Alfalfa mehr von den anderen auf, doch bleibt die Summe der Kationenäquivalente pro Trockengewichtseinheit der Pflanze konstant. Mg-Mangel ist auf sandigen u. sauren Böden weit verbreitet, da die Pflanze das unter solchen Bedingungen meist reichlich dargebotene K im Überschuß an Stelle eines Teiles des benötigten Mg aufnimmt. Kalken der Böden bis zu dem Punkt, wo scheinbar sämtlicher Austausch-H durch Ca ersetzt ist, verursacht leicht Mg-Mangel u. Mißernte. (Soil Sci. 65. 69—74. Jan. 1948. New Jersey Agric. Exper. Stat.) 253.6302

H. T. Rogers, *Wasserlösliches Bor in grobkörnigen Böden in bezug auf den Borbedarf von Hülsenfrüchten*. Verschied. Methoden der Bodenextraktion mit Heißwasser u. verd.  $H_2SO_4$  wurden als Maß für verfügbares B verglichen. Die Heißwassermeth. (Istd. Schütteln der Boden-W.-Suspension u. 30 Min. Extraktion) ist von prakt. Wert bei solchen unbehandelten Böden, bei denen B-Wrkg. zu erwarten ist. Keine Wachstumssteigerung wurde beobachtet, wenn der unbehandelte Boden mehr als  $0,15\%$  heißwasserlös. B enthielt. In fast jedem Vers. enthielt unbehandeltes Alfalfa, sowie Klee (erimson u. bur) weniger als  $6,00\%$  B, wenn der Boden auf B ansprach. In 82% der Fälle, in denen B innerhalb von 3 Jahren gegeben wurde, enthielten die Pflanzen mehrmals  $10\%$  B. Auf grobkörnigen roten u. gelben Podsolböden trat Boraxwrkg. ein, wenn die Hülsenfrüchte weniger als  $10\%$  B oder der Boden weniger als  $0,15\%$  heißwasserlös. B enthielten. Alfalfa benötigt nur sehr geringe B-Gaben, wenn es auf Böden mit niedrigem Ca u. niedriger Basenaustauschkapazität angepflanzt wird. Sterilmachen des Bodens mit Toluol war ohne Einfl. auf die B-Fixierung, was darauf hindeutet, daß das in Heißwasser unlösl. gewordene B nicht im Mikrobengewebe gebunden ist. — 33 Literaturzitate. (J. Amer. Soc. Agronom. 39. 914—28. Okt. 1948. Auburn, Ala., Alabama Exp. Stat., Dep. Agronom. Soils.) 253.6302

C. W. Leggatt, *Keimung von Erbsen bei B-Mangel*. Die Bldg. abnormaler Sprossen an Erbsen mit B-Mangel kann durch B-Zugabe in Form von  $0,01\%$ ig. Boraxlg. zur Anfeuchtung des Keimungsmediums oder durch Bestäuben der Saat mit Borax (rein



oder in  $\frac{1}{10}$  Verdünnung mit Talkum) völlig vermieden werden. Gewisse Sägemehle von Rottanne usw., mit Sand vermischt, wirken ebenfalls korrigierend, wodurch B-Mangel verdeckt werden kann. Da sehr kleine Dosen B für die n. Entw. der Erbse erforderlich sind, ist es möglich, daß B-Bestäubung der Saat ausreicht. — 6 Literaturzitate. (Sci. Agric. 28. 131—39. März 1948. Ottawa, Can., Dominion Dep. Agric., Plant Products Div.) 253.6308

**M. Schmidt**, *Die Johannisbeermotte (Incurvaria capitella Cl.) in der Westprignitz (Brandenburg)*. Die an von der Johannisbeermotte befallenen Johannisbeerkulturen gemachten Beobachtungen werden eingehend beschrieben, ebenso die Erfahrungen bei der Bekämpfung mit einem seifenhaltigen Mineralölwinterspritzmittel (3%ig. Emulsion). Diese Winterspritzung muß entsprechend der Lebensweise der Raupen schon vor Anfang Februar durchgeführt sein. Benachbarte Stachelbeerkulturen werden nicht geschädigt, während umgekehrt die Stachelbeerblattwespe bekanntlich Johannisbeerkulturen angreift, was aber durch *Stäubegesarol* wirksam verhindert werden kann. — Umfangreiche Spezialliteratur. (Nachrichtenbl. dtsh. Pflanzenschutzdienst 2. 48—50. März/April 1948. Potsdam, Pflanzenschutzamt.) 260.6312

**H. Gäbler**, *Erfolgreiche Gesarolbestäubung gegen den Schlehenspinner (Orgyia anti-qua L.) im Erzgebirge*. In allen Fällen wurde mit *Stäubegesarol* (Streudichte 100 kg/ha) ein voller Erfolg erzielt. (Nachrichtenbl. dtsh. Pflanzenschutzdienst 2. 54—55. März/April 1948. Tharandt.) 260.6312

**Davison Chemical Corp.**, Baltimore, Md., übert. von: Mark Shoeld, *Herstellung von granuliertem Superphosphat*. Das Rohphosphat wird fein gemahlen u. mit  $H_2SO_4$  oder  $H_3PO_4$  oder mit einem Gemisch von beiden Säuren zu einem dünnen Brei verführt. Diesem wird pulverförmiges Superphosphat zugesetzt u. in einer besonderen Vorr. gemischt, so daß ein gekörntes Endprod. entsteht. — Beschreibung der Vorr., 1 Abbildung. (A. P. 2 448 126 vom 17/5. 1944, ausg. 31/8. 1948.) 805.6282

**J. T. Baker Chemical Co.**, Phillipsburg, N. J., übert. von: Kenneth B. Little und John J. Burton, Easton, Pa., V. St. A., *Verfestigen von DDT zu harten Krystallen durch Schmelzen u. Krystallisierenlassen bei Temp. nicht über 60° in dünner Schicht*. Es ist wichtig, die M. zu unterkühlen u. eine schnelle Bldg. der Krystalle zu erzielen. (A. P. 2 453 076 vom 25/6. 1947, ausg. 2/11. 1948.) 823.6313

**United States of America, Secretary of Agriculture**, übert. von: Samuel I. Gertler und Herbert L. J. Haller, Washington, D. C., V. St. A., *Fliegenbekämpfungsmittel*. Es wird ein Gemisch von *N-Alkylphthalimiden* mit DDT angewandt, in dem die erstgenannte Komponente zwar nur eine geringe Giftigkeit besitzt u. die Tiere schwächt, während die insekticide Wrkg. durch die 2. Komponente erzeugt wird, die infolgedessen nur in geringerer Konz. angewandt zu werden braucht als ohne den Zusatz. Eine Kombination besteht z. B. aus einer 0,5%ig. Lsg. von *N-Butylphthalimid* oder *N-Amylphthalimid* mit Zusatz von 1 mg DDT auf 1 cem Lösung. Die genannten Imide können mit gleicher Wrkg. auch mit Pyrethrum- u. Derrisextrakten kombiniert werden, wobei noch der Vorteil hinzutritt, daß die wenig giftigen *Rotenoide* verwendet werden können. (A. P. 2 436 919 vom 9/10. 1944, ausg. 2/3. 1948.) 805.6313

**H. Bading**, Wörterbuch der Landwirtschaft — Dictionary of Agriculture. Deutsch-Englisch, Englisch-Deutsch. Hamburg: Park-Verl. Claassen & Goverts. 1948. (156 S.) DM 8,80.

**Brüne**, Die Praxis der Moor- und Heidekultur. Berlin: P. Parey. 1948. (258 S.) DM 12,—.

**Walter Kotte**, Krankheiten und Schädlinge im Obstbau. 2. Aufl. Berlin: Paul Parey. 1948. (329 S. mit 213 Textabb.) DM 25,60.

**E. Lehmann**, Lehrbuch der anorganischen Chemie für Studierende der Landwirtschaft, der Forstwirtschaft und des Gartenbaues. 2. Aufl. Berlin-Hamburg: P. Parey. 1948. (288 S.) DM 14,—.

## VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

**L. Reeve**, *Versuche zur magnetischen Anreicherung der in North Lincolnshire verwendeten Eisenerze*. Mit *Fronthingamerzen* mit etwa 23% Fe, 7%  $SiO_2$ , 23% CaO, 4%  $Al_2O_3$ , 1,5% MnO u. 1% MgO wurden erfolgversprechende Laboratoriumsverss. durchgeführt, um diese Erze durch magnet. Röstung u. magnet. Anreicherung verwendungsfähig zu machen. Erreicht wurden im Konzentrat 36% Fe bei 8%  $SiO_2$  u. 16% CaO. Eisenausbringen 89%. Halbbetriebliche Verss. in einem Drehrohrföfen von 7 m Länge u. 0,76 m Durchmesser u. mit einem Magnetscheider vom Typ *Ball Northon* erwiesen die prakt. Anwendbarkeit des Vorfahrens. Verss. mit kieselsäurereichen Erzen zeitigten geringere Erfolge. — Es wird eine Kennzahl zum Vgl. der jeweils erreichten

Konz. entwickelt, ferner wird die Beziehung zwischen der Struktur der Erze u. ihrer Anreicherungs-fähigkeit aufgezeigt. (J. Iron Steel Inst. 159. 275—80. Juli 1948.) 326.6360

N. L. Goldstein, *Verhüttung Magnitogorsker Erze*. Da Magnitogorsker Eisenerze hinsichtlich ihrer mineralog., chem. u. physikal. Eigg. sehr ungleichmäßig anfallen, ist ihre Vergleichmäßigung für den Hochofenbetrieb von sehr großer Bedeutung. Die Vergleichmäßigung wird entweder durch sorgfältiges Mischen möglichst großer Erzmassen oder durch Sortierung der Erze mit mehr oder weniger gleicher Zus. u. ihre nachfolgende Vermischung in bestimmten Proportionen durchgeführt. Erörterung der Vorzüge u. Nachteile dieser beiden Verfahren. (Сталь [Stahl] 8. 210—14. März 1948. [Magnitogorsk, Bergmetallurg. Inst.] 310.6360

A. P. Kwasskow, *Vorbereitung von Magneteisenerz zum Schmelzen*. Aus Magneteisenerz kann durch Anreicherung u. Agglomeration ein Rohstoff für den Hochofenbetrieb von hoher Güte hinsichtlich des Fe-Geh. u. der Freiheit von schädlichen Beimengungen erhalten werden. Die Verwendung kombinierter Anreicherungsverf. gestattet bei Magneteisenerz bei genügend feiner Zerkleinerung Agglomerate mit einem P-Geh. von unter 0,01% u. Spuren von S zu erzielen. Hierbei kann der Fe-Geh. in geforderten Grenzen reguliert werden. Die Prodd. der Anreicherung dienen zur Herst. von Konverterroheisen u. als Ausgangsroheisen zur Herst. von bes. reinen hochwertigen Stählen. Bei Anwendung einer Teilflotation bei der Anreicherung lassen sich hochwertige Mineralkonzentrate, die Buntmetalle u. seltene Metalle enthalten, auslaugen. (Сталь [Stahl] 8. [206—10. März 1948.] 310.6360

J. Wotschke, *Kernprobleme des Energieumsatzes am großen elektrischen Schmelzofen*. (Schweiz. Arch. angew. Wiss. Techn. 14. 299—306. Okt. 1948.) 112.6370

O. Krifka und A. Schöberl, *Temperaturwechselbeständige Chrom-Magnesitsteine als Baustoffe für SM-Öfen*. Überblick über die durch Chrom-Magnesitsteine in den Gaszügen u. im Gewölbe des Ofens erzielten Vorteile im Hinblick auf die Haltbarkeit des Mauerwerks u. die schmelztechn. Vorgänge. (Radox-Rdsch. 1948. 57—60. Juni. Kapfenberg.) 112.6370

R. Kieffer und B. Natter, *Elektrische Hochtemperaturöfen mit Molybdänheizwiderständen*. Überblick über die neuesten Entwicklungen. (Radox-Rdsch. 1948. 49—56. Juni. Route, Tirol.) 112.6372

H. Kalpers, *Reineisen, ein schwerrostender Werkstoff*. Allg. Ausführungen über die Eigg., Verarbeitung u. Verwendung von techn. reinem Eisen. (Techn. Handwerk 1948. 190. Dez.) 118.6392

Hermann Triebeier, *Die Herstellung von niedriggeköhltem Temperguß im Konverter*. Rückblick auf amerikan. u. deutsche Verss., Temperrohguß in der Birne herunterzufrischen. Vorteile des Duplexvorf. Kupolofen — Konverter. (Neue Giesserei 33/35. [N. F.] 1.) 122—23. Okt. 1948.) 112.6406

J. L. Harrison, W. C. Newell und A. Hartley, *Die Anwendung von sauerstoffangereichertem Wind bei seitlich blasenden Konvertern*. In Betriebsverss. wurde die Wrkg. von O<sub>2</sub>-angereichertem Wind bei seitlich blasenden Konvertern untersucht. Vorteile dieser Arbeitsweise sind höhere Badtemp. u. damit besserer Flüssigkeitsgrad u. geringere Verschlackungsverluste, Möglichkeit, die Temp. des Einsatzes niedriger zu halten u. somit beim Vorschmelzen Brennstoff zu sparen oder mehr Schrott zuzusetzen, Abkürzung der Blaszeit u. damit höhere Produktion, Verringerung der Blaserluste u. leichtere Kontrolle des Reaktionsendes u. daher genauere Endzus. des Stahles. — Gegenüber dem Blasen mit n. Luft ist der erforderliche O<sub>2</sub>-Durchsatz geringer. Der Verschleiß des Ofenfutters wird nicht erhöht. (J. Iron Steel Inst. 159. 281—90. Juli 1948.) 326.6408

M. W. Rasstegajew, *Der Einfluß des Walzens und Schmiedens auf die mechanischen Eigenschaften eines mittelhochgeköhlten Stahles*. Die Festigkeitseigg. u. das Gefüge in gewalztem Stahl mit 0,32% C sind nach einer Wärmebehandlung gleichmäßiger als in geschmiedetem Stahl. Zur Erhöhung der Festigkeitseigg. eines gewalzten Achsenstahls wird folgende Wärmebehandlung angegeben: Abkühlung durch Wasserbespritzung von Härtetemp. (850—880°) auf hohe Anlaßtemp. (620—600°) mit nachfolgender Luftabkühlung. Bei geschmiedetem Stahl mit mittlerem C-Geh. zeigt das Temp.-Gebiet des Ausschmiedens keinen merklichen Einfl. auf die Kaltbrüchigkeit in Grenzen bis zu —50°. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. techn.] 1948. 103—07. Jan. Metallurg. Baikow-Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 310.6410

F. Eisenkolb, *Die Stahlauswahl für Tiefziehleche*. Überblick über Zus., Herst., Behandlung u. Eig. der Stähle. Es wird u. a. dargelegt, daß ein Cu-Geh. die Festigkeit u. Streckgrenze steigert, die Kaltverfestigung begünstigt u. die Dehnung u. Tiefung herabsetzt, ein Si-Geh. ebenfalls die Festigkeit u. Streckgrenze steigert u. ferner P- u. N-Gehh. eine starke Verfestigung u. Versprödung bei der Kaltverarbeitung bewirken. Hingewiesen wird auf die windgefrischten P- u. N-armen Austauschstähle „HPN“ u. „WA“ (beide ohne Al-Zusatz) sowie „Alto“ (mit Al-Zusatz); bei 0,012—0,020% N muß mindestens 0,02% Al in lösl. Form vorhanden sein. (Arch. Metallkunde 2. 217—23. 1948 [ausg. 27/11.] 112.6410)

W. Je. Neimark, I. B. Piletzkaja und R. I. Entin, *Der Einfluß von Titan und gleichzeitigen Zusätzen an Bor, Vanadin und Titan auf die Krystallisation des Stahles*. Der Zusatz kleiner Mengen Ti (0,03—0,04 bis 0,1%) zu C-Stählen verändert das Gefüge der Primärkrystallisation, wodurch Transkrystallisation beseitigt wird u. die Abmessungen des Austenitkorns der Primärkrystallisation verringert werden. Größere Ti-Zusätze (bis 0,3%) wirken in gleicher Weise, jedoch weniger stark. Ti-Zusätze in den Grenzen von 0,02—0,1% erhöhen wesentlich die Austenitbeständigkeit bei den verschied. Zerfallstemperaturen. Ein hoher Ti-Geh. führt zu einem scharfen Abfall der Austenitbeständigkeit. Die größte Durchhärtungsfähigkeit des Stahls wird bei 0,09—0,1% Ti erhalten. In gleicher Weise verbessern kleine Ti-Zusätze das Blockgefüge. Der gleichzeitige Zusatz von B (0,003%), V (0,05—0,06%) u. Ti (0,03—0,04%) führt zu einer Verbesserung des Gefüges der prim. Blockkrystallisation, sowie zu einer wesentlichen Erhöhung der Austenitbeständigkeit u. der Durchhärtungsfähigkeit. Der Zusatz einer solchen kombinierten Menge erhöht die Durchhärtungsfähigkeit ca. 2mal stärker als der Zusatz von 0,003% B allein. (Сталь [Stahl] 8. 248—54. März 1948. Metallphysikal. Inst.) 310.6410

I. N. Latunow, *Der Einfluß von Kupfer auf die Eigenschaften von hochgekohltem Chromstahl*. Cu erniedrigt die krit. Punkte von Stahl u. vergrößert die Temp.-Hysteresis. Bei einem Zusatz von 1% Cu werden die krit. Punkte um 16—18° erniedrigt u. die Temp.-Hysteresis um 54—70° erhöht. Beim Glühen des Stahls erschwert Cu die Carbidoagulation, indem es die Bldg. eines feinkörnigen Gefüges ermöglicht. Die Festigkeitseigg. von geglühtem Stahl werden unter dem Einfl. des Cu verändert, wobei die Festigkeits-u. Proportionalitätsgrenze erhöht, aber die Dehnung u. Einschnürung verringert wird. Die Kerbschlagfähigkeit wird bei kleinem (bis 0,25%) Cu-Geh. unwesentlich erhöht, jedoch bei einem höheren Geh. wesentlich verringert. Bei der Härtung verbessert Cu das Stahlgefüge, indem es die Bldg. einer optimalen C- u. Cr-Konz. in der festen Lsg. sowie eines feinkörnigen Martensits u. eine gleichmäßige Verteilung der überschüssigen Carbide ermöglicht. Cu erhöht die Durchhärtungsfähigkeit von hochgekohltem Cr-Stahl, indem es die Umwandlungsgeschwindigkeit bei der Abkühlung im Perlitgebiet verlangsamt. Die mechan. Eig. des gehärteten Stahls werden durch Cu verändert, wobei die Kerbschlagfähigkeit merklich erhöht, die Festigkeit bei stat. Verdrehung jedoch vermindert wird. (Сталь [Stahl] 8. 255—58. März 1948. Wiss. Forsch.-Inst. der Lager-Industrie.) 310.6410

Ja. Ss. Ginzburg, K. A. Lanskaja und A. W. Stanjukowitsch, *Der Einfluß von Niob auf die Dauerfestigkeit von Chrom-Molybdän-Stahl bei 550°*. Unters. über den Einfl. eines Nb-Zusatzes von 0,5—2% auf die Warmfestigkeit von Stählen mit 2—7% Cr u. 0,5% Mo. Die Dauerzerreiβvers. bis zu 100 000 Stdn. bei einer Temp. von 550° zeigen, daß ein Nb-Zusatz nur bei Stählen mit 6—8% Cr von Vorteil ist. (Котло-турбостроение [Kessel- u. Turbinenbau] 1948. Nr. 1. 17—19. Jan./Febr. Zentrales wissenschaftl. Polesynow-Kesselturbinen-Unters.-Inst.) 310.6410

Karl Roesch, *Sonderstahlguß für hohe Festigkeitsbeanspruchungen*. Die gebräuchlichsten Stahlgußarten hoher Festigkeit sind legiert mit 1,3—1,7 (%) Mn u. 0,08 bis 0,15 V oder mit 0,8—2,6 Cr u. bis 0,15 V oder mit 1,3—1,7 Cr, 1,1—1,4 Mn u. 0,08 bis 0,15 V oder mit 2—2,6 Cr, 0,2—0,3 Mo (oder 0,7—2 Ni) u. bis 0,15 V oder mit 3,2 bis 3,8 Cr, 0,5—0,8 Mo, etwa 0,5 Ni u. bis 0,15 V. Die Gehh. an P u. S sind niedrig zu halten. Ein Geh. an Mo oder Ni vermindert die Kälteempfindlichkeit (bis —50°). Der Stahlguß mit 0,1—0,15 C, 0,6—0,9 Mn, 3,2—3,8 Cr, 0,5—0,8 Mo, etwa 0,5 Ni u. bis 0,15 V ist warmfest, hochdauerstandfest u. sehr zähe. Für warmfesten Stahlguß, der nicht auf hohe Festigkeit beansprucht wird, genügt ein geglühter Stahl mit 0,2 C, 1 Cr u. 0,6 Mo. Erschmelzen, Gießen, Abkühlen, Glühen, Härten u. Anlassen werden eingehend behandelt. (Neue Giesserei 33/35. [N. F.] 1.) 39—41. Aug. 1948. Remscheid-Hasten.) 112.6410

T. D. Yensen, *Hipersil, ein sehr verbessertes Transformatorblech*. Bei dieser 3—4% Si enthaltenden Fe-Legierung sind durch die besondere Verarbeitung mit anschließenden

der Wärmebehandlung die meisten Krystalle in Walzrichtung ausgerichtet, Verunreinigungen, bes. O, C u. S, bis auf wenige Tausendstel % (der Löslichkeitsgrenze bei Raumtemp.) entfernt. Gleichzeitig sind Kornwachstum u. bestimmte Kornorientierung so gefördert, daß sich in Walzrichtung für die üblichen Transformator-Magnetisierungs-feldstärken um 20—30% höhere spezif. Induktionswerte als bei den besten n. sili-cierten Eisenblechen u. gleichzeitig auch wesentlich geringere spezif. Hysterese- u. Wirbelstromverluste ergeben. Bei bestimmter Art der Wärmebehandlung kann bei diesem Material gleichzeitig auch das Altern unterdrückt werden. Nebenbei ergibt sich auch noch eine verringerte Magnetostriktion u. damit geringeres Betriebsgeräusch der Transformatoren. Der Einfl. der genannten Einzelfaktoren wird an Hand von Diagrammen u. Schlibbildern erläutert. Die beim Aufbau von Transformatoren-kernen aus *Hipersil*blechen zu beachtenden Besonderheiten werden näher beschrieben. — 13 Abbildungen. (J. appl. Physics 16. 379—85. Juli 1945. East Pittsburgh, Pa., Westinghouse Electric Corp.) 122.6410

**R. D. Bradford**, *Metallurgie des Bleis*. Fortschrittsbericht über die Pb-Gewinnung in USA. im Jahre 1947. (Min. and Metallurgy 29. 96—97. Febr. 1948. Z. Erzbergbau Metallhüttenwes. 1. 115—16. Juli 1948.) 118.6430

**Wilhelm F. Kaiser**, *Schwermetallgewinnung aus Altmaterial*. Es wird ein Überblick gegeben über die Aufarbeitung von Altkupfer u. Messing-, Bronze- u. Rotgußabfällen, sowie von Kühlern, Aschen u. Krätzen, Neusilber- u. Plattierungsabfällen. Unter den neueren, Erfolge versprechenden Verff. werden bes. hervorgehoben: das Verdampfung-schmelzen von Messing u. Rotguß im Drehofen nach **KOHLMEYER**, die Aufbereitung von Abfällen im Hochfrequenzofen unter Vakuum u. die Amalgamelektrolyse nach **Kuss**. Die wirtschaftliche Bedeutung der Neumetallgewinnung aus Altstoffen wird bes. an dem Beispiel der Vereinigten Staaten gezeigt, in denen z. B. im Jahre 1933 60% der gesamten Cu-Produktion aus Altmetallen erzeugt wurden. (Z. Erzbergbau Metallhüttenwes. 1. 43—50. Mai 1948. Aachen.) 271.6432

—, *Gewinnung und Verwendung von Elektrolytmangan*. Im Rahmen der Vers. über die Gewinnung von Mn aus amerikan. Erzen wird über die Aufarbeitung eines kalkhaltigen, körnigen Erzes von einer sehr großen Lagerstätte in Chamberlain, S. Dak., berichtet, das ohne vorherige Röstung unmittelbar nach der Zerkleinerung mit dem  $H_2SO_4$ - u.  $(NH_4)_2SO_4$ -haltigen Anolyten der Mn-Elektrolyse gelaugt wird. Einzelheiten über die Reinigung des Elektrolyten u. die Elektrolyse in Boulder City werden mit- geteilt. Wenn auch das Metall in steigendem Ausmaß bei der Herst. von Cu-, Ni-, Zn- u. Al-Sonderlegierungen herangezogen wird, so findet es doch den Hauptabsatz in der Stahlerzeugung. Über die Art des Zusetzens von Mn bei einzelnen Stahlwerken wird kurz berichtet. (Metal Progr. 53. 426. 428. 430. März 1948.) 271.6436

**Kurt Schneider**, *Moderne Methoden zum Einschmelzen und zur Refinement von Leichtmetall*. Nach kurzem Überblick über die Aufbereitung des Schrottes u. das Einschmelzen von Spänen bzw. groben Abfällen aus Al, wobei bes. auf die Schacht-schmelzöfen hingewiesen wird, die eine Aufnahme von Verunreinigungen weitgehend verhindern, wird auf die Refinement eingegangen. Zur Entfernung nichtmetall. Verun-reinigungen (Gase, Oxyde usw.) ist die  $Cl_2$ -Behandlung bes. wirksam. Dieses Mittel eignet sich auch zur Abtrennung von Na, Ca u. Mg aus Al-Legierungen im Chlorkon- verter. Die Mg-Abscheidung mittels Halogensalzen u. S wird erörtert. Die weiteren Ausführungen befassen sich mit den physikal. Methoden zur Abscheidung der Ver- unreinigungen, nämlich Seigern, bes. nach Zusatz dritter Metalle, die in Al lösl. sind, sich aber mit den Verunreinigungen nicht legieren, ferner Lösungsverff. unter Benutzung von Pb oder Hg als Lösungsmittel für Al u. Destillationsverfahren. Bei diesen werden techn. Möglichkeiten nur in der Reinigung des Al über das Subfluorid bzw. Subchlorid gesehen. (Metall 3. 1—10. Jan. 1949. Nürnberg.) 271.6442

**M. Grand**, *Die Entgasung von Aluminium-Legierungen (Versuche mit Chlor und Hexachloräthan)*. Inhaltlich ident. mit der C. 1948. II. 119 referierten Arbeit. (Metall 1948. 406. Dez.) 118.6442

**J. B. Neiman**, *Verbesserung des Spritzgusses durch Verwendung einer anderen Alumi-nium-Legierung*. Hingewiesen wird auf die von der AMERICAN SMELTING AND REFINING Co., New York, verwendete Al-Spritzgußlegierung „F-4110“, die aus 4% Cu, 11% Si, Rest Al besteht. Gegenüber den sonst üblichen Spritzgußlegierungen zeichnet sich diese Legierung aus durch höhere Zugfestigkeit, Streckgrenze u. Härte. Die Ober- fläche der Gußstücke ist heller; auch die Bearbeitung der Gußstücke ist leichter. (Chem. Age 59. 356. 11/9. 1948.) 118.6442

**Hans Barth**, *Die Entwicklung der Magnesiumgewinnung in den Vereinigten Staaten von Nordamerika während des zweiten Weltkrieges*. Überblick. (Z. Erzbergbau Metallhüttenwes. 1. 87—89. Juni. 118—21. Juli 1948.) 118.6444

Kurt Guthmann, *Entwicklung und Stand der metallurgischen Meßtechnik des Auslandes in den letzten zehn Jahren*. Überblick über die amerikan. u. engl. Meßtechnik bei der Stahlherst. u. -verarbeitung. Hinweise auf die Entw. u. den Stand in Deutschland. (Stahl u. Eisen 69. 8—18. 6/1. 1949. Düsseldorf.) 112.6480

Ss. T. Kischkin und R. L. Petrussewitsch, *Das Wesen der Härte und Verfestigung der Metalle und Legierungen*. Aus Ausscheidungshärtungsunterss. an Al-Cu- u. Fe-Ni-Legierungen wird gefolgert, daß die Veränderung der wesentlichen mechan. Eig. bei Bldg. einer festen Lsg. nicht mit einer Änderung der Kräfte einer zwischenatomaren Wechselwrkg., sondern mit der Erscheinung der Blockierung der Gleitflächen durch die vorfestigende Phase verbunden ist, die beim Zerfall der festen Lsg. unter dem Einfl. der plast. Verformung oder der Wärmebehandlung entsteht. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. techn.] 1948. 87—98. Jan. Metallurg. Baikow-Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR; Allunions wiss. Forschungsinst. für Flugzeugwerkstoffe.) 310.6480

D. C. G. Lees, *Wärmebehandlung unlegierter und legierter Stähle für Fahrzeuge und Maschinen*. Überblick über die Arbeitsweisen bei der ASSOCIATED EQUIPMENT CO., LTD. Behandelt werden gebräuchliche Einsatz- u. Vergütungsstähle, das Einsatzverf., die Öl- u. Wasserabschreckbäder, Salz- u. Bleierhitzungsbäder, Ölanlaßbäder, das Härte- u. Anlaßverf. sowie die Betriebsüberwachung. (Metal Treatment 15. Nr. 54. 73—74. Sommer 1948.) 112.6492

Kenneth Rose, *Vollkommen durchgehende Aufkohlung von Stählen mit niedrigem Kohlenstoffgehalt*. Gegenstände, die bei ihrer Herst. leicht verarbeitbar, im Hinblick auf ihren Verwendungszweck aber durchhärter sein müssen, sollen zunächst aus weichem Stahl mit etwa 0,15% C gefertigt werden; dann wird der Stahl derart aufgekühlt, daß der C-Geh. eine Steigerung um 0,35% auf 0,50% erfährt. Dieser erhöhte C-Geh. muß gleichmäßig über dem ganzen Querschnitt verteilt sein, damit beim Härten eine gleichmäßige Durchhärtung eintritt. Diese gleichmäßige Verteilung des von der Oberfläche des Stückes eindiffundierten C kann auf 2 Wegen erreicht werden. Entweder wird eine Aufkohlungsatmosphäre verwendet, deren C-Geh. sich im Gleichgewicht mit dem im Stahl gewünschten C-Geh. befindet, u. diese Atmosphäre so lange zur Einw. gebracht, bis der C von der Oberfläche gleichmäßig bis zum Kern diffundiert ist. Oder es wird zunächst eine stark aufkohlende Atmosphäre verwendet u. diese so lange aufrecht erhalten, bis der Stahl in seiner Oberflächenschicht den zur Gesamtaufkohlung erforderlichen C aufgenommen hat; dann wird eine weniger aufkohlende Atmosphäre verwendet u. diese so lange aufrecht erhalten, bis der hohe C-Geh. der Oberfläche sich durch Diffusion gleichmäßig über den ganzen Querschnitt des Stückes verteilt hat. Dieses letztere Verf. wird an Hand der bei der GENERAL MOTORS CORP. geübten Praxis näher erläutert. (Materials and Methods 27. Nr. 6. 68—71. Juni 1948.) 112.6492

—, *Chromieren von Kohlenstoffstahl*. Das von der DIFFUSION ALLOYS CORP., New York, in den USA. eingeführte Chromierungsverf. ähnelt der Einsatzhärtung. Die Werkstücke werden in Kasten gepackt, die mit einer ferrochromhaltigen M. u. einem katalyt. Stoff gefüllt sind, u. je nach dem C-Geh. auf Temp. zwischen 926 u. 1010° erhitzt. Die Eindringtiefe des Cr beträgt bei niedriggekohltem Stahl etwa 0,030 bis 0,035 in. (0,8—0,9 mm) u. bei hochgekohltem Stahl, z. B. mit 0,70—1,10 C, etwa 0,003—0,005 in. (0,08—0,13 mm). Ein besonderer Vorteil dieses Verf. besteht darin, daß die gewöhnlichen C-Stähle nach dem Chromieren die gleiche Korrosionsbeständigkeit haben wie die rostsicheren Stähle. (Iron Coal Trades Rev. 158. 640. 4/3. 1949.) 118.6492

—, *Ratschläge für die Punktschweißung von Flußeisenblechen*. Auf Grund von Punktschweißungen an Blechen von 0,036—0,080 in. (0,92—2,0 mm) Dicke aus einem Stahl mit 0,10 (% C, < 0,01 Si, 0,40 Mn, 0,028 S, 0,040 P u. 0,05 Cu werden Angaben gemacht über die zweckmäßigsten Schweißdaten, wie Elektrodendurchmesser u. -druck, Schweißzeit, Abstände, Stromstärke usw. (Trans. Inst. Weld. 11. Weld. Res. 2. 83r—86r. Okt. 1948.) 393.6506

E. J. Clark, *Rißfreie Punktschweißungen*. Auf Grund von Zugscherverss., Ätzungen u. Röntgenunterss. von Punktschweißungen an einem 0,064 in. (1,6 mm) dicken Blech aus 24 ST Alclad-Al ergab sich, daß rißfreie Punktschweißungen mit Stauchdrucken von mindestens 2000 lbs./sq. in. (907 kg/cm<sup>2</sup>) erzielt werden. (Weld. Engr. 33. 42—44. Mai 1948. Lynn, Mass., General Electric Co.) 393.6506

F. Eisenkolb, *Einige Untersuchungen über die Widerstandsschweißung von Feinblechen*. Tiefungs- u. metallograph. Verss. mit Schweißnähten von Feinblechen ver-

schied. Zus. (0,07—0,12 C, 0,22—0,34 Mn, 0,009—0,032 P, 0,028—0,050 S, 0,04 bis 0,10 Si, 0,10—0,25 Cu), die durch Abbrennstumpf- oder Widerstandsschweißung hergestellt waren, ergaben, daß, wie bei der Autogenschweißung, der C- u. S-Geh. zu einer Verschlechterung der Verformbarkeit der Naht führt. Eine wesentliche Verbesserung der Tiefzieheig. ist durch Glühbehandlung des Ausgangsbleches oder der Schweißnähte — auch bei höherem C-Geh. — zu erzielen. Eine gute Vorbereitung der Schweißkanten ist für die Emaillierung von Geschirr wesentlich, da offene Fugen u. Poren zu Bläschen im Emailüberzug führen. (Technik 3. 521—28. Dez. 1948. Thale, Harz). 393.6506

**John W. Mortimer**, *Schutzgas-Lichtbogenschweißung mit reinem Kupfer*. Nach Darlegung der Gründe, die bisher eine Lichtbogenschweißung mit Cu nicht ermöglichten, u. Aufzählung der Nachteile der Autogenschweißung (viele Cu-Oxyde) u. der Kohleschweißung (Versprödung) wird die Lichtbogenschweißung mit 99%ig. Cu-Elektrode in Ar-Gas beschrieben. Hierbei wird Cu entweder selbst als Elektrode in einem Automaten benutzt oder von Hand als Schweißdraht in einem mit W-Elektrode erzeugten Lichtbogen abgeschmolzen. Auf die gute Korrosionsbeständigkeit dieser Schweißung wird bes. hingewiesen. (Weld. J. 27. 715—22. Sept. 1948. Hartford, Conn., Whillock Mfg. Co.) 393.6506

**R. Elsenberg und R. I. Randebaugh**, *Die Schlagfestigkeit von Einlagen-Lichtbogenschweißungen in Abhängigkeit von der Temperatur*. Kerbschlagverss. bei Temp. zwischen —68° u. —80° mit Schweißungen eines Stahles SAE 1020 (0,21 [%] C, 0,37 Mn, 0,045 Si) mit den Elektroden 6012 (0,16 C, 0,43 Mn, 0,006 Si) u. 6020 (0,23 C, 0,45 Mn, 0,017 Si) ergaben keinen großen Unterschied zwischen Ein- u. Mehrlagenschweißungen, wenn auch die Einlagenschweißung etwas geringere Kerbschlagzähigkeitswerte hatte. Der Steilabfall trat bei der Elektrode 6020 bei —30° gegenüber —10° bei 6012 auf. (Weld. J. 27. Suppl. 433s—35s. Sept. 1948. Atlanta, Ga., Inst. of Technol.) 393.6506

**Nikolaus Ludwig**, *Abhängigkeit des Biegewinkels von der Probendicke bei geschweißten Fallbiegeproben*. Bei der Auswertung des zur Ermittlung der Verformungszähigkeit von Schweißverb. benutzten Fallbiegevers. muß die Beeinflussung des Biegewinkels durch die Blechdicke beachtet werden. Verss. mit 6—50 mm dicken Blechen ergaben im allg. eine Abnahme des Biegewinkels mit zunehmender Blechdicke. Bei 30—40 mm dicken Blechen zeigten die Biegewinkel ein Minimum. (Werkstatt u. Betrieb 81. 181 bis 183. Juli 1948. Berlin-Dahlem, Materialprüfungsamt.) 112.6506

**Carl A. Zapffe**, *Elektrolytisches Entzundern*. Die Vorgänge beim elektrolyt. Entzundern werden erläutert. Bes. eingegangen wird dabei auf die Wrkg. des kathod. gebildeten Wasserstoffs. (Metal Progr. 53. 833—36. Juni 1948.) 118.6514

**H. K. DeLong**, *Elektroplattieren von Magnesium*. Als Grundlage für galvan. Überzüge auf Mg dienen Zn-Überzüge, die hergestellt werden durch Eintauchen der sorgfältig gereinigten Werkstücke in ein Bad, das 12 (%) Tetra-Na-Pyrophosphat, 4 Zn-Sulfat, 1 K-Fluorid u. 0,5 K-Carbonat enthält bei einem  $p_H$ -Wert von 10,2—10,4. Die Reinigung wird in der Weise durchgeführt, daß die Oberfläche zunächst mit Fettlösungsmitteln u. dann kathod. in alkal. Lsgg. behandelt wird. Anschließend werden Knetlegierungen in 20%ig. Essigsäure + 5% NaNO<sub>3</sub> u. Gußlegierungen in 75—85%ig. H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> gebeizt. Hierauf folgt eine mechan. Reinigung u. dann eine Behandlung mit 6%ig. Trinitriumphosphatlösung. Abschließend werden Mg-Mn-Legierungen mit 1%ig. Essigsäure u. Al-haltige Mg-Legierungen mit 20%ig. AlCl<sub>3</sub>-Lsg. gebeizt. Die Zn-Schicht kann weiter verkupfert u. dann mit Ni, Cd, Zn, Messing, Ag u. Cr überzogen werden. Zum Verkupfern wird ein cyanal. Rochellesalzbad verwendet, das im Liter 41,3 (g) CuCN, 50,8 NaCN, 30 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 45 Rochellesalz (K-Na-Tartrat) u. 1,9 Na-Thiosulfat enthält.  $p_H$  10,0—10,5, Stromdichte zunächst 5—10 Amp/sq. ft. (0,53—1,07 Amp/qdm), dann 15—20 Amp/sq. ft. (1,6—2,1 Amp/qdm). Für die weiteren Überzüge werden die üblichen galvan. Bäder verwendet. (Materials and Methods 27. 63—65. Mai 1948. Amer. Machinist 92. Nr. 10. 98—100. 6/5. 1948. Dow Chemical Co.) 118.6516

—, *Oberflächenbehandlung von Drahtlisten zur Erzielung besserer Haftfähigkeit*. Die Drahtstifte können entweder geharzt oder oxydiert werden. Das Harzen wird durch Erhitzen der Drahtstifte mit Harzpulver in einer Trommel vorgenommen. Zum Oxydieren werden die Drahtstifte in ein Bad getaucht, das 25 g FeSO<sub>4</sub>, 10 g FeCl<sub>3</sub> u. 10 g CuSO<sub>4</sub> im Liter enthält. Durch Antrocknen, Rostenlassen an der Luft u. Kochen in W. mit anschließendem Trocknen wird auf der Oberfläche eine Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Schicht gebildet. (Metalloberfläche 2. 91. April 1948.) 118.6528

**G. Elssner und A. Beyer**, *Das Dickenwachstum anodisch erzeugter Oxydschichten auf Aluminium und seine Grenzen*. Es werden die Dickenwachstumsbedingungen für

Roin- u. Al-Legierungen u. die Eigg. der Eloxalschichten besprochen. Sie sind abhängig von der Badtemp., der Art des Elektrolyten u. der Konz. des Elektrolyten an freier Säure. Unregelmäßigkeiten treten auf bei der Eloxierung von Gewinden u. engen Bohrungen. (Arch. Metallkunde 2. 120—30. 1948 [ausg. 7/10].) 382.6530

**Hercules Powder Co.**, übert. von: Alfred L. Rummelsburg, Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung von Gußformen und -kernen*. Als Bindemittel für den hitzebeständigen Form- oder Kernsand dient ein durch gleichzeitige Wärmebehandlung u. Oxydation an der Luft, sowie in Ggw. von Borsäure modifizierter Harzstoff mit einem F. zwischen 90 u. 160° u. folgender Zus.: 1. ein Rückstand aus der selektiven Raffination von Nadelholzharz mit einer SZ. von 105—140, einer VZ. von 150—170, einem F. von 80—115°, einem Geh. an unverseifbaren Bestandteilen von 10—20%, einer Unlöslichkeit in Bzn. u. PAe. von je 30—80%; 2. eine Mischung dieses Rückstandes mit dem harten KW-stoff-unlös. Nadelholzharz einer SZ. von 80—110, eines F. von 95 bis 125°, eines Methoxylgeh. von 3—7% u. eines nichtcarboxyl. Hydroxylgeh. von 5—9%. Die mit diesem Bindemittel gemischte Form- oder Kernmasse wird angefeuchtet, geformt u. bei 250—650° F (120—345° C) getrocknet. — Das Bindemittel ergibt bei Sanden mit hohen Tongehh. feste Kerne, verkürzt die Trocknungszeiten u. ist bes. vorteilhaft zur Erneuerung benutzter Form- u. Kernmassen. (A. P. 2448624 vom 8/12. 1943, ausg. 7/9. 1948.) 835.6383

**Bonheur M. Weston**, Detroit, Mich., V. St. A., *Herstellung einer hitzebeständigen Masse für Gußformen und -kerne*. Feinkörnige SiO<sub>2</sub> oder SiC wird mit einer fl. KW-stoff-Lsg. eines verformbaren Harzes angefeuchtet. Das Lösungsmittel wird dann unter ständigem Umrühren der M. verdampft, so daß jedes SiO<sub>2</sub>- bzw. SiC-Korn einen festen, bei n. Temp. u. Drücken nicht klebenden Harzfilmüberzug erhält. Danach wird der M. ein Erweichungsmittel zugesetzt, durch das lediglich die Oberfläche des Harzfilmüberzuges jedes SiO<sub>2</sub>- bzw. SiC-Kornes erweicht wird, das aber die feste Haftverb. zwischen Harzfilm u. Korn nicht beeinflusst. Die bei der Erdölst. anfallenden Harze eignen sich bes. für diesen Zweck. Als Lösungsmittel kommen arom. KW-stoffe, wie Terpentin, Bzn., Bzl., Toluol, Xylol, Phenol, oder Äthylenchlorid in Betracht. Die Menge der zuzusetzenden Harz-KW-stoff-Lsg. beträgt 2—4, diejenige des Erweichungsmittels (z. B. Polybuten, Polyvinylchlorid oder Dibutylphthalat) 0,75—1,5 Gew.-%. — Die M. ist hitzebeständig u. fester als Form- oder Kernmassen mit tonigen Bindemitteln. Sie ergibt eine fehlerfreie Gußoberfläche u. ist nach jedem Guß wieder verwendbar. (A. P. 2444413 vom 2/2. 1946, ausg. 6/7. 1948.) 835.6383

\* **Hanson-Van Winkle-Munning Co.**, übert. von: Louis Weisberg, *Elektrolytische Zinnreinigung*. Sn-haltige Erze, Schlacken oder Konzentrate werden mit Alkalihydroxyden geschmolzen, die entstandenen Alkalistannate ausgelaut, das Sn ausgefällt, abfiltriert u. nochmals als Alkalistannat gelöst. Daraus wird nach einem der bekannten Verff. das Sn elektrolyt. abgeschieden. (Can. P. 449 504, ausg. 29/6. 1948.) 805.6429

**Falconbridge Nickel Mines Ltd.**, Toronto, Ontario, Canada, übert. von: Anton Martin Gronningsaeter, New York, N. Y., V. St. A., und Bertin G. Hommeren, Kristiansand S., Norwegen, *Nickelelektrolyse*. Der verunreinigte Elektrolyt wird zur Ausfällung des Cu u. eines Teils des Ag mit Ni-Pulver versetzt, das zweckmäßig durch Gasred. erhalten wurde. Dabei wird gleichzeitig die freie Säure so weit abgestumpft, daß das bei der anschließenden Luftbehandlung ausfallende Fe(OH)<sub>3</sub> nicht wieder gelöst wird. Das Fe(OH)<sub>3</sub> reißt beträchtliche As-, Pb- u. Cu-Mengen mit sich. Zur Verstärkung der Wrkg. setzt man außerdem noch bes. erzeugtes Fe(OH)<sub>3</sub> zu. Ein Überschuß an Fällungsmittel, durch das auch organ. Verunreinigungen mit entfernt werden, ist jedoch zu vermeiden. Aus der gereinigten Lsg. wird Ni in üblicher Weise elektrolyt. abgeschieden. Zur Herst. des Fe(OH)<sub>3</sub> löst man Fe-Abfälle in verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. setzt HNO<sub>3</sub> zur Oxydation des 2wertigen Fe zu, worauf man mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> oder NH<sub>4</sub>OH fällt. Die Temp. soll dabei 30° nicht überschreiten, da sonst die adsorbierende Wrkg. des Nd. verschlechtert wird. (A. P. 2450426 vom 19/5. 1944, ausg. 5/10. 1948.) 818.6435

**International Nickel Co., Inc.**, New York, N. Y., übert. von: Andrew Wesley, Plainfield, und Edward Judson Roehl, Little-Silver, N. J., V. St. A., *Nickelgewinnung aus Vernickelungsbädern in Form einer für die Stahlherst. geeigneten etwa 50%ig. Ni-Fe-Legierung*. Ohne Ergänzung des abgeschiedenen Ni wird der Elektrolyt [gewöhnlich mit etwa 300 g Ni-Sulfat, 45 g NiCl<sub>2</sub>, 30 g B(OH)<sub>3</sub> je Liter] mit einem p<sub>H</sub> von 4—5,6 unter Benutzung von Fe-Anoden bei einer Stromdichte von 20—35 Amp/sq. ft. (2,2—3,8 Amp/qdcm) so lange elektrolysiert, bis der Ni-Geh. auf ca. 3 oz./gal. (25 g/l) gesunken ist. Dann wird bei 5 Amp/sq. ft. (ca. 0,6 Amp/qdcm) weiter gearbeitet, bis

ca. 85—90% des Ni abgeschieden sind. (A. P. 2 442 628 vom 8/10. 1943, ausg. 1/6. 1948.) 818.6435

Soc. d'Étude pour l'Industrie du Magnesium, übert. von: Georges Bassereau, Paris, Frankreich, *Gewinnung von Magnesium* durch therm. Reduktion. Nach Beendigung der Red. wird der von einer besonderen Kammer umschlossene Kondensator ohne Aufhebung des Vakuums von der Retorte gelöst u. in eine anschließende vakuumdichte Kammer geschleust, wo er bis auf eine Temp. abgekühlt wird, bei der eine Oxydation des Mg bei Inberührungbringen mit Luft nicht mehr zu befürchten ist. Man hebt dann das Vakuum in der Schleusenkammer auf u. entleert den Kondensator. Unabhängig davon wird die Räumung u. Beschickung der Retorte durchgeführt. Durch Entfernung der Schleusenkammer mit dem heißen Kondensator u. Anbringen eines 2. Kondensators an der Retorte ist man bei den Arbeiten an der Retorte völlig unabhängig von der Kühlbehandlung des kondensierten Metalls. (A. P. 2 446 403 vom 18/6. 1945, ausg. 3/8. 1948. F. Prior. 5/5. 1944.) 818.6445

Reynolds Metals Co., übert. von: Frank R. Kemmer, Louisville, Ky., V. St. A., *Gewinnung von Magnesium oder Erdalkalimetallen* durch therm. Red. der Oxyde mit Al. Dem Al wird eine Mischung aus 0,5—10 (%) Al-Nitrid, 0,1—1 Al-Carbid u. 10 bis 50 Al-Oxyd, bezogen auf die Al-Menge, zugesetzt. Durch den Zusatz erreicht man eine gleichmäßige Entw. des Metaldampfes, so daß eine Überlastung des Kondensators bei Beginn der Rk. vermieden wird. Außerdem wird die Reduktionstemp. gesenkt. Bei günstiger Zus. kann man als Zusatz die beim Gießen von Al oder Al-Legierungen anfallende Krätze benutzen, aus der bei Gehh. von >0,75 Na<sub>2</sub>O das Alkali entfernt wurde. Der Geh. der Krätze an metall. Al wird als Reduktionsmittel gerechnet. (A. P. 2 448 000 vom 29/12. 1944, ausg. 24/8. 1948.) 818.6445

Babcock & Wilcox Co., Jersey City, N. J., übert. von: James Fletcher, Acron, O., und Charles L. Norton jr., New York, N. Y., V. St. A., *Gewinnung von Magnesium* durch Red. mit Ferrosilicium in einer von außen beheizten metall. Retorte. Zum Schutz der vorzugsweise aus weichem Stahl bestehenden Retorte gegen den Angriff der Feuergase umkleidet man sie mit einem dichten Überzug aus einem hitzebeständigen Stoff. Auf die zur Steigerung der Haftfestigkeit des Überzugs mit aufgeschweißten Vorsprüngen versehene Außenwand der Retorte wird zunächst eine Schicht aus einem erhärtenden, chem. inerten, hochschm. Stoff aufgebracht, z. B. eine Mischung aus Schamotte u. Ton oder geschmolzener körniger Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. Bindemittel oder ein Chromerzement aus 85 (%) Cr-Erz, 5 Bindeton u. 10 Na-Silicat. Zur Bldg. eines gasdichten Abschlusses bringt man auf diese Schicht eine Glasur auf, z. B. eine Mischung aus Si-Carbid, Ton u. einem boraxhaltigen Bindemittel. Beide Schichten werden durch zwischengelegtes Drahtgewebe miteinander verankert. In ähnlicher Weise lassen sich auch andere Metallgegenstände aus Gußeisen, Stählen mit hohem C-Geh., legierten Stählen oder auch NE-Metallen, wie W oder Mo, gegen den Angriff von Feuergasen schützen. (A. P. 2 446 222 vom 10/7. 1942, ausg. 3/8. 1948.) 818.6445

Richard Reik, Piedmont, Calif., V. St. A., *Gewinnung von Magnesium* unter Benutzung von SiO als Reduktionsmittel. SiO<sub>2</sub>-haltige Stoffe (Quarzsand) werden mit C (Kokspulver) auf etwa 1500° erhitzt. Das abströmende heiße SiO-CO-Gemisch leitet man, zweckmäßig in einem Drehofen, auf kaltes MgO, wo SiO, ohne in SiO<sub>2</sub> u. Si zu zerfallen, kondensiert wird. Aus dem SiO-MgO-Gemisch wird Mg durch Erhitzen auf 1200—1450° frei gesetzt. Die Kondensation des SiO kann an oxyd. Erz, z. B. gebranntem Dolomit oder Magnesit oder auch an Mg(OH)<sub>2</sub>, wie es aus Meerwasser gewonnen wird, oder an silicat. oder carbonat. Erzen vorgenommen werden. Zur Beschleunigung der Reduktionsgeschwindigkeit können der Charge 1—2% Alkali- oder Erdalkalifluoride oder -chloride zugesetzt werden. Den Reduktionsrückstand kann man zur Regeneration von SiO benutzen. (A. P. 2 450 057 vom 1/12. 1945, ausg. 28/9. 1948.) 818.6465

\* Aluminum Co. of America, übert. von: Orry Leroy Shawcross, *Anodisches Polieren von Magnesium und Magnesiumlegierungen* wird mit Elektrolyten, die 25—60 (Gew.-%) H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> u. 74—40 eines Gemisches aus Äthylenglykol- u. Diäthylenglykolestern mit weniger als 10% W. enthalten, bei 40—75° ausgeführt. (Can. P. 449 619, ausg. 6/7. 1948.) 805.6516

Rusta Restor Corp., übert. von: Arthur B. MacTaggart und George J. Thomson, Fremont, O., V. St. A., *Kathodischer Korrosionsschutz von Metallbehältern*. Um Stahlbehälter gegen den Angriff wss. Elektrolyte zu schützen, werden die Wände der Behälter an verschied. Stellen mit dem negativen Pol einer Stromquelle verbunden u. es wird ein Strom von 2 V mit einer Stromdichte von 3 Amp/10000 sq. ft. (3 Amp/930 qm) durchgeleitet. Als Anode wird eine mit körnigem C gefüllte Röhre aus Glasgewebe



verwendet, die in den Elektrolyten eintaucht u. der der Strom von unten durch einen isolierten Draht zugeführt wird. Der erforderliche Strom wird durch Halbweggleicherer zugeleitet. — Zeichnungen. (A. P. 2 435 973 vom 19/8. 1941, ausg. 17/2. 1948.)  
804.6539

## IX. Organische Industrie.

\* **Monsanto Chemical Co.,** *Behandlung von ungesättigten aliphatischen Verbindungen mit Halogenwasserstoff.* Ungesätt. aliphat. Verb., wie  $C_2H_2$  u. Verb. mit acetylen. Bindung behandelt man in der Dampfphase in Ggw. eines festen aus  $HgCl_2$  oder  $HgBr_2$  u.  $CeCl_3$  oder  $CeBr_3$  bestehenden Katalysators mit  $HCl$  oder  $HBr$ . Der Katalysator, der ein festes Komplexsalz eines  $Hg$ -Halogenids u.  $Ce$ -Halogenids, z. B.  $CeCl_3 \cdot 4HgCl_2$ , sein kann, wird vorteilhaft auf oberflächenakt. Trägermassen, wie Aktivkohle, aufgebracht. Es werden in der Hauptsache Vinylhalogenide erhalten. (E. P. 600 785, ausg. 19/4. 1948.)  
813.425

**Monsanto Chemical Co.,** St. Louis, Mo., übert. von: Thomas Boyd, Springfield, Mass., V. St. A., *Vinylchlorid* erhält man in hoher Ausbeute durch Umsetzen von  $HCl$  u. Acetylen in Anwesenheit von geringen Mengen  $Cl_2$  in der Gasphase bei Temp. von  $50-250^\circ$ , vorteilhaft  $80-150^\circ$ , in Ggw. eines aus  $Hg$ - u.  $Ce$ -Chlorid bestehenden festen Komplexsalzes, das vorteilhaft auf oberflächenakt. Stoffen, wie Aktivkohle, Silicagel, Diatomeerde u. akt. Aluminiumoxyd, aufgebracht wird. Man verwendet als Katalysator das Doppelsalz  $CeCl_3 \cdot 4HgCl_2$ , doch kann auch sowohl  $CeCl_3$  wie auch  $HgCl_2$  im Überschuß vorhanden sein. — 12,2 (g)  $CeCl_3$  u. 53,8  $HgCl_2$  löst man in 170 ccm mit ca. 4 ccm konz.  $HCl$  angesäuertem dest. W., gibt diese Lsg. zu 200 vorher bei  $400^\circ$  u. einem absol. Druck von 5 mm  $Hg$  dehydratisierter Aktivkohle, trocknet das erhaltene Gemisch 8 Stdn. bei  $110^\circ$  u. 50 mm u. dann 24 Stdn. bei  $175-200^\circ$  u. 5 mm absol. Druck, beschickt ein Eisenrohr von 6 ft. Länge u.  $\frac{1}{2}$  in. innerem Durchmesser mit dem getrockneten  $CeCl_3 \cdot 4HgCl_2$  enthaltenden Katalysator, erhitzt in einem Ölbad auf  $100^\circ$  u. schiebt ein wasserfreies Gemisch äquimol. Mengen von Acetylen u.  $HCl$  mit einer Geschwindigkeit von 600 ccm pro Min. für jedes Gas zusammen mit 0,5–2 ccm  $Cl_2$  pro Min. durch das Rohr. Die Analyse der Abgase zeigt, daß die prozentuale Umwandlung des Acetylens zum Vinylchlorid am Anfang 100% u. nach 300 Stdn. immer noch 98,5% beträgt. Das  $HgCl_2$  wird nicht zum  $Hg$  red., u.  $HgCl_2$  sublimiert auch nicht während der Reaktion. Das erhaltene Vinylchlorid kann in geeigneter Weise, z. B. durch fraktionierte Dest., gereinigt werden. (A. P. 2446 123 vom 21/6. 1944, ausg. 27/7. 1948.)  
813.425

**Monsanto Chemical Co.,** St. Louis, Mo., übert. von: Thomas Boyd, Springfield, Mass., V. St. A., *Umsetzung von Halogenwasserstoffen mit ungesättigten aliphatischen Verbindungen.* In der nach A. P. 2446 123 (s. vorst. Ref.) beschriebenen Weise kann nicht nur Acetylen in Ggw. von  $Ce$ -Chlorid u.  $HgCl_2$  enthaltenden Katalysatoren in Vinylchlorid, sondern ganz allg. ungesätt. KW-stoffe, wie prim., sek. u. tert. Olefine, halogensubstituierte n. u. verzweigte Olefine, cycl. Olefine, ungesätt. Verb. mit acetylen. Bindung usw., in Ggw. von auf oberflächenakt. Stoffen niedergeschlagenen Komplexsalzen von  $HgCl_2$  u.  $CeCl_3$  wie auch  $HgBr_2$  u.  $CeBr_3$  in Ggw. freien Halogens mit Halogenwasserstoffen, wie  $HCl$  oder  $HBr$ , zu den entsprechenden Verb. umgesetzt werden. So erhält man aus Äthylen in ähnlicher Weise wie Vinylchlorid aus Acetylen Äthylchlorid. Aus Acetylen u.  $HBr$  in Ggw. von  $CeBr_3$  u.  $HgBr_2$  enthaltenden Katalysatoren in Anwesenheit von geringen Mengen freien Broms kann Vinylbromid erhalten werden. Die  $Ce$ -Halogenide können gegebenenfalls auch durch andere Metallsalze aus Metallen mit mehreren Oxydationsstufen u. mit Atomgewichten über 55, wie  $Mn$ ,  $Fe$ ,  $Ga$ ,  $Ru$ ,  $Pd$ ,  $Os$ ,  $Ir$ ,  $Pt$ ,  $Tl$  oder  $U$ . (A. P. 2446 124 vom 21/6. 1944, ausg. 27/7. 1948.)  
813.425

\* **Imperial Chemical Industries Ltd.,** *Vinylfluoride.* Ein Vinylfluorid erhält man aus  $C_2H_2$  u.  $HF$  in Ggw. einer mit einem  $Hg$ -Salz imprägnierten Holzkohle. — Schickt man  $C_2H_2$  u.  $HF$  im mol. Verhältnis 1:1,5 mit einer Umsetzungsgeschwindigkeit von 150 in einem Reaktionsrohr bei  $40^\circ$  über  $(CH_3COO)_2Hg$  auf Holzkohle, so erhält man  $C_2H_2F$  in 86%ig. Ausbeute. (E. P. 600 296, ausg. 5/4. 1948.)  
813.425

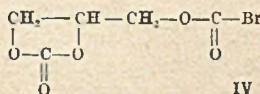
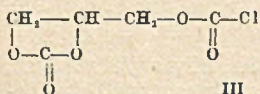
**E. I. du Pont de Nemours & Co.,** Wilmington, Del., übert. von: Oliver Wilfred Cass, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Dehydrofluorierung von Polyfluoralkanen.* Zur Dehydrofluorierung von Polyfluoralkanen mit 2–4 C-Atomen, die mindestens 2 F-Atome an ein C-Atom u. mindestens 1 H-Atom an ein benachbartes C-Atom gebunden enthalten, erhitzt man ein Gemisch dieser Polyfluoralkane u. 0,1–10% O bei Temp. von 250 bis  $700^\circ$ . Man erhält Fluoralkene unter wesentlicher Ausschaltung von Nebenreaktionen. — Schickt man ein 2 Vol.-% O enthaltendes Gemisch von 1,1-Difluoräthan (I)

u. O durch ein röhrenförmiges Reaktionsgefäß mit einer auf 400° erhitzten Reaktionszone mit einer Verweilzeit in der heißen Zone von 0,5 Sek., leitet das rohe Pyrolysat zur Absorption von HF durch Natronkalk u. zur Absorption von Acetylen durch wss. Ag-Nitrat, kondensiert u. dest., so erhält man aus 140 (Teilen) I 20 Vinylfluorid (II) u. 92 nicht umgesetztes I. Bei der Rk. entstehen nur 0,1 Acetylen (III). Arbeitet man unter denselben Bedingungen bei 500°, so erhält man aus 139 I 59 II u. 0,27 III neben 40 nicht umgesetzten I. Mit nur 0,5 Vol.-% O erhält man aus 155 I 6 II, 0,002 III u. 123 nicht umgesetztes I. Aus 2,2-Difluorbutan (IV) im Gemisch mit 2 Vol.-% O erhält man nach einer Verweilzeit von 0,42 Sek. in der 400° heißen Reaktionszone u. nach der Bromierung des Pyrolystats (um das Fluorbuten besser abtrennen zu können) aus 120 IV 11 des Dibromids u. 98 nicht umgesetztes IV. (A. P. 2 442 993 vom 5/9. 1946, ausg. 8/6. 1948.) 813.425

Attorney General of the United States, übert. von: Heinrich Hopff und Wilhelm Rapp, Ludwigshafen a. Rh., Deutschland, *Verfahren zur Herstellung von β,β'-Dicyan-diäthyläther* durch Rk. von 2 Mol Acrylnitril mit 1 Mol Wasser:  $2\text{CH}_2 = \text{CH-CN} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{NC-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CN}$ . Die Rk. findet bei verhältnismäßig niedriger Temp. (20–30°) in Ggw. einer geringen Menge Alkali als Katalysator statt. Z. B. wird eine Mischung von 106 (Teilen) Acrylnitril, 18 W., 0,05 Hydrochinon u. 0,3 pulverisiertem Natriumhydroxyd für die Dauer von 2 Stdn. bei einer Temp. von 55–60° geführt. Die Reaktionsmischung wird dann neutralisiert mit verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, worauf die wss. Schicht abgetrennt u. das Ölreaktionsprod. dest. wird. Nach dem ersten Überlaufen einer geringen Menge von unverändertem Acrylnitril gehen 62 (Teile) β,β'-Dicyan-diäthyläther über (zwischen 150 u. 155° unter einem Druck von 1,5 mm). (A. P. 2 448 979 vom 23/5. 1941, ausg. 7/9. 1948. D. Prior. 19/6. 1940.) 800.444

United States Rubber Co., New York, N. Y., übert. von: Roger W. Strassburg, Minneapolis, Minn., V. St. A., *Ester*. 2-Propenylester α-halogenierter aliphat. Carbonsäuren stellt man in schneller u. einfacher Weise dadurch her, daß man ein Gemisch eines niedrigen Alkylesters einer α-halogenierten aliphat. Carbonsäure u. eines 2-Propenylalkohols (wobei der gesätt. aliphat. Alkohol, der der niedrigen Alkylgruppe des besagten Esters entspricht, niedriger sd. als der 2-Propenylalkohol) in Ggw. von elementarem Zn als Katalysator erhitzt u. den der niedrigen Alkylgruppe entsprechenden Alkohol laufend aus dem Reaktionsgemisch abdestilliert. Den 2-Propenylalkohol verwendet man in einem großen Überschuß. Man arbeitet vorteilhaft mit 1,75–2,25 Mol des 2-Propenylalkohols pro Mol des Alkylesters der α-halogenierten aliphat. Carbonsäure. Die Rk. u. Dest. wird. in Ggw. von Polymerisationsinhibitoren durchgeführt. — In einem mit einem Aufsatz versehenen Destillationsgefäß erhitzt man ein Gemisch von 366 (Gew.-Teilen) Chloressigsäureäthylester (I), 432 Methallylalkohol (II), 2 Zn-Staub u. 2 symm. Di-β-naphthyl-p-phenyldiamin bei solchen Temp., daß das entstehende Äthanol bei gewöhnlichem Druck laufend abdestilliert. Ist die Dest. des A. beendet, dest. man den nicht umgesetzten II bei 25 mm Druck ab. Die Dest. des Rückstandes ergibt 357 (80% d. Th.) Chloressigsäuremethallylester, Kp.<sub>10</sub> 67–67,5°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4477, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 1,133. — In ähnlicher Weise erhält man: α-Chlorpropionsäuremethallylester in 78%ig. Ausbeute, Kp.<sub>5</sub> 56–58°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,477; Chloressigsäureallylester, aus Allylalkohol (III) u. I in 91%ig. Ausbeute, Kp.<sub>20</sub> 68–69°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4455; Trichloressigsäuremethallylester, aus Trichloressigsäureäthylester u. II, Kp.<sub>10</sub> 74–76°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4672; u. α-Chloracrylsäureallylester, aus α-Chloracrylsäuremethylester u. III, Kp.<sub>23</sub> 69–70°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,4585. (A. P. 2 446 114 vom 14/6. 1947, ausg. 27/7. 1948.) 813.458

Pittsburgh Plate Glass Co., Allegheny County, Pa., übert. von: Franklin Strain, Norton Center, O., V. St. A., *Carbonat-Chlorformiate des Glycerins* erhält man durch Umsetzen von 2 Mol Phosgen (I) mit 1 Mol Glycerin (II) bei Temp. von 0–60° gegebenenfalls in Ggw. eines für beide Umsetzungsteilnehmer geeigneten Lösungsm., wie fl. organ. Chlorformiate oder die nach dem vorliegenden Verf. erhaltenen End-



Mol fl. I führt man mit solcher Geschwindigkeit in ein mit Rührwerk u. Rückflußkühler versehenes Reaktionsgefäß ein, daß die Reaktionstemp.

bei ca. 30° innegehalten wird. Nach beendeter Zugabe von I u. II werden noch 0,2 Mol fl. I im Überschuß zugegeben u. das Reaktionsgemisch bei 30° ca. 6 Stdn. kräftig gerührt. Das Reaktionsgemisch wird dann in Methylchlorid gelöst, mit der 4fachen Menge W. gewaschen u. über CaCl<sub>2</sub> getrocknet. Dest. man das Lösungsm. im Vakuum

ab, so erhält man in 90%ig. Ausbeute einen gemischten Ester, der in der Hauptsache aus 2.3-Carbonyldioxypropylchlorformiat der wahrscheinlichen Zus. III besteht. Der Ester, eine bewegliche, schwach viscose, hellgelbe bis farblose Fl., nicht destillierbar,  $n_D^{20} = 1,4677$ ,  $D_4^{20} = \text{ca. } 1,5187$ , erstarrt bei  $-20$  bis  $-25^\circ$  zu einem bröcklichen Glas, zers. sich beim Erhitzen bei ca.  $150^\circ$ , ergibt mit Ammoniaklsgg. bei Raumtemp. 2.3-Carbonyldioxypropylcarbammat u. mit Aminen, wie Anilin, Stearyl- oder Laurylamin usw. die Urethane. — In ähnlicher Weise kann man die Verb. IV erhalten. (A. P. 2 446 145 vom 19/11. 1946, ausg. 27/7. 1948.) 813.483 !

\*N. V. W. A. Scholtens Chemische Fabrieken, übert. von: I. Lolkema, I. C. Vlughter und H. A. van Westen, *Hexite durch katalytische Reduktion von Kohlenhydraten in flüssiger Phase*. Hydrolysierte Stärke ist im allg. ein Gemisch von Glucose, Maltose u. Dextrin, u. diese Verb. werden bei verschied. Temp. zu Hexiten reduziert. Eine techn. Glucose-lsg., die Maltose u. Dextrin enthält, wird bei ansteigender Temp. reduziert. — Eine Lsg. von techn. Glucose, die 7 (%) Maltose, 12 Dextrin, 31 Glucose u. 50 H<sub>2</sub>O enthält, wird mit 1 eines Katalysators (1 Teil Ni auf 4 Teile Diatomeenerde) gemischt u. mit einer Geschwindigkeit von 150 g pro Stde. durch ein 1,5 m langes Rohr von 2,5 cm Durchmesser geschickt, während gleichzeitig 0,5 cbm H pro Stde. das Rohr durchströmen. Der Druck beträgt 100 at u. die Temp. am Anfang des Rohres  $140^\circ$  u. am Ende  $200^\circ$ . Das fl. Gemisch wird gekühlt u. filtriert u. ergibt eine 50%ig. Sorbillösung. (Holl. P. 60 685, ausg. 15/3. 1948.) 813.496

\*N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, übert. von: W. L. C. van Zwet, *Kieselsäure-ester*. Si-Halogenide setzt man mit Alkanolen um. Die dabei entwickelte Wärme ist nicht auf die Rk. selbst, sondern auf das Lösen des HCl im Alkohol zurückzuführen. Die Reaktionstemp. kann daher mehr oder weniger herabgesetzt werden, wenn man den Alkohol vor der Zugabe der Halogenide mit HCl sättigt. (Holl. P. 60 706, ausg. 15/3. 1948.) 813.503

General Electric Co., übert. von: Dallas T. Hurd, Schenectady, N. Y., V. St. A., *Organische Borverbindungen*. Alkylierte Borverb. erhält man in einfacher Weise dadurch, daß man ein B-Halogenid u. ein Alkylhalogenid bei Temp. von  $250-400^\circ$  in Ggw. von Al oder Zn aufeinander einwirken läßt. — Man schiebt die gemischten Dämpfe von B-Tribromid (I) u. CH<sub>3</sub>Cl (im Vol.-Verhältnis 1 : 2) kontinuierlich durch eine auf  $350^\circ$  erhitzte Schicht von 20-Maschen-Aluminiumteilchen u. kondensiert das flüchtige Reaktionsprod. bei  $-80^\circ$ . Durch Dest. trennt man aus dem Kondensat B(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (II) ab. II, Kp.  $-20^\circ$ , besitzt einen scharfen Geruch u. entzündet sich an der Luft. Das Kondensat enthält auch Methylborbromide, die wahrscheinlich als Zwischenprod. während der Rk. gebildet werden. An Stelle von I kann man auch gasförmiges B-Trifluorid verwenden. In ähnlicher Weise erhält man aus B-Trichlorid u. CH<sub>3</sub>Cl in Ggw. von 80-Maschen-Zn-Teilchen bei  $325-350^\circ$  II u. Methylborchloride. Aus B-Trichlorid u. C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>Cl (im Volumenverhältnis 1 : 3) erhält man das B(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>, das ebenfalls bei Berührung mit Luft zur Entflammung kommt. (A. P. 2 446 008 vom 25/10. 1945, ausg. 27/7. 1948.) 813.573

General Electric Co., übert. von: Ben A. Bluestein, Schenectady, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Silamethylensiloxanen* der Formel (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si · O[{Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · CH<sub>2</sub>}]<sub>m</sub>Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · O]<sub>n</sub>Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, worin m u. n 1 oder 2 bedeuten. — Man gibt eine Lsg. von 540 cem Monochlormethylpentamethyldisiloxan, (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si · O · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · CH<sub>2</sub>Cl, in 500 cem wasserfreiem Ae. langsam (2 Stdn.) zu 65 g Mg u. 50 trockenem Ae. Einleiten der Rk. mit J-Krystall. Man erhitzt danach 15 Min. am Rückfluß, gibt dann in  $\frac{1}{2}$  Stde. 145 cem Dimethyldichlorsilan zu u. erhitzt  $2\frac{1}{2}$  Stdn. am Rückfluß. Man gießt die M. auf eine Eis-W.-Mischung, trennt die Ae.-Lsg. ab, wäscht mit W. u. trocknet. Die Fl. wird zur Ae.-Abtrennung dest., der Rückstand schnell bei  $50$  mm bis  $235^\circ$  dest. u. fraktioniert. Man erhält 2.2.4.4.6.6-Hexamethyl-3-oxa-2.4.6-trisilaheptan, (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si · CH<sub>2</sub> · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · O · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, Kp.<sub>61</sub> 96,5—97,5°, Kp.<sub>760</sub> 178—180°,  $D_4^{20} = 0,8081$ ,  $n_D^{20} = 1,4137$ ; 2.2.4.4.6.6.8.8-Oktamethyl-3.7-dioxa-2.4.6.8-tetrasilanonan, [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si · O · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>, Kp.<sub>64</sub> 130—132°,  $D_4^{20} = 0,8447$ ,  $n_D^{20} = 1,4121$ ; 2.2.4.4.6.6.8.8.10.10-Dekamethyl-3.9-dioxa-2.4.6.8.10-pentasilandecan, [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si · O · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · CH<sub>2</sub>]<sub>2</sub>Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Kp.<sub>55</sub> 175 bis  $177^\circ$ ,  $D_4^{20} = 0,8550$ ,  $n_D^{20} = 1,4276$ . Ferner ist die Herst. von 2.2.4.4.6.6.8.8.10.10.12.12-Dodekamethyl-3.7.11-trioxa-2.4.6.8.10.12-hexasilatridecan [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si · O · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · CH<sub>2</sub> · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>O, Kp.<sub>34</sub> 184—185°,  $D_4^{20} = 0,8725$ ,  $n_D^{20} = 1,4243$ , u. von 2.2.4.4.6.6.8.8.10.10.12.14.16.16-Hexadecamethyl-3.9.15-trioxa-2.4.6.8.10.12.14.16-oktasilaheptadecan, [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si · O · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · CH<sub>2</sub> · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · CH<sub>2</sub> · Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>O angegeben. Die erhaltenen Verb. können für Schmierzwecke u. Antischaummittel sowie zur Herst. hochmolekularer Fl. oder elast. Polymerer zwecks Gewinnung von Kunstharzen u. kautschukartigen Stoffen dienen. (A. P. 2 452 895 vom 22/1. 1948, ausg. 2/11. 1948.) 811.573

General Electric Co., übert. von: Robert Henry Kriebel, Schenectady, N. Y., V. St. A., *Tris-(trimethylsilyl)-borat* (I) erhält man durch Umsetzen von Borsäure (II) u. einem Trimethylalkoxysilan der allg. Zus.  $(\text{CH}_3)_3\text{Si}-\text{OR}$ , worin R einen niedrigen Alkylrest bedeutet, in Ggw. von sauren Veresterungskatalysatoren. — I kann als *Zwischenprod.* zur Herst. anderer chem. Verbb. oder als Kondensationsmittel für Dimethylsilicone verwendet werden. — 35,5 (g) Trimethyläthoxysilan, 6,2 II u. 10 mg p-Toluolsulfonsäure erhitzt man ca. 5 Stdn. unter Rückfluß. Durch fraktionierte Dest. erhält man I, Kp. 90°,  $n_D^{20} = 1,3859$ . (A. P. 2 440 101 vom 7/5. 1947, ausg. 20/4. 1948.) 813.573

Imperial Chemical Industries Ltd., England, übert. von: John George Mackay Bremner und David Gwyn Jones, Norton-on-Tees, England, *Gewinnung von Acrolein und Äthylen durch pyrolytisches Erhitzen von 2,3-Dihydropyran* bei Temp. zwischen 450 u. 500° in Ggw. eines Crackkatalysators, z. B. von Al-Silicat. Daneben entsteht ein Gas, welches 83 Vol.-% Äthylen u. 10,6 Vol.-% CO<sub>2</sub> enthält. Man arbeitet in einem Reaktionsgefäß aus Glas oder aus rostfreiem Stahl. (A. P. 2 451 712 vom 9/8. 1944, ausg. 19/10. 1948. E. Prior. 10/8. 1943.) 808.584

\* Distillers Co., Ltd., übert. von: Karl H. W. Tuereck, *α-Chloracrolein* erhält man durch Dest. einer wss. HOCH<sub>2</sub>CHClCHO-Lsg., die 0,5—10 Gew.-% (bezogen auf das destillierende Gemisch) einer anorgan. Säure, wie HCl u. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, enthält. Die Ausbeute erhöht sich durch diese Arbeitsweise bis zu 90%. — 39 (Teile) Acrolein in 700 W. chloriert man in 3 Stdn. bei 10°, bis eine bestehenbleibende gelbgrüne Farbe erhalten wird. Das überschüssige Cl<sub>2</sub> entfernt man mit SO<sub>2</sub>, salzt OHCH<sub>2</sub>CHClCHO mit Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> aus u. dest. die verbleibende wss. Lsg. in Ggw. von HCl oder H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mit Dampf. Man erhält 17 CH<sub>2</sub>:CClCHO. (E. P. 601 211, ausg. 30/4. 1948.) 813.584

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Donald D. Coffman, Wilmington, Del., V. St. A., *Disfluoreessigsäure* (I) erhält man durch Erhitzen eines Gemisches von 2,4,6-Tri-(disfluormethyl)-symm.-triazin (II) u. W. bei Temp. von 50—150° in Ggw. eines Katalysators, Abtrennen des nicht umgesetzten Triazins, Filtrieren der angesäuerten wss. Phase, Extraktion mit einem Lösungsm. u. Destillation. — 22,2 (Teile) II u. 12 in 70 W. gelöstes Na-Hydroxyd erhitzt man unter Rückfluß 4 Stdn. (NH<sub>3</sub>-Entw. während der Rk.), säuert nach der Abtrennung des nicht umgesetzten Triazins die wss. Phase unter Kühlen mit 40 50%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> an u. extrahiert mit 17,5 Äther. Durch Dest. erhält man 6 I. — 4 II werden auch in 15 Min. vollständig hydrolysiert, wenn sie in Ggw. einer gleichen Menge wss. 4N HCl auf 100° erhitzt werden. (A. P. 2 442 995 vom 7/3. 1946, ausg. 8/6. 1948.) 813.644

Sinclair Refining Co., New York, übert. von: John W. Teter, Chicago, Ill., und Reading Barlow Smith, Hammond, Ind., V. St. A., *Katalytische Herstellung von aliphatischen Nitrilen aus Olefinen und überschüssigem Ammoniak* bei höheren Temp., zweckmäßig aus einem Gemisch von Olefinen, wie Äthylen oder Propylen, mit gesätt. KW-stoffen, wie Propan. Z. B. wird ein Ausgangsgemisch von Propan u. Propylen im Verhältnis 1 : 1 benutzt, u. auf jedes Mol des Olefins werden 5—10 Mol NH<sub>3</sub> verwendet. Zur Wiedergewinnung des überschüssigen NH<sub>3</sub> aus dem Gemisch von NH<sub>3</sub>, Propan, Propylen u. höhererd. Anteilen wird fraktioniert destilliert. Dabei geht als Kopffraktion ein Teil des NH<sub>3</sub> u. der größte Teil des Propans u. Propylens über, während in der Bodenfraction das restliche NH<sub>3</sub> enthalten ist. Letztere wird einer zweiten Fraktionierung unterworfen. In der dabei übergehenden Kopffraktion ist alles NH<sub>3</sub> u. eine kleine Menge von KW-stoffen enthalten. — Die bei der ersten Dest. über Kopf destillierende Fraktion wird fraktioniert kondensiert. Dabei wird eine fl. Fraktion gewonnen, welche den Hauptteil des NH<sub>3</sub> u. etwas KW-stoffe enthält, u. daneben wird eine Dampfphasenfraction gebildet, welche im Gegenstrom mit W. gewaschen wird, um das mitgerissene NH<sub>3</sub> zu entfernen. Ebenso wird die fl. NH<sub>3</sub>-Fraktion mit W. gewaschen. Beide NH<sub>3</sub>-Waschwässer werden vereinigt u. daraus das NH<sub>3</sub> wiedergewonnen. — Zeichnung. (A. P. 2 444 175 vom 12/10. 1944, ausg. 29/6. 1948.) 808.646

Richard D. Pomeroy, Altadena, Calif., V. St. A., *Gewinnung von organischen Säuren aus saurem Abwasserschlämme*, welcher geringe Mengen Essig-, Propion- u. Buttersäure, sowie auch höhermolekul. Säuren, wie Ölsäure u. Stearinsäure, enthält, durch Abdest. mit Wasserdampf, wobei zunächst in einer Verdampfungskammer ein Gemisch von Wasser- u. Säuredämpfen entsteht, welches auf höhere Temp. erhitzt wird u. dann in eine Reaktionskammer gelangt. Der Druck ist in der Reaktionskammer nur wenig höher als in der Verdampfungskammer. In der Reaktionskammer wird das erhitzte Gemisch von Wasser- u. Säuredämpfen mit einer wss. alkal. Lsg., z. B. von Alkali- oder Ca-

Hydroxyd, zusammengebracht, wobei die entsprechenden Salze der Säuren entstehen u. sich von dem Wasserdampf abtrennen. Der Wasserdampf wird ohne wesentliche Kondensation in die Verdampfungszone zurückgeleitet. — Zeichnung mit der Vorrichtung. (A. P. 2 444 527 vom 30/11. 1943, ausg. 6/7. 1948.) 808.654

\* Johan W. Stoutjesdijk, *Ungesättigte Säuren durch die Einwirkung eines Säureanhydrids oder Ketens auf ein Salz einer Oxyssäure*. Nach dem Acylieren eines Salzes einer Oxyssäure mit einem Säureanhydrid oder Keten behandelt man das erhaltene Prod. mit einer alkal. Substanz. — 2,2 (kg) wasserfreies Ca-Lactat, 2,1 (CH<sub>3</sub>CO)<sub>2</sub>O u. 0,25 Pyridin versetzt man mit mindestens 30% (1,36 kg) Tetralin, erhitzt auf 160° u. behält diese Temp. 4 Stdn. bei. Aus der dick gewordenen M. treibt man CH<sub>3</sub>COOH, Pyridin, Tetralin u. (CH<sub>3</sub>CO)<sub>2</sub>O durch Erhitzen ab, erhitzt dann das erhaltene Ca-Salz (Ausbeute 90% u. 79,8% nach der Krystallisation) mit Tetralin zu einer gallertartigen M., versetzt mit festem KOH u. erhitzt das Gemisch 2 Stdn. auf 160°. Der größte Teil des Tetralins kann nun dekantiert werden, der Rest wird im Vakuum abdestilliert. Durch Zugabe von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. Dest. im Vakuum erhält man in 40%ig. Ausbeute Acrylsäure. (Holl. P. 61 223, ausg. 15/6. 1948.) 813.657

Mallinekrodt Chemical Works, St. Louis, Mo., übert. von: Vernon H. Wallingford, Ferguson, und August H. Homeyer, Webster Groves, Mo., V. St. A., *Metallisieren von β-Ketosäureestern*. β-Ketosäureester werden mit alkoholfreien Na-, K- oder Mg-Alkoholaten in Diäthylcarbonaten metallisiert. Die in hoher Ausbeute erhaltenen Verbb. können als Zwischenprodd. zur Herst. von verschied. organ. Verb. Verwendung finden. — Trockenes C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>ONa [erhältlich aus 11,5 (g) Na u. 250 ccm absol. A. nach dem Entfernen des überschüssigen A. im Vakuum] löst man in 200 ccm Diäthylcarbonat (I) u. 65 CH<sub>3</sub>COCH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> (II). Man erhitzt auf 90—100° u. dest. im Vakuum bei 41—43° u. 150 mm den während der Rk. freiwerdenden A. ab. Nach dem Abdestillieren von I im Vakuum u. Waschen des öligen festen Rückstandes (84,3 g) mit Isopropylalkohol erhält man in hoher Ausbeute weißes pulverförmiges CH<sub>3</sub>COCHNaOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, das mit verd. CH<sub>3</sub>COOH zum II hydrolysiert u. mit überschüssigem n-Hexylbromid zu 68,7 (64,2%) CH<sub>3</sub>COCH(C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>)CO<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> alkyliert werden kann. Mit 23 Na erhält man dimetallisierten II, den man mit Äthylbromid in α,α-Diäthylacetessigsäureäthylester, CH<sub>3</sub>COC(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, überführen kann. Ferner kann man CH<sub>3</sub>COC(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)NaCO<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> erhalten u. weiter zum CH<sub>3</sub>COC(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> alkylieren. Wird C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COCH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>C<sub>4</sub>H<sub>9</sub> mit C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>OK in Di-n-butylcarbonat u. dann mit C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>Br behandelt, so erhält man Äthylbenzoylessigsäure-n-butylester, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COCH(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)CO<sub>2</sub>C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>, Kp.<sub>1</sub> 116—117°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,5003. Behandelt man β-Ketononylsäure-n-propylester mit C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>OK in Di-n-propylcarbonat u. dann mit überschüssigem C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Br, so wird α-Äthyl-β-ketononylsäure-n-propylester, Kp.<sub>1-2</sub> 103—105°, n<sub>D</sub><sup>25,6</sup> = 1,4355, erhalten. (A. P. 2 438 241 vom 17/5. 1945, ausg. 23/3. 1948.) 813.793

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: William R. Cornthwaite, Wilmington, Del., und Arthur A. Elston, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Herstellung von organischen persäuren Lösungen* durch Rk. eines Alkylesters einer Carbonsäure mit einer alkal. wss. Peroxydsg. mit einem pH-Wert von etwa 11. Beste Erfolge werden erzielt durch Verwendung von Estern aus gesätt. aliph. Alkoholen mit nicht mehr als 5 C-Atomen u.

Persäuren, wie Peressigsäure,  $\text{CH}_3\text{C}\begin{matrix} \diagup \text{O} \\ \diagdown \text{O} \end{matrix}\text{OH}$ . Als Säuren finden ferner Permaleinsäure, Peracetonensäure, Peracrylsäure, Permethacrylsäure, Perfumarsäure u. Perpropionsäure Verwendung. Die entsprechenden Ester dieser Säuren werden mit wss. alkal. Peroxydsgg. in Rk. gebracht. Es kommen im Durchschnitt Peroxydsgg. in einer Konz. von etwa 1—10 Vol. % zur Verwendung. Die Rk. geht meist bei Raumtemp. vor sich u. ist in den meisten Fällen nach 5—30 Min. beendet. In manchen Fällen muß die Reaktionsmischung gekühlt werden, teilweise ist eine Erwärmung erforderlich, jedoch nicht über 120° F (49° C). (A. P. 2 448 252 vom 2/8. 1946, ausg. 31/8. 1948.) 800.819

\* American Cyanamid Co., übert. von: Walter W. Durant und Cyril B. Clark, *Salze schwacher Säuren*. Eine wss. Lsg., die eine schwache Säure u. ein Salz einer starken Säure enthält, wird mit einem anionakt. Harz behandelt. — Eine Lsg. von 101 (Teilen) Guanidinnitrat u. ca. 2000 W., mit CO<sub>2</sub> bei einem Druck von ca. 500 lbs./sq. in. gesätt., schickt man durch eine Harzschicht, unterteilt den Ausfluß in Zwischenräumen von 10, 18, 12 u. 15 Min. in 4 Fraktionen u. wäscht die Harzschicht zweimal mit je 1000 Wasser. Man erhält eine Ausbeute von ca. 89% Guanidinbicarbonat. (Can. P. 449 227, ausg. 22/6. 1948.) 813.1032

\* Peter Spence & Sons, Ltd., übert. von: Nicholas M. Cullinane und Walter C. Davies, *Hexamethylbenzol*. In 70%ig. Ausbeute erhält man C<sub>6</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>6</sub> durch Behandlung von

1 Teil  $C_6H_5OH$  bei  $375^\circ$  mit 8 Teilen  $CH_3OH$  in Ggw. von aktiviertem  $Al_2O_3$  in  $1/4$ — $1/8$  in. Maschengröße. (E. P. 600 838, ausg. 20/4. 1948.) 813.1151

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Joseph H. Trepagnier, Wilmington, Del., V. St. A., *p-Chinondioxim* (Ia) erhält man in guter Ausbeute, hoher Reinheit u. verhältnismäßig kurzer Zeit, wenn man 1 Mol *p*-Nitrosophenol (I) mit ca. 1 Mol Hydroxylamin in Form eines wasserlösl. Salzes, z. B. als Hydroxylaminhydrochlorid (II), in 3—20 Teilen W. (auf 1 Teil I) bei  $55$ — $95^\circ$  umsetzt, wobei man dafür Sorge tragen muß, daß die Rk. in einer Hydroxylaminsalzlsg. durchgeführt wird, deren  $pH$ -Wert am Anfang 2—5 beträgt. — Eine Lsg. von 38,2 (Teilen) II in 350 W. mischt man bei  $65^\circ$  mit 72,8 I-Krystallen (die ca. 61,5 I enthalten) u. rührt in 3 Vorss.  $3/4$ , 1,5 u. 2,5 Stdn. bei  $65^\circ$ . Vor dem Erhitzen hat jede Lsg. ein  $pH$  von 3,75. Aufgearbeitet wird durch Zugabe von 400 Eisstückchen u. Versetzen mit einer 30%ig. NaOH-Lsg., bis der  $pH$ -Wert 7,5 beträgt. Bei diesem  $pH$ -Wert ist I, aber nicht Ia lösl., so daß man beide Verbb. wirksam trennen kann. Man filtriert, wäscht alkalifrei u. trocknet bei  $65^\circ$ . Die Ausbeute an rohem Ia beträgt nach  $3/4$ , 1,5 u. 2,5 Stdn. 53, 75 u. 89%, das Aussehen des erhaltenen rohen Ia ist hellbraun bzw. hellgraubraun, der Reinheitsgrad beträgt in allen 3 Fällen 99% u. die Ausbeute an reinem Ia 52, 74 u. 88%. Arbeitet man in der gleichen Weise, jedoch in Ggw. von 1 Mol HCl pro Mol II, so beträgt die Ausbeute an rohem Ia 45, 64 u. 80%, das Aussehen des rohen Ia ist dunkelgraubraun bzw. schwarz, der Reinheitsgrad des rohen Ia beträgt 94, 81 u. 70% u. die Ausbeute an reinem Ia 42, 52 u. 56%. — In einem weiteren Beispiel wird gezeigt, daß auch bei Verwendung von sauren Salzen des Hydroxylamins Ia in guter Reinheit u. Ausbeute erhalten werden kann, wenn die überschüssige Säure bis zur kongorotsauren Rk., die einem  $pH$ -Wert von ca. 4,5 entspricht, neutralisiert wird. (A. P. 2 446 165 vom 14/11. 1945, ausg. 3/8. 1948.) 813.1346

\* Mathieson Alkali Works, Inc., übert. von: Charles C. Clark und Paul H. Baker, Chlorieren aromatischer Verbindungen. Eine Phthalsäureverb. wird bei  $200$ — $300^\circ$  mit  $FeCl_3$  (2 Mol  $FeCl_3$  pro Atom des einzuführenden Cl) umgesetzt u. dann die Chlorphthalsäureverb. aus dem Reaktionsgemisch abdestilliert. — 167 (Teile) wasserfreies  $FeCl_3$  u. 38 Phthalsäureanhydrid erhitzt man oberhalb des F., bis die Chlorierung beendet ist, erhöht die Temp. bis zum Kp. u. dest. das erhaltene Dichlorphthalsäureanhydrid aus dem Reaktionsgemisch ab. (Can. P. 448 149, ausg. 27/4. 1948.) 813.1660

Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: Alex G. Oblad, Dallas, Tex., V. St. A., *Cyclohexan* (I) kann kontinuierlich u. in sehr reiner Form durch Hydrierung von Benzol (II) erhalten werden, wenn zur Entfernung des nicht hydrierten II aus dem I—II-Gemisch durch azeotrop. Dest. *Methylcyclopentan* (III) verwendet wird. Die Zus. des azeotrop. Gemisches beträgt annähernd 90 (Mol-%) III u. 10 II, schwankt aber je nach dem Druck, bei dem die Dest. durchgeführt wird. Zweckmäßig ist ein geringer Überschuß an III, um eine restlose Entfernung des II zu gewährleisten. Prakt. das gesamte nicht umgesetzte II kann aus einem Gemisch von 95% I u. 5% II durch Zugabe von ca. 7,4—9,0 Mol III pro Mol II u. azeotrop. Dest. bei Atmosphärendruck bis zu einem Druck von 50—75 lbs./sq. in. entfernt werden. Das durch die azeotrop. Dest. erhaltene II kann zusammen mit einer frischen II-Beschickung in der Hydrierungszone hydriert werden. Das III ist der Hydrierung gegenüber inert, wird aber zum Teil zu I isomerisiert u. erhöht so die Ausbeute an I. Die Hydrierung selbst wird bei Temp. von  $70$ — $250^\circ$ , vorteilhaft  $180$ — $220^\circ$ , u. Drucken von  $100$ — $1000$ , vorteilhaft 500 bis 800 lbs./sq. in., in Ggw. von Hydrierungskatalysatoren, wie Ni auf Bimsstein oder anderen gegen Vergiftung weniger empfindlichen Katalysatoren, wie Mo-Sulfid, Mo-Oxyd auf  $Al_2O_3$ , Fullererden usw., durchgeführt. Die Hydrierung wird kontinuierlich vorteilhaft in fl. Phase mit einer Umsetzungsgeschwindigkeit von 1—10 Voll. fl. KW-stoff pro Vol. Katalysator pro Stde. durchgeführt. Die Menge des Wasserstoffs beträgt mindestens 3 Mol (12—15 Mol) Wasserstoff pro Mol der gesamten Menge II. — Eine App. zur Durchführung des kontinuierlichen Verf. wird beschrieben. (A. P. 2 440 414 vom 3/12. 1945, ausg. 27/4. 1948.) 813.1965

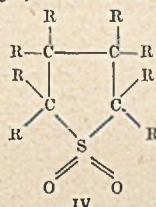
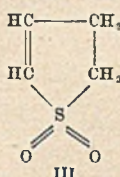
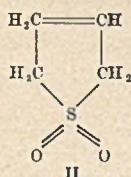
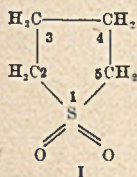
Sun Oil Co., Philadelphia, übert. von: Alfred E. Hirschler, Drexel Hill, Pa., V. St. A., *Trennung von Naphthenkohlenwasserstoffgemischen*, in welchen sich die KW-stoffe durch nicht mehr als 3 C-Atome unterscheiden, bes. von isomeren u. homologen Naphthen-KW-stoff-Gemischen, durch partielle Adsorption mit Silicagel. — Ein Gemisch aus 90(%) *Cyclohexan* u. 10 *Athylcyclohexan* wird in einer Kolonne durch 84 g Silicagel von 28—200 Maschengröße hindurchgeleitet. Danach wird A. hindurchgeleitet, welcher den adsorbierten KW-stoff aufnimmt. Dabei gewinnt man ein Filtrat, welches ein 93%ig. *Cyclohexan* liefert. — Nach einem anderen Beispiel werden *Dicyclohexyl* (90%) u. *trans-Dekalin* (10%) mit Silicagel getrennt. Dabei erhält man ein 95%ig.

Dicyclohexyl. — 1 Blatt mit Kurvenzeichnungen. (A. P. 2 448 488 vom 26/1. 1946, ausg. 31/8. 1948.) 808.1966

\* Wadie Tadros, *Oxystilbene und ähnliche Derivate*. Das Verf. kann entsprechend dem folgenden Beispiel durchgeführt werden: Man läßt (4-Iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>OC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO u. C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>MgCl aufeinander einwirken, versetzt mit wss. NH<sub>4</sub>Cl, extrahiert mit Ae., treibt den Ae. ab u. kryst. aus A. um. Man erhält 1.1-Bis-(p-isopropoxyphenyl)-2-phenyläthylen, F. 83—84°. Die Iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O-Gruppen können durch saure Hydrolyse abgespalten werden. (E. P. 602 269, ausg. 24/5. 1948.) 813.2394

Daniel Tyrer, Stockton-on-Tees, England, *Darstellung von Phenolen und deren Salzen*. An Stelle des üblichen Weges aus Sulfonaten u. Alkali, entsprechend dem Beispiel: C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>SO<sub>3</sub>Na + 2 NaOH = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>ONa + Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O, wobei 2 Mol NaOH angewendet werden müssen, wird durch Zusatz von Na-Sulfit u. Na-Sulfat in Mengen von 2—30% des Sulfonats nur 1 Mol Alkali gebraucht, so daß die Gleichung gilt: C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>SO<sub>3</sub>Na + NaOH = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH + Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>. Durch einfaches Erhitzen auf 350 bis 400° im Dampfstrom können bis zu 97% des gewünschten Phenols erhalten werden. Das Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> kann wieder gewonnen u. erneut verwendet werden. Beispiele für Phenol, o-Kresol u. α-Naphthol. (A. P. 2 452 404 vom 25/4. 1946, ausg. 26/10. 1948. E. Prior. 4/9. 1942.) 823.2672

Shell Development Co., San Francisco, übert. von: Rupert C. Morris, Berkeley, Calif., V. St. A., *Herstellung von Sulfolanen und Sulfolenen mit wenigstens einem substituierten oder unsubstituierten ungesättigten Kohlenwasserstoffradikal an einem Kern-C*. Sulfolane u. Sulfolene sind cycl. Sulfone. Das einfache unsubstituierte Sulfolan hat die Strukturformel I. Es kann auch als *Thiacyclopentan-1.1-dioxyd*, *Thiolan-1.1-dioxyd*,



*Cyclootetramethylensulfon* oder *Dihydrobutadiensulfon* bezeichnet werden. — Dem 3-Sulfolen kommt die Formel II zu. 2-Sulfolen (auch *Thiacyclopentan-1.1-dioxyd*) besitzt die Strukturformel III. Die neuen Verbb. haben die allg. Formel IV, worin zumindest 1 R ein unsubstituiertes oder substituiertes ungesätt. KW-stoff-Radikal darstellt. Die neuen Verbb. sind z. B. die folgenden: 2-Vinyl-2-, 2-Vinyl-3-sulfolen, 2-Vinyl-, 3-Vinyl-, 3-Allylsulfolan, 2-(2-Chlorallyl)-2-, 2,4-Divinyl-3-sulfolen, 3-Methylallylsulfolan, 3-Vinyl-4-chlor-3-sulfolen, 2-(2-Bromallyl)-, 2-Allyl-3-oxy-, 2-(2-Oxyallyl)-, 2-Cyclopentenylsulfolan, 2-Cyclopentenyl-3-sulfolen, Allyläther des 3-Methylolsulfolans, β-(2-Δ<sup>3</sup>-Sulfolenyl)-divinyläther, 2-(2-Oxyallyl)-Δ<sup>3</sup>-, 2-(4-Oxy-2-butenyl)-Δ<sup>3</sup>-sulfolen, β-(3-Δ<sup>3</sup>-Sulfolenyl)-acrolein, α-(4-Vinyl-2-sulfolanyl)-acetaldehyd, Vinyl-3-sulfolanylketon, Isopropenyl-3-sulfolanylketon, Allyl-2,4-dimethyl-3-Δ<sup>4</sup>-sulfolenylketon, Allyl-β-(3-sulfolanyl)-äthylamin, Diallyl-β-(3-sulfolanyl)-äthylamin, N-β-(3-Sulfolanyl)-äthylacrylamid, N-Allyl-3-sulfolanylcarboxamid, N,N-Diallyl-3-sulfolanylcarboxamid, 3-Allyl-4-sulfolanyl-p-toluolsulfonat. Die Verbb. können auf verschied. Weise erhalten werden. Man stellt z. B. aus peroxydfreiem Hexatrien (CH<sub>2</sub> = CH—CH = CH—CH = CH<sub>2</sub>) u. fl. SO<sub>2</sub> eine Mischung her (Mol: Mol) u. erhitzt die Reaktionspartner auf 100° bei Drucken von 100—500 lbs./sq. in. Die Prodd. sind wertvolle Lösungsm. u. Weichmacher für die Harz- u. Lackindustrie, sind als Insekticide, Antioxydantien, Ingredienzien für kosmet. Mittel u. andere Zwecke brauchbar. (A. P. 2 439 345 vom 13/7. 1943, ausg. 6/4. 1948.) 819.2939

## X. Färberei. Organische Farbstoffe.

J. Crank, *Die Diffusion von Direktfarbstoffen in Cellulose*. II. Mitt. *Die Deutung der Geschwindigkeit bei Färbemessungen*. (I. vgl. C. 1948. II. 1348.) Die Absorption von Direktfarbstoffen durch Cellulose ist im wesentlichen ein Diffusionsprozeß. Die meisten Messungen der Diffusionskoeff. wurden bei unbegrenzter Flotte bei konstanter Farbstoffkonz. durchgeführt, während diese in der Praxis mit fortschreitender Färbung abnimmt. Neue Vers. wurden daher bei begrenzter Flotte unternommen. Beim Vgl. der Meßergebnisse der Geschwindigkeit des Färbens bei 90% Farberschöpfung mit den entsprechenden rechner. Ergebnissen zeigen sich Unstimmigkeiten. So wird das Färben aus begrenzter Flotte richtiger wiedergegeben durch die mathemat. Formel

für ein unbegrenztes Bad. Vf. führt mit Erfolg die elektrochem. Natur des Syst. Cellulose-Farbstoff ein, betont aber, daß zur genaueren Deutung weitere Messungen nötig sind. — 5 Abbildungen. 2 Tabellen. 40 mathemat. Formeln. (J. Soc. Dyers Colourists 64. 386—93. Dez. 1948. Berks, Maidenhead, Courtaulds Ltd., Res. Labor.) 285.7002

J. M. Preston, S. M. Mhatre und K. I. Narasimhan, *Faktoren, welche das Färben von Viscosekunstseide beeinflussen*. III. Mitt. *Die Volumquellung*. In der II. Mitt. (vgl. C. 1948. II. 898) wurde berichtet, daß die Farbstoffaufnahme von Viscose bei steigendem Orientierungsgrad abnimmt. Zur Prüfung des Zusammenhangs zwischen Orientierung u. Quellung wurden erneut frische Fasern gesponnen. Gefärbt wurde bei 80° mit Himmelsblau FF (Coll. Ind. 518), die Vol.-Quellung berechnete man aus Längs- u. Querquellung, die Orientierung aus der Doppelbrechung. Die Vol.-Quellung nimmt bei steigender Orientierung ab u. steht in enger Beziehung zur absorbierten Farbstoffmenge. Die Vol.-Quellung ist ein Maß für denjenigen Teil des gequollenen Faservol., welcher nicht von Cellulose eingenommen wird. Diese innere wss. Phase geht in die rechner. Ansätze der Farbstoffaufnahme ein. Vff. haben Vol.-Quellung u. Farbstoffaufnahme an einer vergleichbaren Serie verschieden stark orientierter Viscose gemessen u. erhielten nach Einsetzen ihrer Werte in die Gleichung von MARSHALL u. PETERS (vgl. C. 1948. II. 660) eine lineare Abhängigkeit zwischen Vol.-Quellung u. Farbanionkonz. in der Faser [D]. Die Gleichung stimmt jedoch nur unterhalb einer Vol.-Quellung von 60—90% mit den experimentellen Ergebnissen überein. Bei starker Vol.-Quellung (90—150%) ändert sich die Farbaufnahme nicht mehr, weil die für die Bindung von Farbstoffen akt. Zentren nur einen kleinen Teil des Vol. der gequollenen Faser ausmachen. Schließlich werden die Dimensionen der Faserporen bei verschied. Vol.-Quellung berechnet. — 4 Tabellen. 3 Figuren. (J. Soc. Dyers Colourists 65. 17—20. Jan. 1949. Manchester, Coll. of Technol., Textile Chem. Labor.) 285.7002

E. Elöd und H. G. Fröhlich, *Über das Verhalten beim Färben*. IV. Mitt. *Einwirkung von sauren und substitutiven Farbstoffen, sowie von starken Säuren auf Polyamidfasern (Nylon usw.)*. (III. vgl. Melliand Textilber. 25. [1944.] 309.) Einleitend werden die bisher auf diesem Gebiet bekannt gewordenen Arbeiten besprochen u. die Ergebnisse eigener Verss. mit denen anderer Forscher verglichen. Untersucht wird die Aufnahme von HCl durch Nylon sowie die Quellung unter bestimmten Bedingungen in Abhängigkeit vom p<sub>H</sub>-Wert. Es wurde gefunden, daß die pro g Nylon aufgenommene HCl-Menge mit steigendem p<sub>H</sub>-Wert abnimmt u. daß die Quellung mit zunehmendem p<sub>H</sub>-Wert zunächst abnimmt, ein Minimum durchläuft, um dann wieder zuzunehmen. Hierbei ist bemerkenswert, daß dieses Minimum der Quellung im Bereich des Knickpunktes (p<sub>H</sub> 2,2—2,5) der Säurebindungskurve liegt. Berechnet wurde aus der Säurebindung das Mol.-Gew. des verwendeten Polyamids, wobei sich ergab, daß bei p<sub>H</sub>-Werten oberhalb 2,2 ausschließlich die prim. Aminogruppen der Polyamide an der Säurebindung beteiligt sind. Die Abhängigkeit der Quellung vom Mol.-Gew. wird kurvenmäßig demonstriert. Auch die Abhängigkeit des Abbaues der Polyamide von der Behandlungsdauer wird bildlich wiedergegeben. Nachgeprüft wurde die Frage, ob eine erhöhte Säurebindung mit einer erhöhten Aufnahme für saure Farbstoffe ident. ist. Die Verss. werden beschrieben u. die Ergebnisse sind tabellar. zusammengestellt. Es hat sich gezeigt, daß mit zunehmendem Abbau der Polyamidfasern (Nylon, Perlon, Perlon L [Caprolactam]) die Säurebindung sowie die Farbstoffaufnahme entsprechend ansteigen, sofern man bei p<sub>H</sub>-Werten oberhalb von etwa 2,2 arbeitet. Unterhalb dieses Wertes, z. B. bei p<sub>H</sub> 1,4 ist die Veränderung nur sehr gering. Hieraus geht hervor, daß bei p<sub>H</sub>-Werten, die oberhalb von etwa 2,2 liegen, nur die prim. Aminogruppen für die Säurebindung sowie für die Farbstoffaufnahme verantwortlich sind. Im weiteren Verfolg der Arbeiten wurde die Einw. von sauren u. substitutiven Farbstoffen auf Polyamide in einem weiteren Bereich der p<sub>H</sub>-Werte untersucht. Die Abhängigkeit der Farbstoffaufnahme von dem p<sub>H</sub>-Wert (Färbedauer 4 Stdn., Temp. 95°, Flotte 1:50) wird graph. wiedergegeben. Hiernaus ist ersichtlich, daß man die Kurven hinsichtlich ihres Verlaufes in drei Teile zerlegen kann. Der erste Teil verläuft steil in dem p<sub>H</sub>-Gebiet unterhalb von etwa 2, zwischen den p<sub>H</sub>-Werten von etwa 2,0—5,0 verlaufen die Kurven annähernd horizontal, um bei höheren p<sub>H</sub>-Werten allmählich abzusinken. Bei p<sub>H</sub> 9 wird prakt. kein Farbstoff mehr aufgenommen. Weitere Einzelheiten finden sich im Original. — 6 Abbildungen. (Melliand Textilber. 3. 103—06. März 1949. Badenweiler, Staatl. Inst. für Textilchem.) 104.7002

—, *Neue Farbstoffe, chemische Präparate und Musterkarten*. *Kitonechtgelb 3 GRL* der CIBA färbt Wolle in ähnlichen reinen Gelbtönen, jedoch von besserer Licht- u. Waschechtheit als die ältere Marke 3 G. *Kitonechtgelb 3 GRL* dient vor allem zur Herst.



von Modetönen auf Damenkleiderstoffen, Strickgarnen usw. — *Neolanviolett 5 RF* der CIBA gibt auf Wolle licht-, wasch-, wasser- u. schweißechte Färbungen. Der Farbstoff läßt sich zur Herst. von Reserveeffekten verwenden. — *Neolanmarineblau 2 RLB konz.* der CIBA gibt licht-, wasch- u. reiches Marineblau auf Wolle. Reserviert kleine Effekte aus Baumwolle, Viscose- u. Acetatseide. — *Uvilex RS* der CIBA ist ein opt. Bleich- u. Aufhellungsmittel für pflanzliche Fasern, Cellulosekunstseide u. Papier. (Melliand Textilber. 30. 78. Febr. 1949.) 104.7020

**H. R. Hirsbrunner**, *Über die Auswaschbarkeit von Mineralölschmälzen und ihren Einfluß auf die Färbung*. Beim Schmelzen von Wolle mit Mineralölen (I) oder Gemischen mit hohem Geh. an I treten in der Praxis Schwierigkeiten beim Auswaschen u. Färben auf. Durch systemat. Verss. wurde gefunden, daß I entweder durch Seife oder synthet. Waschmittel ausgewaschen werden können. Die Vergilbung geschmälzter Wolle beruht auf Verunreinigungen von I u. wird durch Alterung u. Licht begünstigt. Vergilbte Wolle läßt sich nicht gleichmäßig färben. Dieselbe Schwierigkeit kann auch auf der Blockierung chem. Gruppen der Wolle durch synthet. Waschmittel beruhen. Schließlich wird ein Untersuchungsverf. zur Prüfung moderner Schmelzmittel vorgeschlagen: Best. des Restöl- u. Restseifengeh. mittels Ac.- u. A.-Extraktion, Vergilbungstendenz (24 Stdn. UV-Licht) u. Färbeversuche. (Textil-Rdsch. [Sankt Gallen] 3. 342—52. 382—91. 423—29. Dez. 1948. St. Gallen, Eidgen. Materialprüfungsanst.) 285.7020

**Alfred Müller**, *Aus der Praxis der Wollfärberei*. Prakt. Hinweise über das Färben von losem Material, Kreuzspulen u. Stückware. (Melliand Textilber. 30. 66. Febr. 1949. M.-Gladbach.) 104.7020

—, *Künstliche Fasern*. Gegenstand der Ausführungen ist das Färben von Viscose-, Acetat- u. Kupferseide sowie anderer künstlicher Faserstoffe. Bes. besprochen wird das Färben u. Ausrüsten kunstseidener Futterstoffe. (Dyer, Text. Printer, Bleacher, Finisher 100. 773. 775. 31/12. 1948.) 104.7020

—, *Färben von Nylon*. Besprochen werden kurz die Eigg. der Nylonfaser bes. in Hinblick auf ihr färber. Verh. auch in Verb. mit anderen Faserarten, wie z. B. in Mischgeweben. Die zum Färben von Nylon verwendbaren Farbstoffklassen werden angegeben. (Rayon synthet. Text. 29. Nr. 10. 73. Okt. 1948.) 104.7020

**Gotthilf Eben**, *Das Färben von Trikotagen für Unterwäsche*. Einleitend wird die Vorbehandlung der Fasern unter besonderer Berücksichtigung der künstlichen Fasern besprochen u. dann auf die Einrichtung des Färbers sowie auf das Färben der Trikotagen selbst näher eingegangen. Die für die einzelnen Faserarten geeigneten Farbstoffe sowie die entsprechenden Färbvorschriften werden gegeben. (Textil-Praxis 4. 72—76. Febr. 1949. Frankfurt a. M.-Höchst.) 104.7020

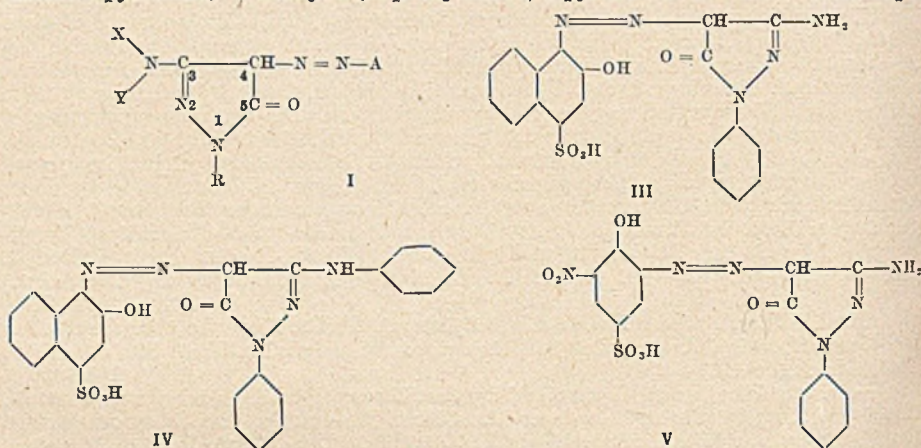
**James Mc Cartney**, *Verhütung und Behebung von Schäden, die durch Bildung von Oxycellulose entstehen. Ein Beitrag zur Kenntnis der Ursachen der Entstehung von Oxy-cellulose auf Cellulosefasern*. Hingewiesen wird auf die verschied. Möglichkeiten der Bldg. von Oxycellulose (I) während des Bleichvorganges u. während des Färbens mit Küpenfarbstoffen. Behandelt wird auch das färber. unterschiedliche Verh. von I gegenüber den verschiedensten Farbstoffen, so geben z. B. Direktfarbstoffe auf I dunklere Färbungen als auf Cellulose. Schließlich werden einige Bestimmungsmethoden für I angeführt. (Text. Wld. 98. Nr. 7. 116. 214. 216. 218. Juli 1948.) 104.7020

**Richard Künzl**, *Mechanisierung im Filmdruck*. Beschrieben werden mechan. Vorrichtungen für den Filmdruck, wie Waschwalze, kombinierter Aufklobe- u. Waschwagen, mechan. Warenförderung u. a. m. Gedruckt wird mit Hilfe eines Schablonentransportwagens. Hingewiesen wird ferner auf drei neue Filmdruckmaschinen, deren Einzelheiten an Hand von schemat. Darstellungen behandelt werden. — 11 Abbildungen. (Melliand Textilber. 30. 29—31. Jan. 67—69. Febr. 1949. Stockholm, Schweden.) 104.7020

**W. Seidensaden**, *Rückschau und Weiterentwicklung. Neuere Farbstoffe*. Übersicht über die Weiterentw. auf dem Farbstoffgebiet an Hand der während der letzten zehn Jahre erschienenen Patente. Behandelt werden Farbstoffe für Cellulosefasern, u. zwar solche zum Direktfärben sowie Farbstoffe, die auf der Faser erzeugt werden. (Melliand Textilber. 30. 32—33. Jan. 73—75. Febr. 1949. Offenbach a. M.) 104.7048

**American Cyanamid Co.**, New York, übert. von: **Robert Sidney Long** und **Charles Edward Lewis**, Somerville, N. J., V. St. A., *Herstellung von Metallkomplexverbindungen von Pyrazolon-Azofarbstoffen*, welche sich vom 3-Amino-5-pyrazolon als Kupplungskomponente herleiten. Die Farbstoffe haben die allg. Formel I, worin A der Rest eines

diazotierten arom. prim. Amins ist. R ist H oder ein Bzl.- oder Naphthalinrest. X u. Y sind Acyl-, Alkyl- oder Arylreste. Hierfür geeignete Pyrazolonverbb. sind z. B. 1-Phenyl-3-amino-5-pyrazolon, 1-( $\alpha$ -Naphthyl)-3-amino-5-pyrazolon, 1-(4'-Methoxyphenyl)-3-amino-5-pyrazolon, 1-(3'-Methylphenyl)-3-amino-5-pyrazolon, 1-(4'-Chlorphenyl)-3-amino-5-pyrazolon, 1-(4'-Sulfofenyl)-3-amino-5-pyrazolon, 1-(3'-Nitrophenyl)-3-amino-5-pyrazolon, 1-Phenyl-3-acetylamino-5-pyrazolon, 1-Phenyl-3-benzoylamino-5-pyrazolon, 1-Phenyl-3-(N-phenylamino)-5-pyrazolon. — Als Diazokompo-

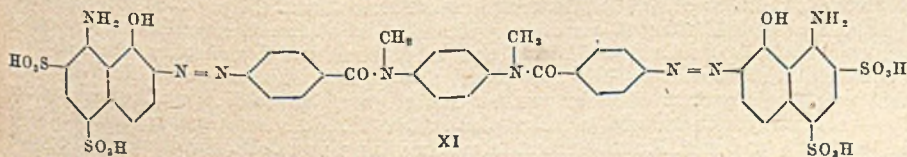
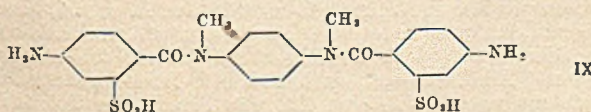
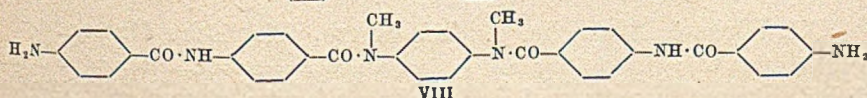
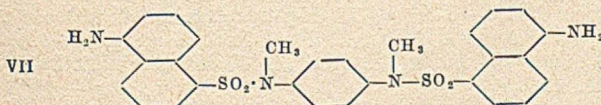
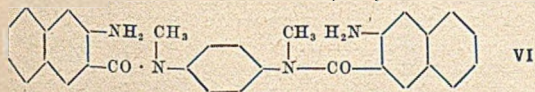
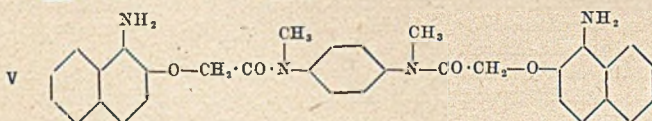
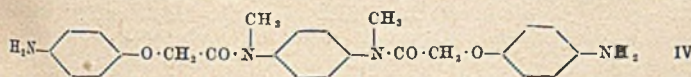
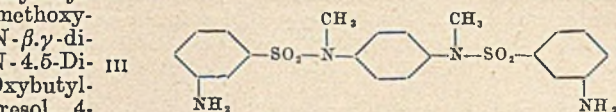
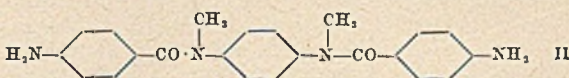
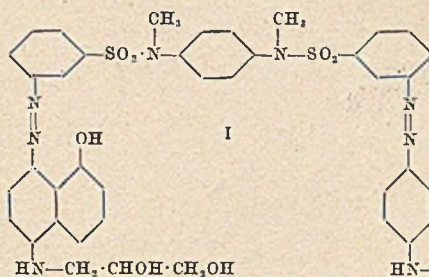


nenten sind z. B. genannt: 2-Amino-4-nitrophenol, 2-Amino-5-nitrophenol, 2-Amino-4-chlorphenol, 3-Amino-4-oxybenzolsulfonsäure, 2-Methyl-4-amino-5-oxybenzolsulfonsäure, 2-Nitro-4-amino-5-oxybenzolsulfonsäure, 2-Chlor-4-amino-5-oxybenzolsulfonsäure, 2-Oxy-3-amino-5-chlorbenzolsulfonsäure, 3-Amino-4-oxy-5-nitrobenzolsulfonsäure, 2-Oxy-3-amino-5-nitrobenzolsulfonsäure, 2-Oxy-3-amino-5-sulfobenzoesäure, 2-Amino-5-sulfobenzoesäure, Anthranilsäure, 1-Amino-2-oxynaphthalin-4-sulfonsäure, 1-Amino-2-oxy-6-nitronaphthalin-4-sulfonsäure, 3,3'-Dichlorbenzidin, o-Dianisidin, 1-(4'-Sulfofenyl)-3-methyl-4-amino-5-pyrazolon. — Für die Herst. des Metallkomplexes werden z. B. Cr, Mn, Fe, Co, Ni u. Cu verwendet, u. zwar in Form von Cr(OH)<sub>3</sub>, Cr-Acetat, Cr-Formiat, CrF<sub>3</sub>, CrCl<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, benzolsulfonsäurem Cr, naphthalindsulfonsäurem Cr, Cr-Chromat. — Diazotierte 1-Amino-2-oxy-4-naphthalinsulfonsäure (II) wird mit 1-Phenyl-3-amino-5-pyrazolon gekuppelt. Der entstehende Farbstoff hat die Formel III. — Aus II u. 1-Phenyl-3-amino-5-pyrazolon entsteht der Azofarbstoff IV. Davon werden 4,1 (Teile) in 25 W. gelöst u. dazu werden 7 einer bas. Chromacetatlg. gegeben, welche 1,1 Cr im Liter Lsg. enthält. Danach wird 1 Stde. unter Rückfluß erhitzt, worauf 15 W. u. 15 einer 5%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zugegeben werden u. 24 Stdn. unter Rückfluß weitergekocht wird. Der abgeschiedene Farbstoff färbt Wolle in tiefrotblauem Bordeauxton mit guter Licht- u. Waschfestigkeit. — Diazotierte 3-Amino-4-oxy-5-nitrobenzolsulfonsäure wird mit 1-Phenyl-3-amino-5-pyrazolon gekuppelt. Der entstandene Farbstoff V wird mit bas. Chromacetatlg. chromiert. Der neue Chromkomplex färbt Wolle mit gelbbraunen Tönen von großer Echtheit. (A. P. 2 437 645 vom 8/12. 1944, ausg. 9/3. 1948.) 808.7053

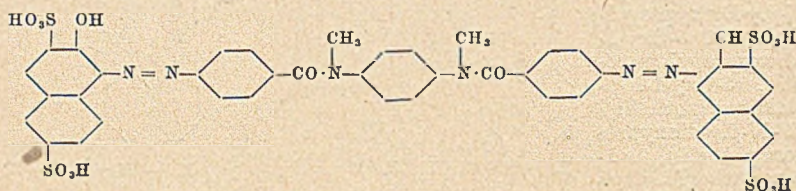
Eastman Kodak Co., übert. von: Charles F. H. Allen, Charles V. Wilson und Gordon F. Frame, Rochester, N. Y., V. St. A., Herstellung von Sulfonyldiazofarbstoffen, bes. eines Farbstoffes von der Formel I u. Abwandlungen davon. Zur Herst. des diazotierten Amins werden folgende Aminoverbb. verwendet: N,N'-Di-(4-aminobenzoyl)-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin (II), ferner N,N'-Di-(3-aminobenzoyl)-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin (III), N,N'-Di-(4-aminobenzoyl)-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin, N,N'-Di-(4-aminophenoxyacetyl)-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin (IV), N,N'-Di-(1-amino-2-naphthoxyacetyl)-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin (V), N,N'-Di-(2-amino-3-naphthoyl)-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin (VI), N,N'-Di-(1-amino-5-naphthalinsulfonyl)-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin (VII), N,N'-Di-[4-(4-aminobenzamido)-benzoyl]-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin (VIII), N,N'-Di-(4-amino-2-sulfofenyl)-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin (IX), N,N'-Di-(4-amino-3-sulfofenyl)-N,N'-dimethyl-p-phenylendiamin. — Als Kupplungskomponenten kommen folgende Verbb. in Betracht: 1-Oxynaphthalin-5-sulfonsäure, 2-Oxynaphthalin-7-sulfonsäure, 2-Oxynaphthalin-6.8-disulfonsäure, 1-Oxynaphthalin-3.6-disulfonsäure, 2-Amino-8-oxy-

naphthalin-6-sulfonsäure, 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure, 1-Amino-8-oxynaphthalin-3.6-disulfonsäure, 1-Acetamino-8-oxynaphthalin-3.6-disulfonsäure, 2-Benzamido-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure, 1-Oxynaphthalin-4-sulfonsäure, 1-Amino-8-oxynaphthalin-2.4-disulfonsäure, 2-Amino-8-oxynaphthalin-3.6-disulfonsäure, 2-Oxynaphthalin-3.6-disulfonsäure,

1.8-Dioxynaphthalin-3.6-disulfonsäure, 1-Oxynaphthalin-3.8-disulfonsäure, N-β-Oxyäthyl-α-naphthylamin, N-β,γ-Dioxypropyl-α-naphthylamin, 5-Oxy-1-N-β,γ-dioxypropylaminonaphthalin, 5-Oxy-1-N-β,γ-dioxypropylaminonaphthalin, 1-Amino-5-naphthol, N-Äthyl-N-β-oxyäthylanilin, N-β,γ-Dioxypropylanilin, N-γ-Oxypropylanilin, N-β-Oxyäthyl-m-toluidin, N,N-Di-β-oxyäthylanilin, N-β-Oxypropyl-2-methoxy-5-methylanilin, N-Methyl-N-β,γ-dioxypropyl-m-chloranilin, N-4.5-Dioxy-n-amyranilin, N-δ-Oxybutyl-m-anisidin, p-Kresol, m-Kresol, 4-Acetamino-2-β,γ-dioxypropylamin-



chinolin, 1- $\beta$ , $\gamma$ -Dioxypropyl-7-acetylaminotetrahydrochinolin u. 1- $\beta$ , $\gamma$ -Dioxypropyl-5-acetylaminotetrahydrochinolin. — 1,24 (Teile) *N,N'*-Di-(3-aminobenzolsulfonyl)-*N,N'*-dimethyl-*p*-phenylendiamin werden in einer heißen Lsg. von 2 HCl (D. 1,19) in 20 W. gelöst u. diazotiert. Zu der Diazoniumlsg. werden 1,5 5-Oxy-1-glycerylaminonaphthalin, in 30 W. u. 1,5 HCl (D. 1,19) gelöst, bei 5° gegeben. Dabei bildet sich ein Farbstoff von der Formel I. — 10 (Teile) *N,N'*-Di-(4-aminobenzoyl)-*N,N'*-dimethyl-*p*-phenylendiamin werden diazotiert u. mit 1-Amino-8-naphthol-2,4-disulfonsäure gekuppelt. Der entstehende Azofarbstoff hat die Formel XI. Er färbt Wolle in blauroten



XII

Tönen. Dieselbe Diazolsg. wie zu XI liefert mit 2-Oxynaphthalin-3,6-disulfonsäure einen Farbstoff von der Formel XII, welcher Wolle rot färbt. 5 (Teile) *N,N'*-Di-(4-aminophenoxyacetyl)-*N,N'*-dimethyl-*p*-phenylendiamin werden diazotiert u. mit 3,1 1-Oxynaphthalin-4-sulfonsäure gekuppelt. Der entstandene Azofarbstoff färbt Wolle in hellroten Tönen aus saurem Bade. (A. P. 2 448 853 vom 29/12. 1945, ausg. 7/9. 1948.) 808.7055

Imperial Chemical Industries Ltd., übert. von: Francis Irving und Alistair Livingston, Blackley, Manchester, England, *Anthrachinonküpfenfarbstoffe* von großer Färbekraft, die Baumwolle (A) in klaren bordeauxroten Tönen färben, erhält man durch Acylieren eines 5-Amino-1,4-diaroylaminoanthrachinons mit einer Anthrachinon-2-carbonsäure, die in 1-Stellung eine Aminogruppe oder einen in eine Aminogruppe überführbaren Substituenten enthält. — Ein Gemisch von 23 (Teilen) 5-Amino-1,4-dibenzoylaminoanthrachinon (Ia), 18 1-Nitroanthrachinon-2-carbonsäurechlorid (I) u. 400 trockenem Nitrobenzol (a) erhitzt man 2—3 Stdn. auf 180°, kühlt, filtriert, wäscht mit Bzl. u. dann mit A. u. trocknet. Das so erhaltene 1,4-Dibenzoylamino-5-(1-nitroanthrachinon-2-carboxylamino)-anthrachinon färbt pflanzliche Fasern aus tief rotbrauner Na-Carbonat-Hydrosulfit-Küpe in kräftigen alkali- u. chlorechten, bordeauxroten Tönen. Bevor das Prod. als Farbstoff verwendet wird, kann die Nitrogruppe dadurch in die Aminogruppe übergeführt werden, daß man eine Suspension der Nitroverb. in a auf 185—190° erhitzt u. 2—3 Stdn. NH<sub>3</sub> in das Gemisch einleitet. Der Farbstoff, der auch unmittelbar aus 1-Aminoanthrachinon-2-carbonsäurechlorid erhalten werden kann, ergibt mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> eine klare grüne Lösung. — Aus 5-Amino-1,4-di-*p*-methansulfonylbenzoylaminoanthrachinon u. I erhält man nach der Red. der Nitrogruppe einen Farbstoff, der sich in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> rotbraun löst u. pflanzliche Fasern aus olivgrüner Küpe in klaren rotviolettten Tönen färbt. — 5-Amino-1,4-di-*p*-toluylaminoanthrachinon u. I ergeben einen in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gelbgrün lösl. Farbstoff, der A in etwas gelbstichigeren Tönen färbt als der aus Ia u. I erhaltliche Farbstoff. (A. P. 2 447 981 vom 9/10. 1946, ausg. 24/8. 1948. E. Prior. 18/10. 1945.) 813.7059

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

K. Thinius, *Die Verarbeitung von hochpolymeren Substanzen, insbesondere Nitrocellulose, bei aktivierten Nichtlösern unter Ausschaltung flüchtiger echter Löser*. Zu den bekannten Gemischen von Ac. u. A. für Cellulosenitrat u. A. u. Bzl. für sek. Celluloseacetat wurden weitere Celluloseester lösende Gemische von für sich allein nicht lösenden flüchtigen Fl. gefunden. So sind für Cellulosenitrat jeder Nitrierstufe Gemische von Chlordihydropyran mit Alkoholen sehr wirksame bin. Löser, während sich Cellulosepropionat in Gemischen von OH-haltigen Fl. mit Toluol oder Tetrachlorkohlenstoff löst u. sek. Celluloseacetat in Mischungen von Alkoholen u. 2-Cyan-3-chlortetrahydropyran. Das erste Auftreten der Lösungsaktivität ist stets mit einer hohen Viscosität verbunden, die optimale Lösefähigkeit durch ein Minimum der absol. u. der relativen Viscosität gekennzeichnet. Die Filmbldg. ist von dem Mischungsverhältnis im allg. abhängig, doch besteht ein sehr breites Gebiet guter Filmbldg. (mit Ausnahme der Systeme mit Äthylchlorid u. Alkoholen). Der Vf. aktivierte weiterhin Nichtlöser durch Weichmacher u. Kunstharze u. kam so zu Lsgg. von Cellulosenitrat ohne eigent-

liche Löser. Auch andere eukoll. Stoffe, darunter auch Polyvinylchlorid, wurden durch aktivierte Nichtlöser gelöst. Als Nichtlöser kommen Alkohole, KW-stoffe u. Chlor-KW-stoffe in Betracht, unter den Weichmachern bes. die mit einem Dipolmoment von  $\mu > \text{etwa } 3 \text{ D}$ , zumal die disubstituierten N-Cyanamide. Die Kunstharze sind dann Aktivatoren, wenn es sich um Formaldehyd-Kondensationsprodd. mit einer CO-Gruppe handelt. Es gelang auch, Nitrocelluloseemulsionen ohne eigentliche Löser herzustellen, die gute Filme ergeben. (Farben, Lacke, Anstrichstoffe 2. 97—102. Juli. 117—22. Aug. 159—63. Okt. 1948. Rodleben.) 340.7124

S. R. Finn und L. R. Rogers, *Eine Methode, um den Verlauf der Phenol-Formaldehyd-Reaktion zu verfolgen*. Man entnimmt der Reaktionsmasse 10—15 ccm, gibt sie in ein mit Thermometer u. Rührer versehenes Reagensglas u. läßt sie unter starkem Rühren abkühlen. Die Temp., bei der die erste Trübung erfolgt, ist der Trübungspunkt (cloud point). Er gestattet den Verlauf der Rk. zu verfolgen. Mit diesem Hilfsmittel wird die Kondensation während des Vakuumwasserentzuges untersucht, ebenso der Einfl. der Temp. der Reaktionsmischung, der  $\text{NH}_3$ -Katalysatormenge, der Kondensation mit anderen Katalysatoren, der Verdünnung der Reaktionsmischung mit W. u. Methanol, der Anfangsstadien der Rk. u. des Phenol-HCHO-Verhältnisses; der jeweilige Verlauf der Trübung wird durch Kurven angegeben. (J. Soc. chem. Ind. 67. 51—57. Febr. 1948.) 134.7178

M. Dérivé, *Die Infrarotbehandlung der Phenolharze*. Vorteile der Verwendung von Infrarotstrahlen bei der Verarbeitung von Phenolharzen wie Polymerisieren von Lackschichten, imprägnierten oder oberflächenbehandelten Geweben u. von Formstücken; ferner für die Trocknung u. Vorheizung pulveriger MM. vor ihrer Verformung u. die Durcherhitzung (Härtung) fertiger Formstücke. (Ind. Plastiques 4. 348—51. Aug. 1948.) 407.7178

A. Ravinet und P. Crez, *Färbung von Formstücken auf Superpolyamidgrundlage*. Superpolyamide können sowohl in der ganzen M. wie auch nach der Formgebung gefärbt werden. Für beide Verff. werden die Arbeitsweise u. die Art der zur Verwendung kommenden Pigmente u. Farbstoffe angeführt. Beide Verff. haben ihre Vor- u. Nachteile, so daß eine Entscheidung, welchem Verf. der Vorzug zu geben ist, nur von Fall zu Fall möglich ist. Bei Färbung in der M. (Formpulver) muß der Farbstoff gegenüber Temp. bis zu ca.  $300^\circ$  unempfindlich sein. (Ind. Plastiques 4. 323—27. Juli 1948.) 407.7184

—, *Fabrikation und Anwendung von Polystyrol in Deutschland*. Es werden Rezepte für die Herst. von Polystyrol L III u. IV nach dem Blockpolymerisationsverf. sowie von Polystyrol EF durch Emulsionspolymerisation, von Polystyrol EN [Mischpolymerisat aus 70% Styrol (I) u. 30% Acrylnitril (II)], von Polystyrol EH (Mischpolymerisat aus 25% Vinylcarbazol, 25% II u. 50% I) u. von Polystyrol B (70% I u. 30% Isobutylacrylat; Lösungspolymerisation) angegeben, weiter die Reinigung der Polymeren, die Bigg. der Polymerisate u. die Verwendung der Polymeren für Spritzgußmassen, Lacke u. a. Gegenstände. (Kautschuk u. Gummi 1. 123—24. Mai 1948.) 134.7186

Ja. M. Slobodin und N. I. Matussewitsch, *Polymerisation — Depolymerisation*. Tieftemp.-Polymerisation von Isobutylen. Polyisobutylen (Mol.-Gew. 100 000) dissoziiert bei  $315^\circ$ , optimal  $325\text{—}340^\circ$ . 5—8% Rückstand, ca. 45,6% Gasförmiges (Isobutylen + 1,2—6% Butan), ca. 47,9% Kondensat, das bei  $25^\circ$  zu sd. beginnt; es enthält Dimere bis Pentamere. Das Trimere beginnt nach Reinigung durch mehrfache Dest. zu kristallisieren; F.  $83\text{—}84^\circ$ . (Журнал Общей Химии 16. (78.) [1946.] Nr. 12. 2077—82. Ref. nach Kautschuk u. Gummi 1. 280—81. Okt. 1948. Leningrad, Kirow-Akad.) 134.7190

Interchemical Corp., übert. von: Frank W. Cray, New York, N. Y., V. St. A., *Schnelltrocknende Druckfarbe für den Zeitungsdruck*. Das Farbpigment wird in einem schwerflüchtigen Lösungsm. dispergiert, das nach dem Drucken in bekannter Weise in einer Heizvorr. verdampft u. verbrannt wird. Als Dispersionsmittel verwendet man ferner ein Phenol-Formaldehyd-Harz, das in KW-stoffen mit Dimethylsulfatwerten über 6 lösl. u. in solchen mit Dimethylsulfatwerten unter 4 unlösl. ist. (Die „Dimethylsulfatwerte“ [D] werden nach GARDNER, Physic. and Chemic. Examination of Paints etc., New York 1939, S. 418) bestimmt. Man verwendet z. B. ein Gemisch aus 20—80% KW-stoffen, von denen 95% zwischen  $220\text{—}250^\circ$  u.  $275\text{—}300^\circ$  sd. u. einen D-Wert über 6 haben, u. 80—20% KW-stoffen, von denen 95% zwischen  $230\text{—}260^\circ$  u.  $320$  bis  $350^\circ$  sd. u. einen D-Wert unter 4 haben. Mit einer solchen Farbe können in 1 Min.

500—800 ft. Papierbahn bedruckt u. getrocknet werden. (A. P. 2 436 791 vom 31/5. 1941, ausg 2/3. 1948.) 805.7105

Timber Engineering Co., übert. von: Eduard Farber, Washington, D. C., V. St. A., *Aufarbeitung der Ligninrückstände von der Holzverzuckerung*. 100 g Rückstände werden mit 20—200 Alkali bei 165—190° erhitzt, bis eine exotherme Rk. einsetzt. Eine Steigerung der Temp. wird durch Kühlung während der exothermen Rk. vermieden. Gegebenenfalls wird nach dem Einsetzen der exothermen Rk. ZnO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oder SnO<sub>2</sub> in einer Menge von 1—10 g auf 100 g Rückstände zugegeben. — Man erhält ein Harzprod., welches als Formprod. oder zur Herst. von Lacken u. Überzugs- u. Imprägniermitteln, sowie als Füllmittel für Papier u. plast. MM. dient. (A. P. 2 453 213 vom 10/5. 1945, ausg. 9/11. 1948.) 808.7171

Monsanto Chemical Co., übert. von: John Thomas Stephan, Reino Alexander Jarvi und Jacob Richard Ash, Seattle, Wash., V. St. A., *Herstellung von Phenolharzleim*. Man kondensiert eine wss. Mischung von 1 Mol Phenol mit 2,25 bis 3,5 Mol HCHO mit 0,15—0,5 Mol NaOH pro Mol Phenol, zweckmäßig unter Zusatz von ca. 12% Methanol; bei erneutem Zusatz von 0,15—0,5 Mol NaOH wird das Prod. fertig kondensiert. — Man erhitzt 4080 (g) Phenol, 9720 37%ig. Formalin mit 10% Methanolgeh. u. 640 50%ig. NaOH in 5 Min. auf Rückflußtemp., hält ca. 47 Min. u. kühlt in ca. 15 Min. auf Raumtemperatur. Die Viscosität des Prod. ist zu hoch, um befriedigend auf Douglastanne ausgestrichen zu werden. Man gibt nun 1280 50%ig. NaOH, 1440 W. u. 775 28%ig. NH<sub>3</sub> zu u. rührt 15 Minuten. Die Viscosität sinkt so weit, daß die M. mit 1930 Holzmehl gemischt gut auf Douglastanne verstrichen werden kann. Die M. kann sprühgetrocknet werden. Sie dient zur Herst. von Holz furnieren. Durch die Anwendung einer begrenzten NaOH-Menge im ersten Teil der Kondensation wird die CANNIZZARO-Rk., die zur Bldg. von Methanol u. Na-Formiat führt, vermieden. Der weitere NaOH-Zusatz führt zur Herabsetzung der Viscosität, Verbesserung der Lagerfähigkeit u. Beschleunigung der Härtung beim Heißpressen. Die M. kann auch vor Zusatz der zweiten NaOH-Menge sprühgetrocknet u. gelagert werden. Methanol u. noch mehr A. erhöhen die Reaktionsfähigkeit der Mischung. Durch NH<sub>3</sub>-Zusatz bis zur Unterdrückung des HCHO-Geruchs wird die Lagerfähigkeit der Mischung verbessert. (A. P. 2 437 981 vom 4/10. 1944, ausg. 16/3. 1948.) 811.7179

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Fred Wayne Hoover, Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung von Kunstharzmischungen aus N-Alkoxyethylpolyamiden und verseiften Mischpolymeren aus Vinylestern und anderen polymerisierbaren organischen Verbindungen* (Vinylhalogenide, Vinylidenhalogenide, Acryl-, Methacrylverb., Isobutylen, Dimethylfumarat, Trichloräthylen, Tetrafluoräthylen). N-Alkoxyethylpolyamid erhält man durch Rk. der Polyamide mit HCHO u. einem Alkohol in Ggw. eines sauren Katalysators. Die Mischpolymeren sollen wenigstens 5 u. weniger als 45% OH-Gruppen enthalten, daneben können Acetal- oder Ketalgruppen vorhanden sein. — 10 (Gew.-Teile) eines ganz verseiften Äthylen-Vinylacetat-(Molverhältnis 3:1)-Mischpolymerisats werden über Nacht in 80 Bzl. u. Methanol (40:40) gequollen, 15 Min. mit 1 N-Methoxyethylpolyhexamethylenadipamid, bei dem 50% des H an den Carbonamidgruppen durch Methoxymethyl ersetzt sind, auf der Kautschukwalze bei 90—100° gewalzt, die M. im Vakuumtrockner ca. 16 Stdn. getrocknet u. in der heißen hydraul. Presse bei 125° u. ca. 500 lbs./sq. in. zu klaren biegsamen Filmen gepreßt. Diese Filme kann man in Ggw. eines sauren Katalysators (z. B. Tauchen in 10%ig. wss. Maleinsäurelsg. bei 25° u. 15 Stdn.) heizen (z. B. 1 Stde. bei 100°), wodurch die Zugfestigkeit, die Biegsamkeit, der Biegsungsmodul, der Erweichungspunkt u. die Kältebrechtemp. verbessert werden. Verwendung der Mischungen zur Herst. von Gegenständen, Filmen, Fasern, Isolierungen, Finish auf Metall, Holz, Gewebe, als Klebmittel. (A. P. 2 448 978 vom 14/12. 1944, ausg. 7/9. 1948.) 811.7181

Eastman Kodak Co., übert. von: Cornelius C. Unruh und William O. Kenyon, Rochester, N. Y., V. St. A., *Mischpolymerisation von Isopropenylacetat mit Maleinsäureanhydrid, Malein- oder Fumarsäureestern*. Man erhitzt 58,8 (g) Maleinsäureanhydrid, 60 Isopropenylacetat u. 0,12 Benzoylperoxyd am Rückfluß. Man erhält ein klares, fast farbloses Harz, das gekühlt u. in Aceton dispergiert u. in Bzl. ausgefällt wird. — 125 des Mischpolymerisats werden mit 1500 cem n-Hexylalkohol auf dem Dampfbad erhitzt, bis eine gleichmäßige viscosc Lsg. entstanden ist, in die man bei 75° eine Mischung aus 200 cem konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. 1000 cem n-Hexylalkohol rührt; man erhitzt weiter 24 Stdn. auf dem Dampfbad, wobei ein Kuchen ausfällt, der in Aceton gelöst u. mit Methanol wieder ausgefällt werden kann; das faserige Prod. wird schließlich mit W. gewaschen. — Das Molverhältnis der Monomeren ist ohne Bedeutung; das Mischpolymere enthält das Ausgangsmaterial im Molverhältnis 1:1 eingebaut. Das

Polymer dient als Überzug, als Verdickungsmittel, als harzartiges Zwischenprodukt. Die sirupartigen Halbpolymeren dienen zum Imprägnieren von porösen Stoffen wie Papier, Textilien, zum Binden von Oberflächen miteinander wie solcher von Glas, Metall, Papier, Pappe, Textilien, zur Herst. von Formkörpern. (A. P. 2 452 165 vom 27/11. 1945, ausg. 26/10. 1948.) 811.7187

\* Pittsburgh Plate Glass Co., *Polymerisierbare Amide*. Polyungesätt. Esteramide kann man dadurch erhalten, daß man ein Na-Deriv. eines ungesätt. Carbonsäureamids, wie Acrylsäureamid, oder eines ungesätt. Carbaminsäureesters, wie Allylcarbamat, mit einem Polychlorformiat einer Poly-OH-Verb., wie  $O(CH_2CH_2OH)_2$ , behandelt. (E. P. 599 488, ausg. 15/3. 1948.) 813.7187

Shell Development Co., San Francisco, übert. von: David E. Adelson, Berkeley, und Hans Dannenberg, Berkeley Highlands, Calif., V. St. A., *Polymerisieren ungesättigter Ätherester* der Formel  $CH_2:CR-CRR \cdot O \cdot D \cdot CO \cdot O \cdot CRR \cdot CR:CH_2$ , worin D einen 2 wertigen KW-stoff-Rest, der Halogen, Alkoxy- oder Aryloxygruppen enthalten kann, u. R gleiche oder untereinander verschied. Substituenten wie H, Halogen, Alkyl, Aryl oder alicycl. Gruppen bedeuten kann. Als solche Verb. sind genannt: *Allylalloxyacetat*,  $\alpha$ -Methylallyl-, Allyl- $\beta$ -methyl-,  $\alpha$ -Chlorallyl- $\beta$ -propyl-,  $\beta$ -Bromallyl- $\beta$ -cycloheptyl-,  $\beta$ -Methylallyl- $\beta$ -methyl-,  $\alpha$ -Phenylallyl-,  $\alpha$ -Methylallyl- $\alpha$ -methyl-,  $\alpha$ -Chlor-methylallyl-,  $\alpha$ , $\beta$ -Dimethylallylalloxyacetat, weniger angewandt werden *Allyl- $\alpha$ -oder- $\beta$ -alloxypropionat*, *Allyl- $\alpha$ -alloxyisobutyrat*,  $\beta$ -Methylallyl- $\alpha$ -alloxypropionat, - $\alpha$ -( $\beta$ -methylalloxy)-propionat,  $\alpha$ -Äthylallyl- $\beta$ -( $\beta$ -chloralloxy)-butyrat,  $\beta$ -Bromallyl- $\delta$ -alloxyvaleriat, *Allyl- $\alpha$ -alloxystearat*, *Allylalloxybenzoat*,  $\beta$ -Methylallylalloxybenzoat,  $\beta$ -Cycloheptylallyl- $\gamma$ -alloxybutyrat,  $\beta$ -Methylallyl-( $\beta$ -methylalloxy)-benzoat, *Allylalloxyheptahydrobenzoat*,  $\alpha$ -Methylallyl- $\alpha$ -alloxypropionat, *Allyl- $\alpha$ -chlor- $\beta$ -alloxypropionat*,  $\beta$ -Methylallyl- $\alpha$ -methoxy- $\gamma$ -alloxybutyrat,  $\alpha$ -Äthylallyl-*o-croxy-p-allylheptahydrobenzoat*, *Allyl-3-phenoxy-5-allylbenzoat*. Die Polymerisation erfolgt in bekannter Weise von dem fl. Monomeren über viscose Fl. (lösl. Polymeres), Gel (schmelzbar, aber unlösl.) zu einem harten Harz (unlösl. u. unschmelzbar). Die viscose Fl. erhält man beim rechtzeitigen Unterbrechen der Polymerisation. Monomeres wird durch Dampfdest. bei red. Druck oder durch Extraktion mit Alkoholen, Äthern oder aliphat. KW-stoffen entfernt. Das lösl. Polymere kann in Ketonen, Estern, aromat. oder Chlor-KW-stoffen oder Mischungen von Lösern u. Nichtlösern gelöst werden. Die Lsgg. dienen zur Herst. von Filmen, zum Imprägnieren, für Klebstoffe, plast. MM. zum Auskleiden von Metallbehältern für Getränke u. Nahrungsmittel, im letzteren Fall auch unter Anwendung eines Alkydgrundanstrichs. Das Polymere wird nach Formgebung durch Erhitzen, zweckmäßig unter Zusatz von Peroxyden oder Sikkativen oder in Luft-O<sub>2</sub> gehärtet. Die Gelform des Polymeren erhält man bevorzugt durch Erhitzen mit einem O<sub>2</sub> enthaltenden Gas. Es wird wie oben von Monomeren befreit, gemahlen, mit Polymerisationskatalysator gemischt u. bei über 100° unter Druck in der Form gehärtet. Diese gehärteten Polymeren sind geruch- u. geschmacklos, gegen saure u. organ. Stoffe sowie verd. Alkalien fest, gegen heißes W. stabil, also für Sterilisiergefäße u. Schutz- u. Zierüberzüge an Autos geeignet. — Man löst 92 (g) frisch geschnittenes Na in 835 Allylalkohol u. tropft in die Lsg. unter Rühren 189 Chloressigsäure in 236 Allylalkohol, erhitzt während des Zusatzes zum Sieden. 500 ccm Allylalkohol werden unter Vakuum abdest., 750 ccm W. zu dem Rückstand gegeben u. der Allylalkohol ganz abdestilliert. Man kühlt den Rückstand u. behandelt mit leicht überschüssiger konz. HCl. Die untere wss. Phase wird mit Diisopropyläther extrahiert, der Extrakt mit der oberen Schicht vereinigt, getrocknet, der Äther entfernt. Durch Dest. erhält man *Alloxyessigsäure* (Kp.<sub>22</sub> 124 bis 126°, D.<sub>4</sub><sup>20</sup> = 1,111, Brechungsindex (ABBÉ) <sup>20</sup>/D = 1,445). Man kocht eine Mischung von Alloxyessigsäure mit Allylalkohol, etwas Phosphorsäure u. Bzl. unter Abdest. von W. u. Bzl., neutralisiert dann mit CaCO<sub>3</sub>, filtriert u. dest. das *Allylalloxyacetat* (Kp.<sub>45</sub> 114–115°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 0,999, Brechungsindex <sup>20</sup>/D = 1,442), das mit 2% Benzoylperoxyd bei 80° nach 5 Tagen ein Gel gibt, das schließlich in einen spröden Stoff mit ca. 40% Monomeren übergeht. — Entsprechend kann man  $\alpha$ -Alloxypropionsäure (Kp.<sub>9</sub> 100,4–102,5°, D.<sub>4</sub><sup>20</sup> = 1,052, Brechungsindex <sup>20</sup>/D = 1,438) u. *Allyl- $\alpha$ -alloxypropionat* (Kp.<sub>24</sub> 96,4–97°, D.<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0,972, Brechungsindex <sup>20</sup>/D = 1,437) herstellen u. polymerisieren. — Aus Methylacrylat, Allylalkohol, etwas Na u. Hydrochinon erhält man *Allyl- $\beta$ -alloxypropionat* (Kp.<sub>4-5</sub> 74,2–75,8°, D.<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0,9875, Brechungsindex <sup>20</sup>/D = 1,4424). (A. P. 2 440 237 vom 1/2. 1944, ausg. 27/4. 1948.) 811.7187

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Carl Walter Mortenson, Wilmington, Del., V. St. A., *Polyvinylalkoholester von Mercapto-carbonsäuren*. Ein Polyvinylalkohol, bes. ein hydrolysiertes Äthylen-Vinylacetat-Interpolymeres (I) wird da-

durch in eine unlösl., bes. gegen Quellen in W. widerstandsfähige Form gebracht, daß man I bei 60—150° in Ggw. eines sauren Katalysators mit einer Mercaptoarbonsäure verestert u. den erhaltenen Ester der Einw. eines oxydierenden Mittels, z. B. Luft, unterwirft. — 5 (Teile) eines durch vollständige Hydrolyse von Polyvinylacetat erhaltenen Polyvinylalkohols erhitzt man mit 1 Mercaptoessigsäure in Ggw. von 25 0,33nHCl als Lösungsm. u. Katalysator 30 Min. bei 90°. Das Reaktionsprod. ist eine klare, homogene, leicht gefärbte Lösung. Gießt man das Reaktionsgemisch in dünner Schicht aus u. läßt das Lösungsm. verdunsten, so erhält man nach der Behandlung mit Luft in sd. W. unlösl. Filme, die Zugfestigkeiten (a) ca. von 5500 lbs./sq. in. bei einer Bruchdehnung (b) von 165% aufweisen. Werden diese Filme 5 Min. in W. getaucht, so zeigen sie a von ca. 800 lbs./sq. in. bei einer b von 65%. Diese Werte sind mit den feuchten a hitzebehandelter, mit Dimethylolharnstoff oder Trimethylolmelamin unlösl. gemachter Filme vergleichbar. Eine weitere Verbesserung kann erzielt werden durch 1 std. Erhitzen getrockneter, unlösl. Filme bei 100° oder durch Behandlung mit Wasserstoffsperoxyd mit oder ohne Wärmebehandlung. Das nichtoxydierte Reaktionsprod. löst sich leicht in 5%ig. NaOH-Lsg., u. die Behandlung solcher alkal. Lsgg. mit J, Luft oder O<sub>2</sub> führt zur Ausfällung wasserunlösl. Produkte. — Eine Suspension von 22 (Teilen) Polyvinylalkohol in 90 Xylol versetzt man mit 6,7 5-Mercaptovaleriansäure, erhitzt unter N bei 150° unter Rühren u. fährt mit dem Erhitzen fort, bis das gesamte während der Veresterung entstandene W. durch Dest. des bin. Wasser-Xylol-Gemisches entfernt ist. Das farblose Reaktionsprod. wird filtriert, mit Bzl. gewaschen u. getrocknet. Dieses Prod. ist in den meisten organ. Lösungsmitteln unlösl., aber lösl. in W., W.-A.-Gemischen u. in alkal. Lösungen. Aus wss. Lsgg. hergestellte Filme werden nach 2—6 std. Behandlung mit Luft in W. u. Alkali unlösl. u. besitzen eine Widerstandsfähigkeit gegen W., die den entsprechenden mit Dimethylolharnstoff unlösl. gemachten Filmen gleichzusetzen ist. Auch durch Eintauchen des Films in 1% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> enthaltenden A. u. ein anschließendes 30 Min. langes Erhitzen bei 100° erhält man einen unlösl. Film, der sogar noch nach 1 Stde. seine Form in sd. W. beibehält u. eine feuchte a von 1250 lbs./sq. in. bei einer b von 50% aufweist. — In ähnlicher Weise kann man 43 einer polymeren Verb., die man durch prakt. vollständige Hydrolyse eines I mit einem Verhältnis von Äthylen zu Vinylacetat von 3:1 erhält, in 150 Xylol suspendiert mit 20 Mercaptoessigsäure verestern, verformen u. oxydieren. (A.P. 2 443 923 vom 23/2. 1944, ausg. 22/6. 1948.)

813.7187

John Osborne, *Acrylic resins in dentistry*. 3rd ed. Springfield, Ill.: C. C. Thomas. 1948. (94 S.) \$4,50.  
—, *British Catalogue of Plastics*. London: George Newnes Ltd., and C. Arthur Pearson Ltd. 1948. (800 S.) 60 s.

## XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

**St. Reiner, Warm- oder kaltvulkanisierte Tauchwaren.** Die Umstellung auf die Warmvulkanisation von Tauchwaren in Dampf oder Heißluft, die dabei auftretenden Schwierigkeiten u. ihre Vermeidung werden besprochen. (Gummi u. Asbest 1. 89. Nov. 1948.)

134.7226

**A. Ss, Kusminski und L. L. Schanin, Untersuchungen auf dem Gebiet der Oxydation der Polydiene.** III. Mitt. *Veränderung der physikalischen Eigenschaften von Natrium-butadien-kautschuk bei der Oxydation mit molekularem Sauerstoff.* (II. vgl. C. 1949. I. 184.) Die Ursachen der Veränderung der physikal. Eigg. des Kautschuks (I) bei der Oxydation liegen in den strukturellen Änderungen wie Brückenbildg. u. Abbau, sowie in der Entstehung polarer Gruppen. Vff. messen die Veränderung einiger physikal. Eigg. in Abhängigkeit von der aufgenommenen O<sub>2</sub>-Menge oder der Oxydationsdauer. Die D. steigt durch Bindung von 17% O<sub>2</sub> auf 1,109. Die Solfraktion von I verliert durch Oxydation ihre Löslichkeit u. verwandelt sich in ein begrenzt quellendes Kolloid. Bei einem Geh. von 4,21% O nimmt I 256% Bzl. auf u. bei dem von 21,3% O nur noch 12%. Durch das Quellen geht die bei der Oxydation entstandene Erhöhung der Festigkeit wieder zurück. Es werden demnach beim Oxydationsprozeß keine Bindungen erster Ordnung, sondern nur solche zweiter gebildet. Die Menge an fl. Oxydationsprod. ändert sich im Reaktionsverlauf. Nach 110 Min. können 16% fl. Prodd. extrahiert werden, nach 12 1/2 Stdn. sind es nur 8,9%. Unter Berücksichtigung des Mol.-Baus beim Na-Butadien-Kautschuk (II) wird angenommen, daß die gasförmigen Oxydationsprod. aus den Methylengruppen der Seitenketten entstehen u. die fl. aus den Hauptketten. Die Bruchfestigkeit steigt nach 4 Stdn. von 4,69 kg/qcm auf 450 kg/qcm bei einer Aufnahme von 21,5% O<sub>2</sub>; die Bruchdehnung geht dabei von 618 auf 23,7% zurück. Bis zu einer Oxydationsdauer von 50 Min. ändern sich die Hysterisisverluste kaum; nach 110 Min. steigen sie auf 790% des ursprünglichen Wertes durch das Zer-



reißen der verhältnismäßig geringen Zahl gebildeter Brücken), nach 240 Min. geht die Elastizität völlig verloren, der Fließprozeß bleibt aus u. die Bruchdehnung nähert sich dem Wert für bleibende Dehnung 20%, die Hysteresisverluste betragen 460%, bezogen auf das O-freie Muster. Während eine Oxydationsdauer von 50 Min. noch eine sehr langsam verlaufende Relaxation ergibt (das Gleichgewicht tritt nach 90 Min. auf), verursachen die stärkeren Oxydationen (110 u. 240 Min.) den Ausgleich nach 15 Min. (bei 110 Min. auf 60% von 165 kg/qcm). Zur Unters. des Einfl. der Dehnung auf die Oxydation ersetzen Vff. II durch Methylstyrol-Butadien-Mischpolymerisat, um die Beobachtungen bei Temp. bis zu 100° durchführen zu können. Die Vers. erfolgen bei 0, 25, 50 u. 100% Dehnung. Die Geschwindigkeit der O<sub>2</sub>-Aufnahme ist bei allen Vers. gleich, nur nimmt das ungedehnte Prod. mehr O<sub>2</sub> auf als das gedehnte. Nach 2 Stdn. Oxydation werden ca. 200 Millimol O<sub>2</sub> pro Mol Prod. (Monomer) beim 50% gedehnten u. 250 Millimol beim ungedehnten aufgenommen. (Коллоидный Журнал [Colloid J.] 10. 212—17. Mai/Juni 1948. Moskau, Lomonossow-Inst. für feinchem. Technol. u. Physikal.-chem. Karpow-Inst.) 188.7236

**Hildegard Paetsch, Untersuchung von Ruß in der Gummi-Industrie.** (Schluß.) (Vgl. C. 1949. I. 446.) Definition u. Best. von Schüttgewicht, Schüttvol. u. Klopfol., Best. des Feuchtigkeitsgeh. im Trockenschrank u. nach der Xylolmeth., qualitative u. quantitative Best. der Benetzbarkeit mit W. bzw. der Hygroskopizität, Best. des Aschegeh., Best. der flüchtigen Bestandteile durch Feststellung des Glühverlustes, Best. des Gritgeh. durch Naßsiebung, Best. des Empyreumageh. entweder durch Extraktion oder Verdampfung im N<sub>2</sub>-Strom, Best. des Säuregeh., des p<sub>H</sub>-Wertes, der Absorptionsfähigkeit nach DAB 6 u. nach dem Verf. der CONTINENTAL, Best. des O<sub>2</sub>-Geh. durch Verbrennung oder durch Rk. mit H, Best. des spezif. Widerstandes u. gummithechnolog. Prüfung. (Kautschuk u. Gummi 1. 277—80. Okt. 1948.) 134.7248

**Shell Development Co., San Francisco, übert. von: William E. Vaughan, Berkeley, und Benjamin Barnetz, San Francisco, Calif., V. St. A., Vulkanisiermittel für Natur- und Kunstkautschuk und andere vulkanisierbare plastische Massen,** bestehend aus einem plast. S, den man erhält, wenn man eine organ. Verb. wie einen KW-stoff mit O<sub>2</sub> (Luft, O abgebende Verb.) u. H<sub>2</sub>S u./oder einem Mercaptan auf mindestens ca. 250° u. höchstens ca. 350° erhitzt. Als organ. Verb. sind genannt: Methan bis Butane, Pentane, Hexane, Heptane, Octane, Äthylen, Butylene, Amylene, Cyclopropan, -butan, -pentan, Methylcyclopentan oder -hexan, Bzl., Naphthalin, Toluol, Xylol, Mesitylen, n-Propylbenzol, Diphenylmethan, Äthylchlorid, Dichloräthan, chlorierte oder bromierte Propane oder Butane, Benzylchlorid, -bromid, entsprechende Aldehyde, Ketone, Äther, Nitrile. Als Mercaptan sind Methyl- oder Äthylmercaptan genannt. Daneben können andere Vulkanisiermittel (S-Chlorid, -Thiocyanat, O<sub>3</sub>, Se, Halogen, Nitrobenzol) angewandt werden. — Man läßt eine Mischung aus Buten-(2), O<sub>2</sub> u. H<sub>2</sub>S im volumetr. Verhältnis 2:2:1 in 13,3 Sek. durch einen Reaktionsraum bei ca. 340° streichen. Man erhält fl. u. feste Produkte. Letzteres ist gelb bis dunkelrot u. die gewünschte plast. S-Masse (I). Man mischt 100 (Teile) Mischpolymerisat (3 Butadien, 1 Styrol), 50 Ruß, 5 raffiniertes Steinkohlenteeröl, 1,5 Mercaptobenzothiazol, 5 ZnO u. 2 I. I mischt sich gut in den Kautschuk ein, blüht nicht aus, gibt eine flache Vulkanisierungskurve u. ist lange Zeit in seinem plast. Zustand haltbar. (A. P. 2 450 771 vom 6/3. 1944, ausg. 5/10. 1948.) 811.7227

**B. F. Goodrich Co., New York, N. Y., übert. von: George H. Taft, Hudson, O., V. St. A., Lackieren von Kautschuk mit Polyvinylchlorid (I) oder Vinylchloridmischpolymerisaten.** Man sättigt das Kautschukvulkanisat mit einem die Kautschukmischung nicht quellenden oder lösenden Plastiziermittel für I (Methyl-, Äthylphthalyläthylglykolat, Propylphthalylpropyl-, Butylphthalylbutyl-, Amylphthalylamyglykolat, Di-β-butoxyäthylphthalat, -sebacat, β-Äthoxyäthylphthalylbutylglykolat, Amylphthalylbutylglykolat), halogeniert u. bringt die Polymerisatschicht auf. — Man vulkanisiert eine Mischung aus 100 (Gew.-Teilen) Kautschuk, 50 Ruß, 3,5 ZnO, 3 Stearinsäure, 3 S, 1,5 Pine tar, 1 Mercapto-2-benzothiazol 45 Min. bei 280° F (138° C), taucht das Vulkanisat 48 Stdn. in Butylphthalylbutylglykolat (I), trocknet, behandelt die Kautschukoberfläche mit Chlor-W. u. streicht folgende Lsg. auf: 5,24 γ-Polyvinylchlorid, 5,8 TiO<sub>2</sub>, 5,46 Pb-Titanat, 3,5 II, 80 Methyläthylketon u. wiederholt nach 24 Std. Trocknen den Aufstrich. Ein solcher Überzug bricht nicht u. wird nicht faltig. (A. P. 2 451 182 vom 27/6. 1941, ausg. 12/10. 1948.) 811.7237

**Hercules Powder Co., übert. von: Joseph N. Borglin, Wilmington, Del., V. St. A., Polymerisieren von Vinylverbindungen u./oder Diolefinen, z. B. von Butadien, Isopren, Chloropren, Styrol, Vinylchlorid, -acetal, Methacrylsäureestern in wss. Emulsion**

mit Alkalimetallsalzen von Oxytetrahydroabietinsäure als Emulgiermittel, eventuell zusammen mit anderen Seifen. Die Zugfestigkeits- u. Dehnungswerte u. Klebzigg, der *kauschukartigen Polymeren* werden verbessert. — Man rührt eine Mischung aus 400 (Gew.-Teilen) einer 2½%ig. wss. Lsg. von Na-Oxytetrahydroabietat, die einen 200%ig. Überschuß an NaOH-Lsg. enthält, 6 K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, 45 Styrol, 136 Butadien u. 1,6 Isoamylalkohol 16 Stdn. bei 50° u. erhält nach Füllung mit konz. Salzlg. eine 65%ig. Polymerisat-ausbeute. (A. P. 2 450 416 vom 17/6. 1944, ausg. 5/10. 1948.) 811.7237

## XV. Gärungsindustrie.

Charles Mariller, *Fortschritte in der Würzbereitung aus stärkehaltigen Rohstoffen*. Gegenüberstellung der 3 Verzuckerungsmethoden von Stärke (Säurehydrolyse, diastat. Abbau mittels Malz u. Verzuckerung mit Pilzdiastase), von denen nur letztere fast theoret. Ausbeuten ergibt u. der üblichen intermittierenden Dämpfung bei Kartoffeln, Korn u. Mais u. des neuartigen kontinuierlichen Dämpfens, das betriebstechn. u. finanziell einen erheblichen Fortschritt bedeutet. Es dauert nur 2—7 Min. bei 183—192°. Auch die Verzuckerung kann nunmehr kontinuierlich in 5 Min. bei 62,8° durchgeführt werden. Kurze Beschreibung der einzelnen Verfahren. (Branntweinwirtschaft 2. 177—78. Juni 1948. Paris, Ecole Nationale des Industries Agricoles.) 163.7504

W. H. Stark, S. L. Adams, P. Kolachov und H. F. Willkie, *Die Herstellung von 2,3-Butylenglykol aus Getreide*. Säurehydrolysierte Mais- oder Weizenmaischnen werden mittels *Acrobacter aerogenes* unter Bewegung u. Belüftung vergoren. Als N-Quelle dienen vorteilhaft Ammoniak oder Harnstoff. Ausbeute soll sich auf 19—20 kg je hl Getreide steigern lassen. (Branntweinwirtschaft 2. 178—79. Juni 1948.) 163.7510

R. Guillemet, F. Duffau und A. Bourdet, *Zur Kontrolle der Gärkraft von Bäckereihefe*. Da Mehlart u. Hefebeschaffenheit ständigem Wechsel unterworfen sind, schlagen Vff. vor, die Unterss. statt auf Mehl auf ein Gemisch von Maltose u. Saccharose zu basieren, wobei immer mit demselben Quantum Hefetrockensubstanz angesetzt wird. Angaben über den wirklichen u. angeblichen proteolyt. Effekt im Brotteig durch die Hefezellen. (Branntweinwirtschaft 2. 179. Juni 1948. Paris, Inst. National de la Recherche Agronomique.) 163.7532

W. H. Stark, P. Kolachov, L. A. Smith, H. C. Blankmeyer und H. F. Willkie, *Neue Entwicklungstendenzen in der Alkoholherzeugung aus Getreidemaischen*. Eingehender Bericht über Fortschritte auf dem Gebiet der Gewinnung u. Anwendung von Pilzamy-lasen zur Verzuckerung von Brennstoffen u. der kontinuierlichen Arbeitsweise des Zerkleinerns, Dämpfens, Verzuckerns, Kühlens des Getreides bzw. der Maische mit kontinuierlicher Vergärung bzw. Verhefung unter starker Belüftung. Nähere Angaben über die submers Züchtung von *Aspergillus niger* als Amylaseträger. Gegenüberstellung dieser Verf. dem altbekannten Amyloverf., gegen das zahlreiche, sich vorteilhaft auswirkende Unterschiede bestehen. (Branntweinwirtschaft 2. 178. Juni 1948.) 163.7536

M. E. Schulz und K. Fackelmeier, unter Mitarbeit von: Brendel, Drevenstädt, Schneider, Kumetat und Wallimont, *Gärungsgetränke aus Pflanzenextrakten und Molke*. Ausführliche Beschreibung neuartiger Getränke auf der Grundlage mit Pflanzenextrakten versetzter gesüßter u. alkohol. vergorener Molke. Bekanntgabe des Herstellungsverf., Untersuchungsergebnisse, Haltbarkeit u. gesetzliche Bestimmungen. (Brauwissenschaft 1948. 43—45. Sept.) 163.7550

Jos. Schlitz Brewing Co., übert. von: Erwin C. Uihlein und James W. Lawrie, Milwaukee, Wis., V. St. A., *Bierkonservierung* durch Bestrahlen mit Licht von 5600 bis 6200 Å. Die Behandlung erfolgt in einem Glasbehälter, dessen eine Wand durch eine Cu-Salz-Lsg. derart gefärbt ist, daß nur die obigen Wellenlängen zum Bier gelangen. (A. P. 2 452 968 vom 11/3. 1946, ausg. 2/11. 1948.) 823.7551

Robert Lawrence Balzer, California's best wines. Los Angeles: Ward Ritchie Press. (163 S.) \$ 4.—.

## XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel.

C. A. Magoon, *Pressen und Lagern von getrockneten Nahrungsmitteln*. Durch das Pressen getrockneter Kartoffeln, Gemüse, Früchte usw. tritt nur sehr selten eine Minderung von Haltbarkeit, Geschmack, Vitamingeh. usw. ein. Von 12 geprüften Prodd. werden D. u. Vol. vor u. nach dem Pressen, Preßdruck, u.-zeit, Temp.-Steigerung u. Kühlverf. angegeben. — Tabelle mit 200 Zahlenangaben. (Food Ind. 20. 114—16. 226. 228. März 1948. Washington, D. C. Agric. Res. Admin.) 121.7634

F. W. Wichser, J. A. Schellenberger und R. O. Pence, *Die Teilchengröße von Mehl*. Die Entfernung der feinsten u. größten Teilchen aus Mehl ist gleichbedeutend mit der Erhöhung des Proteingehaltes. Gleichzeitig nehmen der Aschegeh. u. die Wasseraufnahmefähigkeit zu, wenn die Korngröße bis auf 38  $\mu$  sinkt. Kleinere Partikel bestehen fast aus reiner Stärke, die größten haben glasige Struktur u. nur geringen Proteingehalt. Für die Herst. von Brotteig ist die Fraktion von 46—53  $\mu$  am besten geeignet. (Food Ind. 20. 194. März 1948.) 121.7670

A. Overmann, *Antioxydierende Eigenschaften von Sojamehl*. Sojamehl, das in Mengen bis zu 20% dem Weizenmehl zugesetzt wird, verhindert in dem daraus hergestellten Gebäck die Fettoxydation u. erhält das Gebäck auch bei monatelanger Lagerung in frischem oder gefrorenem Zustande unverändert, wie systemat. Vergleichsverss. ergaben. Auch Gebäck aus reinem Sojamehl hält sich infolge der Ggw. von natürlichen Antioxydationsmitteln im Sojamehl monatelang frisch u. bewahrt dabei den typ. Sojageschmack. (Food Ind. 20. 193—94. März 1948.) 121.7670

Hermann M. Rauen, *Fabrikationskontrolle in der Konservenindustrie*. I. Mitt. *Vitamin-C-Analyse von Tomatenkonzentraten*. Anknüpfend an die Erörterungen im Schrifttum über den Einfl. der Wärme auf die Lebensmittel hinsichtlich ihres Ernährungseffektes gegenüber den nicht mit Hitze behandelten Prodd., wird in Ermanglung andrer analyt. Verff. das Verh. des hochempfindlichen Vitamins C (Titrierung mit 2,6-Dichlorphenolindophenol; keine biolog. Verss.) als Indicator für den Einfl. der Fabrikationsweise herangezogen. An Hand der Tomatenverarbeitung (Frischtomaten  $\rightarrow$  Saft  $\rightarrow$  Konzentrate [Gefrierkonzentrate]  $\rightarrow$  Tomatentrockenpulver) werden die zu dem geringsten Verlust an Vitamin C führenden Fabrikationsbedingungen als „Minimumbedingungen“ bezeichnet, wobei der Gedanke unterstellt wird, daß unter solchen Verhältnissen auch die anderen Bestandteile der Tomate am wenigsten verändert („donaturiert“) werden. Auf Grund zahlreicher Versuchsreihen werden Angaben über die bei den einzelnen Fabrikationsstufen zu beachtenden Maßnahmen gemacht. Es wird gezeigt, daß bei der Lagerung der Tomatenprodd. Vitamin-C-Abnahme u. Veränderung anderer Inhaltsstoffe nicht einander parallel gehen; zur Beurteilung muß deshalb die Gütezahl Vitamin C durch andere Gütezahlen (z. B. Säuregrad, Zuckergeh.) ergänzt werden. Die Versuchsergebnisse werden zu dem Vorschlag zusammengefaßt, alle Verarbeitungsweisen in der Konservenindustrie unter „Minimumbedingungen“ vorzunehmen. (Angew. Chem., Ausg. A 60. 100—08. April 1948. Frankfurt a. Main.) 294.7692

D. W. Riester, G. D. Wiles und J. L. Coates, *Einfluß der Temperaturschwankungen in Lagerhäusern auf die Qualität des Saftes von Citrusfrüchten*. In gesüßten u. ungesüßten konz. Säften von Citrusfrüchten bleibt der Geh. an Ascorbinsäure u. Thiamin jahrelang prakt. unverändert, wenn sie bei Temp. unter 21° gelagert werden. Steigt die Temp. auch nur wenig darüber, so nimmt der Vitamingeh. bald stark ab. Systemat. Unterss. in 12 Lagerhäusern in Florida ergaben, daß diese Temp. in den meisten Fällen trotz guter Ventilation u. Isolierung dauernd überschritten wird. — 10 Diagramme. (Food Ind. 20. 102—05. 224. 226. März 1948. Maywood, Ill., American Can Co.) 121.7706

E. C. Crocker, *Der Geschmack von Fleisch*. Beschreibung einiger Verss. zur Feststellung des Einfl. von verschied. Faktoren wie Kochzeit u. -temp., pH-Wert (Zusätze von Citronensäure u. Bicarbonat) u. anderen Behandlungsarten auf Geschmack u. Geruch verschied. Fleischarten. (Food Ind. 20. 188—89. Okt. 1948.) 121.7750

J. F. Feaster, *Beständigkeit von Vitaminen*. In Schweinefleischkonserven in verlöteten Weißblechdosen mit Vakuumfüllung wurde die Beständigkeit von Thiamin (I), Niacin (II), Riboflavin (III) u. Pantothensäure (IV) bei 275 Min. langem Erhitzen auf 110° oder 193 Min. langem Erhitzen auf 118° geprüft. Von II u. III bleiben unter diesen Bedingungen 90% erhalten, I u. IV nehmen aber mit zunehmender Zeit u. Temp. ab. Der Bakteriengh. wird bei dieser Behandlung stärker vermindert als der Vitamingehalt. Handelsprodd. unbekannter Herst. enthielten nach der beschriebenen Wärmebehandlung nur noch 90% II u. III, 60—75% IV u. 40% I. Der Vitamingeh. ist bes. in den Außenschichten des Inhalts noch geringer, in den Innenschichten steigt er auf 70%. Die anderen Vitamine zeigen diese Verteilung weniger. Lagerung bei 21° verbessert am stärksten die Beständigkeit der Vitamine. (Food Ind. 20. 208. 210. Febr. 1948.) 121.7750

John Wilhelm, *Modernisierung der Fischkonservenindustrie in Peru*. Angaben über moderne Verff. des Fanges u. der Konservierung, bes. von Thunfischen. Die Arbeitsmethoden sind der Knappheit an Frischwasser in den Hafenstädten angepaßt. (Food Ind. 20. 118—20. März 1948.) 121.7752

W. P. Saitzew, *Über das Einfrieren von Fischen in kalter Salzsole*. Krit. Besprechung der Grundlagen der Fischkonservierung durch Gefrierenlassen u. der verschied. gebräuchlichen Arbeitsverfahren. (Рыбное Хозяйство [Fischereiwirtschaft] 24. Nr. 8. 9—14. Aug. 1948.) 146.7752

Paul Riedel, *Bedeutung der Molke für die Ernährung*. Kurzer Hinweis auf die Inhaltsstoffe, bes. den hohen Mineralsalzgeh., u. die ernährungsphysiol. Bedeutung der Molke. (Dtsch. Gesundheitswes. 4. 19—20. 1/1. 1949. Dresden.) 415.7756

I. Kljuschkin, *Methode der Einarbeitung von Feuchtigkeit in Butter*. Vf. beschreibt eine Meth. zum Bestimmen der fehlenden Fl. u. ihre Einarbeitung in fertige Butter. (Молочная Промышленность [Milchindustrie] 9. Nr. 4. 42. April 1948. Archangelsk-Trust, Tschereckowsker Bezirks-Butterind.) 315.7758

P. Awdijenko, *Mehrfache Anwendung einer Salzlake zum Salzen von Käse*. Käse wird nur in gesätt. Lsgg. gesalzen. Die Salzlsgg. werden, wenn der Säuregeh. steigt, durch Zugabe von Kalk oder Kreide entsäuert u. die überstehende Fl. durch Salzzugabe regeneriert. Die Salzlsg. bleibt während eines Jahres gebrauchsfertig bei nur 3maligem Entsäuern. (Молочная Промышленность [Milchindustrie] 9. Nr. 3. 40—41. März. 1948. Poschechono-Wolodarsk, Käsefabrik.) 315.7760

A. C. Dahlberg und F. V. Kosikowski, *Das Aroma von Cheddarkäse*. Nach amerikan. Geschmack wird das Aroma bedeutend verbessert durch Anwendung von *Streptococcus faecalis* als Säurewecker zusammen mit einem der üblichen im Handel befindlichen Säureweckern. *S. faecalis* beschleunigt außerdem die Reifung des Käses: diese ist bei 10° in 4 $\frac{1}{2}$  Monaten u. bei 16° in 2 $\frac{1}{2}$  Monaten beendet, während sie ohne diesen Zusatz 7 bzw. 4 $\frac{1}{2}$  Monate dauert. *S. faecalis* bleibt im Käse viel länger lebensfähig als die übrigen darin vorkommenden Bakterien; 180 Tage nach beendeter Reifung konnte diese Bakterienart noch in Cheddarkäse gefunden werden. (Food Ind. 20. 190. 192. Okt. 1948.) 121.7760

C. W. Schroeder und J. H. Nair, *Wasserbestimmung in Trockennahrungsmitteln. Die Karl-Fischer-Methode*. Bericht über eine sich über mehrere Jahre erstreckende Unters. der Eignung der titrimetr. *Karl-Fischer-Meth.* zur Best. des W. in Nahrungsmitteln mit geringem Geh. an Restfeuchtigkeit (ca. 5%). Die Meth. besitzt eine Reihe von Vorzügen gegenüber den sonst üblichen Verfahren. Es werden sehr bequem Parallel-ergebnisse erhalten, u. die Best. selbst benötigt nur kurze Zeit. Sie liefert bei verschied. *Trockennahrungsmitteln* (entwässerte Zwiebeln, Karotten, Pfeffer, Kohl, Sellerie, Tomaten, Hühnerfleisch, feste Proteinhydrolysate, Nudeln, Getreidestärke, Dextrose, Getreidesirup, Erbsensuppenpulver-Gemische, Bohnen, Sojabohnenprotein) Resultate von großer Genauigkeit. Demgegenüber stehen gewisse Nachteile, vor allem die Notwendigkeit täglicher Titerstellung. — Abbildungen, Tabellen u. Kurven. (Analytic. Chem. 20. 452—55. Mai 1948. Hoboken, N. J., Continental Foods, Inc.) 339.7803

W. N. Podsewalow, *Die Bestimmung des prozentualen Kochsalzgehaltes auf Grund der Dichte der Lösung*. Vf. empfiehlt, den NaCl-Geh. der Salzlaugen der Fischindustrie nach aräometr. Best. statt graph. mit Hilfe der Formel %NaCl = 130 (d—1) durchzuführen. (Рыбное Хозяйство [Fischereiwirtschaft] 24. Nr. 6. 28—29. Juni 1948.) 146.7844

\* Mathieson Alkali Works, Inc., übert. von: Willis S. Hutchinson, *Gleichzeitige Erzeugung von Chlordioxyd und Stickstofftrichlorid*. Ein zum Bleichen von Mehl geeignetes Gasmisch erhält man dadurch, daß man einen HCl enthaltenden Luftstrom durch eine Schicht von fein gepulvertem NH<sub>4</sub>Cl u. KClO<sub>3</sub> (im Verhältnis 1: 6), die in einer inerten Trägermasse verteilt sind, leitet. (E. P. 597 199, ausg. 20/1. 1943.) 813.7671

Herbert Horace Ward, Grange-over-Sands, England, *Behandlung von Weizenmehl*. SO<sub>2</sub>-Gas u. Dampf werden nach Vermischen in strömendes Mehl eingeblasen, wobei Mengen von  $\frac{1}{4}$ —1 oz. SO<sub>2</sub> je 280 lbs. Mehl angewendet werden. Verbesserung der Lagerfähigkeit. (A. P. 2 450 260 vom 6/4. 1943, ausg. 28/9. 1948. E. Prior. 13/5. 1942.) 823.7671

Fernstrom Paper Mills, Inc., Pomona, Calif., V.St.A., übert. von: John R. Mc. Rill, Ontario, Canada, und Robert A. Baum, Claremont, Calif., V.St.A., *Verpackungsmaterial für Citrusfrüchte*. Zur besseren Erhaltung des Aromas der Früchte u. zum Schutz vor dem Angriff von Mikroorganismen, bes. von *Penicillium italicum* u. *Penicillium digitatum*, erhält das zum Einpacken üblicherweise benutzte gewachte Papier einen Zusatz von  $\alpha$ -Terpineol (I). Die zum Präparieren des Papiers verwendete Wachsmischung soll aus 25% Paraffin u. 75% Mineralöl bestehen u. mit 1—3% I (bezogen

auf das Gewicht des trockenen Papiers) gemischt werden. Der Geh. des Papiers an Wachs soll etwa 13—15% des Papiergewichts betragen. (A. P. 2 443 795 vom 19/6. 1945, ausg. 22/6. 1948.) 805.7689

United States of America, Secretary of Agriculture, übert. von: Louis G. MacDowell, Lakeland, Edwin L. Moore und Cedric D. Atkins, Winter Haven, Fla., V. St. A., Herstellung von Citrusfruchtsaftkonzentraten. Frischer Orangensaft wird bei höchstens 80° F (27° C) auf  $\frac{1}{5}$ — $\frac{1}{8}$  seines ursprünglichen Vol. konz. u. dann mit frischem entlüftetem Saft auf  $\frac{1}{3}$ — $\frac{1}{4}$  verdünnt. Anschließend wird in Büchsen abgefüllt, verlötet u. kalt gelagert. Der zugesetzte Frischsaft kann pasteurisiert sein. (A. P. 2 453 109 vom 7/8. 1945, ausg. 9/11. 1948.) 823.7707

Southern Shell Fish Co., Inc., übert. von: James J. Ganucheau, New Orleans, La., V. St. A., Konservierung von Fleisch von Krustentieren. Zur besseren Erhaltung der Farbe u. des Geschmacks des Fleisches von Krabben u. ähnlichen Seetieren in Weißblechdosen wird ein Gemisch aus Kochsalz, Dinatriumphosphat u. einer organ. Säure wie z. B. Citronensäure zugesetzt, u. zwar die einzelnen Komponenten in solchen Mengenverhältnissen, daß der Büchseninhalt einen p<sub>H</sub>-Wert von 4,0—6,05 besitzt. Für gewöhnliche Krabben verwendet man z. B. eine NaCl-Lsg., der Dinatriumphosphat u. Citronensäure im Verhältnis 467,5 cem einer 0,2 mol. Phosphatlsg. u. 532,5 cem einer 0,1 mol. Säurelsg. auf 1 Liter zugegeben worden sind. Dann werden die Dosen geschlossen u. der Inhalt in der üblichen Weise sterilisiert. Für die meisten Fälle wird eine Lsg. benutzt, die in 5 gal. 5%ig. NaCl-Lsg. 11,2 oz. Phosphat u. 7,6 oz. Citronensäure enthält. Der Büchseninhalt muß damit vollständig bedeckt werden. (A. P. 2 448 970 vom 19/3. 1946, ausg. 7/9. 1948.) 805.7753

George T. Harrison, Tilghman, Md., V. St. A., Fischkonservierung. Der geköpft u. ausgenommene Fisch wird in große Stücke zerlegt u. gelangt unmittelbar in kochendes Wasser. Nach kurzer Zeit sind Haut, Schuppen u. Gräten leicht zu entfernen, worauf die Fischstücke unvermittelt in etwa 10° warmes W. kommen, anschließend werden sie weiter zerkleinert, in Dosen abgefüllt u. diese verschlossen. Die Fischmasse besteht ausschließlich aus Fleisch u. ist auch frei von Fischöl. (A. P. 2 453 625 vom 18/5. 1944, ausg. 9/11. 1948.) 823.7753

\* N. V. de Gruyter & Zon und N. V. H. Hartogs Fabrieken, Herstellung von Präparaten für Fischsuppen. Als Ausgangsmaterial werden Krabben oder Garneelen benutzt, aus denen durch HCl zunächst der Kalk entfernt wird. Dann wäscht man sie säurefrei, hydrolysiert das Fleisch u. verarbeitet das Reaktionsprod. zu Paste oder Pulver. (Holl. P. 61 294, ausg. 15/7. 1948.) 805.7753

J. A. McWilliam, The Use of Stainless Steel in the Chemical and Food-Processing Industries. Rainham: Murex Ltd. 1948.

M. E. Schulz, Manuale Lactis. Nürnberg: Hans Carl. 1949. (800 S.)

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

G. S. Fisher, L. Kyame und W. G. Bickford, Neues Antioxydationsmittel für Fette und Öle. Aus der Sulfitablaugung bei der Herst. von Cellulose aus Coniferenholz kann leicht ein als Conidendrin bezeichnetes Polyphenol gewonnen werden. Daraus stellt man mit HBr in Eisessig Norconidendrin her, das in Mengen von 0,05—0,10% als Zusatz zu Baumwollsaatöl oder Schweinefett ein wirksames Antioxydationsmittel darstellt. Seine Toxizität ist noch nicht geprüft. (Food Ind. 20. 199—200. Febr. 1948.) 121.7878

A. E. Williams, Entsäuerung von Glyceriden. Wirtschaftliche und technische Vorzüge der Dampfdestillation. Kurze Schilderung der theoret. Voraussetzungen der Destillationsentsäuerung. Beschreibung der Verff. nach LURIG, WECKER u. HELLER. Die Verff. sind sehr wirtschaftlich u. ergeben Fettsäuren hoher Reinheit. (Chem. Age 59. 245—48. 21/8. 1948.) 279.7886

P. A. Williams, C. H. Boatner, C. M. Hall, R. T. O'Connor und L. E. Castillon, Farbänderungen in Baumwollsaatöl. Baumwollsaat wurde unter verschied. Bedingungen gepreßt u. das Öl bei verschied. Tempp. gelagert. Nach 1, 4 u. 10 Monaten wurde die Farbe spektroskop. gemessen. Als allg. Regel konnte dabei gefunden werden, daß sie um so stärker zunimmt, je höher der Anfangsgeh. an Pigmenten u. je höher die Lager-temp. ist. Ferner erfolgt die Zunahme der Farbintensität bei hydraul. gepreßten Ölen langsamer als bei solchen aus einer Spindelpresse. (Food Ind. 20. 193. März 1948.) 121.7894

**K. P. Petrow**, *Therapeutisch verwertbares Fett aus der Leber des „Meerfuchses“ (Raja clavata)*. Entsprechend dem früher (Рыбное Хозяйство [Fischereiwirtschaft] 23. [1947.] Nr. 6) untersuchten Fett (I) aus der Leber des Rochens „Meerkater“ (Trygon pastinaca) untersuchte Vf. I des Raja clavata, der mit diesem gleichzeitig vorkommt u. gemeinsam gefangen wird. Die 6,5% vom frischen Fischgewicht ausmachende Leber enthält 60,4—66,6% I, das in seinen Eigg., demjenigen des „Meerkaters“ gleicht: D. 0,930, JZ. 176, VZ. 171, Unverseifbares 1,55%. I zeigt einen hohen Geh. an Vitamin A: 417 oder nach Kältekonservierung 801 Einheiten/g. Seine Verwendung, die bisher nur zu techn. Zwecken erfolgte, in der Medizin, bes. in der Augenheilkunde, empfiehlt sich. (Рыбное Хозяйство [Fischereiwirtschaft] 24. Nr. 6. 47—48. Juni 1948. Ukrain. Experimentales Filatow-Inst. für Augenkrankheiten.) 146.7898

**Georgia Leffingwell**, *Synthetische Reinigungsmittel bei der Verarbeitung von Kunstfasern*. Vf. beschäftigt sich eingehend mit den verschiedensten synthet. Reinigungsmitteln u. deren Gruppeneinteilung. Die Eigg. u. Anwendunggebiete dieser Reinigungsmittel werden besprochen. Das Aufgabengebiet der Seife wird behandelt u. die Frage aufgeworfen, ob diese durch die synthet. Reinigungsmittel verdrängt werden kann. (Rayon synthet. Text. 29. Nr. 11. 89—92. Nov. 1948.) 104.7920

**Benjamin Clayton**, Houston, Tex., V. St. A., *Raffinieren von tierischen und pflanzlichen Ölen* durch Zugabe eines Alkalis, um die freien Fettsäuren zu neutralisieren, u. anschließend durch Schleudern. Vorher werden dem Öl Abiotinsäure, Naphthensäure oder wasserlösli. Seifen dieser Säuren zugesetzt, um die gebildeten Seifen in eine weiche u. durch Schleudern leicht abzutrennende Form überzuführen. Dieser Zusatz kann schon vor der Zugabe des Alkalis stattfinden, wobei mit den freien Fettsäuren gleichzeitig die zugesetzten Säuren neutralisiert werden. (A. P. 2 437 075 vom 5/1. 1945, ausg. 2/3. 1948.) 808.7895

**Ata-Ullah K. Ozai-Durrani**, Stuttgart, Ark., V. St. A., *Gewinnung von Öl aus Reiskleie*. Zur Erleichterung der Extraktion des Öls mitsamt den Vitaminen wird die Kleie in eine poröse M. verwandelt, indem man die darin enthaltene Stärke u. das Gluten mit W. aufquillt, in Streifen von 1 mm Dicke u. 7 $\frac{1}{2}$ —10 mm Länge preßt u. bei Temp. unter 60° (zur Schonung des Vitamins) trocknet. Man feuchtet sie dazu mit 15—25% ihres Gewichts an W. an, wobei sich der darin enthaltene Zucker etwas löst u. beim nachfolgenden Pressen als Bindemittel wirkt. Die Trocknung wird in einer N<sub>2</sub>- oder CO<sub>2</sub>-Atmosphäre ausgeführt, ebenso die Extraktion. Man verwendet dazu Lösungsmittel mit Kpp. um 70°, z. B. Hexan, u. führt die Extraktion in bekannter Weise u. in den üblichen App. bei Temp. unter 60° aus. Der Rückstand, der hauptsächlich aus Zucker, Stärke u. Gluten besteht, kann zu Nährmitteln irgendwelcher Art zugesetzt oder verarbeitet werden. (A. P. 2 448 729 vom 11/9. 1943, ausg. 7/9. 1948.) 805.7895

**Armour and Co.**, übert. von: **Bertie S. Harrington**, Chicago, Ill., V. St. A., *Mischen von festen und flüssigen Fettstoffen*. Nach dem Beispiel wird fl. Fett aus der Hydrierzone in heißem Zustand durch einen mit Stücken festen Fetts gefüllten Behälter gedrückt, wobei letzteres schm. u. sich mit ersterem einwandfrei mischt. Das Verf. arbeitet unter Ausschluß der Luft oder im Vakuum, um Oxydationserscheinungen zu verhüten. — Abbildung. (A. P. 2 446 178 vom 18/9. 1942, ausg. 3/8. 1948.) 823.7903

**Universal Oil Products Co.**, Chicago, Ill., übert. von: **Louis Schmerling**, Riverside, Ill., V. St. A., *Polymerisieren von Äthylen* in Ggw. gesätt. KW-stoffe mit wenigstens 3 C (n-Butan, Isopentan, Cyclohexan, Methylcyclohexan, Propan) mit einem Peroxyd-katalysator u. Mg, Zn, Cd oder Hg oder solche bei Polymerisationstemp. abspaltenden Verbindungen. Äthan, Methan, Bzl., Toluol sind für das vorliegende Verf. nicht geeignet; Mo, Ag, Pb, Fe beeinflussen die Polymerisation wenig, Ni bewirkt eine schlechtere Polymerisatursaubere, Cu hemmt die Reaktion. Die Polymerisationstemp. soll wenigstens so hoch sein wie die anfängliche Zersetzungstemp. des Peroxyd-katalysators, z. B. ca. 115° bei tert. Butylperbenzoat (I). Der Polymerisationsdruck beträgt 15—500, vorzugsweise 30—100 at. — Ein Ansatz aus 3 (g) I, 50 Methylcyclohexan, 10 Metall u. 40 Äthylen wird mit 40 at Anfangsdruck bei 115° polymerisiert u. gibt mit Cd u. Hg ein Wachs vom F. 88°, mit Mg ein Wachs vom F. 91°, mit Zn ein Hartwachs vom F. 95°, mit Cu ein halbkristallines Cu-Salz, mit Mo bzw. Ag bzw. Pb eine fettartige M. vom F. 69° bzw. 81° bzw. 71°. (A. P. 2 450 451 vom 31/5. 1946, ausg. 5/10. 1948.) 811.7905

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

**Kurt Hess**, *Die morphologischen Faktoren in Cellulosefasern und ihre Bedeutung für chemische Umsetzungen*. Vf. weist darauf hin, daß erst nach langwierigen Arbeiten

erkannt worden ist, daß neben den mol.-morpholog. Verhältnissen noch ein weiteres Moment für den Reaktionsablauf in natürlichen Cellulosefasern berücksichtigt werden muß, nämlich die durch die natürliche Entw. der Cellulosewand bedingte übermol. Gestaltung, wobei zwischen der nativen Gitterordnung der Cellulose einerseits u. der darüber hinausgehenden systemat. Zellwandstruktur andererseits, an der zu einem wesentlichen Teil auch die cellulosefremden Wandbestandteile beteiligt sind, zu unterscheiden ist. Im Rahmen der Ausführungen werden die übermol. Faktoren bei natürlichen Cellulosefasern besprochen u. ihre Bedeutung für die Reaktionsabläufe erörtert, dann wird auf die Schwingmahlung u. andere Beeinflussungen eingegangen, woraus sich neue Gesichtspunkte für das Wesen des hochpolymeren Zustandes ergeben haben. Im einzelnen wird die Gestaltung u. Ortogenese der Zellwand (Primär- u. Sekundärwand, Aufbau der Schichten aus Fibrillen, Aufbau der Fibrillen aus Grundfibrillen) behandelt u. dann die Wandmorphologie im Zusammenhang mit dem Ablauf chem. Rkk. erörtert. Vf. beschäftigt sich anschließend mit der Beeinflussung der Diffusionswege durch mechan. Vorbehandlung. Beschrieben werden die verwendeten Mahlgeräte u. ihre allgemeinen Wrkgg., ferner die Beeinflussung der Wachstumsstrukturen der Kettenmoll. sowie der Einfl. der Mahlung auf die chem. Reaktionsfähigkeit der Faserstoffe. Auf die prakt. Bedeutung, die sich aus den Unterss., bes. hinsichtlich der Zellstoffkochung u. der chem. Umwandlung der Cellulose ergibt, wird aufmerksam gemacht. In der Schlußbetrachtung wird darauf hingewiesen, daß es in der Cellulosefaser bzgl. des Reaktionsablaufes zwei entgegengesetzte Bauprinzipien gibt, nämlich ein reaktionsförderndes u. ein reaktionsverzögerndes Prinzip. — 19 Abbildungen, 26 Literaturzitate. (Kunstseide u. Zellwolle 27. 37—50. Febr. 1949.) 104.7950

—, *Textile Faserstoffe — ihre Einteilung und Unterscheidung*. Allg. gehaltene Ausführungen über die Einteilung der natürlichen u. künstlichen Faserstoffe sowie kurze Zusammenstellung bekannter Unterscheidungsmethoden. — 14 Abbildungen. (Dtsch. Wirker-Ztg. Nr. 69. Nr. 23/24. 8—12. Dez. 1948; 70. Nr. 1/2. 4—8. Jan. 1949.) 104.7950

—, *Fortschritte hinsichtlich des Trocknens und Erhitzens von Textilien*. Kurze Hinweise über das Trocknen von Textilien mit Infrarotstrahlen u. Hochfrequenz. (Rayon synthet. Text. 29. Nr. 9. 68. Sept. 1948.) 104.7952

A. Klein, *Das Bleichen von Pflanzfasern*. Nach einer kurzen Beschreibung der Gewinnung der Flachs-, Hanf-, Jute- u. Ramiefasern wird auf das Bleichen dieser Fasern eingegangen. Genaue Arbeitsvorschriften werden gegeben. (Ind. textile 65. 345—46. Nov. 1948.) 104.7954

N. P. Nalskaja, *Automatische Regulierung des Schlichtprozesses*. Behandelt wird eine Einrichtung zum automat. Regulieren des Schlichtprozesses, u. als maßgebliche Faktoren werden genannt: Temp.-Konstanz, Flottenmenge, Trockentemp. u. Einhaltung eines bestimmten Feuchtigkeitsgrades der geschlichteten Garne. Die Einrichtung u. die Wirkungsweise der verwendeten App. werden beschrieben u. die prakt. Vorteile bei der Vorarbeitung die mit der App. geschlichteten Garne werden besprochen. (Текстильная Промышленность [Textil-Ind.] 8. Nr. 7. 31—32. Juli 1948.) 385.7958

Klaus Stoeckert, *Die Kunstharzausrüstung*. Besprochen werden die heute hauptsächlich zum Ausrüsten von Textilien verwendeten Harze wie: Harnstoff-CH<sub>2</sub>O-Harze, Dicyandiamid- u. Melamin-CH<sub>2</sub>O-Harze, Phenol-CH<sub>2</sub>O-Harze, Celluloseäther, Acrylharze (Polyacrylate u. Polymethacrylate), Vinylharze (Polyvinylalkohole, -acetat, -acetale usw.), Superpolyamide, Buna u. Polystyrol. Behandelt werden die Ausrüstung der Gewebe sowie die dadurch erzielten Eigg. des ausgerüsteten Textilgutes. (Vgl. C. 1948. II. 143). (Melliand Textilber. 30. 76—77. Febr. 1949. Hannover.) 104.7960

Adolf Hartmann, *Über die Anwendung von Kauril 140 in der Textilveredlung*. Einleitende theoret. Betrachtungen über die Krumpfwrk. (Eingehen) von Geweben aus Cellulosefasern. Erwähnt wird das Quellfestmachen, u. dann wird auf die Kaurilbehandlung näher eingegangen. Kauril 140 (Strukturformel) ist die Tetramethylolverb. des Acetylendiharnstoffs (Glykolorit). Unter dem Einfl. von Kondensationsmitteln wie ZnCl<sub>2</sub>, NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, Glykolsäure oder  $\gamma$ -Chlorbuttersäure findet unter bestimmten Bedingungen eine Rk. der am N gebundenen Methylolgruppen mit Cellulosehydroxyl statt; während W. austritt, bilden sich stickstoffhaltige Äther der Cellulose. Die Ausrüstung mit Kauril 140 wird beschrieben, u. die ausgerüsteten Gewebe werden auf Quellwert, Einsprung, Sorption, Festigkeit sowie auf andere technol. Eigg. untersucht. Die Prüfungsergebnisse werden diskutiert. — 5 Abbildungen. (Melliand Textilber. 30. 70—72. Febr. 1949. Ludwigshafen, Labor. der Colorist. Abtlg. Textil der B. A. S. F.) 104.7960

Fernand Louvier, *Die Technik der Kautschukbeschichtung und die Eigenschaften der gummierten Gewebe*. Es sind im wesentlichen drei Arbeitsgänge zur Gummierung

von Geweben erforderlich — Herst. der Kautschukmischung, Auftragen derselben auf das Gewebe, Vulkanisation —, deren prakt. Durchführung besprochen wird. Hinweise zur Behebung der bei dem Verf. auftretenden Schwierigkeiten u. Fehler werden gegeben. — 3 Abbildungen. (Ind. textile 65. 343—44. Nov. 1948.) 104.7966

**W. N. Nebarow**, *Vorbereitung des Flannels vor dem Rauhen mittels einer Emulsion*. Zur Herst. von Flanelldurchaufrähen empfiehlt Verf., die Gewebe mit einer Emulsion aus mit 25%ig. Ammoniak verseifter Baumwollfettsäure, welcher geschmolzenes Paraffin, Naphthol u. Ätznatron von 38° Bé zugegeben werden, zu behandeln. Die Emulsion wird auf 3,5% Fettgehalt eingestellt u. die Tränkung des Gewebes auf kupfernen geheizten Trommeln durchgeführt. Vorher wird der Stoff 8—10 Stdn. mit verd. Schwefelsäure (3—4 g/l) behandelt, durch Waschen entsäuert, mit kaust. Natronlauge (3—4 g/l) behandelt u. nachträglich in Natronlauge (10 g/l) 8 Stdn. bei 1 atü Druck in stehenden Kesseln gekocht, nochmals gewaschen mit Schwefelsäure abgesäuert bzw. mit Natriumhypochloritlg. gebleicht. Das so getrocknete Gewebe wird dann mit der beschriebenen Emulsion getränkt. (Текстильная Промышленность [Textil-Ind.] 8. Nr. 9. 25—26. Sept. 1948.) 385.7966

**E. L. Phelps, V. White, F. Gilmore und S. Very**, *Leinengewebe aus Samenflachsstroh nach dem Minnesota-Verfahren*. Vf. behandeln eingehend ein an der Univ. Minncsota entwickeltes kontinuierlich arbeitendes mechan.-chem. Verf. zum Aufschluß von Samenflachsstroh. Beschrieben werden ferner das Verspinnen des gewonnenen Flachses zu feinen u. groben Garnen sowie deren Verarbeitung zu Geweben. (Rayon synthet. Text. 29. Nr. 8. 60—61. Aug.; Nr. 9. 90—91. Sept. 1948.) 104.7974

—, *Trocknen von geröstetem Flachs durch Bestrahlung*. Der geröstete Flachs kann entweder an der Luft, im Kalnabrockner oder mit Infrarotstrahlen getrocknet werden. Nach einer kurzen Beschreibung der beiden ersten Trockenverff. wird näher auf das Trocknen des gerösteten Flachses durch Infrarotstrahlung eingegangen. — 3 Abbildungen. (Ind. textile 66. 8—9. Jan. 1949.) 104.7974

**Paul Batault**, *Vergleichende Untersuchungen an Jute und deren Ersatzstoffen*. Es handelt sich um die im äquatorialen Afrika heim. Urena lobata (Urena) u. Triumphetta Cordifolia (Punga). Die Fasern werden einer mkr. Prüfung unterzogen, bes. auch hinsichtlich der Faserlänge (Elementarfasern). Festgestellt wird der Geh. an Cellulose, Lignin u. anderen Begleitstoffen sowie an mineral. Bestandteilen. Das hygroskop. Verh. der Fasern (Sorptions) sowie das Verh. gegenüber Chemikalien werden behandelt, ferner werden die technolog. Eig. der Fasern beschrieben. (Ind. textile 65. 331—33. Nov. 1948.) 104.7980

**Shannon Mooradian und Henry E. Millson**, *Die Bedeutung der p<sub>H</sub>-Werts-Überwachung bei der Verarbeitung der Wolle*. Einleitend wird ein kurzer Überblick über die Theorie des p<sub>H</sub>-Wertes u. dessen Bestimmungsmethoden gegeben. Ausführlich behandelt wird die prakt. Anwendung der p<sub>H</sub>-Werts-Best. in den wollverarbeitenden u. veredelnden Industrien. Es wird eine Reihe von Verss. beschrieben, die sich mit der Verfolgung des p<sub>H</sub>-Wertes während der Neutralisation carbonisierter Wolle in der Flotte u. in der Wollfaser selbst beschäftigen (Tabelle). Besprochen werden auch die Fehler, die in färber. Hinsicht bei der Verwendung schlecht neutralisierter u. mangelhaft ausgewaschener Wolle (ungenügende p<sub>H</sub>-Werts-Überwachung) auftreten können. Weitere Hinweise über mögliche Schädigungen, bes. auch bei der Ausrüstung, finden sich im Original. — 12 Abbildungen. (Rayon Text. Monthly 29. Nr. 8. 83—85. Aug.; Rayon synthet. Text. 29. Nr. 9. 121—24. Sept.; Nr. 10. 92—94. Okt.; Nr. 11. 94—95. Nov. 1948. Cyanamid Corp.) 104.7992

**C. S. Whewell**, *Einige Fehler beim Ausrüsten von Wolltuchen*. Eine Aufzählung der häufigsten Fehler, welche beim Ausrüsten von Wolltuchen auftreten können, ihrer Ursachen u. von Maßnahmen zu ihrer Vermeidung. (J. Soc. Dyers Colourists 65. 9—14. Jan. 1949.) 285.7992

**Walter Brecht**, *Entwicklungen*. Nach einem kurzen Überblick über die vergangene u. heutige Holzlage in Deutschland geht Vf. auf Geräte zum Messen des Schärfdruckes (Holzschliff) ein u. behandelt dann die Entw. von Spezialschliffen sowie das Mischverfahren. Besprochen werden u. a. der Ausschlußanfall an der Papiermaschine u. die initiale Naßfestigkeit des Holzschliffes sowie die Mischungskurve für die initiale Naßfestigkeit von Holzschliffen (Grundlage des Mischverfahrens). — 6 Abbildungen. (Papier 2. 437—42. Dez. 1948. Darmstadt, TH, Inst. für Papierfabrikation.) 104.8030

—, *Größte Rundsiebmaschine der Welt in USA. in Betrieb genommen*. Beschreibung. (Dtsch. Papier-Ztg. 2. 536—37. 2. Sept.-Heft 1948.) 104.8030

**T. M. Barry**, *Die Abhängigkeit der Blattbildung des Sulfitpapiers von der Vorbehandlung des Stoffes*. Vf. weist darauf hin, daß die Blattbildg. u. die mechan. u. physikal.



Eigg. des Papiers von der Vorgeschichte des Stoffes abhängig sind. Die Beeinflussung des Stoffes kann schon während des Kochprozesses oder der Bleiche auf mechan. Wege erfolgen. Weitere Einzelheiten finden sich im Original. Die Ergebnisse werden an Hand eines umfangreichen Zahlenmaterials diskutiert. (Paper Trade J. 127. Nr. 24. 59—60. 9/12. 1948.) 104.8030

**James P. Casey und C. E. Libby**, *Untersuchungen über das Eindringen von Stärke in das Papier beim Überschichten*. Behandelt werden die Gründe für das Eindringen des Bindemittels, z. B. Stärke, beim Überschichten in das Papier, ferner werden die dadurch bedingten Änderungen der physikal. Eigg. des Papiers besprochen. Die Verss. zeigen, daß die Eindringtiefe der Stärke im Bindemittel in das Papier mit zunehmender Papierdicke abnimmt. In ähnlichem Sinne verhält sich eine verstärkte Beschichtung, eine Verringerung des Feuchtigkeitsgeh. des Papiers sowie in gewissem Umfang auch der Al-Gehalt. Es scheint eine direkte Beziehung zwischen Eindringtiefe des Bindemittels u. der Aufnahmefähigkeit der Beschichtung für Tinte zu bestehen. Hinsichtlich des im Beschichtungsmittel befindlichen Wachses liegen die Verhältnisse so, daß dieses um so weniger tief in das Papier eindringt, je dichter dieses u. je größer der Geh. an Harz oder Tonerde im Papier ist. Die Aufnahmefähigkeit der Beschichtung für Tinte verringert sich mit zunehmender D. des Überzuges. — 27 Abbildungen. (Paper Trade J. 127. Nr. 25. 83—90. 16/12.; Nr. 26. 35—40. 23/12. 1948.) 104.8030

**J. M. Kahn**, *Die Verwendung einer besonderen Abflutanlage in Papierfabriken zur Behandlung des Weißwassers*. Zur Verringerung der Verschmutzung des Flußwassers durch die Abflut aus der Papierfabrikation wird die Reinigung des Abwassers durch eine besondere Anlage empfohlen, deren Konstruktion (schemat. Darst.) u. Arbeitsweise beschrieben werden. Das Weißwasser enthält durchschnittlich 3 lbs. Faserstoffe auf 1000 Gallonen. Mit der Anlage „Cyclator“, die mit Alaun u. aktivierter Silica arbeitet, läßt sich der Anfall an suspendierten Feststoffen, der für eine 200-t-Anlage auf 4,2 t pro Tag berechnet wird, um 94% vermindern. Weitere Einzelheiten werden angegeben. (Paper Trade J. 127. Nr. 24. 57—59. 9/12. 1948.) 104.8030

**E. C. Lathrop und R. Naffziger**, *Die Bestimmung der Brauchbarkeit faserhaltiger landwirtschaftlicher Abfälle für die Pappherstellung*. I. Mitt. *Methode und Einrichtung*. Beschrieben werden die apparativen u. maschinellen Einrichtungen u. Prüfmethoden des NORTHERN REGIONAL RESEARCH LABOR. zur Herst. von Pappen aus faserhaltigen Abfallprodd. der Landwirtschaft. Die laboratoriumsmäßig hergestellten Pappen gestatten hinsichtlich der physikal. Eigg. Rückschlüsse auf die der fabrikationsmäßig hergestellten. An Hand von Zahlenmaterial wird die Abhängigkeit der physikal. Eigg. der Pappen vom Feuchtigkeitsgeh. vor dem Trocknen besprochen. Die Dichte u. die Festigkeit nehmen mit abnehmendem Feuchtigkeitsgeh. zu. Auch die Abhängigkeit der Festigkeit der Pappe von der Faserlänge wird erwähnt. (Paper Trade J. 127. Nr. 27. 55—60. 30/12. 1948.) 104.8038

**Geneviève Petitpas und Thérèse Petitpas**, *Über die Rolle des Wassers bei der Absorption von Natronlauge durch Cellulose*. Mit Natronlauge verschiedenster Konz. behandelte Cellulose wird zentrifugiert u. die aufgenommene NaOH-Menge ermittelt. Untersucht wird ferner das Verhältnis von aufgenommenem NaOH u. Wasser. Ersatz des W. durch Methylalkohol führt zu weitgehenden Änderungen der Absorptionskurven. Verglichen werden die in den Absorptionskurven auftretenden Wendepunkte (Treppen) mit der Cellulosestruktur (Röntgendiagramm). Nähere Angaben über die Ausführung der Verss. werden nicht gemacht. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 226. 672—73. 23/2. 1948.) 104.8044

**H. K. Beman**, *Produkte aus Zellstoff und Holzschliff*. Im Zusammenhang mit den chem. Aufschlußverf. der Westlichen Hemlockfichte u. der Fichte der Pazifikküste sind hinsichtlich der Gewinnung der Nebenprodd. wie Lignin u. Alkohol neue Verf. entwickelt worden. Auch die Gewinnungstechnik verschied. Stoffe aus Rinden u. deren Verarbeitung haben Fortschritte gemacht. (Paper Trade J. 126. Nr. 12. 59—62. 18/3. 1948.) 104.8044

**Ju. N. Nepenin**, *Ersparnis an Alkali bei der Sulfatkochung*. Vf. untersucht die wissenschaftlichen Angaben anderer Forscher, nach denen der Verbrauch an Alkali bei der Sulfatkochung von 16,5—30% schwankt u. kommt zu dem Ergebnis, daß man zur größeren Ersparnis an Alkali gelangen kann wenn man bei dem Sulfataufschluß die Holzspäne unter Druck, bzw. Vakuum mit der Kochlauge tränkt, wobei die Tränkung sowohl mit bereits gebrauchter als auch mit Frischlauge erfolgen kann. (Бумажная Промышленность [Papierind.] 23. Nr. 3. 25—32. Mai/Juni 1948.) 385.8044

**Uno Lowgren**, *Holz Zellstoff mit Hilfe des Asplund-Zerfaserers*. Beschrieben wird das ASPLUND-Verf. zur Herst. von Holz Zellstoff nach einem besonderen mechan. Verf.,

das im wesentlichen aus den vier folgenden Arbeitsgängen besteht: Vorbehandlung der Holzschnitzel in einem Vorerhitzer, Dämpfen der Holzschnitzel, Zerfasern, Ausstoßen u. Sammeln des Zellstoffs. Dem mechan. Verf. kann ein halbchem. vorgehen. Einzelheiten hinsichtlich des Kraftverbrauches werden angeführt. — 1 Abbildung. (Paper Trade J. 127. Nr. 12. 41—43. 16/9. 1948.) 104.8044

Walter A. Chipman jr., *Die physiologische Wirkung der Abwässer der Sulfatzellstoffindustrie auf Schalthiere*. Behandelt wird der Einfl. der Abwässer aus der Sulfatzellstoffindustrie auf die Lebensbedingungen der im Seewasser lebenden Schalthiere. Es werden Hinweise bzgl. der Entfernung der schädlichen Stoffe aus der Abluft gegeben. (Paper Trade J. 127. Nr. 12. 47—49. 16/9. 1948.) 104.8044

G. Jayme und U. Schenck, *Eignungsprüfung von Faserstoffen für die Herstellung von Celluloseacetat*. II. Mitt. *Bestimmung der Reaktionsfähigkeit*. (Vgl. Cellulosechemie 22. [1944.] 54.) Beschrieben wird eine Meth. zur quantitativen Ermittlung der Reaktionsfähigkeit von Faserstoffen gegenüber der Acetylierungsrk. neben dem Einfl. der Hemicellulosen. Es handelt sich um den Vgl. der Ergebnisse einer genormten Meth., die aus einer aktivierenden Vorbehandlung mit Eisessig bei 90° u. einer einfachen Vorquellung mit Eisessig bei Zimmertemp. besteht. Die Änderungen der Anfangs- u. Endtrübwerte der prim. Lsgg. sowie die Rückstandshöhe gestatten einen Schluß auf die Eignung eines Stoffes für die Acetylierung. (Angew. Chem., Ausg. A 60. 46—47. Febr. 1948. Darmstadt, TH, Inst. für Cellulosechem.) 104.8046

P. W. Popow, *Über die Rolle einiger tertiärer Amine bei der Acetylierung der Cellulose mit Acetylchlorid*. (Vgl. Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR.] 46. [1945.] 358; Журнал Прикладной Химии [J. appl. Chem.] 19. [1946.] 304.) Um den Mechanismus der Katalysatorwrkg. von Pyridin (I) bei der Acetylierung von Cellulose mit Acetylchlorid aufzuklären, behandelt Vf. Linters von 7% Feuchtigkeit in 121 Mol Bzl. u. 6 Mol Acetylchlorid bei Ggw. von 1 Mol verschied. tert. Amine. Während bei Ggw. von I 42,7% CH<sub>3</sub>COOH gebunden werden, ergab die Ggw. von  $\alpha$ -Picolin (II) 10,3%,  $\beta$ -Picolin (III) 28,5%,  $\gamma$ -Picolin (IV) 8,0%,  $\alpha$ -Athyipyridin (V) 10,9%, Chinolin 0,0%, Chinaldin 2,8% u. salzsaurem I 6,6%. Die mangelhafte Wrkg. von II, IV u. V soll nach Vf. mit den bei diesen Aminen möglichen tautomeren Umlagerungen im Zusammenhang stehen. Bei reineren Präpp. dürfte III noch wirksamer sein, II u. IV dagegen noch weniger wirksam. Auf Grund der Acetylierungsverss. nimmt Vf. an, daß bei der katalyt. Wrkg. von I CH<sub>3</sub>COCl bei Übergang von N<sup>III</sup> in NV gebunden wird, mit anschließender Acetylierung der Cellulose. I kann auch durch Acetamid ersetzt werden, wobei bei Ggw. von 10 Mol 21,1% CH<sub>3</sub>COOH in das Cellulosemol. eintreten. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 18. (80.) 1692—95. Sept. 1948. Odessa, Stalin-Ingénieurinst. der Mülerei- u. Elevatorindustrie.) 146.8046

A. Riedemann, *Das Verhalten der Cellulosekomponenten bei der Herstellung von Alkalicellulose für Viscose*. Untersucht wird der Einfl. des Alkalisierungsverf. u. der Reife der Alkalicellulose auf den Geh. der Cellulose an  $\alpha$ -,  $\beta$ - u.  $\gamma$ -Cellulose. Für die Vorr. wurden zwei Zellstoffe (Domsjöesilk, Kirkesilk) verwendet. Alkaliert wurde mit reiner u. hemicellulosehaltiger Natronlauge, u. zwar einmal in der Flocke im Höländer bei 20 u. 37° 10 Min., zum andernmal in Blattform bei den Temp.-Stufen einer Stunde. Es konnte gezeigt werden, daß je nach den Versuchsbedingungen sich der  $\alpha$ -,  $\beta$ - u.  $\gamma$ -Cellulosegeh. der Alkalicellulose ändert. Auch hinsichtlich des Ausgangsmaterials bestehen Unterschiede. Die Ergebnisse, die in mehreren Tabellen zusammengestellt sind, werden eingehend diskutiert. (Rayon Text. Monthly 29. Nr. 8. 45—46. Aug.; Rayon synthet. Text. 29. Nr. 9. 82—84. Sept. 1948.) 104.8048

Richard Batunek, *Viscosierungshemmungen beim Zellstoff durch die Eigenschaften der Einzelfaser und des Blattes*. Vf. führt Filtrationsschwierigkeiten von Viscose auf Viscosierungshemmungen beim Zellstoff — hervorgerufen durch ungenügenden Aufschluß oder ungenügende Bleiche einzelner Fasern oder ungünstige Blatteigg. — zurück. Zellstoffblätter mit ungünstigen Blatteigg. neigen beim Tauchen zum Schwimmen oder zum Sichverwerfen. Zur Erkennung eventueller Filtrationsschwierigkeiten werden zwei Methoden, der Laugentropfenaufsaugtest u. die Tauch-Stand-Verwerfungsmessung, beschrieben. (Papier 2. 442—45. Dez. 1948.) 104.8048

Heinz Haas, *Vergleich des Quellungs- und Lösungsmechanismus von Buchen- und Fichtenzellstoffen bei der Viscoseherstellung*. Einleitend wird ein kurzer Überblick über bisher bekanntgewordene Arbeiten gegeben u. dann auf die Durchführungsbedingungen der eignen Verss. eingegangen. Der Quellungs- u. Lösungsvorgang wird an Hand von Mikroaufnahmen verfolgt. Die unterschiedliche Filtrierbarkeit der beiden viscosierten Zellstoffe (Buchen- u. Fichtenzellstoff) ist auf die unterschiedliche Reaktionsfähigkeit

— bedingt durch das Verh. der Außenschicht — zurückzuführen. — 12 Abbildungen. (Papier 2. 397—401. Nov. 1948.) 104.8048

—, *Kontinuierliche Herstellung von Kunstseide*. Es wird ein neues Kontinuerverf. zur Herst. von Viscoseseide sowie die hierzu erforderliche Maschine, die von der engl. Firma DOBIAN & BARLOW LTD. BOSTON entwickelt wurde, beschrieben. Das Spinnen, Waschen, Entschwefeln usw. sowie das Zwirnen u. Aufmachen der Fäden in die gewünschte Form erfolgt auf der gleichen Maschine. Der Arbeitsweise der Maschine entsprechend sind an dieser zwei Hauptteile zu unterscheiden: die Naß- u. die Trocken-seite. (Text. Wld. 98. Nr. 1. 142—44. Jan. 1948.) 104.8048

—, *Polymere der Terylene-Gruppe*. — *Neue Entwicklung*. Terylene ist eine in den letzten Jahren in England entwickelte vollsynthet. Faser, die durch Polykondensation von Terephthalsäure mit Äthylenglykol hergestellt wird. An Stelle dieser Dicarbonsäure können auch Naphthalindicarbonsäuren (2,5, 2,6, 2,7) verwendet werden. Die FF. der entsprechenden Polymerisate betragen: 226—230°, 255—260° u. 260—270°. Die Faser wird bei höherer Temp. um 400—600% gestreckt, wodurch die Festigkeit erhöht, die Beständigkeit gegenüber Säuren u. Alkalien verbessert u. die Löslichkeit in organ. Lösungsmitteln vermindert wird. Auch Dicarbonsäuren, deren Bzl.-Kerne durch Brücken (O, S, Methoxy-, Phenoxygruppe oder andere Brückenglieder) miteinander verbunden sind, können verwendet werden. Die Herstellungsverf. einiger Polyester werden beschrieben. (Silk J. Rayon Wld. 25. Nr. 295. 54—55. Dez. 1948.) 104.8052

—, *Einiges über Nylon*. Es wird ein kurzer Überblick über die Nylonfaser, deren Eigg. u. Verwendungsmöglichkeiten in der Textilindustrie gegeben. (Rayon synthet. Text. 29. Nr. 11. 77—78. Nov. 1948.) 104.8052

Y. Mayor, *Neue synthetische Fasern*. An Hand einer schemat. Darst. wird die Herst. der Ausgangsprod. (Polymerisate, Mischpolymerisate) für die synthet. Fasern beschrieben. Behandelt werden die Fasern auf Polyvinylbasis, wie *Vinyon* (Mischpolymerisat aus Vinylchlorid u. -acetat), *Vinyon N* (Mischpolymerisat aus Vinylchlorid u. Acrylonitril), *Orlon* (Polyacrylonitril) u. *Saran* (Mischpolymerisat aus Vinyliden- u. Vinylchlorid). Eingegangen wird ferner auf die Polytenfasern, ein Polymerisat aus Äthylen, sowie auf die Polyester, das *Terylene*. Ausgangsprod. sind: Terephthalsäure u. Äthylenglykol. An Stelle der Terephthalsäure u. des Äthylenglykols können auch andere geeignete reaktionsfähige Dicarbonsäuren u. Glykole verwendet werden. Abschließend werden künstliche Proteinfasern wie *Sarelon* u. *Ardil* besprochen. Auf die Herstellungsverf. u. die Eigg. der Fasern wird ausführlich eingegangen. (Ind. textile 66. 15—18. Jan. 1949.) 104.8052

Andreas Agster, *Textilchemische Untersuchungsmethoden*. Einleitend werden die wichtigsten in der Textilindustrie verwendeten natürlichen u. künstlichen Faserstoffe angeführt u. dann auf deren qualitative Best. näher eingegangen. Angeführt werden nur solche Bestimmungsmethoden, die vom Vf. prakt. durchgeführt wurden u. sich als brauchbar erwiesen haben. Analysengang: Vorproben; Anfärbung mit bestimmten Farbstoffen bzw. Farbstoffgemischen; chem. Prüfmethode; Spezialrkk., mkr. Untersuchung. Einzelheiten über die Durchführung u. Auswertung der Analysen werden beschrieben. — Tabellen. (Textil-Praxis 3. 216—18. Juli. 396—98. Dez. 1948. Reutlingen, Staatl. Technikum für Textilindustrie.) 104.8080

G. L. Royer und C. Maresch, *Die Anwendung des Mikroskops im textilen Bereich*. Inhaltlich ident. mit der C. 1948. II. 143 referierten Arbeit. (Melliand Textilber. 29. 164. Mai 1948.) 104.8080

Charles J. Geyer jr., C. H. Reichardt und George Halsey, *Eine Theorie handelsüblicher Garnprüfung*. Die Theorie von EYRING u. Mitarbeitern läßt sich auch auf Textilien anwenden, u. die von den Vf. auf ihrer Grundlage neu entwickelte Meth. ist sowohl für Garn- wie Faserprüfungen brauchbar. Die Meth. benutzt die üblichen Federkonstanten oder Elastizitätsmoduln ebenso wie die Viscositätskonstante u. die Relaxation. Die einfache Ausführung derselben sichert ihr als Betriebslaboratoriumsprüfung zur Erfassung der elasto-viscosen Eigg. von Textilerzeugnissen gegenüber den bisherigen, sowohl theoret. wie experimentell meist unbefriedigenden Methoden große Vorteile u. eine bevorzugte Anwendung. (Physic. Rev. [2] 73. 1224. 15/5. 1948. Front Royal, Va., American Viscose Corp.) 300.8080

H. Stein, *Dehnungsprüfungen am laufenden Faden*. II. Mitt. (Vgl. C. 1948. I. 863.) Behandelt wird die Best. der Garneigg. mit einer vom Vf. entwickelten elektr. Meßanordnung (STEIN-HAHN-Garnfestigkeitsprüfer) zur FRENZEL-HAHN-Garnprüfmaschine. Es werden zusammenfassende Hinweise über die Durchführung der

Unterss. u. die Auswertung der Kurvenschaubilder gegeben. — Diagramme. (Textil-Praxis 3. 165—68. Juni 1948.) 104.8080

**Helmut Zahn**, *Eine vereinfachte Methode zur Bestimmung der Alkalilöslichkeit der Wolle*. Beschrieben wird eine auf der Alkalilöslichkeit der Wolle beruhende Meth. zur Best. von Schädigungen durch Bleichen, Carbonisieren oder Ätzen. Zur Prüfung wird die Wolle auf dem siedenden Wasserbad 1 Stde. in n/50 NaOH behandelt. Die Konz. der NaOH-Lsg. hängt von der Art der u. zu untersuchenden Keratinfaser ab. Die Alkalilöslichkeit ist jedoch dann nicht der mechan. Schädigung proportional, wenn Wolle mit alkal. Mitteln oder Enzymlysgg. behandelt worden ist. — 2 Diagramme. (Textil-Praxis 4. 70—71. Febr. 1949. Badenweiler, Inst. für Textilchem.) 104.8088

**Hanns Arledter**, *Die technische und wissenschaftliche Betriebskontrolle in der Papierindustrie*. Es wird auf die Bedeutung einer laufenden techn. u. wissenschaftlichen Betriebskontrolle in der Papierindustrie hingewiesen, u. die auf Grund prakt. Erfahrungen gewonnenen Erkenntnisse des Vf. werden besprochen. (Papier 2. 401—05. Nov. 448—51. Dez. 1948.) 104.8097

**Wilhelm Kilpper**, *Über den Krümmungsfaktor verschiedener Papierfaserstoffe*. (Vgl. C. 1948. I. 640; II. 1022.) Es werden die Krümmungsfaktorverteilungsdiagramme verschied. Papierfaserstoffe aufgestellt (11 Diagramme) u. die Faserkrümmungsmessung (Kräuselung) in der Textilindustrie behandelt. Hieran schließt sich eine längere Diskussion einer Arbeit von KLEMM (Wbl. Papierfabrikat. 69. [1938.] 1042). (Papier 2. 228—37. 3/9. 1948.) 104.8097

**Kenneth Bosers**, *Elektrometrischer Glanzprüfer, eine Hilfe bei der Überwachung der Papierherstellung*. Es werden die Druck- u. Feuchtigkeitsbedingungen beim Kalandern von Papier u. deren Auswrgk. auf die Qualität behandelt sowie eine elektrometr. Meth. zur Glanzbest. beschrieben, die eine kontinuierliche Überwachung an der laufenden Papierbahn gestattet. Der App. u. seine Arbeitsweise werden besprochen. (Paper Trade J. 126. Nr. 15. 59—60. 8/4. 1948.) 104.8097

**Helmut Doering**, *Zur Bestimmung der Alphacellulose*. Nach Behandlung des Begriffs  $\alpha$ -Cellulose wird auf die  $\alpha$ -Cellulose u. Zellstoffaseroberfläche, Mercerisation sowie auf die Trennung der  $\alpha$ -Cellulosen von den gelösten Hemicellulosen u. der Natronlauge näher eingegangen. Die Arbeitsvorschrift wird gegeben u. es werden Bemerkungen zur Meth. gemacht. Es wird darauf hingewiesen, daß bei der  $\alpha$ -Cellulose-Best. nicht nur die Konz. u. Temp. der Natronlauge, sondern, da es sich um heterogene Rkk. handelt, auch die Oberflächen der Zellstoffasern eine wichtige Rolle spielen. — Raspeln der Zellstoffe, Nachquellungen der Cellulose nach der Mercerisation durch ungeeignete Auswaschfl. führen zu Vergrößerungen der Faseroberflächen der Grenzfläche mit Natronlauge u. ergeben daher unrichtige Werte. Da es einfacher ist, Nachquellungen zu vermeiden u. so richtige Werte zu erhalten, als durch konventionell vorgeschriebene Bedingungen Fehler gleicher Größe zu erzielen, wird vorgeschlagen, die Einheitsmeth. unter Berücksichtigung der Zellstoffaseroberflächen abzuändern. (Papier 2. 359—64. Okt. 1948. Zentrallabor. der Aschaffenburg. Zellstoffwerke.) 104.8099

**Hans Böhringer**, *Mechanisch-technologische Prüfverfahren an der Faserflocke*. I. Mitt. Behandelt werden die allg. Prüfbedingungen, die Probenahme nach dem Dezimalsyst., die Materialgleichmäßigkeit u. die Meßgenauigkeit. Angeführt wird eine tabellar. Zusammenstellung der D., der Packungsdichte, des Faserfülligkeitsgrades sowie einiger anderer Faktoren zahlreicher künstlicher u. natürlicher Faserstoffe. — 5 Abbildungen. (Textil-Praxis 4. 11—14. Jan. 1949. Schwarza, Textilforschungslabor.) 104.8102

**Hans Böhringer**, *Mechanisch-technologische Prüfverfahren an der Flocke*. II. Mitt. (I. vgl. vorst. Ref.) Behandelt wird die Best. der Nummer bzw. des Titers des Garnes oder Fadens sowie der Ungleichmäßigkeit des Titers. — 11 Abbildungen. (Textil-Praxis 4. 52—55. Febr. 1949. Schwarza, Textilforschungslabor.) 104.8102

**Liga**, *Einführung der „GreX-Numerierung“ in den USA*. Die GREX-Numerierung geht von der DENIER-Numerierung aus, nur daß sie nicht auf einer Länge von 9000 m, sondern auf 10 000 m basiert. Grex wird gx abgekürzt. (Kunstseide u. Zellwolle 27. 5—6. Jan. 1949.) 104.8102

**Hans Driesch**, *Festigkeits- und Dehnungseigenschaften der Glasfäden in Abhängigkeit vom Wässern*. Berichtet wird über die Festigkeits- u. Dehnungseigg. von Glasfäden in Abhängigkeit vom Wässern, unter Verwendung von dest. W. als Nassungsmittel. Einleitend gibt Vf. einen kurzen Überblick über die bei der Durchführung der Vers. angewandten Arbeitsmethoden. Die für die Berechnung der Prüfergebnisse verwendeten Formeln (Nummer, Reißlänge, spezif. Festigkeit, Ungleichmäßigkeit usw.) werden

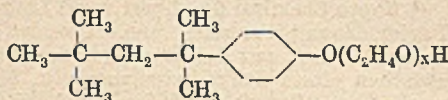
angeführt. — Gebracht wird ein Entwurf einer Prüfvorschrift für die Best. von Festigkeit u. Dehnung an Glasfäden. Die Versuchsergebnisse haben gezeigt, daß Glasfäden beim Wässern im allg. mehr oder weniger große Festigkeitsabnahmen bzw. Dehnungszunahmen erfahren. Die Ursache der Festigkeitsabnahme beim Wässern ist auf das Auslaugen durch das W. zurückzuführen. Die Einw. beginnt sehr schnell u. ist nach etwa 15 Min. beendet. Die Angreifbarkeit ist weiterhin von der Faseroberfläche abhängig. Nach dem Düsenverf. hergestellte Fäden nehmen nur wenig an Festigkeit ab. Alkaliarme Glasfäden zeigen keine Festigkeitsabnahme. Beeinflussende Faktoren sind: Wässerungsdauer, Faserfeinheit, Herstellungsverf. u. Alkaligeh. des Glases. (Melliand Textilber. 29. 375—77. Nov. 412—17. Dez. 1948.) 104.8104

Rayonier Inc., übert. von: Paul Henry Schlosser und Kenneth Russell Gray, Shelton, Wash., V. St. A., *Verbesserung der Emulgier- und Dispergiereigenschaften von Spinnlösungen und Verhinderung der Krustenbildung an den Spindüsen durch*

Zusatz gemischter Äther der Formel  $R-O\left(\begin{matrix} CHCH_2O \\ R_1 \end{matrix}\right)_x H$ , wobei R ein Alkyl-, Acyl- oder

Cycloalkylradikal mit mehr als 2 C-Atomen u.  $R_1$  eine aus H u. Methyl bestehende Gruppe darstellt u.  $x = 5-25$  ist. Nach einem Beispiel werden der Spinnlsg. 0,01—0,2% bezogen auf den Trockengeh. der M.

eines Äthers der nebenst. Formel zugesetzt.  $x = 5-25$ . Aufzählung geeigneter Alkyl-, Cycloalkyl- u. Acylphenole. (A. P. 2 451 558 vom 6/11. 1944, ausg. 19/10. 1948.) 823.7957



American Cyanamid Co., New York, N. Y., übert. von: Norman A. Shepard, Stamford, Conn., V. St. A., *Gelöste Alkarylsulfonatgemische*. 10—20%ig. Lsgg. der als *Netzmittel* Verwendung findenden Alkali- u. Ammoniumsulfonate von Alkarylsulfonsäuren mit 4—15 C-Atomen in den Alkylresten, wie Isopropyl- oder Butylnaphthalinsulfonate u. bes. Kerylbenzolsulfonate, das heißt Alkylbenzolsulfonate mit 10 bis 15 C-Atomen im Alkylrest, erhältlich durch Chlorierung einer Kerosinfraktion, Kondensation mit Bzl. in Ggw. FRIEDEL-CRAFTSScher Katalysatoren u. Sulfonierung mit sulfonierenden Mitteln, stabilisiert man gegen Ausfallen u. Auskristallisieren bei niedrigen Temp. (ca. 7—0°) durch Versetzen der Lsg. mit 0,2—2,5% (bezogen auf das Gewicht der Lsg.) Dicyandiamid. (A. P. 2 445 975 vom 8/5. 1946, ausg. 27/7. 1948.) 813.7961

Carbide and Carbon Chemicals Corp., übert. von: Richard W. Quarles, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Polyvinylbutyralmischung und Überzug daraus auf Gewebe*. Ein partielles Polyvinylbutyralharz (I), vorzugsweise ein durch Verseifen von Polyvinylacetat mit einem Mol.-Gew. von 7000—25 000 u. durch 66%ig. Acetalisieren hergestelltes u. lösl. härtpbares *Phenol-HCHO-Harz* werden mit einem Plastiziermittel (Ricinusöl oder dessen Mischung mit Triäthylenglykoldi-(2-äthylhexoat) [II], Leinöl, Triäthylenglykoldi-n-octoat, -di-2-äthylbutyrat u. a.) gemischt, mit der Mischung wird Gewebe bedeckt u. das Ganze bei nicht über 350° F (177° C) gehärtet. Man erhält einen nicht thermoplast., gegen Feuchtigkeit u. Lösungsm. festen, bei 180° F (82° C) nicht klebrigen, bei 0° F (—18° C) biegsamen u. Plastiziermittel nicht ausscheidenden Überzug. — Auf ein Gewebe kommt ein Grundstrich von 1/2 oz. pro sq.yard aus 15(%) I, 1 schwarzem Farbstoff, 1 Ruß, 15 rohem, kaltgepresstem Ricinusöl, 15 II, 38 A., 15 hydrierter Petroleumnaphtha; hierauf kommt eine 2fache Schicht aus 12,6 I, 12,6 in der Hitze härtendem Phenol-HCHO-Harz in 60%ig. Lsg. in A., 0,6 Öl säure, 0,0126 Kunstwachs (F. 137 bis 139°; Reaktionsprod. aus Stearinsäure u. Äthylendiamin), 2,3 gelbem u. 3,2 schwarzem Fe-Oxyd-Pigment, 1,9 Pb-Titanat, 7,6 CaCO<sub>3</sub>, 10 Ricinusöl, 2,5 II, 21,9 A., 12,5 Butanol, 12,3 hydrierter Petroleumnaphtha von 3 oz. pro sq.yard. Man heizt jeden Strich 2 Min. bei 180° F u. alles endlich mindestens 30 Min. bei 275° F (135° C). (A. P. 2 442 018 vom 23/4. 1943, ausg. 25/5. 1948.) 811.7965

Shell Development Co., San Francisco, übert. von: Thomas E. Reamer, Albany, Calif., V. St. A., *Desinfektionsmittel*. Zum Schutze von Textilien, bes. solchen aus Baumwolle, gegen *Aspergillus*, *Penicillium*, *Cladosporium* u. *Stemphylium* werden sie mit aliphat. oder alicycl. *Chloraminen* imprägniert, die 12—40, vorzugsweise mehr als 20 C-Atome, mindestens 2 Doppelbindungen, mindestens 2 NH<sub>2</sub>-Gruppen u. mindestens 1 Cl-Atom enthalten. Außerdem sollen die NH<sub>2</sub>-Gruppen einen oleophilen KW-stoff-Substituenten mit mindestens 8 C-Atomen enthalten; sie können prim., sek. oder tert. sein; in den Verbb. können außerdem Substituenten wie OH-, CN-, CNS-, NO<sub>2</sub>-, Äther-, Thioäther- oder Mercaptogruppen vorhanden sein. Beispiele für verwendbare Verbb.

sind: Chloraminocetan, Chloraminohexadecan, Diaminochlorceten, Diaminochloreikosen, Di-(*N*-dimethylamino)-chlorooctadecen, Triaminoäthylmethylchlorisopropyldodecen, Diaminochlormethylisobutylmethylceten, Diaminochlorotriakontylen, *N*-Äthylmethylchlorheptylaminopropylcyclohexenylamin, Chloraminotetraisobutyleten usw. Die Verb. haben einen wachs- u. vaselineartigen Charakter u. werden durch Chlorierung bei 105—125° u. Ammonolyse bei 150—175° u. 350—500 lbs./sq. in. Druck in Ggw. von Lösungsm. wie A. gewonnen, sie haben ein Mol.-Gew. von 450—600, die Ausgangsprod. ein solches von etwa 350. Zur Behandlung von Textilien werden die Verb. zu 5—35% in leichtflüchtigen organ. Fl. gelöst oder suspendiert u. die Stoffe damit besprüht oder eingetaucht, so daß sie nach Verdunsten des Lösungsm. mindestens 2—3, vorzugsweise 10% der Verb. enthalten. Hierbei können noch andere Mittel gegen Textilschädlinge zugesetzt werden. (A. P. 2 448 910 vom 27/3. 1944, ausg. 7/9. 1948.) 805.7995

Alfred J. Stamm, Raymond M. Seborg und Mervill Q. Millett, Madison, Wis., V.St.A., Herstellung von Preßholz. Holz mit 6—15% Feuchtigkeitsgeh. wird bei mindestens 330° F (177° C) 3—50 Min. gepreßt, bis  $D. = 1,3—1,4$  ist; hierbei fließt das Lignin zwischen den Fasern u. wirkt als Bindemittel. Man kann noch zusätzlich z. B. bei der Sperrholzerst. Harzleime zum Verbinden der Schichten anwenden, z. B. ein wasserlös. Phenol-HCHO-Kondensationsprodukt. (A. P. 2 453 679 vom 8/12. 1943, ausg. 9/11. 1948.) 811.8011

\* Nopco Chemical Co., übert. von: Laurence R. Sherman, Imprägnierung von Papier. Papier, das mit Wachs imprägniert werden soll, wird zur besseren Fixierung des Wachses auf den Fasern mit der Lsg. oder Suspension eines Amids behandelt, das durch Rk. zwischen einem Polyalkylpolyamin u. einem Fett oder einer Fettsäure hergestellt worden ist. (Can. P. 448 588, ausg. 18/5. 1948.) 805.8037

\* Niagara Alkali Co., übert. von: Ferri Casciani und Gordon K. Sterin, Bleichung von Cellulose. Das Material wird zunächst mit  $Cl_2$ , HClO, Alkali- oder Erdalkalihypochloriten in solcher Konz. behandelt, daß die Fasern nicht angegriffen werden. Darauf folgt eine Behandlung mit  $ClO_2$  u. schließlich eine solche mit  $H_2O_2$  oder einem Alkali- oder Erdalkaliperoxyd. (Can. P. 448 883, ausg. 1/6. 1948.) 805.8045

\* Buffalo Electrochemical Co., Inc., übert. von: Robert L. McEwen, Bleichung von Holzzellulose. Das Material wird zunächst mit der wss. Lsg. einer nichtreduzierenden Mineralsäure behandelt, z. B. mit HCl oder  $H_2SO_4$  bei einem  $pH$ -Werte von weniger als 3, u. dann mit einer alkal.  $H_2O_2$ -Lösung. (Can. P. 448 288, ausg. 4/5. 1948.) 805.8045

\* Camille Dreyfus, übert. von: Wm. John Simpson und Donald Finlayson, Stabilisierung von Celluloseestern. Zum Schutz von dünnen Folien u. Fäden aus Celluloseestern gegen die zerstörende Einw. von UV-Licht setzt man dem Material 1—10% seines Gewichts eines Esters aus einem Dioxybenzol oder Dioxynaphthol u. einer arom. Oxyssäure zu. (Can. P. 449 579, ausg. 29/6. 1948.) 805.8047

Chessie E. Rehberg, Glenside, und Charles H. Fisher, Abington, Pa., V.St.A., Plastiziermittel für Celluloseäther, bestehend aus den Estern von Oxyssäureestern mit mehrbas. Säuren, ihren Anhydriden oder Chloriden, wie Di-(isobutyl-, *n*-butyl-, äthyl-, methyl-, allyl-, methallyl-,  $\beta$ -äthoxyäthyl)-lactat-maleat, Bis-(methyl-,  $\beta$ -äthoxyäthyl-, allyl-, äthyl-, -2-äthylbutyl-, -2-äthylhexyl)-lactat-phthalat, Tris-(äthyl-, butyl-, methyl)-lactat-phosphat, Bis-(2-äthylhexyl)-lactat-maleat, Bis-(2-äthylbutyl)-lactat-maleat, Bis-allyllactat-adipat, -citraconat, -chlormaleat, Bis-(allylglykolat)-phthalat, Bis-( $\beta$ -chlor-äthyl)-lactat-sebacat. (A. P. 2 452 209 vom 12/8. 1944, ausg. 26/10. 1948.) 811.8047

Weyerhaeuser Timber Co., übert. von: Raymond S. Hatch, Longview, Wash., V.St.A., Gewinnung von Kork aus verschiedenen Arten von Baumrinden. Lufttrockene Rindenstücke mit hohem Korkgeh., z. B. solche von der Douglasfichte mit 50% Kork, werden in einer Schwinghammermühle mit 3600 Umdrehungen/Min. zerkleinert. Hierbei werden nur die holzigen Bestandteile zu Pulver zerrieben, während die Korkanteile in Stücken von 7/64—1 in. Durchmesser erhalten bleiben. Das Gemisch wird dann durch ein Drehzylindersieb von 30—50 Maschen getrieben, wobei nur das Holzpulver hindurchgeht u. der Kork in runderlichen Platten von 3—4 mm Durchmesser u. 1—2 mm Dicke zurückbleibt. Das Verf. ist bei Rinden mit einem Korkgeh. bis zu 5% herab anwendbar. (A. P. 2 444 929 vom 7/1. 1946, ausg. 13/7. 1948.) 805.8063

## XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

O. A. Zuchanowa und Je. A. Zuchanowa, Untersuchung der Schlackenaustragung bei Gasgeneratoren in einer Laboratoriumsanlage. An einer Laboratoriumsgeneratoranlage, Syst. KOLLER wurde festgestellt, daß die Drehgeschwindigkeit der Aschenschale u. die Konstruktion der Aschenunterlage nicht die Zerteilungswrkg. u. die Form der

ausgetragenen Schlacke beeinflussen. Diese hängt vor allem von der Schlackenzus. ab. Die Wirksamkeit der Austragevorr. wird weitgehend vom Abstand zwischen Aschenschale u. Unterkante des Generatorschachtes bestimmt. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci., URSS, Cl. Sci. techn.] 1948. 585—92. April.) 295.8148

S. L. Maimin und Ss. Je. Aljajew, *Über die Aussichten der Suche nach Erdöl in einigen Miozänstrukturen der Halbinsel von Kertsch*. Bericht über die jüngsten geolog. Forschungen im Gebiet von Kertsch, unter besonderer Berücksichtigung der Erdölhoffigkeit der einzelnen Miozänhorizonte u. -stufen. (Нефтяное Хозяйство [Petrol.-Wirtsch.] 26. Nr. 7. 42—45. Juli 1948.) 295.8188

Ss. S. Ssaidakowski, *Über die Möglichkeit der Erdölaufindung in den palaeozoischen Ablagerungen im Wolyno-Podolsk-Gebiet*. Die geolog. Betrachtung des Gebietes unter Berücksichtigung der an mehreren Stellen gefundenen Anzeichen für Gas u. Erdöl läßt bes. für die silur. u. devon. Kalko eine eingehende Unters. auf Erdöl erfolgversprechend erscheinen. (Нефтяное Хозяйство [Petrol.-Wirtsch.] 26. Nr. 6. 38—39. Juni 1948.) 295.8188

M. I. Maximow, *Die Löslichkeit von natürlichen Gasen in Erdöl*. Ausgehend von den Unstimmigkeiten über die Löslichkeit von Erdgasen in Erdölen nach der Literatur wird zunächst die Löslichkeit von KW-stoff-Gasen in Erdöl theoret. abgeleitet u. gleichzeitig prakt. nach 2 Methoden gemessen. 1. Differentialmethode. Hierbei werden bei Lsg. Gase zum Löslichkeitsgefäß zugeführt u. bei der Entgasung abgeführt. 2. Kontaktmethode. Hierbei wird die oberhalb des Öles befindliche Gasschicht durch einen Stempel komprimiert bzw. dilatiert. Die zweite Meth. gibt für Lsg. u. Entgasung die gleichen Werte, während nach der 1. Meth. bei der Lsg. niedrigere Werte als nach der 2. Meth., beim Entgasen jedoch höhere Werte als nach der 2. Meth. erhalten werden. Die Lsg. von Gasmischen ist nicht nur von Temp. u. Druck, sondern auch von Gaszus. u. von der Durchführungsweise der Lsg. bzw. Entgasung abhängig. Das HENRYsche Gesetz ist nicht anwendbar, bereits beim CH<sub>4</sub> nicht erfüllt. Höhere KW-stoffe, wie Propan, Butan u. Pentan geben sehr große Abweichungen von diesem Gesetz. Dementsprechend hängt die Zus. von Erdgasen aus ölführender Bohrung weitgehend von der Gewinnungsweise ab. (Нефтяное Хозяйство [Petrol.-Wirtsch.] 26. Nr. 4. 10—16. April 1948.) 295.8188

P. K. Sserobabin, *Kampf mit Hydraten bei Ausbeutung gasführender Bohrungen in den Betrieben des Grosneft*. Um eine Abscheidung von W. oder Eis bei der Entspannung von Erdgasen aus den Bohrlöchern zu vermeiden, wurden sie vor der Entspannung in einem, mit auf 80—90° erhitztem W. gefüllten Kessel indirekt auf etwa 50° erwärmt, so daß bei der nachfolgenden Entspannung von etwa 114 at auf 9 at die Temp. des Gases auf nur etwa 20° fällt. (Нефтяное Хозяйство [Petrol.-Wirtsch.] 26. Nr. 5. 57—58. Mai 1948.) 295.8190

P. Ja. Polubarinowa-Kotschina, *Über die Entwässerung von Erdölbohrungen*. Mathemat. Ableitung von Formeln für die Entwässerung von Erdölbohrungen unter Berücksichtigung folgender Fälle: 1. geregelter Zustrom von einer Fl. zur Bohrung; 2. Zufluß zweier Fl. verschied. Viscosität aber gleicher D.; 3. Zufluß zweier Fl. verschied. Viscosität u. D.; 4. unregelmäßiger Zufluß zweier Fl. zur Bohrung unter Berücksichtigung der Schwerkraft. (Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук [Bull. Acad. Sci., URSS, Cl. Sci. techn.] 1948. 161—70. Febr. Inst. für Mechanik der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 295.8190

G. B. Pychatschew, *Über die Bedeutung des Druckes für die Geschwindigkeit der Erdölentnahme aus Bohrlöchern*. Es werden Formeln abgeleitet für die Abgabe von Erdöl aus ölführenden Schichten sowohl für gasfreie u. gasenthaltende Öle sowie für Öl-Gas-Gemische, die den Einfl. der Druckdifferenz zwischen den Drucken im Öllager u. am Bohrloch wiedergeben. Die Veränderung der Erdölabgabe bei Änderung des einen oder anderen Druckes wird näher untersucht, wobei gefunden wird, daß die Erhöhung des Druckes in der Lagerstätte die Öl-abgabe weit stärker erhöht als eine Erniedrigung des Druckes am Bohrloch. (Нефтяное Хозяйство [Petrol.-Wirtsch.] 26. Nr. 3. 28—32. März 1948. Grosny.) 295.8190

W. S. Gallaway und M. J. Murray, *Isomerisierung bestimmter Olefine durch Silicagel bei Zimmertemperatur*. Reines 2.4.4-Trimethylpenten-1 u. 2.4.4-Trimethylpenten-2 werden in Gw. von Silicagel bis zu einem Mischungsgleichgewicht der beiden Olefine isomerisiert, während 2-Athylhexen-1 fast vollständig, wahrscheinlich auch bis zum Konzentrationsgleichgewicht isomerisiert wird. Olefine vom Typ RR'C = CH<sub>2</sub>, die in therm. gecracktem Spaltbzn. vorkommen, werden ebenfalls isomerisiert, während

bei *Hexen-1* nur sehr geringe Isomerisierung stattfindet. Bei  $-20^{\circ}$  tritt allg. fast keine Isomerisierung ein. Die Identifizierung der entstandenen Olefine wurde durch Prüfung der Absorptionsintensitäten der *Infrarotspektren* in einem GAERTNER-Spektrometer festgestellt. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2584—86. Juli 1948. Riverside, Ill., Univ., Oil Prod. Co.) 241.8200

Francis E. Condon und Maryan P. Matuszak, *Butylierung von Benzol bei der Propylierung in Gegenwart von Isobutan*. Das Verhältnis der Reaktionsfähigkeiten von Benzol und Isobutan. Ein 2 Mol-%ig. Gemisch von Bzl. in Isobutan wurde in Ggw. von HF als Katalysator mit Propylen alkyliert. Die Haupttrk. bestand in der Isopropylierung des Bzl., eine Alkylierung von Isobutan fand nicht statt. Wenn Isobutan in Rk. trat, so entstanden *tert.-Butylbenzol* u. *m- u. p-tert.-Butylisopropylbenzol*. Die Reaktionsfähigkeit des Bzl. ist annähernd 350 mal so groß wie die des Isobutans. Einzelheiten über den Reaktionsmechanismus, Identifizierung der Alkylierungsprodd. u. Zahlentafeln im Original. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2539—42. Juli 1948. Bartlesville, Okla., Phillips Petroleum Co.) 241.8202

G. W. Winogradow, *Synthetische Schmieröle und Schmiermittel*. Als synthet. Schmierstoffe bzw. als Zuss. zu solchen werden Fluor-KW-stoffe, Silicone u. Diester (z. B. Diisobutylsebacinat) besprochen. Die Bigg. dieser Stoffgruppen sind im wesentlichen begründet in den größeren Bildungswärmen der Gruppen C—F (104 kcal),

Si—O (8 kcal), C $\begin{smallmatrix} \diagup \\ \diagdown \end{smallmatrix}$ OC (327 kcal) gegenüber der einfachen C—C-Bindung (6 kcal). Dies kommt bes. in der hohen Temp.-Beständigkeit der F-Verbb. u. der Silicone zum Ausdruck. Perfluor-KW-stoffe sind bis 400—500° beständig. Silicone gehen bei hohen Temp. leicht aus der cycl. in die offene Form u. umgekehrt über. Die Temp.-Beständigkeit wird durch lange C-Ketten beeinträchtigt. Es sind daher Verbb. mit kurzen, bzw. verzweigten C-Ketten vorzuziehen. Die Bindungen C—F u. Si—O sind etwa zu 44—50% als Ionenbindung anzusehen, während bei C—O u. Si—C nur 22 bzw. 12% als Ionenbindung anzusehen sind. Hieraus resultieren verhältnismäßig schwache intermol. Bindungskräfte u. ihre chem. Trägheit erfordert möglichst verwickelte oder verzweigte C-Ketten. In einem gewissen Gegensatz hierzu steht freilich die oben erwähnte therm. Stabilität der synthet. Schmiermittel. Der Vgl. der Kpp. in Abhängigkeit vom Mol.-Gew. zeigt, daß Polysiloxane niedrigerer Kpp. als die KW-stoffe vom gleichen Mol.-Gew. haben. Bei Tetraalkylsilanen liegen die Kpp. noch tiefer. Bei Perfluor-KW-stoffen liegen bei weniger als 4 C-Atomen die Kpp. höher, bei mehr als 4 C-Atomen niedriger als bei dem entsprechenden KW-stoffen. Trotz der teilweisen ionenmäßigen Bindung ist die Hydrolyse von Polysiloxanen u. Perfluor-KW-stoffen sehr gering, auch Diester nehmen nun weniger als 0,1% W. auf, doch werden diese zweckmäßig durch Einbau verzweigter Radikale (in  $\beta$ -Stellung zur Carboxylgruppe) gegen Hydrolyse geschützt. Die großen Valenzwinkel der Gruppen Si—O—Si =  $160 \pm 15^{\circ}$  u. O—Si—O =  $109^{\circ}$  erleichtern die Deformation u. auch die Bldg. großer Atomringe, wodurch im Vgl. zu langen Ketten die Viscosität u. deren Temp.-Koeff. verstärkt werden. Auch Perfluor-KW-stoffe weisen gegenüber den entsprechenden n-KW-stoffen eine stark erhöhte Viscosität u. eine verstärkte Temp.-Abhängigkeit der Viscosität auf. Bei gegebener Struktur u. gegebenem Gesamtraum einer Gruppe von Verbb. bleibt bei verhältnismäßig niedrigem Mol.-Gew. die Viscosität niedrig, auch bei Vertauschen einzelner Gruppen benachbarter Stellungen. Erst bei Vergrößerung des Mol.-Gew. u. der Einführung cycl. Gruppen wird bei Diestern die Viscosität erhöht. Hieraus ergibt sich die Regel, daß zur Erhöhung der Viscosität u. der Viscositätstemperaturabhängigkeit eine „Verdichtung“ des Mol. erforderlich ist. Bei den Diestern erreicht man tiefe Erstarrungstemp. durch hohe Verzweigungen ihrer Moll. bzw. durch die Verwendung von Gemischen isomerer oder auch verschied. Ester. Die starke Verzweigung bringt andererseits auch eine Erniedrigung des Kp. mit sich. Bei den Silicoalkanen haben die mit offenen Ketten infolge größerer Drehbarkeit der Moll. tiefere E.E. als die entsprechenden cycl. Verbindungen. Infolge der verhältnismäßig niedrigen Viscosität ist bei den Silicoalkanen der Bereich zwischen Erstarrungstemp. u. Kp. recht groß u. somit günstig. Demgegenüber haben Perfluor-KW-stoffe infolge ihrer hohen Viscosität durch Verdichtung des Mol. hohe E.E. (*Perfluorcelan 115^{\circ}*). Die Silicoalkan-Schmiermittel kommen vor allem dort zur Anwendung, wo hohe chem. u. therm. Stabilität erforderlich ist. Die Diester können als Schmiermittel zwischen  $-70^{\circ}$  u.  $+50^{\circ}$  dienen, wenn ein gutes Zusammenspiel von niedrigem E. u. niedriger Verdampfungsgeschwindigkeit, bei hoher Viscositäts-Temp.-Charakteristik erforderlich sind. Fluor-KW-stoffe, Fluor-chlor-KW-stoffe u. Silicone sind auch für die Herst. konsistenter Schmierfette verwendbar. (Нефт-яное Хозяйство [Petrol.-Wirtsch.] 26. Nr. 5. 43—49. Mai 1948.) 295.8220



G. I. Feklissow, *Die Anwendung von Omsker Erde zum Regenerieren gebrauchter Öle*. Eine Bleicherde aus dem Gebiet von Omsk mit der Analyse 64,12(%) SiO<sub>2</sub>, 25,62 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 2,5 CaO, 1,53 MgO war nach einer Vorbehandlung bei 600° geeignet zum Regenerieren gebrauchter pflanzlicher u. mineral. Schmieröle (Flugzeugöle, Traktorenöle). (Нефтяное Хозяйство [Petrol.-Wirtsch.] 26. Nr. 5. 49—51. Mai 1948.) 295.8220

M. Ss. Masslennikow, *Eine Methode zur laufenden Kontrolle des Brennstoffverbrauches*. Als Meßgröße dienen der Luftverbrauch bzw. die entwickelte Menge Rauchgas. Es wird eine Formel  $B = \frac{m\sqrt{\Delta h}}{t + 273} \cdot 273 \cdot \frac{CO_2}{1,86 C} a_1 a_2$  abgeleitet, in der B den Brennstoffverbrauch, m den hydraul. Druck des Luftvorwärmers,  $\Delta h$  den Widerstand des Luftvorwärmers, CO<sub>2</sub> die Kohlensäure im Rauchgas u. a<sub>1</sub> u. a<sub>2</sub> 2 Konstanten, die im Mittel zu 1,043 bestimmt wurden, bedeuten. Prakt. gemessen werden nur der Widerstand des Luftvorwärmers, dessen mittlere Temp. u. CO<sub>2</sub>. (За Экономию Топлива [Zur Ökon. d. Brennstoff.] 5. Nr. 4. 19—20. April 1948.) 295.8242

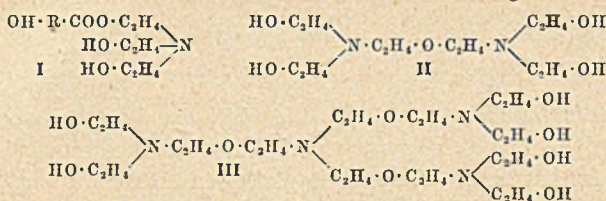
C.-A. Landfermann, *Verfahren zur Bestimmung der Gesamtstrahlung von Kohlen-säure und Wasserdampf in technischen Feuerungen*. Nach rein qualitativer Erörterung der physikal. Gesetzmäßigkeiten der Gasstrahlung wird ein Verf. zur rechner. Best. der Gesamtstrahlung von CO<sub>2</sub> u. von Wasserdampf sowie eines Gemisches aus CO<sub>2</sub> u. Wasserdampf in Gasgemischen aus CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O u. N<sub>2</sub> entwickelt, wobei als Einflußgrößen die mol. Emission, der mol. Absorptionskoeff., der Teildruck u. die Schichtdicke berücksichtigt werden. Die für das genannte Gemisch ermittelten Strahlungswerte können von der Summe der beiden Einzelanteile stark abweichen; die Abweichung hängt ab von den Einflußgrößen. (Stahl u. Eisen 69. 98—99. 3/2. 1949. Karlsruhe, TH.) 112.8242

F. N. Kowalenko, *Über den Gehalt der Trockensubstanz in der Hydromasse*. Die Abhängigkeit der Trockensubstanz der Torfhydromasse S<sub>Hyd</sub> vom Trockenwert der Torfschicht S bzw. vom dem Zersetzungsgrad R des Torfes in der Schicht wird durch folgende Gleichungen wiedergegeben: S<sub>Hyd</sub> = 1,6 + 0,03 S<sup>2</sup> bzw. S<sub>Hyd</sub> = 2,4 + 0,025 R + 0,0002 R<sup>2</sup>. Fehlergrenzen ±0,5%. (Торфяная Промышленность [Torfindustrie] 25. Nr. 5. 13—16. Mai 1948. Giprotorf.) 199.8244

Worth C. Goss, Seattle, Wash., V. St. A., *Holzkohle aus Holzabfällen*. Holzabfälle, Sägemehl, Späne u. dgl. werden in einer geeigneten zylindr. Drehtrommel durch Außenheizung getrocknet u. zerrieben, brikettiert u. dann langsam im Schmelofen auf einem Transportband verkohlt. Heizzüge verbinden den Ofen mit dem Mantelraum der Drehtrommel. Die Zufuhr der Verbrennungsluft zur Gasfeuerung wird zur Temperaturkontrolle geregelt. (A. P. 2 435 825 vom 4/3. 1944, ausg. 10/2. 1948.) 833.8125

Petrolite Corp. Ltd., Wilmington, Del., übert. von: Melvin De Groote, University City, und Arthur F. Wirtel, Glendale, Mo., V. St. A., *Brechen von Petroleumemulsionen vom Wasser-in-Öl-Typ durch Zusatz von Aminoalkoholestern*, welche erhalten werden durch Umsetzung von acylierten tert. Aminoalkoholen mit Diglykolsäure. Für die Acylierung geeignete tert. Aminoalkohole sind z. B. Triäthanolamin, Diäthanoläthylamin, Diäthanolpropylamin, Tripropanolamin, Dipropanolmethylamin, Cyclohexanoldiäthanolamin, Dicyclohexanoläthanolamin, Cyclohexyldiäthanolamin, Dicyclohexyläthanolamin, Dicyclohexanoläthylamin, Benzyläthanolamin, Benzylpropylamin, Tripentanolamin, Trihexanolamin, Hexyldiäthanolamin, Octadecyldiäthanolamin. Die Acylierung geschieht mit Fettsäuren, welche 8—32 C-Atome enthalten, bes. mit ungesätt. Fettsäuren, wie Ölsäure, Ricinolsäure, Linolsäure, Linolensäure. — 1 Mol Ricinolsäure u. 1 Mol Triäthanolamin werden 10—25 Stdn. bei 180—240° verestert. Dabei entsteht ein Prod. der Formel I, worin OH·R·CO der Ricinoleylrest ist. An Stelle der Ricinolsäure kann die Veresterung auch mit Methyl-naphthenat, Methylabietat oder Äthyloleat ausgeführt werden. Ebenso kann an Stelle von Triäthanolamin das Verätherungsprod. desselben mit Äthylenoxyd in verschied. Molmengen benutzt werden. — 1 Mol Ozäthyläthylendiamin wird mit 3 Mol Äthylenoxyd zu dem Tetraoxyprod. kondensiert u. danach verestert. — Zur Veresterung wird an Stelle von Ricinusöl auch Sojaöl, geblasenes Sojaöl, geblasenes Ricinusöl oder geblasenes Teesamenöl verwendet. — Ein Mol des Aminoalkoholesters I wird mit 1 Mol Diglykolsäure bei 180—250° verestert. — Ebenso können an Stelle von 1 Mol Diglykolsäure auch 2 u. 2<sup>1</sup>/<sub>4</sub> Mol verwendet werden. — In einem weiteren Beispiel wird z. B. ein Mol eines Amins der Formel II mit 1 Mol Ricinolsäure oder Ricinusäureäthylester verestert u. der Ester je Mol mit 1, 2, 2<sup>1</sup>/<sub>4</sub> oder 3 Mol Diglykolsäure verestert. — Dasselbe kann auch mit einem Amin III ge-

schohen. Die genannten Entemulgierungsmittel können für sich oder zusammen mit anderen verwendet werden. Es sind z. B. folgende Gemische als Entemulgierungsmittel genannt: 60 (%) des



Diglykolsäureesters von einem der genannten acylierten Alkylolamine (IV), 20 Xylol u. 20 Isopropylalkohol — oder 45 IV, 20 eines arom. Petroleum-KW-stoff-Gemisches, 20 Isobutylalkohol u. 15

Aceton. (A. P. 2 442 075 u. 2 442 077 vom 13/7. 1945, ausg. 25/5. 1948.) 808.8191

Phillips Petroleum Co., Del., übert. von: John D. Upham, Bartlesville, Okla., V. St. A., *Abschrecken von heißen Gasen*. Um die Umwandlung von ungesätt. KW-stoffen durch Spaltung in der Hitze zeitlich zu begrenzen, damit keine unerwünschten Spalt- u. Polymerisationsprod. entstehen, werden die noch sehr reaktionsfähigen Gase bzw. Dämpfe z. B. von konvertierten Mischungen von *Acetylen* u. *Diolefinen* bei der Umwandlungstemp. abgeschreckt, indem sie einem Strom verhältnismäßig kühlen, wärmeabsorbierenden, zerkleinerten Stoffes zugeleitet werden. Wenn das therm. Gleichgewicht zwischen den Gasen u. dem festen Stoff erreicht ist, werden die Gase von dem festen Stoff getrennt. Die von dem festen Stoff aufgenommene Wärme wird in einer zweiten Zone einem kalten Strom von KW-stoffen mitgeteilt, die der Umwandlungszone zugeführt werden, nachdem sie von den festen Stoffen abgetrennt wurden. Der feste Stoff wird erneut im Kreislauf zum Abschrecken von umgewandelten Gasen verwendet. Infolge der guten Wärmeeausnutzung ist der Heizbedarf für die Konvertierung gering. Als wärmeübertragender Stoff wird künstlicher *Graphit* u. bes. *Siliciumcarbid* verwendet. (A. P. 2 443 210 vom 20/12. 1943, ausg. 15/6. 1948.)

833.8197

Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: Thomas P. Simpson und Sylvander C. Eastwood, Woodbury, N. J., V. St. A., *Verfahren und Vorrichtung zum thermischen Cracken von Kohlenwasserstoffen* in der Dampfphase in Ggw. von Wasserdampf in einem kurzen Zeitintervall. Die KW-stoffe werden in fl. Phase mit einer hocherhitzten granulierten feuerfesten M. in einer Reaktionszone in Berührung gebracht u. dabei verdampft u. schnell auf hohe Reaktionstemp. gebracht. Außerdem wird W. mit dem heißen granulierten Material zusammengebracht u. dabei Wasserdampf gebildet, welcher sich mit den KW-stoff-Dämpfen mischt. Die aus der Reaktionszone abziehenden heißen Dämpfe werden in der Kühlzone mit kaltem granuliertem feuerfesten Material zusammengebracht. Ein Teil des auf diese Weise vorgewärmten Materials gelangt dann zur Erhitzungszone u. nach dem Erhitzen in die Reaktionszone. Ebenso werden die vorerhitzten KW-stoffe in die Reaktionszone geleitet. — Zeichnung. (A. P. 2 448 922 vom 23/1. 1946, ausg. 7/9. 1948.)

808.8197

Standard Oil Development Co., Del., übert. von: Robert M. Shepardson, Madison, N. J., V. St. A., *Gewinnung von aromatischen Kohlenwasserstoffen* durch therm. Cracken von Schwernaphtha in dampfförmigem Zustande bei verhältnismäßig geringem Druck bei etwa 1400° F (760° C) u. einer Einwirkungszeit von 0,5—1,0 Sekunden. Dabei werden die paraffin. Anteile der Naphtha in arom. KW-stoffe neben Olefinen u. Diolefinen zerlegt. Die therm. Spaltgemische werden in einer Rektifikationskolonne fraktioniert. Dabei werden die arom. Bestandteile frei von paraffin. Bestandteilen gewonnen. Sie werden mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> behandelt, um die Olefine u. Diolefine zu entfernen, u. durch Dest. werden die arom. KW-stoffe in reiner Form gewonnen. — 2 Blatt Zeichnungen. (A. P. 2 442 060 vom 6/5. 1943, ausg. 25/5. 1948.) 808.8197

Standard Oil Development Co., Del., übert. von: Lloyd D. Wier, East Baton Rouge, La., V. St. A., *Katalytische Umwandlung von Kohlenwasserstoffen* in einer katalyt. Anlage, welche aus einer Reaktionszone u. einer Regenerierzone besteht, wo die KW-stoffe in der Reaktionszone mit dem fein verteilten Katalysator zusammengebracht werden u. danach der größte Teil der trocknen katalyt. Teilchen aus dem abgetrennten dampfförmigen Reaktionsprod. auf trockenem Wege abgeschieden u. nach der Regenerierzone geleitet wird. Das dampfförmige Reaktionsprod., welches noch den restlichen Teil des Katalysators enthält, besteht aus niedrig u. hoch sd. KW-stoffen. Letztere werden durch Kondensation zunächst abgetrennt, u. die Katalysatorpartikelchen werden in einem Scrubber entfernt. Dabei bildet sich ein Schlamm, von welchem ein Teil gekühlt u. in den Scrubber zurückgeleitet wird. In dem anderen ungekühlten Teil des Schlammes werden die Katalysatorpartikelchen durch Absitzenlassen von den hochsd.

KW-stoffen abgeschieden, wobei ein konz. Katalysatorschlamm erhalten wird, welcher in die katalyt. Anlage zur Wiederverwendung zurückgeführt wird. — 2 Blatt Zeichnungen. (A. P. 2 447 149 vom 21/3. 1944, ausg. 17/8. 1948.) 808.8197

Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: Thomas P. Simpson, Woodbury, Russell Lee und Frederick E. Ray, Mantua, N. J., V. St. A., *Verfahren und Vorrichtung zur Umwandlung von Kohlenwasserstoffen* in Ggw. von festen Kontaktmassen, welche sich in einem Reaktionsturm befinden u. einen bestimmten Teil derselben als kompakte M. im Gegenstrom zu den Reaktionseteilnehmern nach unten durchwandern. Am Boden der Kolonne wird das Umsetzungsgemisch von der Kontaktmasse getrennt. Das Verf. u. die Vorr. dienen bes. zum Cracken u. Reformieren von KW-stoffen, ferner zum Alkylieren, Entalkylieren, Hydrieren, Dehydrieren, Isomerisieren u. Polymerisieren sowie zum Oxydieren. — 2 Blatt Zeichnungen. (A. P. 2 439 348 vom 21/9. 1943, ausg. 6/4. 1948.) 808.8197

Sinclair Refining Co., New York, N. Y., übert. von: Kenneth Merle Watson, Madison, Wis., V. St. A., *Pyrolytische Umwandlung von Kohlenwasserstoffen* in der Dampfphase in Ggw. eines festen Katalysators in ununterbrochener Arbeitsweise. Dabei wird der mit Kohlenstoff beladene Katalysator mit Unterbrechung in einer länglichen vertikalen Regenerierkammer unter Zuleiten von Luft regeneriert, nachdem der Katalysator von den KW-stoff-Dämpfen befreit worden ist. Zuvor wird der Katalysator in dem unteren Teil der Reaktionskammer unter Zuleitung von Luft vorregeneriert u. dann erst in die eigentliche Regenerierkammer geleitet. — Zeichnung. (A. P. 2 448 334 vom 27/6. 1947, ausg. 31/8. 1948.) 808.8197

Houdry Process Corp., Wilmington, übert. von: George Alexander Mills, Ridley Park, Pa., V. St. A., *Katalytisches Crackverfahren für flüssige Kohlenwasserstoffe* zwecks Gewinnung von Gasolin mit einer hohen Octanzahl unter Verwendung einer akt. Kontaktmasse aus  $\text{SiO}_2$ , welches 5—30%  $\text{U}_3\text{O}_8$  enthält. — Das Oxydgemisch wird hergestellt aus einer Silicatlg. u. einer Lsg. von 1 (Gew.-Teil)  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  u. 17  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . Das Gemisch der Lsgg. hat einen pH-Wert von 10,0. Das gebildete Gel wird filtriert u. bei 200—210° F (93—99° C) getrocknet. Nach dem Waschen mit W. wird der Nd. mit einer Lsg. von  $\text{NH}_4\text{Cl}$  u.  $\text{NH}_3$  behandelt, mit W. gewaschen u. bei 200—210° F getrocknet. Das getrocknete Gel wird 3 Stdn. in der Kugelmühle gemahlen, mit W. angeteigt u. zu Kügelchen geformt. Das Endprod. enthält 90%  $\text{SiO}_2$  u. 10%  $\text{U}_3\text{O}_8$ . Mit diesem Katalysator, der bei 1400° F (760° C) mit Luft u. Wasserdampf etwa 5 Stdn. lang behandelt wurde, wird Gasöl ge crackt. (A. P. 2 453 152 vom 19/10. 1944, ausg. 9/11. 1948.) 808.8197

Filtrol Corp., übert. von: Thomas Dixon Oulton, Los Angeles, Calif., V. St. A., *Herstellung von aktivierten Montmorillonit-Katalysatoren zum Cracken von Petroleumölen* aus einem mit Säure aktivierten Sub-Bentonit-Crackkatalysator durch Behandlung miteinander Lsg. einer Al-Verb., z. B.  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , u. einer Base, z. B.  $\text{NH}_3$ -Lsg., welche  $\text{Al}(\text{OH})_3$  niederschlägt. Das gewaschene Prod. wird gebrannt. — Mit dem erhaltenen Katalysator wird Gasöl bei 800° F (427° C) ge crackt. Er wird bei 950—975° F (510—524° C) unter Zuleiten eines Luftstromes regeneriert. — Zeichnung. (A. P. 2 440 756 vom 13/10. 1944, ausg. 4/5. 1948.) 808.8197

Filtrol Corp., übert. von: Wright W. Gary, Los Angeles, Calif., V. St. A., *Katalysator zur Umwandlung von Kohlenwasserstoffen*, bes. zum Cracken, bestehend aus säurebehandeltem Montmorillonit, welcher mit einem wasserlös. Mn-Salz, z. B.  $\text{MnSO}_4$  oder  $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ , in solcher Menge imprägniert wird, daß in dem Ton 0,05—5% MnO enthalten sind. Der getrocknete Katalysator wird bei 1050° F (566° C) gebrannt. Damit wird Texas-Gasöl bei 800° F (427° C) ge crackt. Zur Regenerierung wird der Katalysator mit Luft bei 900° F (482° C) behandelt. (A. P. 2 440 743 vom 3/7. 1943, ausg. 4/5. 1948.) 808.8197

Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, N. Y., übert. von: John W. Payne, Thomas P. Simpson und James I. Butzner, Woodbury, N. J., V. St. A., *Herstellung eines alkali-freien  $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ -Katalysators vom Geltyp für die Umwandlung von Kohlenwasserstoffen*, bes. zum Cracken von KW-stoffen. — Eine  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ -Lsg., welche 157 g  $\text{SiO}_2$  im Liter enthält, wird mit dem gleichen Vol. einer Lsg., welche 39,79 g  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  u. 30,51 g  $\text{H}_2\text{SO}_4$  im Liter enthält, gemischt. Dabei entsteht eine koll. Lsg. eines  $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ -Sols, welche aus einer Düse in Tropfenform in eine Casölschicht von etwa 8 ft. Tiefe eingeleitet wird. Dabei bildet sich in den Tropfen aus dem Gel das Sol. Danach gelangen die Gelkugelchen in W. von 115° F (46° C), worin sie 8,5 Stdn. bleiben, u. bleiben dann 18 Stdn. in W., welches 3 Gewichtsäquivalente  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  enthält, wobei ein Basenaustausch stattfindet. Schließlich werden die Gelteilchen in eine Lsg. von 1,5 Gewichtsäquivalenten  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  gegeben u. darin 12 Stdn. gelassen. Nach dem Waschen mit

W. wird das Hydrogel mit überhitztem Wasserdampf von 300° F (149° C) langsam getrocknet u. danach 10 Stdn. bei 1400° F (760° C) erhitzt. (A. P. 2 453 585 vom 24/8. 1945, ausg. 9/11. 1948.) 808.8197

**Socony-Vacuum Oil Co., Inc.**, New York, N.Y., übert. von: Henry Trueheart Brown, Dallas, Tex., V. St. A., *Herstellung von kugelförmigen Katalysatorteilchen aus anorganischen Oxyden*, bes. aus Tonerde, für die *Umwandlung von Kohlenwasserstoffen*. Man geht aus von einem Hydrosol des anorgan. Oxyds, welches man in eine Fl. einfließen läßt, in welcher das Oxydsol unlösl. ist. Eine hierfür geeignete Fl. ist z. B. Gasöl oder eine andere Petroleumölfraction. — Bei Verwendung einer Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>-Lsg. wird durch Zusatz einer Mineralsäure das SiO<sub>2</sub>-Sol gebildet u. dieses dann in das Gel übergeführt. — Aus einer wss. Lsg. von NH<sub>4</sub>-Metavanadat wird in Ggw. von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ein akt. V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Katalysator hergestellt. Ebenso werden aus Lsgg. von NH<sub>4</sub>-Chromat u. NH<sub>4</sub>-Molybdat ein akt. Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- u. MoO<sub>3</sub>·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Katalysator gewonnen. — Zeichnung. (A. P. 2 453 084 vom 24/5. 1946, ausg. 2/11. 1948.) 808.8197

**Carbide and Carbon Chemicals Corp.**, New York, N.Y., übert. von: Benjamin G. Wilkes jr., Wilkinsburg, Pa., V. St. A., *Trennung von Kohlenwasserstoffen durch selektive Extraktion von Kohlenwasserstoffgemischen*, welche Paraffine, Cycloparaffine, Olefine, Diolefine u. arom. KW-stoffe enthalten. Das Verf. dient bes. zur Trennung von paraffin-KW-stoffen von den nichtparaffin. KW-stoffen, wie Naphthen-, Olefin- u. arom. KW-stoffen, durch fraktionierte Extraktion mit hochsd. selektiven Lösungsmitteln. Hiertür geeignete Lösungsmittel sind z. B. *Monocyanäthylverb.* von der allg. Formel A-X-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>·CN, worin A gleich Methyl, Äthyl, -CH<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>·C Noder -CH<sub>2</sub>·CHR·OR' ist. X bedeutet S, O oder NR''; R u. R'' stehen für H, Methyl oder Äthyl, R' ist H, Methyl, Äthyl, -CH<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>·CN oder -CH<sub>2</sub>·CHR·O·CH<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>·CN. Zu dieser Art von Verb. gehören z. B. der *Athylenglykol-di-(β-cyanäthyl)-äther*, *Di-(β-cyanäthyl)-sulfid* (I), NC-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-S-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-CN, sowie das entsprechende Amin u. die Äthervorb. von der Formel NC-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-NH-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-CN u. NC-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-O-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-CN. — Mid-Continental-Rohöl wird bei 70° mit der gleichen Volumenmenge I extrahiert. Das Raffinat trennt sich beim Stehen von dem Extrakt. Es wird mit W. gewaschen, um die geringen restlichen Extraktionsmittelreste zu entfernen. Der Viscositätsindex ist von 60 auf 71 gestiegen. Der Extrakt wird mit W. verd., u. das Lösungsm. wird aus der wss. Schicht durch Dest. getrennt. (A. P. 2 439 534 vom 7/4. 1945, ausg. 13/4. 1948.) 808.8199

**Anglo-Iranian Oil Co. Ltd.**, London, übert. von: Patrick Docksey, Sunbury-on-Thames, England, *Ununterbrochene fraktionierte Destillation von Petroleum-Kohlenwasserstoffen* unter Gewinnung von Gasolinfraktionen, welche als Motortreibmittel, bes. als Fliegerbenzin geeignet sind. Dabei wird die Menge des zugeführten KW-stoff-Gemisches auf die gleiche Menge des übergehenden Destillats eingestellt, so daß der Inhalt der Destillationsblase konstant gehalten wird. Gleichzeitig wird auch ein Teil des Bodenprod. aus der Kolonne abgezogen, um eine Ansammlung von nicht destillierten Prodd. in der Blase zu vermeiden. — Zeichnung. (A. P. 2 453 205 vom 26/1. 1943, ausg. 9/11. 1948.) 808.8201

**Socony-Vacuum Oil Co., Inc.**, übert. von: Ernest Utterback, New York, N. Y., V. St. A., *Katalytische Umwandlung von höhersiedenden Kohlenwasserstoffen* in niedrigsd. Gasolin-KW-stoffe, wobei mit einem feinkörnigen, in Bewegung befindlichen kompakten Katalysatorbett in einer senkrechten zylindr. Reaktionskammer gearbeitet wird. Die KW-stoffe werden in fl. u. in Dampfform im oberen Teil der Reaktionskolonne mit dem Katalysator in innige Berührung gebracht, während von unten her durch die Kolonne ein Brenngas oder Wasserdampf durch den abziehenden Katalysator geleitet werden, welche die mitgeführten KW-stoff-Anteile fortleiten. — Zeichnung. (A. P. 2 438 261 vom 3/7. 1946, ausg. 23/3. 1948.) 808.8201

**M. W. Kellogg Co.**, Jersey City, übert. von: Edwin T. Layng, Jersey City, N. J., und Frank T. Suman jr., Nyack, N. Y., V. St. A., *Katalytische Umwandlung von Kohlenwasserstoffen*, z. B. Hydrieren, Dehydrieren, Reformieren u. Aromatisieren von KW-stoffen, unter Verwendung von MoO<sub>3</sub> in Verb. mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als Trägermaterial für den Katalysator. — An Stelle von MoO<sub>3</sub> können auch andere Metalloxyde der 5. u. 6. Gruppe des Period. Systems als akt. Oxyde verwendet werden. Als Träger kann auch ein Gemisch von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. TiO<sub>2</sub> benutzt werden. — Für den Katalysator verwendet man z. B. 1—12 (Teile) MoO<sub>3</sub>, 2—20 TiO<sub>2</sub> u. 68—97 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. (A. P. 2 453 327 vom 18/6. 1942, ausg. 9/11. 1948.) 808.8201

**Universal Oil Products Co.**, Chicago, übert. von: Charles L. Thomas, Riverside, Ill., und Jacques C. Morrell, Chevy Chase, Md., V. St. A., *Katalysator zum Reformieren von wenig klopfestem Gasolin in ein Gasolin von hoher Klopfestigkeit*. Der Katalysator besteht im wesentlichen aus 50—90% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5—30% Ton in Form von Kaolin oder

Montmorillonit u. 4—20% eines Metalloxyds aus den linken Spalten der 5. u. 6. Gruppe des Period. Systems. Die Umwandlungstemp. ist von der Zus. der verwendeten Katalysatoren abhängig. Sie liegt zwischen 750 u. 1100° F (399 u. 593° C). Der Arbeitsdruck ist Atmosphärendruck bis zu 400 lbs./sq. in. — Zur Herst. eines Katalysators werden 80 (lbs.) Al(OH)<sub>3</sub> u. 15 Kaolin mit 16 Liter einer MoO<sub>3</sub>-Lsg. gemischt, welche 14 lbs. MoO<sub>3</sub> in einer 10%ig. NH<sub>3</sub>-Lsg. u. 4 Liter Essigsäure enthält. Das Mischen dauert etwa 1 Stunde. Das erhaltene Mischprod. wird in Kügelchen von 1/8 in. Durchmesser umgeformt, welche bei 320° F (160° C) etwa 8 Stdn. getrocknet u. durch Erhitzen 3 Stdn. auf 1200° F (649° C) aktiviert werden, wobei die Temperatursteigerung innerhalb 15 Min. jedesmal etwa 50° F (10° C) beträgt. Mit dem erhaltenen akt. Katalysator wird Michigan-Gasolin bei 970° F (521° C) u. einem Druck von 200 lbs./sq. in. behandelt. Die Octanzahl wird dabei von 24 auf 72,5 erhöht. — Schemat. Zeichnung. (A. P. 2 444 965 vom 26/5. 1943, ausg. 13/7. 1948.) 808.8201

**Standard Oil Co.**, übert. von: **Bernard L. Evering**, Chicago, Ill., V. St. A., *Isomerisieren von leichten flüssigen Paraffinkohlenwasserstoffen*, bes. Gewinnung von *Heptanen* mit mehreren Seitenketten aus leichten KW-stoffen, welche mehr als 10 Vol.-% n-Heptan u. größere Mengen Methylhexane u. cycl. KW-stoffe, bes. Naphthene u. aromat. KW-stoffe enthalten. Das Ausgangsgemisch ist frei von Olefinen u. KW-stoffen, welche höher sd. als n-Heptan. Als Kontaktmasse dient ein AlCl<sub>3</sub>-KW-stoff-Komplex in Gemeinschaft mit HCl bei 100—300° F (38—149° C) u. einem Druck von 300 bis 3000 lbs./sq. in. Die Isomerisierung findet mit 0,3—3,0 Vol. des fl. Ausgangsstoffes pro Vol. Katalysator in der Stde. statt. Die stündliche Umsetzungsmenge beträgt 45 bis 450 gal. Fl. pro sq. ft. Querschnitt vom Reaktionsraum. — Als Ausgangsmaterial wird z. B. eine Fraktion von 185—205° F (85—96° C), aus roher Leichtnaphtha gewonnen, benutzt. Das daraus erhaltene Isomerisierungsprod. wird fraktioniert, wobei eine Fraktion erhalten wird, welche Heptane mit mehreren Seitenketten enthält, u. eine Methylhexanfraktion vom Kp. 185—205° F, welche frei von n-Heptan u. von höhersd. KW-stoffen ist. Letztere wird in das zur Isomerisierung benutzte Ausgangsgemisch zurückgenommen u. dient gleichzeitig dabei als Verdünnungsmittel. (A. P. 2 443 607 vom 31/3. 1943, ausg. 22/6. 1948.) 808.8201

**Standard Oil Co.**, Chicago, übert. von: **Bernard L. Evering**, Chicago, Ill., und **Edmond L. d'Ouille**, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Isomerisierung von leichten flüssigen Paraffinkohlenwasserstoffen*, bes. Umwandlung von *Hexan* u. *Methylpentanen* in *Neohexan* (2,2-Dimethylbutan), welches wegen seiner hohen Octanzahl als Fliegerbenzin wertvoll ist u. eine hohe Löslichkeit für Pb-Tetraäthyl besitzt. Als Katalysator wird ein fl. AlCl<sub>3</sub>-Paraffin-KW-stoff-Komplex in einer ununterbrochen arbeitenden Kontaktzone verwendet, wobei HCl in ausreichender Menge zugeführt wird, um die Isomerisierung bei 100—400° F (38—204° C) in den Umsetzungsgrenzen von 0,03—10% zu halten. Gleichzeitig wird freier Wasserstoff zugeleitet, um die Wirksamkeit des Katalysators möglichst lange zu erhalten. Während in die Reaktionszone fortlaufend frischer Katalysator zugeleitet wird, wird gleichzeitig ein Teil des Umwandlungsgemisches mit etwas Katalysator abgezogen u. in eine Trennzone geleitet. Hier wird zunächst der Katalysator abgetrennt. Der übrige Teil wird in eine Abstreifzone geführt, wo die Gase einschließlich HCl von den fl. KW-stoffen durch Waschen getrennt werden. Die gewaschenen Prodd. werden fraktioniert. Dabei wird eine Fraktion gewonnen, welche leichter als Neohexan ist, dann eine Neohexanfraktion, eine weitere Fraktion mit Methylpentanen u. eine schwerere Fraktion. Die Methylpentanfraktion wird in die Kontaktzone zurückgeführt. — Man geht z. B. aus von einer „Hexan“-Fraktion, welche bei 138° F (59° C) zu sd. beginnt, bei 149° F (65° C) zu 50% übergeht u. bei 150° F (66° C) bis zu 90% destilliert. Ein solches Prod. hat eine Octanzahl von 61,8. Es wird mit 10,8% AlCl<sub>3</sub>, 3% HCl bei einem H<sub>2</sub>-Anfangsdruck von 600 lbs./sq. in. bei 330° F (166° C) gearbeitet. Die Kontaktzeit beträgt 10 Minuten. Es entstehen dabei 20 Vol.-% *Neohexan*. — Bei Verwendung einer Methylpentanfraktion, welche bei der Aufarbeitung des Isomerisierungsgemisches anfällt, u. bei Zusatz von z. B. 31 Gew.-% *Isobutan* als Puffersubstanz u. 1 Stde. Kontaktzeit beträgt die Umsetzung zu *Neohexan* 23,5 Vol.-%. — 2 Blatt Zeichnungen. (A. P. 2443608 vom 18/2. 1944, ausg. 22/6. 1948.) 808.8201

**Socony-Vacuum Oil Co., Inc.**, New York, N. Y., übert. von: **Charles Ovid Baker**, Dallas, Tex., V. St. A., *Zweistufiges Alkylierungsverfahren mit einem Äthylen und Propylen enthaltenden Gasegemisch*, wobei zunächst das Propylen in der ersten Alkylierungsstufe umgesetzt wird u. danach das Äthylen in der zweiten Stufe zur Alkylierung verwendet wird. Z. B. wird dabei *Isobutan* in Ggw. von AlBr<sub>3</sub> als Katalysator zunächst mit *Propylen* in *Heptene* übergeführt, u. in der zweiten Stufe entsteht mit Äthylen das 2,3-Di-

*methylobutan*. Beide erhaltenen Prodd. sind wertvoll als *Fliegerbenzin*. — Als Ausgangs-Olefinmische verwendet man z. B. die Crackgase, welche man beim Cracken von Propan oder eines Gemisches von Propan u. Äthan erhält. — Zeichnung. (A. P. 2442160 vom 19/4. 1946, ausg. 25/5. 1948.) 808.8201

Standard Oil Development Co., Del., übert. von: Edward F. Wadley und Joseph T. Horeczy, Baytown, Tex., V. St. A., *Polymerisieren von niedermolekularen Olefinen*, bes. mit 4 C-Atomen, zwecks Gewinnung von höheren KW-stoffen mit hoher Octanzahl, bes. mit 8 C-Atomen. Die Polymerisation wird mit einem Gemisch von BF<sub>3</sub> u. 50—80%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 125—300° F (52—149° C) bei einer Einwirkungszeit von 15 bis 90 Min. ausgeführt. Ein geeignetes Katalysatorgemisch enthält z. B. eine 50—80%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, in welcher 5—25% BF<sub>3</sub> gelöst sind. — Man geht z. B. aus von Gemischen von Propylen, Butylen, Isobutylen u. Pentylenen. Neben Octan-KW-stoffen entstehen auch C<sub>7</sub>-KW-stoffe, z. B. 2.3.3-Trimethyl-1-buten, welches für die Herst. von *Motortreibmitteln* mit hoher Octanzahl wertvoll ist. (A. P. 2 436 238 vom 4/11. 1944, ausg. 17/2. 1948.) 808.8201

Wingfoot Corp., Wilmington, Del., übert. von: James A. Merrill, Akron, und Lorin B. Sebrell, Cuyahoga Falls, O., V. St. A., *Bei Beschädigungen selbstschließender Brennstofftank* mit elast. Innenauskleidung, bes. für Flugzeuge mit Treibmitteln, welche bes. aus arom. KW-stoffen bestehen. Die selbstschließende Auskleidung besteht aus einer elast. Gummischicht, welche sich bei Berührung mit arom. KW-stoffen oder solche enthaltenden Treibmitteln an der perforierten Stelle schließt. Diese Gummischicht ist normalerweise gegen die Fl. durch eine Kunststoffschicht aus einem linearen Polyamidkondensationsprod., z. B. Nylon, abgedichtet u. abwechselnd mit einer dünnen ölbeständigen Kautschukschicht, welche nur teilweise gegen arom. KW-stoffe widerstandsfähig ist, z. B. aus Buna-N, bedeckt. — Das Nylonmaterial wird durch Kondensation eines Diamins u. einer zweibas. Säure gewonnen, z. B. aus Äthylendiamin u. Glutarsäure oder aus Propylendiamin u. Sebacinsäure, Pentamethyldiamin u. Dodekamethyldencarbonsäure, Pentamethyldiamin u. Sebacinsäuremethylester. — Zeichnung. (A. P. 2 440 965 vom 19/3. 1943, ausg. 4/5. 1948.) 808.8205

Hayward R. Baker, Mount Rainier, Md., und William A. Zisman, Washington, D. C., V. St. A., *Hydraulische und Schmierflüssigkeit*, bestehend aus *polymeren organ. Siliciumderiv.*, z. B. *Alkylsiliciumhalogeniden*, welche als Silicöle bekannt sind, denen 0,1—2,0 Gew.-% eines Korrosionsschuttmittels, z. B. höhermol. Fettsäuren, wie Palmitinsäure, auch ungesätt. Fettsäuren, chlorarylsubstituierte Fettsäuren, alkarylsubstituierte Fettsäuren u. oxyarylsubstituierte Fettsäuren, welche 10—18 C-Atome enthalten, zugesetzt werden. Von den Zusatzmitteln sind z. B. genannt: Caprin-, Laurin-, Myristin-, Palmitin- u. Chlorphenylstearinsäure, Tetrahydronaphthylstearinsäure, Phenylundecylensäure, Naphthensäure, Al-, Ni- u. Mn-Naphthenat, Trioxoäthylaminsteat, Mg-Stearat, Cu-Oleat, Zn-Myristat, Sn-Stearat. (A. P. 2 447 483 vom 15/4. 1944, ausg. 24/8. 1948.) 808.8223

Shell Development Co., San Francisco, Calif., übert. von: Arnold A. Bondi, New Orleans, La., V. St. A., *Herstellung eines Na-Seifen-Schmierfettes* aus einem Gemisch eines *Schmieröles* mit einem versäufbaren *Fettstoff* durch Zusatz von *metall. Natrium* u. einem *Polyalkylenglykol*, z. B. *Polyäthylenglykol*, mit einem Mol.-Gew. über 400 als Zusatzmittel, welches die Bldg. einer festen Kruste um die metall. Natriumkügelchen beim Erhitzen des Na-Metalls über den F. verhindert. — 42 (g) *Na-Metall* werden bei 220° F (104° C) mit 100 eines *Schmieröles* (I) (Coastal red oil 2000 vis. bei 100° F [38° C]) emulgiert u. in ein Gemisch von 480 *Stearinsäure* in 800 I eingebracht. Das Gemisch wird mehrere Stdn. auf 370—380° F (188—193° C) erhitzt, u. zwischendurch werden 6000 I in einer Portion zugegeben. Zum Schluß wird die M. in Kühlpfannen ausgegossen. (A. P. 2 445 935 vom 31/10. 1945, ausg. 27/7. 1948.) 808.8223

Shell Development Co., San Francisco, Calif., übert. von: James Alfred Bell, Fitcham, Leatherhead, England, *Herstellung eines Lithiumseifenfettes* durch Verseifung einer höheren Fettsäure mit wenigstens 16 C-Atomen in einer Schmieröllsg. mit der äquivalenten Menge Li<sub>2</sub>O oder LiOH u. Hydraten davon bei 35—45° u. anschließende Entfernung des Reaktionswassers durch Erhitzen auf 105—110°. — Zur Verseifung geeignete Fettsäuren sind z. B. Palmitin-, Oxystearin-, Öl-, Ricinolsäure, sowie Fettsäuregemische aus Talg, Schmalz, Saatölen, Wollfett, Harzen u. Paraffinoxidationsprodukten. (A. P. 2 444 720 vom 17/10. 1945, ausg. 6/7. 1948. E. Prior. 17/10. 1944.) 808.8223

George M. Hain und William A. Zisman, Washington, D. C., V. St. A., *Schmierfett*, bestehend zu 80—95% aus *Seitenkettenalkyldiestern* von *aliph. Dicarbonsäuren* mit 5—12 C-Atomen im Gemisch mit 5—20 Gew.-% einer *Lithiumseife* u. etwa 1% eines

polymeren Butenharzes oder eines Polyacrylharzes der Molekülgröße 10000—15000. — Hierfür geeignete Ester sind z. B. *Adipinsäurediamylester*, *Azelainsäure-di-2-äthylhexylester*, *Adipinsäure-di-2-äthylhexylester*, *Sebacinsäure-di-2-äthylhexylester* (I). — Man stellt z. B. ein Gemisch her aus 84,8 I, 12 *Li-Stearat*, 1 *Polybuten*, 0,2 4-tert.-Butyl-2-phenylphenol, 2 Sorbitmononoleat. (A. P. 2 448 567 vom 18/4. 1945, ausg. 7/9. 1948.) 808.8223

**Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, N. Y.**, übert. von: **Henry G. Berger, Glen Rock, und Everett W. Fuller, Woodbury, N. J., V. St. A.**, *Gewinnung eines gegen Korrosion und Oxydation beständigen Mineralölschmiermittels*, welches geringe Mengen eines öllösl. Salzes von organ. Sulfonsäuren oder Carbonsäuren mit reinigenden Eigg. enthält, durch Zusatz eines öllösl. P- u. S-haltigen Umsetzungsprod. (I) von *Oleylalkohol* oder *Pinen* mit  $P_2S_5$ . Dieses Prod. entsteht nach der Gleichung  $4C_{18}H_{35}OH + P_2S_5 = 2(C_{18}H_{35}O)_2PSSH + H_2S$ . — Einem viscosen Mineralschmieröl werden z. B. 0,5—10% dieses Reinigungsmittels u. 0,5—5% der Verb. I, welche aus 1 Mol  $P_2S_5$  u. 4 Mol *Oleylalkohol* bei 125—150° entsteht, zugesetzt. — Als Reinigungsmittel kommen in Betracht die öllösl. Salze von sulfonierten arom. u. substituierten arom. KW-stoffen, sowie von sulfonierten Paraffin-, Naphthen- u. Petroleum-KW-stoffen, bes. aber die öllösl. Metallsalze der Sulfonsäuren von mit höhermol. aliph. Wachsresten substituiertem Bzl. u. Naphthalin, worin die Wachsreste wenigstens 18 C-Atome enthalten, welche aus Paraffinwachs erhältlich sind. Andere geeignete Reinigungsmittel sind z. B. die Ca-Salze von alkylierten, oxyaromat. u. alkylsubstituierten phenol. Carbonsäuren, ferner die Sulfide von Metallsalzen von oxyaromat. Carbonsäuren, z. B. das Ba-Phenolat u. -Carbonat eines alkylsubstituierten Phenolcarbonsäuredisulfids, sowie die Metallsalze von sauren Estern, wie *Vanadylolelyphthalat*. — *Paraffinwachs*, welches durchschnittlich 24 C-Atome im Mol. enthält u. F. = 126° F (52° C) besitzt, wird bei 95° C mit Chlorgas chloriert bis zu einer Gewichtszunahme von 10%. Das erhaltene *Chlorwachs* mit 10% Cl wird mit  $N_2$  geblasen, um das freie Chlor u. die freie HCl zu entfernen. 1020 Teile dieses Chlorwachses werden mit 458 (Gew.-Teilen) Bzl. in Ggw. von 462  $AlCl_3$  bei 60° etwa 2 Stdn. nach **FRIEDEL-CRAFTS** umgesetzt. Dabei entsteht in der Hauptmenge ein *Diwachsbenzol*. Davon werden 5200 (Teile) nach u. nach mit jeweils 250 Oleum (15%  $SO_3$ ) bei 35—50° C behandelt, bis im ganzen 2600 Oleum eingetragen worden sind. Danach werden 3000 W. eingerührt. In die Lsg. werden 5400 eines Motorenöles (S. A. E. 30 Grad) eingerührt u. danach bei 75° C absitzen gelassen. Nach dem Ablassen der unteren verd. Säureschicht wird die obere *Diwachsbenzolsulfonsäureschicht* mit 3170 Gew.-Teilen  $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$  versetzt u. 6 Stdn. bei etwa 140° C unter Einleiten von Stickstoffgas erhitzt, wobei das W. entfernt wird. Danach wird durch eine Schicht Ton filtriert. In dem erhaltenen Ölgemisch sind etwa 50% *bas. Ba-Diwachsbenzolsulfonat* enthalten. — Wird zu der Sulfonsäure an Stelle von  $Ba(OH)_2$  *Zn-Acetat* zugegeben, so wird beim Abdestillieren der Essigsäure das entsprechende *Zn-Salz der Diwachsbenzolsulfonsäure* erhalten. — In ähnlicher Weise wird das *bas. Ba-Salz der Diwachs-naphthalinsulfonsäure* hergestellt. — Erwähnt sind ferner das *Bas-Salz der Triwachsphenolcarbonsäure* u. das mit Schwefelchloriden geschwefelte Prod. davon. — *Mid-Continent-Petroleumdestillat* (Viscosität 95 Sek. Saybolt bei 100° F [38° C]) wird mit Oleum behandelt; der Schlamm wird absitzen gelassen u. entfernt. Die Ölschicht wird mit NaOH neutralisiert u. das Na-Sulfonat mit A. aufgenommen u. nach Abtrennung der alkohol. Schicht der A. verdampft. Es hinterbleibt ein Gemisch von Öl u. Na-Sulfonaten. Dieses Gemisch wird mit einer wss. Lsg. von  $BaCl_2$  behandelt, wobei sich das *Bas-Salz der Mineralölsulfonsäure* bildet. — Das *Vanadylolelyphthalat* wird hergestellt aus 1 Mol *Oleylalkohol* u. 1 Mol *Phthalsäureanhydrid*, wobei zunächst der Halbestoff des *Oleylphthalats* entsteht. Dieser wird mit NaOH neutralisiert, u. das gebildete Na-Salz wird mit Vanadylchlorid behandelt, wobei sich das Vanadylsalz des *Oleylphthalats* (3,94% V) bildet. — Zur Herst. des *Pinen-P<sub>2</sub>S<sub>5</sub>-Reaktionsprod.* werden 800 (Gew.-Teile) *Pinen* mit der gleichen Gewichtsmenge Motorenöl (Saybolt-Universal-Viscosität 45 Sek. bei 210° F [99° C]) bei 105° C verrührt. Dazu werden 326  $P_2S_5$  (das ist 1 Mol  $P_2S_5$  auf 4 Mol *Pinen*) langsam zugegeben, wobei die Temp. bei der exothermen Rk. auf 115° steigt. Darauf wird das Gemisch auf 150° C 1 Stde. erhitzt, u. nach Zusatz von 20 Ton wird filtriert. Das Filtrat wird bei 5 mm Druck u. einer Gefäßtemp. von 150° getoppt. Danach bleibt ein viscoses Öl zurück, welches 12,5% S u. 5,1 % P enthält u. welches in Mineralölen lösl. ist. (A. P. 2 442 915 vom 22/6. 1944, ausg. 8/6. 1948.) 808.8223

**Standard Oil Co.**, übert. von: **Roger W. Watson, Chicago, Ill., V. St. A.**, *Schwefelung von Terpenen*. Um bei der Herst. geschwefelter Terpene Polymerisation u. Farbblgd. zu vermeiden u. verbesserte Ausbeuten zu erhalten, verfährt man in der Weise, daß man elementaren Schwefel auf 310—340° F (154—171° C) erhitzt, dann, um das Röhren

des geschmolzenen S zu erleichtern, eine geringe Menge des Terpens zugibt (gewöhnlich 5%), das Terpen-S-Gemisch auf Temp. von 350 bis ca. 375° F (177 bis ca. 191° C) bringt, den Hauptteil des Terpens in das geschmolzene Gemisch einträgt, die Temp. bis zur Beendigung der Schwefelung (5—60 Min. oder mehr, gewöhnlich ca. 15 Min.) bei 350 bis ca. 375° F aufrecht erhält, die Temp. des Reaktionsgemisches auf 200 bis ca. 250° F (93 bis ca. 121° C) senkt, das Reaktionsgemisch zur Beseitigung des korrodierenden S mit Alkalimetallsulfiden behandelt, die untere Alkalipolysulfidschicht von der oberen, die geschwefelten Terpene enthaltenden Schicht abtrennt, diese obere Terpensschicht bei Temp. um ca. 220° F (104° C) mit einer 20%ig. NaCl-Lsg. wäscht, abtrennt, nochmals mit einer 20%ig. NaCl-Lsg. wäscht u. das gewaschene Prod. schließlich bei 250—350° F (121—177° C) in Ggw. eines inerten Gases destilliert. Man erhält 30—50% S enthaltende Prodd., die als *Zusatzmittel für Schmiermittel (Antikorrosionsmittel)* Verwendung finden. Das Verf. kann mit monocycl., bicycl. u. acycl. Terpenen sowie mit Polyterpenen durchgeführt werden. — Eine Zeichnung. (A. P. 2 445 983 vom 26/4. 1946, ausg. 27/7. 1948.) 813.8223

Victor R. Logan, Brownville, Ky., V. St. A., *Verfahren und Vorrichtung zum Extrahieren von Bitumen aus Asphaltgestein* in fein gemahlenem Zustande durch Extrahieren mit einem Lösungsm., welches von oben nach unten durch das zu extrahierende Gut hindurchfließt. Das Gut wird in dem Extraktionsbehälter in mehreren übereinander angeordneten Schichten eingelagert, die durch Böden voneinander getrennt sind. Durch Umlaufstutzen kann die Extraktionsfl. von der oberen nach der darunter liegenden Schicht gelangen. Der Extrakt wird durch Verdampfen des Lösungsm. gewonnen, u. das kondensierte Lösungsm. wird in den Extrakt zurückgeleitet. — Zeichnung. (A. P. 2 453 633 vom 14/10. 1946, ausg. 9/11. 1948.) 808.8225

Union Oil Co. of California, Los Angeles, übert. von: Clyde H. O. Berg, Long Beach, Calif., V. St. A., *Verfahren zur Trennung von Wachs und Öl aus Wachs-Öl-Gemischen* in Form von wachshaltigen Ölen u. ölhaltigen Wachsen, bes. aus wachshaltigen Petroleumölen, durch Lösen in einem vorteilhaft wasserlös. Lösungsm., wie Alkohole u. Ketone. Genannt sind Methyläthylketon, Aceton, Methylpropylketon, Methylisobutylketon, Methyl-n-butylketon, Methylisopropylketon, A., Isopropylalkohol, n-Propylalkohol, sowie Bzl., Toluol, Petroleumnaphtha, halogenierte KW-stoffe, z. B. Trichloräthylen u. Gemische davon. Durch Abkühlen wird wenigstens ein Teil des in der Lsg. enthaltenen Wachses ausgeschieden u. abgetrennt. Zur Trennung des Wachses u. zur Entfernung des anhaftenden Lösungsm. wird Wasserdampf benutzt u. dabei ein feuchtes wasserhaltiges Lösungsm. zurückgewonnen. Dieses feuchte Lösungsm. wird mit frischem Wachs-Öl-Gemisch von 150—300° F (66—149° C) gemischt u. das abgeschiedene W. danach in fl. Form abgetrennt. — Zeichnung. (A. P. 2 443 532 vom 9/7. 1945, ausg. 15/6. 1948.) 808.8227

California Research Corp., San Francisco, übert. von: Neal W. Furby, El Cerrito, Calif., V. St. A., *Entfärben von Petroleumkohlenwasserstoffharzen*, welche beim Polymerisieren u. beim fraktionierten Destillieren von reformierter u. gerackter Naphtha entstehen u. welche stark ungesätt. sind, durch Behandlung mit einem Gemisch von zwei selektiven Lösungsmitteln, von denen das eine organ. Lösungsm. der Phenolreihe ist. Dieses besitzt ein vorzugsweises Lösungsvermögen für naphthen. u. aromat. Verb. u. für die färbenden Bestandteile. Das andere Lösungsm. besteht aus leichten aliphat. KW-stoffen, welche ein bevorzugtes Lösungsvermögen für aliphat. Verb. besitzen u. bes. die ungesätt. KW-stoffe aufnehmen. Der Extrakt wird von dem raffinierten Prod. getrennt u. aufgearbeitet. Als Rückstand hinterbleibt ein helles, an der Luft trocknendes Petroleum-KW-stoff-Harz. — Zeichnung. (A. P. 2 447 404 vom 28/7. 1945, ausg. 17/8. 1948.) 808.8229

A. J. Headlee, R. E. McClelland, E. J. Ball and H. H. Hess, *Composition and Properties of Petroleum in West Virginia*. Morgantown: W. Virginia Geological and Economic Survey Report of Investigations No. 3-A. 1947. (15 S., 7 Taf., 1 Photo.)

W. A. Sskolow, *Die Grundlinien der Erdöl-Bildung*. M.-L. Gostoptechisdat. 1948. (460 S.) 32 Rbl. [in russ. Sprache].

Verantwortlich für den Inhalt: Dr. Maximilian Pilücke, Potsdam, Kastanien-Allee 35, Fernsprecher: Potsdam 59 79, 6191, für den Verlag: H. Kaesser, Berlin. Verlag: Akademie-Verlag G. m. b. H., Berlin NW 7, Schiffbauerdamm 19. Fernsprecher: 42 69 18. Postscheckkonto: Berlin 35021. Bestell-u. Verlagsnummer dieses Heftes: 1007/120/19-20 I. Das Chemische Zentralblatt erscheint bis auf weiteres vierzehntägig in Doppelnummern, später wöchentlich. Bezugspreis: vierteljährlich DM 55.—, Einzelheft DM 5.—, Doppelheft DM 10.—, zuzüglich Porto- und Versandkosten. Abbestellungen können nur bis 4 Wochen vor Quartalsende anerkannt werden, andernfalls wird das folgende Quartal noch geliefert. Verantwortlich für den Anzeigenteil: Curt F. W. Schreiber, Berlin. Druck: Julius Beltz, Langensalza. 57 273/4022. — Nr. 399. Veröffentlicht unter der Lizenz-Nr. 196 der Sowjetischen Militärverwaltung in Deutschland.