

Nr. 21/22  
S. 1149—1256

1949. II.  
30. November

# Chemisches Zentralblatt

Vollständiges Repertorium für alle Zweige der reinen und angewandten Chemie

120. Jahrgang

1949

II. Halbjahr

Akademie-Verlag GmbH., Berlin

## Inhalt

Geschichte der Chemie .....		1149
A. Allgemeine und physikalische Chemie ...	1149	
A <sub>1</sub> Aufbau der Materie .....	1154	
A <sub>2</sub> Elektrizität. Magnetismus. Elektrochemie .....	—	
A <sub>3</sub> Thermodynamik. Thermochemie .....	1166	
A <sub>4</sub> Grenzschichtforschung. Kolloidchemie .....	—	
B. Anorganische Chemie .....	1168	
C. Mineralogische und geologische Chemie ..	—	
D. Organische Chemie .....	1171	
D <sub>1</sub> Allgemeine und theoretische organische Chemie .....	1171	
D <sub>2</sub> Präparative organ. Chemie. Naturstoffe ..	1177	
Kohlenhydrate .....	—	
Glucoside .....	1199	
Alkaloide .....	1201	
Terpen-Verbindungen .....	—	
Natürliche Farbstoffe .....	—	
Gallensäuren .....	—	
Sterine .....	—	
Hormone .....	—	
Vitamine .....	—	
Proteine .....	—	
Andere Naturstoffe .....	—	
E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin ..	1203	
E <sub>1</sub> Allgemeine Biologie und Biochemie ..	1203	
E <sub>2</sub> Enzymologie. Gärung .....	1204	
E <sub>3</sub> Mikrobiol. Bakteriolog. Immunolog. ....	1206	
E <sub>4</sub> Pflanzenchemie und -physiologie .....	1208	
E <sub>5</sub> Tierchemie und -physiologie .....	1209	
E <sub>6</sub> Pharmakologie. Therapie. Toxikologie. Hygiene* .....	1211	
F. Pharmazie. Desinfektion .....	1215	
G. Analyse. Laboratorium .....	1217	
a) Elemente und anorganische Verbindungen .....	1218	
b) Organische Verbindungen .....	—	
c) Bestandteile von Pflanzen und Tieren ..	—	
d) Medizinische und toxikologische Analyse ..	—	
H. Angewandte Chemie .....	1221	
I. Allgemeine chemische Technologie .....	1221	
II. Feuerschutz. Rettungswesen .....	—	
III. Elektrotechnik .....	1222	
IV. Wasser. Abwasser .....	1223	
V. Anorganische Industrie .....	—	
VI. Silicatchemie. Baustoffe .....	1223	
VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung .....	1225	
VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung .....	1226	
IX. Organische Industrie .....	1232	
X. Färberei. Organische Farbstoffe ..	1235	
XI. Farben. Anstriche. Lacke. Harze. Plastische Massen .....	1237	
XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata ..	1242	
XIII. Ätherische Öle. Parfümerie. Kosmetik ..	1243	
XIV. Zucker. Kohlenhydrate. Stärke ..	—	
XV. Gärungsindustrie .....	—	
XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel .....	1243	
XVII. Fette. Seifen. Wasch- und Reinigungsmittel. Wachse. Bohnermassen usw. ....	1245	
XVIII. Faser- und Spinnstoffe. Holz. Papier. Cellulose. Kunstseide usw. ....	1246	
XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle ..	1250	
XXI. Leder. Gerbstoffe .....	1254	
XXII. Leim. Gelatine. Klebmittel usw. ..	—	
XXIII. Tinte. Hektographenmassen u. a. Spezialpräparate .....	—	
XXIV. Photographie .....	1256	
Bibliographie: 1154. 1166. 1203. 1206. 1208. 1209. 1211. 1215. 1217. 1221. 1223. 1225. 1226. 1231. 1242. 1254.		

## Namenregister

- Abbott Laboratories 1216.  
 Abella 1209.  
 Addison 1153.  
 Akowbjan 1215.  
 Alabouvette 1255.  
 Allam 1225.  
 Allen, van 1241.  
 Allied Chemical & Dye Corp. 1232.  
 Allner 1251.  
 Amdur 1166.  
 American Cyanamid Co. 1232, 1233.  
 1234, 1236, 1237.  
 Amstutz 1195.  
 Andrade, da C. 1149.  
 Andres 1203.  
 Anglo-Iranian Oil Co. Ltd. 1254.  
 Arreguin 1208.  
 Arrol 1178.  
 Ashkin 1150.  
 Ashley 1217.  
 Aten jr. 1157.  
 Atkins 1167.  
 Auer 1240.  
 Auger 1159.  
 Ayerst, McKenna & Harrison, Ltd. 1217.  
 Bacon, J. S. D. 1210.  
 Bacon, R. C. 1238.  
 Badger, G. M. 1187.  
 Badger, R. M. 1177.  
 Baer 1188.  
 Baltzly 1181.  
 Balzer 1220.  
 Barker 1156.  
 Barrer 1150.  
 Barstein 1250.  
 Basilewitsch 1173.  
 Beamish 1218.  
 Beattie 1176.  
 Becker 1105.  
 Beckmann [1215].  
 Bell 1210.  
 Benedict 1163.  
 Bernfeld 1205.  
 Bernheim 1206.  
 Berssenew 1246.  
 Berthier 1175.  
 Bethe 1155.  
 Betteridge 1230.  
 Binkley 1183, 1184, 1185.  
 Birch 1224.  
 Bird 1185.  
 Bischof 1168.  
 Blaser 1162.  
 Blatt 1158.  
 Bloch 1209.  
 Bobtelsky 1153.  
 Bockwitz 1149.  
 Bodendorf [1217].  
 Bogdanow 1244.  
 Bois, Du 1213.  
 Bonfills 1211.  
 Bonner 1208.  
 Bopp 1154.  
 Boquet 1207.  
 Boss 1211.  
 Bouyoucos 1226.  
 Boxer 1213.  
 Boye 1218.  
 Brauer 1168.  
 Bredereck 1199.  
 Bremner 1230.  
 Brewer 1250.  
 Bridge, Du 1149.  
 Brogren 1161.  
 Brooks 1177.  
 Brown 1219.  
 Bruce 1223, 1224.  
 Bruckner 1191.  
 Budkewitsch 1208.  
 Buechner 1160.  
 Burhop 1156.  
 Burrill 1160.  
 Burris 1208.  
 Burroughs Wellcome & Co., Inc. 1233.  
 Butler 1209.  
 Buu-Hoi 1179.  
 Cagniant 1170.  
 Caldwell 1191.  
 Camac 1155.  
 Canadian Westinghouse Co., Ltd. 1231.  
 Cantor 1199.  
 Carpenter 1228.  
 Carter 1164.  
 Case 1219.  
 Casey 1246.  
 Chambard 1254.  
 Chandrasekhar 1166.  
 Chapman Valve Mfg. Co. 1230.  
 Charlow 1213.  
 Chmelnow 1247.  
 Cholak 1220.  
 Ciba Products Corp. 1240.  
 Clayton 1240.  
 Clemo 1201.  
 Coccouli, G. 1158.  
 Cocconi, V. T. 1160.  
 Cockburn 1202.  
 Cohen 1205.  
 Cohen-Bazire 1205.  
 Commerce Pattern Foundry & Machine Co. 1231.  
 Cooper 1176.  
 Corleis 1219.  
 Cormack 1208.  
 Cromwell 1229.  
 Croston 1248.  
 Cuénot 1244.  
 Curry 1197.  
 Daevs 1229.  
 Dandel, P. 1151.  
 Dandel, R. 1151.  
 Daudin 1159.  
 Davidson, N. 1170.  
 Davidson, W. A. B. 1248.  
 Davis jr. 1157.  
 Dean 1199.  
 Dehlinger [1154].  
 Delaunay, A. 1207.  
 Delaunay, M. 1207.  
 Delcroix 1166.  
 Demmerle 1224.  
 Desch 1149.  
 Diemafr 1205.  
 Dietrich 1235, 1236.  
 Dixon 1222.  
 Doebl 1199.  
 Dole 1225.  
 Dow Chemical Co. 1233.  
 Downing 1235.  
 Drottschmann 1222.  
 Dshlepow 1155.  
 Dubrisay 1154.  
 Dunlop 1239.  
 Du Pont de Nemours, E. I., & Co. 1241.  
 Eadie 1206.  
 Edison 1213.  
 Edwards 1176.  
 Eiduss 1159.  
 El Hineidy 1225.  
 Elskan 1212.  
 Elwert 1161.  
 Epstein 1149.  
 Escard-Longuet 1152.  
 Esch 1170.  
 Euler, v. 1208.  
 Euverard 1217.  
 Evans, C. D. 1248.  
 Evans, E. T. R. 1210.  
 Evans, W. C. 1210.  
 Favart 1154.  
 Fedorowzew 1213.  
 Fehnel 1195.  
 Feld 1157.  
 Feldmann 1213.  
 Fenimore 1175.  
 Ferner 1161.  
 Feshbach 1154.  
 Filatowa 1215.  
 Fischer 1229.  
 Fisher 1242.  
 Fitzgerald 1206.  
 Fiwicsski 1213.  
 Fleury, de 1228.  
 Flügge 1149.  
 Fodor 1191.  
 Forestier 1152.  
 Francis 1207.  
 Francisco 1224.  
 Fréon 1159.  
 Presentius [1221].  
 Fried 1170.  
 Friedel 1244.  
 Friedman 1221.  
 Fries 1203.  
 Fromandl 1248.  
 Früh 1236.  
 Fuchs [1221].  
 Futer 1214.  
 Gabrielsen 1208.  
 Gadamer [1221].  
 Garner 1171.  
 Gebhardt 1228.  
 Gebring [1221].  
 Geil 1229.  
 General Aniline & Film Corp. 1232.  
 General Electric Co. 1231.  
 George 1159.  
 Gerstein 1178.  
 Gibson 1230.  
 Gilder, van 1250.  
 Glascock 1178.  
 Glasner 1153.  
 Gold 1171.  
 Golden 1162.  
 Goldstein 1155.  
 Golowin 1243.  
 Golubow 1213.  
 Gordonoff 1215.  
 Graaff, Van de 1160.  
 Gralén 1249, 1250.  
 Grandjean 1210.  
 Graner 1218.  
 Grassie 1176.  
 Gray, J. B. 1170.  
 Gray, T. J. 1153, 1171.  
 Greisen 1158.  
 Griebel 1243.  
 Griffin 1242.  
 Grillot 1168.  
 Groenewold 1154.  
 Grove jr. 1246.  
 Grunke [1215].  
 Grunlund 1157.  
 Gupta 1155.  
 Gwinn 1160.  
 Haas 1211.  
 Haasser 1152.  
 Haayman 1222.  
 Hadley 1156.  
 Haferkorn 1252.  
 Hahn 1248.  
 Hall 1189.  
 Hallet 1228.  
 Hamilton 1189.  
 Hammock 1219.  
 Hansen 1218.  
 Hanwick 1165.  
 Harnisch [1215].  
 Harrington 1224.  
 Hartough 1189.  
 Hawkins 1157.  
 Haynes 1224.  
 Hays 1223.  
 Hedvall 1150.  
 Heinemann 1239.  
 Heinsich 1149.  
 Heller 1208.  
 Hellmann 1213.  
 Hendryx 1224.  
 Herbst 1206.  
 Herman, L. 1163.  
 Herman, R. 1163.  
 Hess 1204.  
 Hill 1182.  
 Hiller 1199.  
 Hillger 1162.  
 Hintenberger 1155.  
 Hirschberg 1173.  
 Hirzel 1157.  
 Hockenhull 1204.  
 Högberg 1208.  
 Hoepfner 1199.  
 Hörmann 1256.  
 Hoffmann 1165.  
 Hohl [1203].  
 Hohmuth 1235.  
 Holmberg 1230.  
 Hook, van 1243.  
 Hopmann 1247.  
 Horary Advisory Council for Scientific and Industrial Research 1235.  
 Hornbeck 1164, 1165.  
 Hubbard 1220.  
 Hughes 1220.  
 Hunsberger 1195.  
 Hunter 1157.  
 Hurley 1217.  
 Ide 1181.  
 Iljina 1173.  
 Imperial Chemical Industries Ltd. 1222, 1226.  
 Ingram 1217.  
 Interchemical Corp. 1241.  
 Isbell 1179.  
 Jackel 1235.  
 Jacob [1226].  
 Jacobs 1202.  
 Jacobsen 1237.  
 Jaquet 1230.  
 Jahn 1229.  
 Jakutowitsch 1229.  
 Jánossy 1158.  
 Jason 1159.  
 Jelinek 1213.  
 Jennings 1158.  
 Jewett 1149.  
 Johnson 1189.  
 Joly 1227.  
 Jones 1156.  
 Jordan [1154].  
 Jürgens 1210.  
 Jungblut 1251.  
 Kanter 1221.  
 Kaplan 1225.  
 Karplus 1164.  
 Karwat 1226.  
 Kaufmann 1210.  
 Keen 1242.  
 Kehren 1246.  
 Kelly 1156.  
 Kettle 1157.  
 Kharasch 1254.  
 Kibardina 1173.  
 King 1201.  
 Kipling 1176.  
 Kirjalow 1208.  
 Kiss, A. 1174.  
 Kiss, J. 1191.  
 Kleen [1223].  
 Kljutscharew 1236.  
 Klüber, v. 1162.  
 Koch 1205.  
 König, H. 1163.  
 Konig, J. H. 1224.  
 Komarow 1221.  
 Kosak 1189.  
 Kostoff 1203.  
 Kovács 1191.  
 Krassnoschtschekow 1243.  
 Kraybill 1158.  
 Kretowitsch [1211].  
 Kuhn, H. 1178.  
 Kuhn, W. 1172.  
 Kunin 1236.  
 Kurzinsky 1227.  
 Kusch 1165.  
 LaChapelle 1170.  
 Lambris 1252.  
 Lasserre 1254.  
 Lax 1154.  
 Leaf 1223.  
 Lebrun 1207.  
 Lehmann 1203.  
 Lehlout 1207.  
 Leith 1156.  
 Lemmerman 1182.  
 Lenel 1247.  
 Leuchtenberger 1203.  
 Lewenstein 1216.  
 Lewis 1159.  
 Leyendecker 1247.  
 Lidén 1164.  
 Lindberg 1249, 1250.  
 Lloyd 1203.  
 Longuet-Escard 1151.

Loo, van 1279.  
 Lüers [1206].  
 Lummus Co. 1222.  
 Luther 1173.  
 Lynes 1207.  
 McAdam 1229.  
 McCusker 1158.  
 McDowell 1172.  
 McElvain 1197.  
 McKinley jr. 1154.  
 MacTaggart 1221.  
 MacVicar 1208.  
 Magnusson 1170.  
 Mallory, P. B., & Co. 1222.  
 Malm 1242.  
 Mandeville 1158.  
 Mann 1157.  
 Mannek 1245.  
 Marcus 1206.  
 Marlon 1202.  
 Marmier 1162.  
 Marnay 1211.  
 Martin, F. 1251.  
 Martin, M. 1151.  
 Masochina 1244.  
 Mason 1161.  
 Mathleson Chemical Corp. 1231.  
 Mathieu 1177.  
 Maxted 1172.  
 Mayo 1242.  
 Maze 1159.  
 Meler-Cortés 1220.  
 Melander 1169.  
 Meinikow 1243.  
 Melville 1176.  
 Memorski 1215.  
 Meess, A. I. 1246.  
 Meess, J. A. 1246.  
 Mercier 1223.  
 Meshowa 1214.  
 Meutémédjan 1205.  
 Meyer 1239.  
 Meyers 1187.  
 Michalow 1187.  
 Miller 1225.  
 Milner 1206.  
 Moe 1178.  
 Mohler 1163.  
 Mohrár 1174.  
 Müller, K. E. 1223.  
 Müller, R. H. 1217.  
 Murawelsskaja 1168.  
 Orbell 1155.  
 Orowan 1161.  
 Orr 1203.  
 Osann [1231].  
 Osten 1220.  
 Otto 1252.  
 Pacsu 119 f.  
 Padfield 1155.  
 Panassjuk 1247.  
 Parker 1163.  
 Paterson 1161.  
 Peacock 1157.  
 Pearson, J. 1252.  
 Pearson, R. M. 1228.  
 Pekker 1212.  
 People of the United States of America 1224.  
 Perret 1223.  
 Peters 1205.  
 Petlipas 1177.  
 Petlipierre 1210.  
 Phelps 1247.  
 Phillips 1209.  
 Phillips Petroleum Co. 1253.  
 Picard 1120.  
 Pickard 1208.  
 Plakssin 1235.  
 Plowman 1238.  
 Podobajewa 1247.  
 Polettini 1209.  
 Pollister 1203.  
 Pomerantschuk 1167.  
 Porai-Koschitz [1166].  
 Preiswerk 1162.  
 Price 1186.  
 Probst [1225].  
 Prochorowitsch 1214.  
 Pullman 1175.  
 Pure Oil Co. 1253.  
 Pyridium Corp. 1232.  
 Rabinowitsch 1218.  
 Radaoß 1220.  
 Rainbow 1206.  
 Raskin 1222.  
 Rauch 1212.  
 Ravenhall 1156.  
 Reavell 1228.  
 Reeger 1166.  
 Reese 1239.  
 Reich 1251.  
 Reichert [1221].  
 Reichstein 1199.  
 Reines 1156.  
 Rentz 1211.  
 Reynolds 1250.  
 Richmond, H. H. 1236.  
 Richmond, J. C. 1224.  
 Rick 1247.  
 Riedel 1249.  
 Riediger [1254].  
 Riemschneider 1226.  
 Ritter 1246.  
 Rjabow 1218.  
 Robinson 1171.  
 Rodden 1218.  
 Rogers, E. 1226.  
 Rogers, M. M. 1229.  
 Roller 1149.  
 Romeyn 1222.  
 Rosstowzew 1235.  
 Rothe [1223].  
 Rowlinson 1167.  
 Rudy 1223.  
 Rühl 1251.  
 Rugg 1238.  
 Rybalko 1229.  
 Sacharowa 1159.  
 Salley 1176.  
 Sandorfy 1174.  
 Sato 1202.  
 Schäfer, H. 1169.  
 Schäfer, K. 1165.  
 Schall sen. [1211].  
 Schaumann 1212.  
 Scheffele 1238.  
 Schenk [1217].  
 Scherb 1158.  
 Scherer 1149.  
 Scherrer 1162.  
 Schilow 1172.  
 Schiolberg 1210.  
 Schlittler 1109.  
 Schmidt, E. [1221].  
 Schmidt, L. 1212.  
 Schmidt, N. J. 1168.  
 Schneider 1170.  
 Schörg 1222.  
 Schofield 1228.  
 Schopfer 1211.  
 Schosstakowski 1178.  
 Schpolski 1173.  
 Schrewe 1223.  
 Schürmann [1208].  
 Schultze 1256.  
 Schulz-Brüggemann 1247.  
 Schulze 1217.  
 Schuster 1220.  
 Schwerdtfeger [1226].  
 Scott 1224.  
 Seaborg 1171.  
 Secoy 1150.  
 Selker 1242.  
 Selkirk 1171.  
 Selwood 1177.  
 Senter 1182.  
 Sharbaugh 1165.  
 Sharp & Dohme, Inc. 1215. 1216.  
 Sharpe 1230.  
 Shelfakow 1244.  
 Sherwin 1157.  
 Shoupp 1156.  
 Simon 1168.  
 Simpson 1174.  
 Singh 1199.  
 Fläts 1169.  
 Sijadnew 1172.  
 Smith, J. J. 1238.  
 Smith, R. R. 1183.  
 Smith, W. V. 1164.  
 Snell 1206.  
 Soc. d'Electro-Chimie, d'Electro-Metallurgie et des Acieries Electriques d'Ugine 1231.  
 Socony-Vacuum Oil Co., Inc. 1253. 1254. 1255.  
 Sohn 1247.  
 Somogyi 1211.  
 Sparks 1239.  
 Spector 1185.  
 Spektorow 1174.  
 Sperduto 1160.  
 Sskokolow 1150. 1168.  
 Ssuschkowa 1243.  
 Stach [1254].  
 Stacy 1186.  
 Standard Oil Development Co. 1252. 1253. 1254.  
 Steens, Van 1177.  
 Steiner 1250.  
 Stephen 1200.  
 Stephenson 1161.  
 Stern 1173.  
 Steubing 1162.  
 Stevens, G. W. W. 1256.  
 Stevens, W. H. 1157.  
 Stöcke [1225].  
 Stone 1171.  
 Strandberg 1162.  
 Stuart 1149.  
 Studer 1210.  
 Sulzer 1210.  
 Sun Chemical Corp. 1240.  
 Sun Oil Co. 1252.  
 Surrey 1180.  
 Sweeney 1155.  
 Swift 1219.  
 Swift & Co. 1245.  
 Sylvania Electric Products Inc. 1222.  
 Taran 1245.  
 Taylor Instruments Co. 1244.  
 Texas Co. 1253.  
 Thomas 1172.  
 Thompson, H. L. 1225.  
 Thompson, R. 1153.  
 Tlmirjasew [1209].  
 Tlsza 1167.  
 Tombuollan 1162.  
 Tompsett 1213.  
 Tonggiorgi 1160.  
 Towns 1182.  
 Toye 1252.  
 Trent 1159.  
 Trombe 1151.  
 Tschernjajew 1168.  
 Tschirkow 1217.  
 Tschilshikow [1231].  
 Turcotte 1202.  
 Turfit 1206.  
 Turner, A. F. 1166.  
 Turner, E. B. 1189.  
 Ubsch, v. 1217.  
 U. S. A., Secretary of Interior 1223.  
 Universal Oil Products Co. 1253.  
 Utz 1204.  
 Vanderwolf 1182.  
 Vervey 1222.  
 Volet 1210.  
 Vollrer 1204.  
 Vreeland 1218.  
 Vulpius [1221].  
 Wäffler 1157.  
 Wahl, A. C. 1171.  
 Wahl, H. 1229.  
 Wakelin 1205.  
 Walker 1172.  
 Walls 1191.  
 Walton 1179.  
 Walzel 1149.  
 Warner 1178.  
 Wasslewitsch 1214.  
 Waterman 1177.  
 1245.  
 Watson 1239.  
 Wawzonek 1218.  
 Wehr 1248.  
 Wehrli 1221.  
 Weltzel 1212.  
 Went 1203.  
 Wentkin jr. 1162.  
 Werkmann 1205.  
 Werner, K. 1255.  
 Werner, O. 1219.  
 Westwater 1238.  
 Wheatley 1184.  
 White 1205.  
 Whitehead-Craft Co. 1225.  
 Whittaker 1169.  
 Wick 1227.  
 Wicke 1165.  
 Wiedling 1215.  
 Wiegand 1156.  
 Wicland [1225].  
 Wiemer 1229.  
 Williams 1158.  
 Williamson 1204.  
 Wilson, C. W. 1176.  
 Wilson jr., E. B. 1162.  
 Wilts 1155.  
 Wischnjakowa 1246.  
 Wisstreich 1230.  
 Witty 1160.  
 Wizinger 1235.  
 Wjachtrew 1218.  
 Wolfhard 1163.  
 Wompe 1190.  
 Wood 1160.  
 Woodcock 1239.  
 Woodward 1188.  
 Worley 1163.  
 Wormall 1207.  
 Woronko 1243.  
 Wright 1235.  
 Wu 1156.  
 Würker 1168.  
 Wyatt 1228.  
 Wyeth Inc. 1218.  
 Yadav 1156.  
 Yaffe 1167.  
 York 1156.  
 Yost 1169.  
 Young 1239.  
 Zabel 1157.  
 Zacharias 1157.  
 Zechmeister 1203.  
 Zelsing 1245.  
 Zeller 1204.  
 Zwetkow 1173.

## VERLAGE UND BUCHHANDLUNGEN

erhalten nach unserer neuesten Anzeigenpreisliste für Anzeigen in der Zeitschrift „Chemisches Zentralblatt“ einen  
Sondernachlaß von 20 Prozent

Bitte fordern Sie unser Angebot an

AKADEMIE-VERLAG · BERLIN NW 7 · ANZEIGEN-ABTEILUNG

# Chemisches Zentralblatt

## Jahrgang 1946

Der für den Jahrgang 1946 zu erwartende Stoff — er besteht nicht nur aus dem 1946er Material, sondern aus allem, was aus den bisher noch nicht erreichbaren Kriegsjahrgängen noch erfaßt werden muß — wird sehr umfangreich werden. Schon jetzt zeigt sich, daß wir mit vier Vierteljahresbänden, wie wir sie für 1945 herausgebracht haben, nicht auskommen werden.

Aus diesem Grunde haben wir uns entschlossen, bei dem Jahrgang 1946 von der Einteilung in Vierteljahresbände abzusehen. Die Bände werden in zwangloser Folge als Nr. 1, 2, 3 usw. erscheinen und fortlaufend paginiert werden.

Bis jetzt liegen Manuskripte für etwa drei Bände druckreif vor, von denen der erste im November erschienen ist, der zweite Ende Dezember 1949 und der dritte im Februar 1950 erscheinen wird. Bisher können wir nur die Kosten für die beiden ersten Bände übersehen; die Preise sind:

1946/Band 1 · DM 46,—

1946/Band 2 · DM 48,—

*Bestellungen bitten wir baldmöglichst einer Buchhandlung oder dem Verlag aufzugeben*

---

Bisher sind erschienen und noch lieferbar folgende

### Register

Autoren- und Patentregister 1944/II ······ DM 8,—

Autoren- und Patentregister 1945/I

(enthalten im Vierteljahresband 1945/2. Quartal

Preis des Bandes DM 55,—)

Autoren- und Patentregister 1945/II ······ DM 8,—

Autoren- und Patentregister 1947/I u. II ······ DM 12,—

Autoren- und Patentregister 1948/I ······ DM 8,—

Autoren- und Patentregister 1948/II ······ DM 8,—

Formelregister 1943 ······ DM 12,—

Formelregister 1944 ······ DM 12,—

Formelregister 1947 ······ DM 12,—

Sachregister 1943 ······ DM 35,—

Sachregister 1944 ······ DM 35,—

*Bestellungen an eine Buchhandlung oder an den Verlag erbeten*

AKADEMIE-VERLAG · BERLIN NW 7

# Chemisches Zentralblatt

1949. II. Halbjahr

Nr. 21/22

30. November

## Geschichte der Chemie.

- C. H. Desch, *Mr. H. Brearley*. HARRY BEARLEY, der Erfinder des rostfreien Stahls, geboren in Sheffield, starb am 14/7. 1948 im Alter von 77 Jahren. (Nature [London] **162**. 288. 21/8. 1948.) 149.1
- Siegfried Flügge, *Werner Kolhörster* †. Nachruf auf den am 26. 3. 46 auf der Autobahn Frankfurt-Darmstadt tödlich verunglückten WERNER KOLHÖRSTER, der zusammen mit V. F. HESS die Höhenstrahlen entdeckte; kurze Lebensbeschreibung. (Z. Naturforsch. **3a**. 600. Dez. 1948.) 431.1
- E. N. da C. Andrade, *Max Planck*. Erinnerungen an den verstorbenen Physiker. (Nature [London] **161**. 284. 21/2. 1948. London, Univ. Coll., Dep. of Phys.) 110.1
- Paul S. Epstein, *Robert Andrews Millikan als Physiker und Lehrer*. Würdigung des bekannten Physikers anlässlich seines bevorstehenden achtzigsten Geburtstages. (Rev. mod. Physics **20**. 10—25. Jan. 1948. Pasadena, Calif., Inst. of Technol.) 110.1
- L. A. DuBridge, *R. A. Millikan und das California Institute of Technology*. Bericht über die Tätigkeit von MILLIKAN an dem obigen Institut. (Rev. mod. Physics **20**. 7—9. Jan. 1948. Pasadena, Calif., Inst. of Technol.) 110.1
- Frank B. Jewett, *Die Entstehungsgeschichte des National Research Council und das Werk Millikans während des ersten Weltkrieges*. (Rev. mod. Physics **20**. 1—6. Jan. 1948. Short Hills, N. J.) 110.1
- Duane Roller, *Millikans Einfluß auf junge Studenten*. (Rev. mod. Physics **20**. 26—30. Jan. 1948. Crawfordsville, Ind., Wabash Coll.) 110.1
- Richard Walzel, *Steirisches Eisen und Leobener Hochschule*. Geschichtlicher Überblick zur Hundertjahrfeier der Montanistischen Hochschule vom 19.—21. Mai 1949. (Stahl u. Eisen **69**. 481—84. 7/7. 1949. Leoben.) 112.2
- Hans H. Bockwitz, *Die internationale Papiergeschichtsforschung und ihr gegenwärtiger Stand*. (Forsch. u. Fortschr. **25**. 101—03. Mai 1949. Leipzig.) 104.2
- Ottokar Heinisch, *Zur Geschichte der Zuckerrübenzüchtung*. (Forsch. u. Fortschr. **25**. 181—83. Aug. 1949. Univ. Greifswald.) 104.2

## A. Allgemeine und physikalische Chemie.

- H. A. Stuart, *Verdampfung, Kondensation, Sättigungsdruck und kritischer Punkt im Modellversuch und für den Unterricht gefilmt*. Mittels Modellvers. des Vf. (1937—43) über die mol. Struktur von gewöhnlichen Fl. u. Systemen von Fadenmoll. sind in einer Schüttelapp. die Erscheinungen der Verdampfung u. Kondensation untersucht u. im Film festgehalten worden u. zwar in Abhängigkeit vom Vol. (Kasten mit beweglichem Verschlussstempel) u. von der Temp., d. h. der Energie der ungeordneten Bewegung (Schüttelenergie). Die Moll. wurden durch kleine, 2 mm starke zylindr. Magneten aus Oerstit-Stahl von der Länge 4 bzw. 8 mm dargestellt. Es werden einige charakterist. Aufnahmen gezeigt, vor allem das Vorhandensein einer ausgeprägten Nahordnung, die bei großer D. der Grund dafür ist, weshalb sich alle diejenigen Eigg., die, wie z. B. die künstliche Doppelbrechung oder die Orientierungspolarisation, stark von der Nahordnung abhängen, bei Fl. oder bei Gasen, sofern sie auf mehr als die krit. D. komprimiert sind, nicht mehr durch die mol. Gastheorien beschreiben lassen. (Z. Physik **124**. 348. 1948.) 322.6
- George A. Scherer, *Modelle eines spiraligen periodischen Systems*. Ein zusammenlegbares u. ein Unterrichtsmodell eines in zylindr. Spirale angeordneten period. Syst. werden beschrieben. Sie sind einfach, ohne Unterbrechungen, stellen die Edelgase zwischen die Hauptgruppen u. reihen die seltenen Erden zwanglos ein. (J. chem. Educat. **26**. 133—34. März 1949. Richmond, Ind., Earlham Coll.) 481.12

**W. A. Ssokolow**, *Die Form der Löslichkeitskurve in der Nähe des Umwandlungspunktes eines festen Stoffes*. Da für die Löslichkeit eines festen Stoffes in Abhängigkeit von der Temp. bei idealen Lsgg. die Entropie des mit der Lsg. im Gleichgewicht befindlichen festen Stoffes eine Rolle spielt u. diese sich bei einer Umwandlung ändert, muß auch die Löslichkeitskurve beim Umwandlungspunkt eine Neigungsänderung erfahren. Vf. leitet die entsprechenden Gleichungen ab u. stellt fest, daß im Umwandlungsgebiet die Kurven für  $\Delta S$  u.  $\Delta C_D$  zwei Schnittpunkte haben müssen. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 22. 633—36. Mai 1948. Moskau, Kurnakow-Inst. für allg. u. anorgan. Chem. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 185.21

**R. M. Barrer**, *Der Vorgang des Ionenaustausches in den Krystallen*. Die Rkk. in festem Zustand bringen häufig den Vorgang der Ionenwanderung ins Spiel. Die Austausch-Rkk. in den Krystallen von stabilem Bau bieten dafür ein einfaches Beispiel, das jedoch quantitativ wenig erforscht worden ist. Die die Ionenaustausch-Rkk. (die von den Austauschvorgängen zwischen Gelen oder amorphen zu unterscheiden sind) kennzeichnenden Eigg. werden erörtert. Diese Vorgänge, die sich für die quantitative Forschung der inter- u. intrakrystallinen Rkk. sehr eignen, werden vom Standpunkt der Kinetik, Thermodynamik u. stat. Mechanik eingehend untersucht. Dabei werden die beim Ionenaustausch festgestellten Besonderheiten (Abwandlungen der krystallinen Struktur, des Wassergeh., des Salzschlusses u. der Eigg. der Gasabsorption) aufgeführt. Die an den Austausch-Rkk. teilnehmenden Mineralien weisen oft lückenhafte u. ungeordnete Strukturen auf. Eine Verteilungsfunktion für den Zeolithkrystall, die 2 spezif. Arten der Nichtordnung unterscheidet, wird aufgestellt. Durch Verwendung anderer, einfacher Verteilungsfunktionen für verschied., sich bei mehreren Austauschvorgängen bildende Phasen werden für einige Fälle die Gleichgewichtskonstanten u. mehrere Energieausdrücke, die zum Teil die Gleichgewichtslage wiedergeben, berechnet. Auch die Rolle der Mischungsentropie beim Ionenaustausch wird untersucht. Erfolgt der Austausch in Ggw. nicht gesätt. Lsgg. von sich austauschenden Ionen, so kann das Gleichgewicht bestimmt werden, wenn man von den Aktivitäten ausgeht. Als Beispiel dieser Systemart werden einige an dem Gleichgewicht Analcit-Leucit erhaltene Ergebnisse aufgeführt, die ein erfolgversprechendes Verf. zur Konvertierung von Na-Salzen in K-Salze verheißen. Die Kinetik des Austausches in den Krystallen mit stabilem Gitter scheint durch die intrakrystalline Ionendiffusion beherrscht zu sein, die eine Aktivierungsenergie mit sich bringt. Eine solche Diffusion muß dem Typus der Platzwechsel-Rkk. angehören u. sich unabhängig von den Fehlstellen des Gitters nach FRENKEL ergeben. Sie kann auch eine Zeolithdiffusion der Wassermoll. zulassen. In die zur Sodalit-Noselit-Gruppe gehörenden Krystalle u. in die Zeolithe können verschied. Kationen eingeführt werden, ohne daß dadurch bedeutende Änderungen des durch die Anionen gebildeten Gitters auftreten. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. Mises au point D 71—83. Jan./Febr. 1949. London, Univ.) 397.22

**C. H. Secoy**, *Das System Uranylsulfat-Wasser*. I. Mitt. *Temperatur-Konzentrationsbeziehung unterhalb 300°*. Für das Syst. Uranylsulfat-W. wird das Temperaturkonzentrationsdiagramm für den Fall der Sättigung angegeben. Die stabilen Hydrate sind das Trihydrat u. das Monohydrat. Ein Dihydrat, das bzgl. des Trihydrats metastabil ist, wird unter gewissen Bedingungen gebildet. Die mittleren Aktivitätskoeffizienten als Funktion der Konz. werden für 25° angegeben. Sie sind aus den Gefrierpunkten errechnet worden ohne Berücksichtigung der Wärmekapazitäten. Sie stimmen mit denen anderer zweiwertiger Metallsulfate überein für Konz., die geringer als 1 mol. sind. Oberhalb dieser Konz. nehmen sie schneller zu als die der anderen Salze. (J. Amer. chem. Soc. 70. 3450—52. Okt. 1948. Oak Ridge National Labor.) 450.22

**J. Arvid Hedvall**, *Reaktionsfähigkeit fester Stoffe; gegenwärtige technische Anwendungen und Zukunftsaussichten*. Der Aufsatz stellt eine Zusammenfassung aller, dem „Colloque international sur les réactions dans l'état solide“ vorgelegten Veröffentlichungen (s. vorst. Ref.) dar. Die Lehre von der Inaktivität der festen Stoffe beherrschte noch zu Beginn dieses Jahrhunderts das Denken der Chemiker. Die Metallographen waren auf diesem Gebiete fortschrittlicher; es erschien daher angebracht, die metallograph. Verf. zu verallgemeinern. Aber andererseits haben die Röntgenstrahlen viel zur raschen Entw. der Gedanken über die Möglichkeit von Rkk. zwischen festen Stoffen beigetragen. Vf. schildert ausführlich den wissenschaftlichen Wert der wichtigsten Veröffentlichungen, die dem genannten „Colloque international“ vorgelegt worden sind u. hebt bes. den Wert der mit Hilfe magnet. Verff. erhaltenen Ergebnisse u. die besondere Wirksamkeit fester Stoffe bei den Temp. der Umwandlung hervor. An einer Reihe von Beispielen werden die Anwendungen der Chemie der festen Körper in der Industrie gezeigt: Keramik, Glasindustrie, Zementindustrie, feuerfeste Stoffe, neue Metallurgie von Staubbpulver usw. Die katalyt. Vorgänge in heterogener Umgebung, die in der chem. Industrie so häufig sind, werden

auch von diesen Rkk. beherrscht. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. Mises au point D 238—50. März/April 1949. Göteborg, Schweden, Inst. techn.) 397.28

P. Daudel, R. Daudel, und M. Martin, *Über die Anwendung des Verfahrens der Radio-indicatoren zur Untersuchung der chemischen Reaktionen, bei denen feste Körper mitwirken.* Es wird ein Verf. angegeben, das mit Hilfe künstlicher Radioelemente die Berechnung des Ionenaustausches zwischen einem unlösl. festen Stoff AB u. der Lsg. eines Salzes AC, das mit ersterem ein gemeinsames Ion A enthält, gestattet. Wenn A in einer der beiden Molekülarten durch ein Radioelement vertreten ist, ist der Verlauf der Austausch-Rkk. leicht zu erkennen. Im einzelnen stellt man von einem Radioelement A\*, das, wenn nötig, von seinen Isomeren befreit wird, die Moll. A\*B u. A\*C dar. Zur Unters. des Syst. A\*B-AC bringt man den radioakt. festen Körper mit der inakt. Lsg. unter wechselnden Bedingungen der Zeit, der Temp., des pH-Wertes usw. in Berührung, trennt Lsg. u. festen Körper u. mißt die jeweilige Aktivität. Dann untersucht man das Syst. AB-A\*C, in dem ursprünglich der feste Körper inakt. u. die Lsg. akt. ist. Es werden einige Beispiele für die Anwendung des Verf. angegeben. 1. Syst. MnS-MnSO<sub>4</sub>. Der Austausch erfolgt anfänglich sehr rasch, um sich dann stark zu verlangsamen. Die Periode des Radio-Mn ist zu kurz, um zu einem völligen Gleichgewicht zu führen. 2. Die Systeme AgCl-KCl, PbBr<sub>2</sub>-Br<sub>2</sub>, AgBr-KBr, PbBr<sub>2</sub>-KBr führen zu sehr raschem Austausch (bis zu 50% in weniger als 2 Min.). Die Geschwindigkeit des Austausches wird von der Ionenkonz. der Lsg. sehr stark beeinflusst. 3. Die Systeme (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>AsS<sub>4</sub> (in W. gelöst) + Cd<sub>3</sub>(AsS<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (gefällt), (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>AsS<sub>3</sub> (in W. gelöst) + Cd<sub>3</sub>(AsS<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (gefällt) zeigen einen sehr schnellen, die Systeme (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>AsS<sub>4</sub> (gelöst) + As<sub>3</sub>S<sub>3</sub> (gefällt), (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>AsS<sub>4</sub> (gelöst) + As<sub>2</sub>S<sub>5</sub> (gefällt), Na<sub>3</sub>AsO<sub>3</sub> (gelöst) + Ag<sub>3</sub>AsO<sub>3</sub> (gefällt) weisen einen sehr langsamen Austausch des As auf. Das Verf. läßt sich auch auf die Best. des Austauschs von Halogenionen in chromatograph. Säulen anwenden. Man leitet die Lsg. eines durch ein Radioelement gek. Salzes durch eine solche Säule u. bestimmt die Menge des zurückgehaltenen Salzes durch einfache Messung u. Vgl. mit einem Eichmaß. Es zeigt sich, daß die von einer chromatograph. Tonsäule zurückgehaltene Menge Halogenionen nicht von der Halogenart abhängt. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. Mises au point D 68—70. Jan./Febr. 1949. Paris, Fac. des Sci., Labor. de Physique générale et de Radio-activité.) 397.28

F. Trombe, *Über einige Gesichtspunkte der Reaktionen zwischen einer festen Phase und einer flüssigen oder gasförmigen Phase.* Vom prakt. Standpunkt wird die Bedeutung des Verhältnisses der Voll. der festen Körper, die im Anfangs- u. Endzustand einer Rk. vorliegen, am Beispiel der Rk.  $3\text{SiO}_2 + 4\text{Al} = 3\text{Si} + 2\text{Al}_2\text{O}_3$  gezeigt. Die Eindringtiefe eines geschmolzenen Metalls in einen schwer schmelzbaren Stoff ist bei der Versuchstemp. bedingt durch die Beziehung  $\Gamma = B : A$ , d. h. das Verhältnis des Vol. B der entstandenen, nicht flüchtigen u. in dem geschmolzenen Metall unlösl. Stoffe zu dem Vol. A des im Laufe der Rk. verschwundenen, ursprünglichen Oxyds. Wenn  $\Gamma$  höher als 1 ist, schützt die gebildete feste Phase die ursprüngliche feste Phase; liegt der Wert von  $\Gamma$  unter 1, so erfolgt dieser Schutz nicht. Diese für den Fall einer Verdichtung sehr einfache Beziehung wird jedoch verwickelt, wenn es sich um eine beliebige Rk. handelt. Für diesen Fall wird der Begriff des „Äquivalentvol.“, eingeführt. Das Äquivalentvol.  $v$  eines zusammengesetzten Stoffes ergibt sich, wenn man sein Molekülvol.  $M : d$  ( $M$  = Molekülmasse,  $d$  = D.) durch die Zahl  $n$  der Wertigkeitsbindungen, die die an der Rk. teilnehmenden Elemente aufweisen, teilt:  $v = M : (d \cdot n)$ . Daraus ergibt sich für eine bin. Verb. wie  $\text{CaCl}_2 : v = M : 2 \cdot d$ . Für eine tern. Verb., z. B.  $\text{CaSiO}_3$ , ist je nach dem Reaktionsverlauf, das Äquivalentvol. des Ca (2), des Si (4) oder der Mischung Si + Ca ( $2 + 4$ ) zu berücksichtigen; das  $\text{CaSiO}_3$  selbst ist für die Berechnung anzusehen als  $\text{SiO}_2 + \text{CaO}$ . Das Äquivalentvol. eines einfachen Stoffes wird dargestellt durch den Bruchwert  $v = P : d \cdot x \cdot n$ , d. h. durch das Atomvol.  $P : d$ , geteilt durch die Zahl der Wertigkeitsbindungen, die das Atom in einer Verb. betätigen könnte. Die oben angegebene Beziehung  $\Gamma = B : A$  läßt sich unter Verwendung des Begriffes der Äquivalentvoll. umändern in  $\Gamma = V_a : V_b$ , worin bedeuten  $V_b$  die Summe der Äquivalentvoll. der unlösl. Stoffe einer Rk. u.  $V_a$  das Äquivalentvol. des festen Ausgangsstoffes. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. Mises au point D 213—17. März/April 1949. Paris, Fac. des Sci., Labor. de Chimie des Hautes Températures.) 397.28

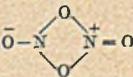
J. Longuet-Escard, *Reaktionen zwischen festen Körpern bei niedrigen Temperaturen in Gegenwart von Wasser.* Bei Temp. zwischen 20 u. 120° werden in Ggw. von W. Rkk. zwischen festen Stoffen ausgeführt, die sich miteinander in derselben Weise in trockenem Zustande nur bei wesentlich höheren Temp. umsetzen würden u. in der Natur vorkommende Verbb. wie Ferrite, Chromite, Sulfide u. Silicate oder sich in der Natur nicht findende Mineralien, wie gewisse, in der Struktur von den Spinellen ganz abweichende

Aluminate ergeben. Die erhaltenen Verbb. werden je nach ihren Eigg. auf ihr röntgenograph., magnet. oder chem. Verh. untersucht. — *Ferrite*:  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{MeO}$  (Me = 2wertiges Metall): Die durch gleichzeitige Fällung von Fe(III) u. Ni, Zn oder Co mit NaOH erhaltenen Hydroxyde werden gefiltert, gewaschen u. in wss. Aufschlammung einige Stdn. zum Sieden erhitzt. — *Chromite*: Eine Mischung von  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  u.  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  geht durch 13—15tägiges Altern bei gewöhnlicher Temp. in Ni-Chromit über. — *Sulfide*: Eine Mischung von  $\text{CuCl}_2$  u. MOHR'schem Salz wird bei Zimmertemp. mit  $\text{Na}_2\text{S}$  gefällt. Der im Vakuum getrocknete Nd. erweist sich als Chalcopyrit  $\text{FeCuS}_2$ . Man kann die Verb. auch durch getrennte Fällung u. Erhitzen der in W. aufgeschlammten Hydroxymischung auf  $100^\circ$  darstellen. — *Silicate*: Zu ihrer Herst. sind Temp. über  $120^\circ$  erforderlich.  $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  oder  $\text{Co}(\text{OH})_2$  werden in Ggw. von W. im zugeschmolzenen Pyrexrohr 72 Stdn. auf  $200^\circ$  oder 15 Tage auf  $150^\circ$  erhitzt, wobei sich unter Angriff des Glases Silicate vom Typus Kaolinit-Antigorit, z. B.  $3 \text{MgO} \cdot 2 \text{SiO}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  bilden. — *Aluminate*: Man mischt  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  mit getrennt gefälltem  $\text{Al}(\text{OH})_3$  u. erhitzt die wss. Aufschlammung auf  $100^\circ$ , wobei sich, je nach dem Verhältnis der Hydroxyde, die Verbb.  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{NiO} \cdot \text{H}_2\text{O}$  oder  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4 (6, 8, 10, 15) \text{NiO}$  mit verschied. Wassergeh. bilden. Die röntgenograph. Unters. zeigt, daß es sich nicht um Spinelle handelt, deren Zus. der Formel  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{NiO}$  entspricht. In der gleichen Weise können die entsprechenden Verbb. des Mg u. Zn hergestellt werden. Alle diese Aluminate zers. sich oberhalb  $300^\circ$ , wahrscheinlich in dem Augenblick, wo das W. ausgetrieben wird. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. Mises au point D 153—56. März/April 1949. Paris, Services chimiques de l'Etat, Labor. central.) 397.28

H. Forestier, Ch. Haasser und J. Escard-Longuet, *Reaktionen in festem Zustand bei niedriger Temperatur. Einfluß des Oberflächenzustandes und des adsorbierten Wasserdampfes*. Es werden Rkk., die die Bldg. von ferromagnet. Stoffen gemäß der Gleichung  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{MeO} = \text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{MeO}$  (Me = Ni, Mg, Pb) unter Berücksichtigung des Einfl. des Verteilungsgrades u. der Ggw. von W. bei verhältnismäßig niedrigeren Temp. zum Ziele haben, mit Hilfe der magnet. Analyse untersucht. In einigen Fällen werden auch Prüfungen der physikal. Eigg. mit Röntgenstrahlen u. der Korngrößen mit dem Elektronenmikroskop ausgeführt. Die Oxydmischung wird auf 3 verschied. Weisen hergestellt: 1. Die Oxyde werden gemeinsam gefällt u. bei  $100^\circ$  im Vakuum getrocknet. 2. Die Oxyde werden getrennt gefällt, bei  $100^\circ$  im Vakuum getrocknet, zerkleinert u. innig gemischt. Die beiden Mischungen enthalten beträchtliche Mengen W., das bei  $300$ — $350^\circ$  fast völlig ausgetrieben wird. 3. Die Oxyde werden getrennt gefällt, 1 Stde. auf  $750^\circ$  erhitzt u. 1 Stde. zerkleinert u. innig gemischt. Die 3 Prodd. werden jeweils 15 Min. auf Temp. zwischen  $300$  u.  $900^\circ$  teils an der Luft, teils in Ggw. von Wasserdampf erhitzt. Die 15 Min. lange Erhitzungszeit entspricht der Periode der schnellen Rk., während der man den sich bei  $400^\circ$  abspielenden Diffusionsvorgang vernachlässigen kann. Die Ergebnisse der zahlreichen Versuchsabwandlungen werden in vielen Diagrammen veranschaulicht, aus denen sich zusammenfassend ergibt: Wasserdampf erhöht die Reaktionsgeschwindigkeit beträchtlich. Der Einfl. auf die eigentliche Rk. ist wesentlicher als auf die Diffusion u. scheint sich durch Vermittlung einer Umwandlung von Oxyd in Hydroxyd im Falle des  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{MgO}$ , dessen Bestandteile bei  $100^\circ$  hergestellt worden sind u. einer Adsorption auf der Oxydoberfläche im Falle des  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{NiO}$  u.  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{PbO}$ , sowie im Falle des  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{MgO}$ , dessen Bestandteile bei  $700^\circ$  behandelt worden sind, geltend zu machen. Dieser letztere Vorgang scheint sich allg. abzuspielden u. sich der Hydratisierung, der das  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{MgO}$  unterliegt, zu überlagern. Der Wasserdampf scheint in erster Annäherung die gleichen Ergebnisse zu zeitigen wie eine Temperaturerhöhung. Man kann annehmen, daß der adsorbierte Wasserdampf in gewissem Maße das schon unvollkommene Oberflächenkrystallgitter zerlegt u. einerseits die Unvollkommenheit der Gitter, andererseits die Wahrscheinlichkeit von Austausch-Rkk. nicht nur zwischen den beiden reagierenden Gittern, sondern auch quer durch die Risse des sehr unvollkommenen u. unbeständigen, durch das Reaktionsprod. gebildeten Zwischennetzes erhöht. Der Einfl. des Oberflächenzustandes einer Mischung von  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  u. NiO zeigt sich bis zu einer Reaktionszeit von ca.  $1\frac{1}{2}$  Stdn. in einer etwas geringeren Geschwindigkeit der Rk. von zerkleinerten gegenüber nicht zerkleinerten Oxyden (wahrscheinlich wird die Berührungsdauer zwischen den einzelnen Oxydkörnern während der kurzen Dauer durch die Zerkleinerung vermindert); oberhalb einer Reaktionsdauer von  $1\frac{1}{2}$  Stdn. ist jedoch die Geschwindigkeit der Rk. zwischen zerkleinerten Oxyden bedeutend größer als zwischen nicht zerkleinerten Oxyden; in 23 Stdn. entstehen rund 90%  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{NiO}$ . Werden  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  u. NiO nach der üblichen Herst. u. Zerkleinerung in Form von Pastillen gepreßt, so zeigt sich, daß die Reaktionsgeschwindigkeit bei 415, 500 u.  $700^\circ$  zunächst mit steigendem Preßdruck leicht abfällt oder gleich bleibt, um mit noch höheren Drucken kräftig u. stetig anzusteigen. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [15] 6. Mises au point D 146—52. März/April 1949. Straßburg, Fac. des Sci., Labor. de Chimie Générale.) 397.28

**T. J. Gray, Anwendung von Messungen des Halbleitvermögens auf heterogene Reaktionen.** Der Einfl. der Adsorption von Gasen auf das Leitvermögen von Kupferoxydfilmen im Halbleiterzustand (stöchiometr. Verhältnis zwischen CuO u. Cu<sub>2</sub>O liegend) wird untersucht. Nach O<sub>2</sub>-Zugabe (Drucke zwischen 10<sup>-3</sup> u. 0,3 mm) fällt der Widerstand innerhalb weniger Sek. stark ab, z. B. von 650 kΩ Anfangswert auf 100—200 kΩ. — In den nächsten Min. tritt dann nur noch ein geringer weiterer Abfall ein. Beim Evakuieren des Reaktionsgefäßes steigt der Widerstand langsam wieder an, u. zwar zunächst etwa nach einer Rk. 2. Ordnung, später exponentiell u. erreicht bei Temp. oberhalb von 200° innerhalb von 1—2 Tagen wieder seinen Ausgangswert. Bei niedrigerer Temp. kann auch durch lange fortgesetztes Abpumpen der ursprüngliche Gleichgewichtswert nicht wieder erhalten werden. Die Kurven sind in hohem Grade reproduzierbar. N<sub>2</sub> hat qualitativ den gleichen Einfl., während He, das für sich allein ohne Wrkg. ist, sowohl Adsorption als auch Desorption von O<sub>2</sub> u. N<sub>2</sub> deutlich verzögert. Bei der Adsorption von H<sub>2</sub> oder CO steigt der Widerstand zunächst sehr rasch auf ca. 2000 kΩ. Bei H<sub>2</sub> ist dieser Vorgang durch Abpumpen reversibel, während bei CO die Entfernung des Gases, die möglicherweise in Form von CO<sub>2</sub> stattfindet, durch die augenscheinliche sofortige Red. u. Sinterung der Oberfläche kompliziert wird. Nach CO-Adsorption kann der Film nur durch völlige Oxydation, anschließende Red. zum Metall u. Reoxydation wieder in seinen Ausgangszustand gebracht werden (vgl. auch GARNER u. Mitarbeiter, *Nature* [London] 158. [1946.] 915 u. C. 1949. II. 1171.). (Nature [London] 162. 260—61. 14/8. 1948. Bristol, Univ., Chem. Dep.) 254.28

**C. C. Addison und R. Thompson, Ionenreaktionen in flüssigem Stickstofftetroxyd.** Die Alkalimetalle einschließlich Li reagieren rasch, aber ruhig mit fl. N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nach  $M + N_2O_4 \rightarrow MNO_3 + NO$ . Ein inertes Lösungsm. wie Bzl. ändert lediglich die Geschwindigkeit, nicht aber die Richtung der Reaktion. Das gebildete Nitrat ist nitritfrei. Bei Temp. nahe dem Kp. des N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (+21,3°) entweicht das NO, während bei tieferer Temp. oder unter Druck ein Teil in Form des blauen N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in der fl. Phase gebunden bleibt. Die Rk. kann als einfacher Elektronenübergang vom Na-Atom auf das NO<sup>+</sup>-Ion aufgefaßt werden, sie läßt sich also (ebenso wie die folgenden Ionen-Rkk.) mit Hilfe des Dissoziationsgleichgewichtes  $N_2O_4 \rightleftharpoons NO^+ + NO_3^-$  deuten, während kein Hinweis auf eine Dissoziation in  $NO_2^+ + NO_2^-$  vorliegt. Letztere Dissoziation müßte zur vorübergehenden Bldg. von Alkalinitrit führen, das aber, wie nachgewiesen wird, in Berührung mit fl. N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> beständig ist. Einige Metalloxyde geben zum Unterschied von den Alkalimetallen mit N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sowohl Nitrit als auch Nitrat, wobei wahrscheinlich eine mindestens 2stufige Rk. etwa der folgenden Form anzunehmen ist:  $MO + (2NO^+ + 2NO_3^-) \rightarrow M(NO_3)_2 + 2NO^+ + O^{--}$ ;  $MO + 2NO^+ + O^{--} \rightarrow M(NO_2)_2$ , so daß das Auftreten von Nitrit nicht notwendig die Anwesenheit von NO<sub>2</sub><sup>-</sup> in der Lsg. voraussetzt. — NOCl ist in fl. N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> lösl.; die Lsg. greift viele Metalle an, die gegen N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> allein beständig sind, wobei die Stärke des Angriffs von der NOCl-Konz. abhängt. Dabei wird NO entwickelt u. als unlösl. Prod. entsteht entweder das Metallchlorid oder ein Komplex desselben mit NOCl der Form (NO)<sub>x</sub>(MCl)<sub>y</sub>. Die Ionendissoziation des N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ist völlig reversibel. So läuft die Rk.  $NOCl$  (in N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) + AgNO<sub>3</sub>test → AgCltest + N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, die der Rk. zwischen einer wss. HCl-Lsg. u. einem unlösl. Hydroxyd vergleichbar ist, völlig in der angegebenen Richtung. In umgekehrter Richtung verläuft die Rk. mit fl. Diäthylammoniumchlorid bei 0°:  $(Et_2NH_2)^+Cl^- + N_2O_4 \rightarrow NOCl + (Et_2NH_2)^+NO_3^-$ ; dabei färbt sich die Lsg. durch NOCl rot, während das Nitrat auskristallisiert. Der Vorgang entspricht der Hydrolyse in wss. Lsg.; bei höherer Temp. treten die Reaktionsprodd. in weitere Rk. miteinander. — Die beschriebenen Ionen-Rkk., über die an anderer Stelle ausführlicher berichtet werden soll, werden mit anderen Rkk. des N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> verglichen, bei denen Bindungen von Kovalenzcharakter beteiligt sind (Anlagerung an Doppelbindungen, explosionsartige Rk. mit NH<sub>3</sub> oder Diäthylamin). Bei letzteren Rkk., bei denen der Reaktionspartner ungeladen ist, muß eine Dissoziation des N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> in NO<sub>2</sub><sup>+</sup> + NO<sub>2</sub><sup>-</sup> angenommen werden. Die Art der Dissoziation hängt danach von der Natur des Reaktionspartners ab; die von **LONGUET-HIGGINS** (C. 1945. II. 950) vorgeschlagene Strukturformel würde beide Dissoziationsmöglichkeiten zulassen. (Nature [London] 162. 369—70. 4/9. 1948. Nottingham, Univ., Dep. of Chem.)



254.28

**M. Bobtelsky und A. Glasner, Die Oxydation von Bromwasserstoff durch Chromsäure in Gegenwart von Manganosulfat.** Gemessen wurde die Oxydationsgeschwindigkeit von HBr durch Chromsäure in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Lsg. ohne oder mit MnSO<sub>4</sub> als Katalysator durch Best. der Menge oxydierten Broms. Es werden zwei Gleichungen hergeleitet, einmal für den Fall, daß die Oxydation des Bromids katalyt. Charakter besitzt u. zweitens, daß die Oxydation von erster Ordnung ist. Für beide Typen ändert sich der Logarithmus der Reaktionsgeschwindigkeit linear mit der Konz. der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in dem Konzentrationsbereich 4—10n; auch die Temperaturkoeff. sind identisch. Es wird der Schluß gezogen, daß der

geschwindigkeitsbestimmende Schritt für die katalyt. Rk.  $\text{Cr}^{\text{VI}} + \text{Mn}^{\text{II}} \rightarrow \text{Cr}^{\text{V}} + \text{Mn}^{\text{III}}$  ist. (J. chem. Soc. [London] 1948. 1376—80. Sept. Jerusalem, The Hebrew Univ., Dep. of Inorg. and Analyt. Chem.)

René Dubrisay und Michel Favart, *Katalytische Wirkung von mit Silber imprägnierten Aktivkohlen bei Oxydationsreaktionen*. Aktivkohlen wurden mit den Nitraten von Ag, Cu u. Pb sowie den Hydroxyden von Ag u. Cu imprägniert u. für 12 Std. n. auf 100° erhitzt. Es wurden ca. 0,035 g Metall auf 10 g Kohle niedergeschlagen. Diese Katalysatoren waren hinsichtlich der Oxydation von  $\text{CH}_3\text{OH}$  u. A. inaktiv. Wurde mit Toluol gesätt. Luft bei 250° über 50 g Ag-Katalysator geschickt bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 5 Liter/Std., so ergaben sich Ausbeuten an Benzoesäure von 15—18,3%. Bei sorgfältig von S-Verbb. befreitem Toluol sank die Ausbeute auf 0,35%. Zusatz von 2%  $\text{CS}_2$  erhöhte sie auf 26%. Offenbar wird die Aktivität des Katalysators hinsichtlich vollständiger Oxydation vernichtet, dagegen die Aktivität zur partiellen Oxydation zu Benzoesäure nicht beeinträchtigt, wenn S-haltige Verbb. vorhanden sind bzw. zugesetzt werden. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 226. 900—01. 15/3. 1948.) 205.31

Ulrich Dehlinger, Grundbegriffe der Physik. Stuttgart: Riederer. 1949. (219 S. m. 142 Abb.) 8°. DM 9,80.  
Pascul Jordan, Die Physik und das Geheimnis des organischen Lebens. 6. Aufl. Braunschweig: Vieweg. 1948. (176 S.) 8° = Die Wissenschaft. Bd. 95. DM 8,—.

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

H. J. Groenewold, *Superquantisierung*. I. Mitt. Die gegenwärtigen Quantentheorien können ohne weiteren Quantisierungsprozeß von der gewöhnlichen Quantentheorie für Teilchen abgeleitet werden, die mit der DIRACschen Theorie von 1942 äquivalent ist. Dazu führt Vf. in die gewöhnliche Quantentheorie mit Wellenfunktionen für mehrere Teilchen Erzeugungs- u. Vernichtungsoperatoren ein, die auf die Wellenfunktionen wirken u. Erzeugung u. Vernichtung von Teilchen beschreiben. Dazu werden keine neuen Annahmen gemacht, die über die gewöhnliche Quantentheorie hinausführen, sondern die Definitionen müssen innerhalb der Theorie passend gewählt werden. Dies geschieht so, daß die Erzeugungs- u. Vernichtungs- u. Wellenoperatoren denen der Superquantisierung isomorph werden. Daher der Name „Superquantisierung“. (Proc., Kon. niederl. Akad. Wetensch. 51. 977—89. 1948. Koninklijk Nederlands Meteorologisch Inst. te De Bilt.) 388.78

H. J. Groenewold, *Superquantisierung*. II. Mitt. Abschluß der vorst. referierten Arbeit mit einigen speziellen Anwendungen. (Proc., Kon. niederl. Akad. Wetensch. 51. 1091—1103. 1948. Koninklijk Nederlands Meteorologisch Inst. te De Bilt.) 388.78

M. Lax und H. Feshbach, *Über die Methode der virtuellen Quanten*. Entw. einer Meth. in Analogie zur klass. v. WEIZSÄCKER-WILLIAMS, wobei das elektromagnet. Feld eines geladenen Teilchens durch ein äquivalentes Spektr. von transversalen u. longitudinalen Photonen ersetzt wird. (Physic. Rev. [2] 73. 1271. 15. 5. 1948. Syracuse Univ., und Massachusetts Inst. of Technol.) 204.78

Fritz Bopp, *Elektronentheoretische Untersuchung des Massenspektrums der Elementarteilchen*. Die klass. MIE-BROMSche Theorie des Elektrons in linearer Form (linearer Zusammenhang zwischen Feld- u. Erregungstensor) wird ohne zusätzliche Hypothesen konsequent fortgeführt. Unter Berücksichtigung der Emissions-Reabsorptionsprozesse wird die Wellengleichung der Feldmechanik abgeleitet u. diskutiert. Ausstrahlungseffekte bleiben unberücksichtigt. Die Theorie führt notwendig zu einem Gebilde, dessen Quantenzustände Teilchen verschied. M. u. verschied. Spins darstellen; das Massen u. Spinspektr. ist dabei eine Funktion der Struktur des Elementarteilchens. So wird ein Weg sichtbar, von dem Spektr. der beobachteten Teilchen als den Anregungszuständen eines (oder weniger) fundamentaler Teilchen her zu diesen selbst vorzudringen. (Z. Physik 125. 615—28. 1/3. 1949. München, Univ., Inst. für theoret. Phys.) 283.80

William A. McKinley jr. und Herman Feshbach, *Die Coulomb-Streuung relativistischer Elektronen durch Kerne*. Der Querschnitt für die COULOMB-Streuung sehr schneller Elektronen durch Atomkerne wird bestimmt. Die unbequemen strengen Formeln MOTTS werden in eine Potenzreihe von  $Z/137$  ( $Z$  ist die Kernladung) entwickelt, wobei die Koeff. vom Streuwinkel abhängen. Die Reihe ist genau für Elemente mit mittleren  $Z$ -Werten. Zusammen mit den von BARTLETT u. WATSON exakt für Hg ( $Z = 80$ ) berechneten Querschnitten kann der Streuquerschnitt für alle  $Z$  mit einem Fehler von höchstens wenigen Prozenten gewonnen werden. Ein Vgl. mit den neuesten Messungen von VAN DE GRAAFF, BUECHNER u. Mitarbeitern ergibt eine ausgezeichnete Übereinstimmung. Über die schon bekannten Näherungsformeln hinaus wird eine neue angegeben, die für  $Z/137 < 0,2$  gilt. (Physic. Rev. [2] 74. 1759—63. 15/12. 1948. Troy, N. Y., Rensselaer Polytechn. Inst. u. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol.) 283.81

**Charles H. Wilts, Das Verhältnis ( $e/m_0$ ) für freie Elektronen bei einem Hohlraumresonator.**

Es wird eine Ablenkungsmeth. zur Messung von  $e/m_0$  freier Elektronen beschrieben. Ein Elektronenstrahl durchquert den im  $TM_{110}$ -Zustand angeregten zylindr. Hohlraum längs der Achse. Der Strahl wird nicht abgelenkt, wenn die Durchgangszeit nahe gleich einer ganzen Schwingungszahl des Hohlraums ist. An Größen müssen gemessen werden: Abstand, Frequenz u. Potentialdifferenz. Die Genauigkeit ist  $1/10000$ . Ein vorläufiger Wert ist  $e/m_0 = 1,759 \pm 0,007 \cdot 10^7 e \cdot m \cdot E/g$ . (Physic. Rev. [2] 74 1560. 15/11. 1948. California Inst. of Technol.) 286.81

**B. T. Dshepov und M. L. Orbeli, Über die  $\gamma$ -Spektroskopie an Compton-Elektronen.**

Gegenüber der Meth. von LATYSCHEW (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 14. [1944.] 65) zur Messung der Energie von Elektronen, die durch  $\gamma$ -Quanten beschleunigt werden, bietet die Meth. der Vf. den Vorteil, nicht auf Aktivitäten  $> 300$  mC beschränkt zu sein; vielmehr können jetzt durch andere Anordnung der Zähler u. Blenden auch die  $\gamma$ -Spektren von Stoffen mit 15 mC u. bei weniger hohen Ansprüchen an das Auflösungsvermögen bis zu 0,5 mC herab gemessen werden. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 62. 615 bis 617. 11/10. 1948. Radium-Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 496.81

**Heinrich Hintenberger, Richtungsfokussierung zweiter Ordnung geladener Teilchen in homogenen Magnetfeldern.**

Bei der Wirksamkeit homogener magnet. Felder als Zylinderlinsen für geladene Teilchen handelt es sich im allg. um eine Fokussierung erster Ordnung, bei der die von einem Punkt ausgehenden achsennahen Strahlen in einem Bild vereinigt werden. In diesem Fall spielen nur die Richtungen der Tangenten der Feldgrenzen eine Rolle, während eine Fokussierung zweiter Ordnung auch von den Krümmungsradien der Feldgrenzen abhängt. Jede Fokussierung erster Ordnung kann zu einer Fokussierung zweiter Ordnung gemacht werden, wenn die Krümmungsradien nach mitgeteilten Gleichungen gewählt werden. Ableitung u. Diskussion dieser Beziehungen sollen folgen. (Z. Naturforsch. 3a. 669—70. Dez. 1948. Tailfingen, KWI für Chemie.) 317.81

**S. Gupta, Bemerkung zu einer Analogie bezüglich der Operatoren in der Diracschen Wellengleichung für das Elektron.**

Betrachtung über die Anwendungsmöglichkeit relativist. Transformationen. (Proc. nat. Inst. Sci. India 14. 311—14. Aug. 1948. Bombay, Tata Inst. of Fundamental Res.) 388.81

**Daphne G. Padfield, Tensorkräfte und die Neutron-Proton-Wechselwirkung.**

Nach den klass. Berechnungen von RARITA u. SCHWINGER werden für verschied. Reichweiten der Zentralkräfte Tiefe u. Durchmesser der Potentialmulde der Tensorkräfte berechnet, wobei die experimentellen Werte für Bindungsenergie, Quadrupolmoment sowie 4% Wahrscheinlichkeit für den D-Zustand Nebenbedingungen sind. (Nature [London] 163. 22. 1/1. 1949. Cambridge, Cavendish Labor.) 388.82

**L. Goldstein und D. W. Sweeney, Über die Neutronen-Protonen-Streumodelle.**

Bei Benutzung der halbempir. quadrat. Wechselwirkungsformen vom Zentralkrafttyp wurden differentiale u. totale n-p-Streuquerschnitte mit verschied. Quellenradien für Neutronen mit einer absol. kinet. Energie größer als 90 MeV erhalten. Beim Vgl. der totalen n-p-Wirkungsquerschnitte der Minnesotagruppe (bis zu 6 MeV Neutronenenergie) mit den berechneten scheinen Quellenradien kleiner als der klass. Elektronenradius begünstigt zu sein. Differentielle Wirkungsquerschnittsdaten im mittleren Energiegebiet (10—25 MeV) (die bisher verfügbaren sind dazu nicht zu verwenden) könnten bei der Auswahl angenäherter Quellenradien u. des Wechselwirkungstyps helfen. Die BERKELEYschen Ergebnisse mit einer kinet. Neutronenenergie von 90 MeV, die „gewöhnliche“ Wechselwrg. ausschließen, sind für Quellenradien größer als  $1,5 \cdot 10^{-13}$  cm sowohl für „Austausch“ als auch für „symm.“ Wechselwrg. unverträglich. Empir. „Mischungen“ der verschied. Typen der Wechselwrg. könnten zur befriedigenden Darst. dieser Daten führen. (Physic. Rev. [2] 74. 1565. 15/11. 1948. Los Alamos, Sci. Labor.) 286.82

**M. Camac und H. A. Bethe, Die Streuung energiereicher Neutronen durch Protonen.**

Die Streuung wurde für den Energiebereich von 20—80 MeV Neutronenenergie, unter Zugrundelegung einer Reichweite der Kernkräfte von 2,0 u.  $2,8 \cdot 10^{-13}$  cm u. gewöhnlicher Kernkräfte, Austauschkräfte u. symm. Kräfte durchgeführt. Das Maximum der Streuintensität bei  $180^\circ$  Streuwinkel ist empfindlich gegen Änderungen der Reichweite der Kernkräfte; experimentelle Unterss. im Energiebereich von 30—60 MeV werden angeregt, um eine bestimmtere Aussage über die Reichweite der Kernkräfte machen zu können. Der Gesamtquerschnitt ist bei Zugrundelegung von Austauschkräften, sogar bei 80 MeV, wesentlich kleiner als der aus der BORNschen Näherung folgende. (Physic. Rev. [2] 73. 191—96. 1/2. 1948. Ithaka, N. Y., Cornell Univ.) 387.82

**Ta-You Wu**, *Beitrag zur zweiten Bornschen Approximation, zur Proton-Neutron- und Proton-Proton-Streuung*. Neue Berechnungen des Wirkungsquerschnittes der Proton-Neutron-Streuung durch ASHKIN u. WU (vgl. nachst. Ref.) u. durch CAMAC u. BETHE (vgl. vorst. Ref.) zeigen, daß die erste BORNsche Approximation bei 100 MeV unbefriedigende Ergebnisse liefert. Daher benutzt Vf. bei der Behandlung der Streuung im Energiebereich um 100 MeV die zweite BORNsche Approximation. Die Streuungsamplitude  $f(\theta)$  wird als Potenzreihe des Wechselwirkungspotentials  $V$  betrachtet. Die Berechnung für ein GAUSS-Potential kann analyt. durchgeführt werden. u. gibt einen einfachen Weg zur Ermittlung der zweiten Approximation für die Phasen. Das Ergebnis wird auf der Grundlage der 3 Formen der Kernwechselwrgk., die durch RARITA u. SCHWINGER angeregt worden sind, mit einem GAUSS-Potential u. ohne Tensorkräfte auf die Proton-Neutron- u. Proton-Proton-Streuung bei 100 MeV angewandt. Die symm. Theorie liefert hiernach diejenigen Werte, die mit den Beobachtungen am besten übereinstimmen. (Physic. Rev. [2] **73**. 934—39. 1/5. 1948. New York, Columbia Univ., Dep. of Phys.) 333.82

**Julius Ashkin und Ta-You Wu**, *Neutron-Proton- und Proton-Proton-Streuung bei hohen Energien*. Unter Berücksichtigung der Tensorkraft haben Vff. die Neutron-Proton- u. Proton-Proton-Streuung im Energiebereich von 100 MeV bis 200 MeV berechnet. Bei den meisten Berechnungen ist die BORNsche Approximation benutzt unter Verwengung eines quadrat. Quellenpotentials u. der 3 Austauschmodelle von RARITA u. SCHWINGER (C. 1941. II. 1476. 2173). Die genaue Streuungstheorie ist ebenfalls angewandt auf die Neutron-Proton-Streuung zwischen 100 u. 200 MeV bei Verwendung des symm. Kraftmodells. Die Resultate zeigen, daß die BORN-Approximation bei 110 MeV ungenau ist, aber bei 200 MeV brauchbare Werte liefert. Der Vgl. mit den experimentellen Ergebnissen der Neutron-Proton-Streuung bei 90 MeV zeigt, daß der theoret. Wirkungsquerschnitt bei Benutzung der symm. Kräfte ca. um einen Faktor 1,6 zu groß ist. (Physic. Rev. [2] **73**. 973—85. 1/5. 1948. Ann Arbor, Mich., Univ.) 333.82

**F. C. Barker und D. G. Ravenhall**, *Streuung gleicher Teilchen bei 100 MeV*. Die Querschnitte in Abhängigkeit vom Streuwinkel werden für die Streuung von Neutronen an Neutronen u. von Protonen an Protonen bei 100 MeV streng berechnet. Ein Vgl. mit Rechnungen von ASHKIN u. WU (vgl. vorst. Ref.) zeigt, daß die Resultate der BORNschen Näherung bei so hohen Energien mit Vorsicht zu gebrauchen sind. (Nature [London] **163**. 20. 1/1. 1949. Birmingham, Univ., Dep. of Mathemat. Phys.) 283.82

**E. H. S. Burhop und H. N. Yadav**, *Streuung schneller Neutronen-Protonen und das Wechselwirkungsgesetz zwischen Nucleonen*. Vff. berechnen für die 3 Mesonentheorien u. für 4 verschiedenartige Wechselwirkungsfunktionen (sphär., Yukawa-, Exponential- u. GAUSS-sches Potential) die totalen Wirkungsquerschnitte für Neutronenenergien von 100 bis 250 MeV u. diskutieren diese kurz an Hand des experimentellen Materials. (Nature [London] **162**. 738—39. 6/11. 1948. London, Univ. Coll., Mathemat. Dep.) 280.82

**J. Hadley, C. Leith, H. York, E. Kelly und C. Wiegand**, *Winkelverteilung der 90 MeV Neutron-Proton-Streuung*. Die Winkelverteilung der bei der Neutron-Proton-Streuung gestreuten Protonen wurde im Bereich 5—55° (gegen Strahleinfallsrichtung) gemessen. Die mittlere Neutronenenergie von 90 MeV wurde durch „stripping-Prozeß“ von 190 MeV Deutronen an Be erzeugt. Als Streukörper wurden dünne Paraffinklötze mit bekanntem C- u. H-Geh. verwendet. Der experimentelle Befund liefert Asymmetrie in der Vorwärtsrichtung. (Physic. Rev. [2] **73**. 541. 1/3. 1948. Univ. of California.) 387.82

**F. Reines**, *Neutronenspektren von Rückstoßprotonen in photographischen Emulsionen*. Die Best. der Neutronenspektren für isotrop. Neutronenfluß gewinnt beim Kernreaktor an Interesse. Hierfür kann die Protonenrückstoßtechnik in photograph. Emulsionen angepaßt werden. Auf der geometr. Wahrscheinlichkeit beruhende Kriterien werden vorgeschlagen für die Behandlung aller Spuren, die die Emulsionsgrenze nicht berühren. Die Energieverhältnisse von Protonen in photograph. Emulsionen werden angewendet auf die Spuren, um das Neutronenspekt. zu erhalten, welches mit dem Protonenrückstoßspekt. durch die Gleichung  $n(E) = C \lambda(E)E^{1/3} (d m(E)/d E)$  verbunden ist, wobei  $C$  eine Konstante,  $\lambda(E)$  die mittlere freie Weglänge bei Neutronen-Protonenstößen in der Emulsion bei der Neutronenenergie  $E$ ,  $m(E)$  das Rückstoßprotonenspektrum u.  $n(E)$  das Neutronenspekt. bedeuten. Die Gleichung gilt, wenn  $\lambda(E)$  groß ist im Vgl. zu den Dimensionen der photograph. Platte. (Physic. Rev. [2] **74**. 1565. 15/11. 1948. Los Alamos, Sci. Labor.) 286.82

**W. E. Shoupp, B. Jennings und W. Jones**, *Die Schwelle für die Proton-Neutron-Reaktion in Kupfer*. Die Schwellenenergie für die Neutronenproduktion durch Protonenbeschuß von Cu wird zu 2,164 MeV bestimmt. Die Massendifferenz  $^{65}\text{Zn}$ — $^{65}\text{Cu}$  ergibt sich zu 1,376 MeV, u. wenn man für die M. von  $^{65}\text{Cu}$  64,955 annimmt, so folgt daraus für  $^{65}\text{Zn}$

64,9565. Da  $^{65}\text{Zn}$  durch Positronenstrahlung zerfällt, so kann die maximale Energie des Positronenspektr. zu 0,353 MeV bestimmt werden. (Physic. Rev. [2] 73. 421—23. 1/3. 1948. East Pittsburgh, Pa., Westinghouse Res. Laborr., Electronics and Nuclear Dep.) 387.82

L. Davis jr., B. T. Feld, C. W. Zabel und J. R. Zacharias, *Die Hyperfeinstruktur und die Kernmomente von Chlor*. Es wird die Hyperfeinstrukturaufspaltung des  $^{32}\text{P}_{3/2}$ -Grundzustandes von  $^{35}\text{Cl}$  u.  $^{37}\text{Cl}$  gemessen. Aus den Messungen wird geschlossen, daß a) beide Isotope den Kernspin  $I = 3/2$  haben, b) bei  $^{35}\text{Cl}$  das Verhältnis der elektr. Quadrupolwechselwrkg. zur magnet. Dipolwechselwrkg. 0,269 ist u. c) bei  $^{35}\text{Cl}$  das magnet. Moment positiv ist. (Physic. Rev. [2] 73. 525—26. 1/3. 1948. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol. Res. Labor. of Electronics.) 387.83

R. C. Hawkins, R. F. Hunter, W. B. Mann und W. H. Stevens, *Halbwertszeit von  $^{14}\text{C}$* . Gemessen wurde in Gaszählern die Aktivität von  $^{14}\text{C}$  in Proben von  $\text{CO}_2$ . Unter Annahme einer 100%ig. Wirksamkeit des Zählrohrs wurde nach Best. der Isotopenhäufigkeit in einem Massenspektrometer die Halbwertszeit des  $^{14}\text{C}$  bestimmt zu  $6400 \pm 200$  Jahren. (Physic. Rev. [2] 74. 696. 15/9. 1948. Chalk River, Ont., Atomic Energy Project, National Res. Council.) 110.90

L. Yaffe und Jean M. Grunlund, *Halbwertszeit von  $^{14}\text{C}$* . Da die von HAWKINS, HUNTER, MANN u. STEVENS (vgl. vorst. Ref.) angegebene Halbwertszeit von  $^{14}\text{C}$  sehr viel größer ausfällt, als bisher angenommen wurde, bestimmten Vff. sie erneut an der gleichen  $\text{CO}_2$ -Probe unter Verwendung eines kalibrierten GEIGER-Zählrohrs. Nach Anbringung von Korrekturen für die Rückwärtsstreuung, die Absorption in Luft u. dem Fenster des Zählrohrs erhielten Vff. einen Wert von  $7200 \pm 500$  Jahren. (Physic. Rev. [2] 74. 696—97. 15/9. 1948. Chalk River, Ont., National Res. Council, Atomic Energy Project, Chem. Branch.) 110.90

O. Hirzel und H. Wäffler, *Die Radioaktivität von  $^{40}\text{K}$* . Neue Angaben von FRANCHETTI u. GIOVANOZZI (C. 1949. II. 382) ergeben für das Beta-Strahlenspektr. von  $^{40}\text{K}$  einen Wert von  $1,7 \pm 0,1$ , der mit eigenen Messungen (Helv. physica Acta 19. [1946.] 216) u. a. Literaturangaben nicht übereinstimmt u. zu hoch erscheint. Die mit  $^{22}\text{P}$  erhaltene Absorptionskurve deckt sich mit der für  $^{24}\text{Na}$  ( $E_{\text{max}} = 1,41$  MeV). Zusätzlich wird die Zahl der auf 100 Betastrahlen emittierten Quanten bestimmt. Sie beträgt  $8,7 \pm 1,2$ . Eine Best. der Halbwertszeit des Übergangs von  $^{40}\text{K}$  in  $^{40}\text{Ca}$  ergibt  $(11,1 \pm 1,9) \cdot 10^8$  a. (Physic. Rev. [2] 74. 1553. 15/11. 1948.) 480.90

Chalmers W. Sherwin, *Die Impulserhaltung beim  $\beta$ -Zerfall des  $^{90}\text{Y}$* . Zur Messung der Impulserhaltung beim  $\beta$ -Zerfall wird die Zeit bestimmt, welche die aus einer im Vakuum ( $10^{-7}$  mm Hg) auf Quarz u. W. aufgedampften monomol. Schicht von  $^{90}\text{Y}$  stammenden Rückstoßkerne zum Durchfliegen eines feldfreien Raumes von 7 cm Länge brauchen. Da das Y, wie massenspektrograph. Unterss. zeigten, in Form von positiv geladenen YO-Ionen aufdampft, muß der Zr<sup>+</sup>-Rückstoßkern vor dem Verlassen der Schicht die O-Bindung überwinden, was einen Energieverlust von ca. 6 eV bedeutet. Die durchgeführten Messungen zeigen eine gute Übereinstimmung mit den theoret. Erwartungen, wenn das Winkelverteilungsgesetz  $(1 - \beta \cos \Theta)^2$  zwischen Elektron u. Neutron vorausgesetzt wird. Das  $(1 - \beta \cos \Theta)$ -Gesetz kann jedoch nicht mit Sicherheit ausgeschlossen werden. Unter  $90^\circ$  u.  $45^\circ$  konnte innerhalb der Fehlergrenzen keine Intensität über dem Untergrund beobachtet werden, was durch den 6 eV-Verlust des Zr-Kernes befriedigend erklärt werden kann. Die Ergebnisse stimmen mit den früher für  $^{32}\text{P}$  erhaltenen überein. Da die chem. Einfl. an der Oberflächenschicht nicht genügend genau abgeschätzt werden können, ist eine Entscheidung über die Elektron-Neutrino-Korrelation nicht mit Sicherheit möglich. (Physic. Rev. [2] 73. 1173—77. 15/5. 1948. Urbana, Ill., Univ.) 204.90

B. H. Ketelle und W. C. Peacock, *Durch Neutronen induzierte Aktivitäten von Erbium*. Zwei Er-Aktivitäten, durch  $(n, \gamma)$ -Prozeß hervorgerufen, wurden mit dem  $\beta$ -Strahl-Spektrometer u. Koinzidenzmethoden untersucht. Gefunden wurde a)  $9,4 \pm 0,2$  Tage  $\beta^-$ -Strahler mit Endpunktenergie von 0,33 MeV; b)  $7,5 \pm 0,2$  Stdn.  $\beta^-$ -Strahler mit 1,05 MeV u. 0,305 u. 0,113 MeV  $\gamma$ -Strahlung. Letztere erleidet innere Umwandlung u. hat eine Halbwertszeit von 2,5  $\mu\text{s}$ . Außerdem wird noch  $\beta^-$ -Strahlung von 1,49 u. 0,67 MeV gefunden. Die wahrscheinliche Massenanzuordnung der Aktivitäten ist  $^{169}\text{Er}$  (9,4 Tage) u.  $^{171}\text{Er}$  (7,5 Stdn.). (Physic. Rev. [2] 73. 1269. 15/5. 1948. Clinton National Lab.) 387.90

A. H. W. Aten jr., *Über die Radioaktivität von Osmium*. Die Halbwertszeit des  $^{187}\text{Os}$  soll  $10^4$  mal größer sein als der von LOUGHER u. ROWLANDS (C. 1945. II. 945; Nature [London] 153. [1944.] 374) mitgeteilte Wert von  $3 \cdot 10^8$  Jahren. (Nature [London] 161. 1019. 28/6. 1948. Amsterdam, Inst. for Nuclear Res.) 286.90

C. E. Mandeville und M. V. Scherb, *Strahlen von Gold* (199). Durch Neutronenbestrahlung von Pt in der Oak Ridge Pile wurde <sup>199</sup>Au aus dem 30 Min. Pt gewonnen. Die Al-Absorption ergibt ein Maximum der  $\beta$ -Strahlenergie von 0,38 MeV u. die Pb-Absorption eine einzige  $\gamma$ -Strahlung von 0,18 MeV Energie. Das Verhältnis der  $\beta$ - $\gamma$ -Koinzidenzen war unabhängig von der  $\beta$ -Strahlenergie konstant.  $\beta$ - $\beta$ -Koinzidenzen wurden beobachtet, jedoch keine  $\gamma$ - $\gamma$ -Koinzidenzen. Dies führt zu der Annahme, daß auf den 0,38 MeV- $\beta$ -Strahl ein einziger 0,18 MeV- $\gamma$ -Strahl folgt, der teilweise umgewandelt wird. Damit werden die 1,01 MeV- $\beta$ -Strahlen, die 0,45 MeV- $\gamma$ -Strahlen u. die 2,6 Tage-Halbwertsperiode dem <sup>198</sup>Au der Rk. <sup>198</sup>Pt (D,2n) <sup>198</sup>Au zugeschrieben. (Physic. Rev. [2] 74. 1565. 15/11. 1948. Bartol. Res. Foundat. of the Franklin Inst.) 286.90

Henry L. Kraybill, *Atmosphärische Schauer hoher Energie*. Die Höhenabhängigkeit der atmosphär. Schauer hoher Energie wurde zwischen 30000 u. 40000 ft. gemessen. Die Anordnungen der Dreifach-Koinzidenzzählrohre werden angegeben. Die Zahl der Registrierungen nimmt oberhalb 30000 ft. mit der Höhe ab. Zusammen mit älteren Messungen ergibt sich die Existenz eines Maximums von atmosphär. Schauern hoher Energie in der Nähe von 30000 ft. (Physic. Rev. [2] 73. 1226. 15/5. 1948. Univ. of Chicago.) 431.100

G. Cocconi und K. Greisen, *Über die durchdringenden Schauer kosmischer Strahlung*. Mehrere Arten von Experimenten, deren Durchführung genau beschrieben wird, sind angestellt worden, um die durchdringenden Schauer, sowohl diejenigen, die von extensiven Luftschauern begleitet sind, als auch diejenigen, die nicht von solchen Luftschauern begleitet sind, zu studieren. Im ersten Fall besagen die Ergebnisse, daß die durchdringenden Teilchen sehr wahrscheinlich schon vorher in der Luft vorhanden sind u. nicht erst in dem absorbierenden Pb entstehen. Im zweiten Fall werden die Partikel in dem die Meßapp. umgebenden Absorber durch eine Kernkomponente der kosm. Strahlung erzeugt; ihr Produktionsanteil ist nur wenig abhängig von der Atomzahl Z (mehr für kleinere Z). (Physic. Rev. [2] 74. 62—65. 1/7. 1948. Ithaca, N. Y., Univ., Labor. of Nuclear Studies.) 333.100

L. Jánosy und C. B. A. McCusker, *Die Art der durchdringenden Teilchen bei Luftschauern*. Ausgedehnte Luftschauer bestehen aus Elektronen, Photonen u. einem geringen Prozentsatz nicht genau bekannter Teilchen, die durchdringender als Elektronen sind. Durch Verss. verschied. Forschungsgruppen kam man zu der Annahme, daß diese Teilchen  $\lambda$ -Mesonen (einfach negativ geladene dreifache Elektronenmasse) oder schwere Elektronen (ca. 10fache Elektronenmasse) sein müssen, was bisher zu keinem Widerspruch führte. Ihre Energie liegt bei 200 MeV. Wegen ihrer sehr kurzen Lebensdauer sind die Teilchen schlecht in der Nebelkammer zu beobachten. Es besteht ein Unterschied zwischen den lokalen, von Kernteilchen hervorgerufenen, durchdringenden Schauern u. den hier behandelten, ausgedehnten durchdringenden Schauern. Die Diskrepanz zwischen der Kaskadentheorie u. der Beschreibung ausgedehnter Luftschauer kann durch die Instabilität der schweren Elektronen erklärt werden. (Nature [London] 163. 181—83. 29/1. 1949. Dublin, Inst. for Advanced Studies.) 431.100

John M. Blatt, *Zur Interpretation der Daten bei großen Luftschauern*. Zwei Ionisationskammern der Fläche A, die 2a Längeneinheiten voneinander getrennt sind, verzeichnen nur eine Zählung, wenn mehr als N Partikel jede Kammer durchqueren.  $S(N_0)$  sei die Zahl der Schauer pro Flächeneinheit u. pro Sek., in denen mehr als  $N_0$  Partikel die Beobachtungsebene kreuzen. Es sei  $p(r) \cdot N_0 f(r)$  die Teilchendichte ( $r =$  Abstand von der Schauerachse) Der Zählbetrag läßt sich, wenn man die endliche Begrenzung des Zimmers vernachlässigt, als Integral der Funktion  $S[N/A f(r)]$  darstellen. Unter der Annahme, daß  $S(N_0)$  proportional zu  $N_0^{-2}$  u.  $f(r) =$  MOLIÈRE's Ausdruck (HEISENBERG et al. Cosmic Radiation, Dover Publications, New York, 1946, S. 36) ist, hat V. W(N, a) berechnet für  $r = 1,65; 1,70; 1,75$ . Die experimentellen Ergebnisse von WILLIAMS werden in einer späteren Arbeit mit den theoret. verglichen. (Physic. Rev. [2] 73. 1252. 15/5. 1948. Massachusetts Inst. of Technol.) 333.100

Robert W. Williams, *Die Struktur der großen Luftschauer kosmischer Strahlen*. Eine Reihe von Verss. über Luftschauer kosm. Strahlen werden beschrieben, sie dienen der Erforschung der Struktur dieser Schauer im einzelnen in Gebirgshöhe. Die Experimente zeigen, daß die Schauer die charakterist. Form von Elektronenkaskaden besitzen. Wenn die Schauer aus dem Zerfall neutraler Mesonen entstehen, müssen diese Mesonen einzeln oder in Gruppen erzeugt werden, deren Gesamtwinkeldivergenz nicht größer als ca.  $10^{-4}$  Radius ist. Die Häufigkeit von Schauern, deren Teilchendichte größer als  $\varrho$  Teilchen pro  $m^2$  ist, ergab sich zu  $1,05 (460/\varrho^{1,5})$  in der Stde.:  $300 < \varrho < 2000$  Teilchen pro  $m^2$  in einer Höhe von 3050 m. Werte für die Winkelverteilung der Schauer u. für die Höhenabhängigkeit zwischen 3050 m u. 4300 m sind angegeben. Über die Höhen- u. Winkel-

abhängigkeit sind auch einige theoret. Berechnungen angestellt, die jedoch zur Klärung der Ursachen der Schauer nicht genau genug sind. 27 Schauer, deren Gesamtenergie größer als  $10^{16}$  eV sind, wurden beobachtet. (Physic. Rev. [2] 74. 1689—1706. 1/12. 1948. Cambridge, Mass., Inst. of Technol.) 333.100

W. P. Sacharowa und L. Ch. Eiduss, *Die Untersuchung des Dichte-Spektrums breiter atmosphärischer Schauer großer Dichte*. In Fortführung der Arbeit von SATZEPIN u. Mitarbeitern (C. 1948. II. 795), werden 3- u. 6fache Koinzidenzen im Gebiet hoher Dichten (bis 5000 Teilchen/m<sup>2</sup>) gemessen. Im Gegensatz zu ALICHANJAN u. ASSATIANI. (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 15. [1945.] 255) ist nicht eine Verringerung, sondern eine Zunahme der Steigung im Spektr. bei hohen Dichten festzustellen; die erhaltenen Werte für die Änderung der Steigung im Dichte-Spektr. sind im Einklang mit der Vorstellung eines un stetigen prim. Energiespektr. mit  $\gamma = 1,7-1,8$  bis zu  $10^{16}-10^{17}$  eV (vgl. MIGDAL, Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 15. [1945.] 313). (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 65. 477—79. 1/4. 1949. Phys. Lebedew-Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 421.100

Pierre Auger, Jean Daudin, André Fréon und Roland Maze, *Über die Erklärung einiger experimenteller Ergebnisse durch die Existenz eines leichten intermediären Teilchens in den großen Schauern der kosmischen Strahlung*. Die von AUGER u. Mitarbeiter (C. 1948. I. 1377) postulierten Elementarteilchen mit einer M. von etwa 3—10 Elektronenmassen besitzen eine positive oder negative Elementarladung u. werden vermutlich in Paarbildungsprozessen entstehen. Sie bilden nach Ansicht der Vf. den Hauptbestandteil der großen kosm. Luftschauer. Die krit. Energie (diejenige Teilchenenergie, für welche der Energieverlust durch Ionisation u. Strahlung gleich ist) wird für Teilchen mit 1,3 u. 10 Elektronenmassen bestimmt in Luft zu  $1,5 \cdot 10^8$ ;  $3 \cdot 10^{10}$  u.  $1,7 \cdot 10^{11}$  eV u. in Pb zu  $8 \cdot 10^6$ ;  $2,8 \cdot 10^8$  u.  $10^{10}$  eV. Die Lebensdauer des neuen Teilchens („ $\lambda$ -Meson“) wird kleiner als  $10^{-7}$  sec angenommen. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 226. 569—72. 16/2. 1948.) 204.100

H. W. Lewis, *Zur Analysis der Daten extensiver Schauer kosmischer Strahlen*. Vf. hat Formeln zur Beschreibung des Verh. der Zähler bei großen Schauern hergeleitet unter der Annahme, daß die großen Luftschauer durch gewöhnliche Kaskadenprozesse von extrem energiereichen Primärelektronen erzeugt werden. Bes. sind Ausdrücke für die Abhängigkeit der Ausbeute der Zählung von der Fläche der Zähler, ihrer Anzahl u. der Höhe entwickelt. Die theoret. Ergebnisse scheinen gut übereinzustimmen mit den Versuchsergebnissen von HILBERRY (C. 1942. I. 1219), KRAYBILL u. OVREBO (C. 1949. I. 6) u. COCCONI u. Mitarbeiter (Physic. Rev. [2] 70. [1946.] 846), Abweichungen zeigen sich jedoch bei sehr großen Höhen, wo die experimentellen Werte oberhalb der theoret. Kurven liegen. (Physic. Rev. [2] 73. 1341—45. 1/6. 1948. Princeton, N. J., Inst. for Advanced Study.) 333.100

E. P. George und A. C. Jason, *Höhenmessungen an kosmischen Strahlen. Durchdringende kosmische Strahlenschauer*. Mit einer Mehrfach-Koinzidenzanordnung werden die Übergangskurven von durchdringenden Schauern in Pb, Al u. Paraffin auf der Jungfrauoch-Station (3457 m Höhe) gemessen. Dabei wird zwischen den „lokalen“ u. „ausgedehnten“ durchdringenden Schauern dadurch unterschieden, daß die ausgedehnten Schauer auch die neben der ursprünglichen Anordnung mit abgeschirmten Zählrohren angeordneten nicht abgeschirmten Zählrohre zum Ansprechen bringen. Für die lokalen Schauer werden die Übergangskurven bis auf durch die geometr. Anordnung bedingte Abweichungen ident. für die untersuchten Materialien gefunden. Die Intensität beträgt gegenüber Seehöhe das 28fache, was mit der Annahme der Erzeugung dieser Schauergruppe durch prim. Nucleonen mit einer Reichweite von  $120 \text{ g/cm}^2$  in Einklang steht. — Die Übergangskurven für die ausgedehnten Schauer zeigen den typ. Charakter für Kaskaden-Übergangskurven. Die Intensität beträgt gegenüber Seehöhe das 10fache, was im Einklang mit der Intensität der AUGER-Schauer (Faktor 12 für die gleiche Station) steht. (Nature [London] 161. 248. 14/2. 1948. London, Univ., Birkbeck Coll.) 204.100

E. P. George und P. T. Trent, *Höhenmessungen an kosmischen Strahlen. Durchdringende Stöße*. Für die Messung durchdringender Stöße wird eine Anordnung angegeben, bei welcher die Stöße mit einer Ionisationskammer registriert werden, die mit 2 zylindr., 15 cm starken Pb-Absorbern umgeben ist. Direkt unter der Ionisationskammer u. zwischen den Pb-Zylindern sind 9 bzw. 18 Zählrohre angeordnet; Zählrohre neben der Anordnung sollen ausgedehnte Stöße angeben. Es wird zwischen „lokalen“ u. „ausgedehnten“ durchdringenden Stößen unterschieden, welche die äußeren Zählrohre nicht bzw. gleichzeitig mit dem Ionisationskammerimpuls zum Ansprechen bringen. Die differentielle Verteilungskurve zeigt einen deutlichen Unterschied der beiden Stoßgruppen ( $1/\text{m}^2$  bzw. POISSON-Verteilung mit  $\bar{n} = 6$ ;  $n =$  Zahl der angesprochenen Zähler). Wegen der linearen Be-

ziehung zwischen Strahlenszahl im Stoß u. der Anzahl der angesprochenen Zähler ist die Erzeugung der lokalen durchdringenden Stöße durch Mesonen wahrscheinlich. Bei den ausgedehnten durchdringenden Stößen muß die Mitwirkung von energiereichen Elektronen u. Protonen angenommen werden; die auslösenden Mesonen sollten den Spin 0 besitzen. (Nature [London] 161. 248—50. 14/2. 1948. London, Univ., Birkbeck Coll.) 204.100

**Vanna Tongiorgi**, *Über die Anwesenheit von Neutronen bei den extensiven Schauern kosmischer Strahlen*. Vf. hat ein Experiment durchgeführt, um zu entscheiden, ob Neutronen bei den extensiven Schauern kosm. Strahlen anwesend sind oder nicht. Die Versuchsanordnung enthielt 3 Zählerketten, deren jede aus 4 GEIGER-MÜLLER-Zählern bestand, u. 2 gleichen Neutronendetektoren mit je 4 BF<sub>3</sub>-Proportionalzählern. Die Verss. wurden unter einer Decke von wenigen g/cm<sup>2</sup> eines leichten Stoffes in Meereshöhe durchgeführt. In 482 Stdn. wurden 25 901 extensive Schauer u. 117 Koinzidenzen, die nur von Neutronen herrührten, registriert. Verss. mit Cd-Folien (0,75 mm dick), mit denen Vf. alle Neutronenzähler umgab, bestätigten, daß die Verzögerungskoinzidenzen nur durch Neutronen verursacht worden sind. Die Ergebnisse zeigen eindeutig, daß Neutronen bei den extensiven Luftschauern existieren. Die Resultate stimmen mit denen anderer Autoren überein. Weitere Experimente zur Erforschung der Neutronenerzeugung bei extensiven Luftschauern sind in Vorbereitung. (Physic. Rev. [2] 73. 923—24. 15/4. 1948. Ithaka, N. Y., Cornell Univ., Labor. of Nuclear Studies.) 333.100

**Vanna Tongiorgi Cocconi**, *Über den Ursprung der Neutronen, die mit den extensiven Schauern kosmischer Strahlen verbunden sind*. In einer früheren Arbeit (vgl. vorst. Ref.) hat Vf. den Nachw. der Anwesenheit von Neutronen bei den extensiven Schauern kosm. Strahlen erbracht. Er hat nun weitere Experimente in Meereshöhe durchgeführt, um den Mechanismus der Erzeugung solcher Neutronen zu studieren. Die App. u. die Versuchstechnik sind die gleichen wie in der zitierten Arbeit. In 6 verschied. Versuchsanordnungen wird die Produktion dieser Neutronen in Paraffin, Luft u. Pb untersucht. Die in der Atmosphäre erzeugten Neutronen besitzen eine kleinere Energie als 10 MeV. Die Erzeugung solcher Neutronen in Paraffin ist schwach. Ein wesentliches Ergebnis ist, daß solche Neutronen im Pb hauptsächlich durch die Teilchen (Mesonen oder Kerne) der harten Komponente der kosm. Strahlen produziert werden. Man kann annehmen, daß die mit extensiven Schauern assoziierten wie auch die nichtassozierten Neutronen durch dieselbe durchdringende Komponente der kosm. Strahlen erzeugt werden. (Physic. Rev. [2] 74. 226—27. 15/7. 1948. Ithaka, N. Y., Cornell Univ., Labor. of Nuclear Studies.) 333.100

**R. Witty und P. Wood**, *Theoretischer Vergleich von mit Wechsel- und Gleichspannung betriebenen Röntgenröhren mit festen Antikathoden für kristallographische Zwecke*. Es wird die Intensität der charakterist. Strahlung sowie das Intensitätsverhältnis von charakterist. Strahlung u. Bremsstrahlung in Abhängigkeit von der Spannung für Gleich- u. Wechselspannung bis zur 6fachen Anregungsspannung berechnet. Die Ergebnisse sind in Form von Kurven wiedergegeben. Die Kurven für das Intensitätsverhältnis von charakterist. Strahlung u. Bremsstrahlung gehen bei der 4- bzw. 5fachen Anregungsspannung über ein Maximum. Etwa die 5fache Anregungsspannung ist daher die günstigste Betriebsspannung, da eine weitere Steigerung der Spannung zwar die Intensität der charakterist. Strahlung absol. etwas erhöhen, relativ zur Intensität der Bremsstrahlung aber vermindern würde. Die Intensitäten sind bei Gleichspannung etwas höher als bei Wechselspannung, doch bleibt das Verhältnis von charakterist. Strahlung zur Bremsstrahlung ungeändert. (Nature [London] 163. 323—24. 26/2. 1949. Manchester, Res. Dep., Metropolitan-Vickers Electrical Co., Ltd.) 272.110

**W. W. Buechner, R. J. Van de Graaff, E. A. Burrill und A. Spurduto**, *Röntgenstrahlen von dicken Antikathoden im Bereich von 1250—2350 Kilovolt*. Elektronen aus einem elektrostat. Beschleuniger werden mit einer magnet. Linse weiter fokussiert u. treffen in einer Vakuumkammer auf Antikathoden aus Be, Al, Cu, Ag, W u. Au. Gemessen wurde jeweils die Intensität der Röntgenstrahlen in einem Winkelbereich von 0—140° gegen die Richtung der Elektronen. Bei einer bestimmten Antikathode bewirkt eine Steigerung der Elektronenenergie in erster Linie eine Steigerung der Röntgenintensität nach vorwärts. Die durch Integration über dem gesamten Raumwinkel erhaltene totale Strahlungsintensität ist genau proportional der Ordnungszahl, in Übereinstimmung mit den Aussagen der BETHE-HEITLERSchen Theorie. Ebenso im Einklang mit dieser Theorie ist die Feststellung, daß in diesem Energiebereich (2,35 MeV, Au-Antikathode) 7,4% der einfallenden Energie in Strahlung übergeht. (Physic. Rev. [2] 74. 1348—52. 15/11. 1948. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol., Labor. of Nucl. Sci. and Engng.) 272.110

M. S. Paterson und E. Orowan, *Röntgenlinienverbreiterung an kaltbearbeiteten Metallen*. An Cu- u. Al-Drähten, die bei Raumtemp. u. tiefer Temp. (unter Anwendung von fl. N<sub>2</sub>) tordiert wurden, wurde durch Röntgenrückstrahlaufnahme die Verbreiterung einiger Interferenzlinien in Abhängigkeit von der Spannung der plast. Deformation beobachtet. Der Rückgang der Linienverbreiterung nach der Deformation erfolgt selbst nach längerer Zeit nicht in dem Maße, daß er einer Selbstvergütung oder Erholung entsprechen würde. Bei Übergang zu anderer Temp. während steigender Deformation wird jedoch die der neuen Temp. entsprechende Linienbreite annähernd erreicht. Gittererholung u. Rekristallisation mögen also zwar eine obere theoret., aber nicht die effektive Grenze für die beobachtete begrenzte Linienverbreiterung setzen. Diese steht wohl vielmehr in quantitativem Zusammenhang mit der Gesamtdeformation („yield stress“) des Körpers, wie auch Beobachtungen anderer Vff. vermuten lassen. (Nature [London] 162. 901—92. 25/12. 1948. Cambridge, Cavendish Labor.) 277.110

Gerhard Elwert, *Der Absorptionskoeffizient an der langwelligen Grenze des kontinuierlichen Röntgenspektrums*. Für viele Fragen der Astrophysik ist die Kenntnis der Grundvorgänge der Strahlungsemission- u. -absorption von Bedeutung, so für die Theorie der kosm. Kurzwellenstrahlung, welche durch Bremsung freier Elektronen an den Atomen eines interstellaren Gases entsteht. Zur Berechnung der Energie der Strahlung braucht man außer der Geschwindigkeitsverteilung der Elektronen den Wirkungsquerschnitt für Emission u. Absorption. Für diesen wird teils die korrespondenzmäßige-klass., teils eine wellenmechan. Formel verwendet. Vf. leitet, anschließend an die Arbeiten von SOMMERFELD, eine Formel ab, welche die beiden früheren Formeln als Grenzfälle enthält u. ihren Zusammenhang u. Gültigkeitsbereich klärt. (Z. Naturforsch. 3a. 477—81. Aug./Nov. 1948. Tübingen, Linsenbergrstr. 40.) 272.111

S. T. Stephenson und F. D. Mason, *Kontinuierliches Röntgenspektrum bis 13 Å*. Mit einem Vakuumspektrometer mit GEIGER-MÜLLER wird die kontinuierliche Röntgenstrahlung bis zu 13 Å u. bei Spannungen bis herunter zu 1,2 kV untersucht. Die Gesamtintensität scheint wie bei kürzeren Wellenlängen proportional der ersten Potenz der Ordnungszahl u. dem Quadrat der Spannung zu sein. Die Gestalt der Kurve (Intensität gegen Wellenlänge) ändert sich hingegen im langwelligen Gebiet deutlich. Das Maximum rückt näher an die kurzwellige Grenze als bei kurzen Wellenlängen, u. das allg. Bild erinnert an dasjenige der Strahlung einer dünnen Antikathode. (Physic. Rev. [2] 74. 1560. 15/11. 1948. Washington, State Coll.) 272.111

Gösta Brogren, *Eine neue Methode zur Untersuchung der Röntgenabsorptionsspektren von Gasen*. Die neue Meth. beruht auf dem Gedanken, das Gas, dessen Absorptionsspekt. untersucht werden soll, als Füllgas eines GEIGER-MÜLLER-Zählers zu verwenden. Die Brauchbarkeit des Verf. wurde durch die Unters. von Ar u. Amylchlorid nachgewiesen. Die beiden Gase wurden zunächst nach dem üblichen Verf. untersucht; sie wurden in eine 10 cm lange Absorptionskammer eingeschlossen, deren Fenster mit 20 µ dicker Cellophanfolie bedeckt waren. Die Intensität wurde mit Zählrohren gemessen, deren Füllgas aus Xenon u. Äthyläther bestand. Zur Prüfung des neuen Verf. wurde ein Zählrohr mit Ar (30 mm) u. Äthylalkohol (10 mm) gefüllt, ein zweites mit Amylchlorid (25 mm). Beide Röhren hatten gute Plateaus von 250 bzw. 350 V. Es ergab sich, daß das neue Verf. zuverlässig arbeitet; der Absorptionssprung u. die Feinstruktur ergaben dasselbe Bild wie mit dem alten Verf., wie die aufgenommenen Kurven zeigen. Intensitätsmäßig ist das neue Verf. günstiger, da die Absorption in den beiden Cellophanfolien der Absorptionskammer wegfällt, was bes. für das langwellige Gebiet von Bedeutung ist. Der Zweck der Meth. ist die Unters. der Absorptionskanten u. deren Feinstruktur bei einigen Gasen, bes. den Edelgasen. (Ark. Mat., Astronom. Fysik, Ser. B 36. 1—4. 21/1. 1949. Uppsala, Phys. Inst.) 272.111

Edvin Ferner, *Die Spektren von hochionisiertem Aluminium, Silicium und Schwefel*. Die vorliegende Arbeit erweitert u. vervollständigt im wesentlichen die Kenntnis der hochionisierten Spektren von Al, Si u. S. Die Vakuumfunkenpektren von Al u. Si wurden mit einem 5 m Konkavgitterspektrographen unter einem Glanzwinkel von 4° aufgenommen, die von S mit einem 4,7 m Konkavgitterspektrographen unter einem Glanzwinkel von 1°. Die gemessenen Wellenlängen von 517 Linien bei Al zwischen 39 u. 119 Å, 301 Linien bei Si zwischen 43 u. 236 Å, 85 Linien bei S zwischen 44 u. 73 Å werden in Tabellen wiedergegeben. Entsprechend einer Dispersion von 0,3—0,5 Å pro mm ist die durchschnittliche Genauigkeit 0,003 Å. Die meisten Linien wurden identifiziert. Termbestimmungen wurden für Al V bis Al XI, Si VI bis Si XII u. S VII bis S IX durchgeführt. Die Genauigkeit der Absolutwerte der Terme, die mit Hilfe der RYDBERG-Serien oder durch Extrapolation der isoelekt. Serien bestimmt wurden, dürfte ca. 0,3<sup>0</sup>/<sub>100</sub> des Absolut-

wertes des betreffenden Grundterms betragen. Mit dieser Arbeit sind nunmehr die Spektren der meisten Elemente der ersten u. zweiten Periode bis hinauf zu den lithumähnlichen Ionisierungsstufen eingehend untersucht. (Ark. Mat., Astronom. Fysik., Ser. A 36. Nr. 1. 1—65. 21/1. 1949. Uppsala, Phys. Inst.) 272.111

**D. H. Tombouliau**, *Strahlungsübergang innerhalb der L-Schale von Schwefel*. Während Übergänge von Leitungselektronen in das L<sub>III</sub>- u. L<sub>II</sub>-Niveau unter Emission der entsprechenden Spektren bei leichten Elementen festgestellt worden sind, konnten bisher solche Übergänge nach L<sub>I</sub> nicht gefunden werden. Das Fehlen des L<sub>I</sub>-Emissionsbandes kann auf andere konkurrierende Prozesse zurückzuführen sein, z. B. auf Übergänge L<sub>I</sub> → L<sub>III</sub> unter Emission von Strahlung oder auch ohne Strahlung mit Übertragung der Energie auf ein Valenzelektron. Neucrdings wurde vom Vf. eine Schwefellinie der Halbwertsbreite 1,5 eV bei 203 Å gefunden, die dem Übergang L<sub>I</sub> → L<sub>II</sub> entspricht. Bei Na, Al, Mg sind die Wellenlängen 375 bzw. 317 u. 290 Å. Strahlungslose Übergänge L<sub>I</sub>—L<sub>III</sub>, die energ. möglich sind, schwächen die weichen Röntgenemissionsbanden, an denen L<sub>I</sub> beteiligt ist, weiter. (Physic. Rev. [2] 74. 1887. 15/12. 1948. Ithaka, N. Y., Cornell Univ., Dep. of Phys.) 272.111

**P. Marmier, J.-P. Blaser, P. Preiswerk und P. Scherrer**, *Spektroskopische Messungen der Röntgenstrahlen der Radioelemente*. Ein RÖNTGEN-Strahlen-Spektrometer nach CAUCHOIS, wie es für die nuklearen Unterss. verwendet wird, u. mit einem Film oder einem GEIGER-Zähler als Detektor ausgerüstet ist, wird entworfen u. im einzelnen beschrieben. Eine genaue Unters. der Intensitätsfragen wird für den Fall, daß starke Strahlungsstörungen vorliegen, ausgeführt. Die RÖNTGEN-Strahlen eines 50 Min. Te-Isomeren werden gemessen; die Wellenlängen der K-Linien werden bestimmt. (Helv. physica Acta 22. 155 bis 163. 20/4. 1949.) 397.111

**H. von Klüber**, *Zur Bestimmung von Zeeman-Effekten im Sonnenspektrum*. Es wird auf einige einfache polarimetr. Anordnungen hingewiesen, die sich bei Verss. zur Best. von ZEEMAN-Effekten im Sonnenspekt. gut bewährt haben. Sie gestatten den (doppelten) Betrag der gesuchten ZEEMAN-Aufspaltung rein differentiell u. unverfälscht durch DOPPLER-Effekte zu ermitteln. Die Methoden dürften sich bes. auch für interferometr. Unterss. eignen. (Z. Astrophysik 25. 187—208. 31/12. 1948. Potsdam, Astrophysikal. Observatorium.) 283.134

**S. Golden und E. Bright Wilson jr.**, *Der Stark-Effekt für einen starren asymmetrischen Rotor*. Der STARK-Effekt, der bei der Wechselwrkg. eines gleichförmigen elektr. Feldes mit einem permanenten elektr. Dipol, der willkürlich innerhalb eines starren asymm. Rotors orientiert ist u. mit einem durch das Feld im Rotor induzierten Dipol auftritt, wird mit Störungsmethoden bestimmt. Tabellen für die Störung der Energieniveaus werden mitgeteilt, mit denen, für  $J \leq 2$ , die Rotationsenergien eines asymm. Mol. in einem elektr. Feld bequem bis zu im elektr. Feld quadrat. Gliedern angenähert werden können. Der Einfl. zufälliger Entartung auf den STARK-Effekt u. die Linienintensitäten wird betrachtet. Eine hinsichtlich gewisser Merkmale von STARK-Aufnahmen durchgeführte qualitative Diskussion ist nützlich bei der Identifizierung von Rotationslinien. (J. chem. Physics 16. 669—85. Juli 1948. Cambridge, Mass., Harvard Univ., Mallinckrodt Chem. Labor.) 283.135

**W. Steubing**, *Die untere Grenze des linearen Stark-Effektes von Wasserstoff*. In Feldern von 20000 V/cm aufwärts verläuft zwar der STARK-Effekt gemäß der Theorie linear, bis bei hohen Feldstärken der Effekt zweiter Ordnung durch Verschiebung der Komponenten sich bemerkbar macht. Unterhalb der genannten Feldstärke aber entspricht die Aufspaltung nicht der Theorie. Es ist vielmehr eine bestimmte Minimalfeldstärke (= untere Grenze) für jede Linie erforderlich, damit eine Verbreiterung der Linie, die sich in Komponenten auflöst, bemerkbar wird u. die verringerte Komponentenzahl, die erst bei größeren Feldstärken den experimentell gesicherten theoret. Komponenten entspricht, ist nicht durch die Unschärfe (Breite) der Einzelkomponenten oder zu geringe Dispersion des auflösenden Spektralapp. vorgetäuscht, sondern hängt zusammen mit einer bei einem bestimmten Schwellenwert einsetzenden Zerlegung. Da die Messungen bei H<sub>β</sub> u. H<sub>γ</sub> übereinstimmend den Beginn der Zerlegung für eine Feldstärke von 2000 V/cm liefern, ist anzunehmen, daß auch die anderen Serienglieder erst von diesem Wert an aufspalten u. in Einzelkomponenten zerfallen. (Z. Physik 125. 423—26. 1/3. 1949.) 283.135

**T. Wentink jr., M. W. P. Strandberg und R. Hillger**, *Stark-Effekt im COSe-Molekül*. An zahlreichen Linien des COSe-Spekt. werden im Mikrowellengebiet der STARK-Effekt u. die Dipolmomente für verschied. Zustände bestimmt. Die Werte für die einzelnen Se-Isotopen sind innerhalb der Meßfehler die gleichen. Die experimentellen Bedingungen werden kurz angegeben. (Physic. Rev. [2] 73. 1249. 15/5. 1948. Massachusetts, Inst. of Technol.) 283.135

H. G. Wolfhard und W. G. Parker, *Das Emissionsvermögen kleiner Partikel in Flammen.* Stationäre Flammen von Al-Flittern in Luft zeigen schwache AlO-Banden u. ein starkes Kontinuum vom Roten bis ins ferne Ultraviolett. Farbtemp. ungefähr 3600°. Theoret. kann gezeigt werden, daß die Flammen den Siedepunkt von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $2980^\circ \pm 60^\circ$ ) erreichen können. Durch Vgl. der Helligkeiten einer Kohlebogenanode mit der der Flammen bei 3100 Å, wo alles Bogenlicht absorbiert wird, ergibt ebenfalls ähnlich hohe Temperatur. Deshalb vermuten Vff. als Strahlungsursache gasförmiges  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oder andere, therm. angeregte gasförmige Produkte. Da kein so weitreichendes Kontinuum von gasförmigen Produkten bekannt ist, wird vermutet, daß kleine Tröpfchen von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , die durch Kondensation in der Flamme entstehen, die Emission verursachen. Die Temp. solcher kleinen, fein verteilten Partikel ist mit der Gastemp. identisch. Einige Partikel sind zweifellos kleiner als die Lichtwellenlänge u. der Absorptions- u. Emissionscharakter solcher Partikel verhält sich wie der von strahlendem Ruß. Die hohe Farbtemp. entspricht den opt. Eigg. kleiner Partikel. Mg verhält sich in gleicher Weise. (Nature [London] 162. 259. 14/8. 1948. South Farnborough, Hants, Chem. Dep.) 504.136

Renée Herman und Louis Herman, *Über das Nachleuchten im Balmer-Spektrum des  $\text{H}_2$ .* Zur Klärung verschied. Theorien über die Lebensdauer des  $\text{H}_2$ -Spektr., für die Lord RAYLEIGH experimentell für die BALMER-Linien  $10^{-4}$  Sek. gefunden hatte (Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A 183. [1944.] 26), führen Vff. neue Messungen durch. Die Versuchsanordnung gestattet die Trennung der Entladung vom Nachleuchten. Im Gemisch mit He oder Ne zeigt  $\text{H}_2$  ein starkes Nachleuchten, CO u. CH verhindern es. Durch Vgl. der Spektren zu Beginn des Nachleuchtens u.  $10^{-3}$  Sek. nach Beendigung der Entladung wird gezeigt, daß die BALMER-Linien weniger Änderung erleiden als die He I-Linien u. daß die Intensität der H I-Linien zeitlich zunimmt. Die Dauer der Linien nimmt mit der Quantenzahl  $n$  zu, u. die Intensitätsverteilung ist zeitlich schwankend. Die Lebensdauer von Hy nach Beendigung der Entladung wird zu  $10^{-4}$  Sek. gefunden. Sowohl Entladung als auch Nachleuchten wurden mit einem ARNULF-LYOT-Spektrographen aufgenommen. Die Ergebnisse zeigen, daß H-Atome die gesamte BALMER-Serie beim Nachleuchten emittieren. Die Stetigkeit der Linien an den Seriegrenzen deuten Vff. als strahlende Rekombination von Ion-Elektron. (Nature [London] 162. 261. 14/8. 1948. Paris, Labor. des Recherches Phys.) 504.136

Orren C. Mohler, *Atmosphärische Absorption von Wasserdampf zwischen 1,42 und 2,50  $\mu$ .* Vff. beobachtete bei seinen Unters. über das infrarote Sonnenspektr. eine große Anzahl von Linien, die von atmosphä. Wasserdampf herrühren. Eine Rotationsanalyse ergab folgendes: zwischen 1,34 u. 1,42  $\mu$  besteht vollkommene Absorption, die hauptsächlich der bekannten senkrechten Bande zuzuschreiben ist. Am langwelligen Ende dieses Gebietes tritt die gut entwickelte u. gut aufgelöste senkrechte Bande (021) auf; die meisten der Rotationsniveaus konnten festgelegt werden. Eine weitere vollkommene Absorption zwischen ca. 1,82 u. 1,97  $\mu$  wird verursacht durch die senkrechte Bande (011), welche von der viel schwächeren parallelen Bande (110) begleitet ist. Die stärksten Linien am kurzwelligen Flügel dieses Gebietes zwischen 1,71 u. 1,82  $\mu$  konnten zugeordnet werden. Eine Anzahl relativ schwacher Linien zwischen 2,00 u. 2,22  $\mu$  konnten als zur parallelen Bande (030) gehörig identifiziert werden. Tabellar. sind das Null-Rotationsniveau u. die angenäherten effektiven reziproken Trägheitsmomente für diese drei neu aufgelösten Banden zusammengestellt. (Physic. Rev. [2] 74. 702—03. 15/9. 1948. Lake Angelus, Pontiac, Mich., Univ., Mt. Math-Hulbert Observatory.) 110.136

R. C. Nelson und W. S. Benedict, *Absorption von Wasserdampf zwischen 1,34 und 1,97  $\mu$ .* Mittels PbS-Photoleitfähigkeitzelle, Spektrograph u. Verstärker wurde das Absorptionsspektr. von Wasserdampf zwischen 1,34 u. 1,97  $\mu$  untersucht. Der Absorptionsweg im Spektrographen betrug 11 m. Zwei Hauptabsorptionsgebiete wurden festgestellt, u. zwar zwischen 1,38 u. 1,48  $\mu$  sowie zwischen 1,78 u. 1,97  $\mu$ . Die Hauptabsorption zwischen 1,36 u. 1,42  $\mu$  ist der bekannten senkrechten Bande (101) zuzuordnen, doch gehören mehrere Linien zu einer schwächeren Bande vom parallelsymm. Typ (200). Eine Anzahl schwächerer Linien bei längeren Wellenlängen sind der senkrechten Bande (021) u. der parallelen Bande (120) zuzuordnen. In dem Gebiet des 1,9  $\mu$ -Gebietes ist die Absorption fast ganz der (011)-Bande zuzuordnen. Die Null-Rotationsniveaus u. die angenäherten effektiven reziproken Trägheitsmomente der Banden sind tabellar. zusammengestellt. (Physic. Rev. [2] 74. 703—04. 15/9. 1948. Washington, National Bureau of Standards.) 110.136

R. Edwin Worley, *Eine Untersuchung auf spektrale Absorption von aktivem Stickstoff.* Trotz neuer Messungen mit 13 m Schichtdicke mit einem 3 m-Gitterspektrographen im Gebiet 3600—4200 Å u. 4550—10950 Å konnte keine Absorption von akt. Stickstoff gefunden werden. Das Ausbleiben der ersten positiven Banden ( $\text{N}_2$ , B  $^3\Pi \leftarrow \text{A } ^3\Sigma$ ) wird

zum Teil dadurch erklärt, daß zu wenig Moll. den  $A^3\Sigma$ -Zustand beim Nachleuchten erreichen. Auch verringern Spuren von Hg-Dampf die Lebensdauer des metastabilen Zustandes. Die 0—0-Bande von  $N_2^+$  fehlt ebenfalls, nichtangeregte  $N_2^+$ -Ionen sind also keine prim. Energieträger. Es wird angenommen, daß mehrere Zustände des neutralen Mol. über der ersten Ionisationsgrenze liegen, metastabil sind u. an der Aktivierung beteiligt sind. (J. chem. Physics 16. 533—36. Mai 1948. Berkeley, Calif., Univ.) 345.136

**William V. Smith und R. L. Carter, Sättigungseffekt im Mikrowellenspektrum von Ammoniak.** Messungen der von  $NH_3$  im Zentrum der 3,3-Inversionslinie absorbierten Mikrowellenleistung  $\gamma P$  in Abhängigkeit von der eingestrahlenen Leistung  $P$  mittels einer 3,5 m langen Hohlleiterabsorptionszelle von 10,7·4,3 mm<sup>2</sup> Querschnitt.  $\gamma P$  stieg bei kleinen Leistungen zunächst proportional zu  $P$  an, bog aber bei einigen hundert  $\mu$ -Watt zu einem Sättigungswert um, der bis zu der höchsten benutzten Leistung ( $P = 6$  mW) innerhalb  $\pm 20\%$  konstant blieb. Der Eintritt der Sättigung hing vom Gasdruck ab. Die Breite der Absorptionslinie war unabhängig von der eingestrahlenen Leistung (ein Fehlergebnis, das in Physic. Rev. [2] 73. [1948.] 1053 berichtet wird, der Referent; vgl. nachst. Ref.) (Physic. Rev. [2] 72. 638—39. 1/10. 1947. Durham, N. C., Duke Univ., Phys. Dep.) 292.136

**Robert L. Carter und William V. Smith, Sättigungseffekt in der Mikrowellenabsorption von Ammoniak.** (Vgl. vorst. Ref.) Messungen des Absorptionskoeff. u. der Linienbreite der 3,3-Inversionslinie des  $NH_3$  bei verschied. Gasdrucken als Funktion der einfallenden Strahlungsleistung  $P$  mit einer Hohlleiterabsorptionszelle von 2 m Länge u. 10,7·4,3 mm<sup>2</sup> Querschnitt ergaben: Übersteigt  $P$  den Betrag von ca. 0,1 m Watt, so sinkt der Maximalwert des Absorptionskoeff. rasch ab, während die Halbwertsbreite ansteigt. Die Ergebnisse bestätigen die Aussagen der Theorie von KARPLUS u. SCHWINGER (Physic. Rev. [2] 73. [1948.] 1020): Die Sättigungseffekte sind proportional der Strahlungsintensität u. umgekehrt proportional dem Quadrat der Linienbreite. (Physic. Rev. [2] 73. 1053—58. 1/5. 1948. Durham, N. C., Duke Univ., Dep. of Phys.) 292.136

**Robert Karplus, Sättigungseffekte im Mikrowellenspektrum von Ammoniak.** Vgl. vergleicht die von BLEANEY u. PENROSE (Proc. physic. Soc. 60. [1948.] 83) gefundenen Ergebnisse über Sättigungseffekte an der 3,3-Inversionslinie des Ammoniaks mit der von ihm u. SCHWINGER verfaßten Theorie (Physic. Rev. [2] 73. [1948.] 1020) u. findet, daß die Zahl der Stöße, die für die Einstellung des therm. Gleichgewichts wirksam sind, gleich der Zahl der Stöße ist, die zur Unterbrechung des Strahlungsprozesses führen. Offenbar ist also jeder Stoß gleichzeitig in beiderlei Hinsicht wirksam. (Physic. Rev. [2] 73. 1120. 1/5. 1948. Cambridge, Mass., Harvard Univ., Mallinckrodt Chem. Labor.) 292.136

**Robert Karplus, Sättigungseffekte in der Mikrowellenspektroskopie.** Kurze Übersicht u. krit. Beurteilung der bisher gefundenen Ergebnisse über Sättigungseffekte an der 3,3-Inversionslinie des  $NH_3$ . Es scheint, daß alle ZEEMAN-Komponenten einer Absorptionslinie unabhängig voneinander bei der Absorption wirksam sind u. daß alle mol. Zusammenstöße zur Einstellung des therm. Gleichgewichts beitragen. (Physic. Rev. [2] 74. 223—24. 15/7. 1948. Cambridge, Mass., Harvard Univ., Mallinckrodt Chem. Labor.) 292.136

**Kurt Lidén, Wellenlängenmessungen und neue Energieniveaus im Bogenspektrum von Fluor, F I.** Mit einem Prismenspektrographen u. Hohlkathode nach SCHÜLER u. GOLLENOW (C. 1935. I. 2702) wird das Bogenspektr. von Fluor ( $SF_6$  u.  $LiF$ ) von 5400 bis 7100 Å aufgenommen. Durch Frequenzmessung u. Berechnung der Terme können 60 neue Linien den Elektronenübergängen 3 p—5 s u. 3 p—4 d zugeordnet werden. Alle theoret. vorausgesagten ( $^3P$ ) 5 s- u. ( $^3P$ ) 4 d-Energieniveaus wurden bestimmt u. vom Standpunkt der Quantentheorie aus diskutiert. (Ark. Mat., Astronom. Fysik, Ser. A 35. Nr. 24. 1—15. Sept. 1948. Lund, Univ., Phys. Labor.) 345.136

**Kurt Lidén, Stark-Effekt im Spektrum des neutralen Fluors, F I.** Im Bogenspektrum von Fluor (5400—7000 Å) wird der STARK-Effekt bei Feldstärken von 35—180 kV/cm gemessen. Ausführliche Tabellen u. Abbildungen der Frequenzverschiebungen von 44 Linien, die den Übergängen ( $^3P$ ) 3 p—4 d, ( $^3P$ ) 3 p—5 s u. ( $^1D$ ) 3 s—3 p angehören. Die Linien des Übergangs ( $^3P$ ) 3 s—3 p, im Gebiet 6000—7800 Å mit einem Gitterspektrographen aufgenommen, zeigen bei 150 kV/cm keine meßbaren Effekte. Die Verschiebungen der ( $^3P$ ) 4 d-, 5 s- u. ( $^1D$ ) 3 p-Niveaus werden quantenmechan. diskutiert. (Ark. Mat., Astronom. Fysik, Ser. A 35. Nr. 23. 1—22. Sept. 1948. Lund, Univ., Phys. Labor.) 345.136

**George A. Hornbeck, Kontinuierliche Spektren und OH-Absorption in Kohlenmonoxyd-Sauerstoff-Explosionen.** Bei  $CO-O_2$ -Explosionen wird die Bandenstruktur des Spekt. gewöhnlich durch ein starkes Kontinuum verdeckt. Vf. findet, daß bei höherem  $O_2$ -Anteil (bis 65 Mol-%) das Kontinuum schwächer wird. Er beobachtet in den Explosionen solcher

Mischungen (techn. CO mit 1,5% N<sub>2</sub> u. H<sub>2</sub>, gemischt mit reinem O<sub>2</sub>) mit einem 21 Fuß-Gitterspektrographen in Absorption u. Emission Banden, die als die OH-Banden (0—0), (1—0), (2—0) u. (3—0) bei 3064, 2811, 2609 u. 2444 Å bezeichnet werden. (J. chem. Physics 16. 845—46. Aug. 1948. Silver Spring, Md., Johns Hopkins Univ., Appl. Phys. Labor.) 345.136

G. A. Hornbeck, *Nachtrag zur Arbeit: Kontinuierliches Spektrum und OH-Absorption in Kohlenstoffmonoxyd-Sauerstoff-Explosionen*. In dem oben mitgeteilten Spektr. (vgl. vorst. Ref.) wird der Teil mit Bandenstruktur jetzt dem  $^3\Sigma \rightarrow ^3\Sigma$ -Übergang des neutralen Sauerstoffmol. zugeordnet. In einer Reihe von Messungen wurde die Existenz mehrerer Banden sichergestellt, die diesem Übergang im Spektr. der CO-O-Explosion angehören. (J. chem. Physics 16. 1005. Okt. 1948. Silver Spring, Md., Johns Hopkins Univ., Appl. Phys. Labor.) 345.136

A. Harry Sharbaugh, *Mikrowellen-Bestimmung der Molekülstruktur von Chlorsilan*. Messungen der 1 → 2-Rotationslinien u. ihrer Hyperfeinstruktur an SiH<sub>3</sub><sup>35</sup>Cl u. SiH<sub>3</sub><sup>37</sup>Cl ergaben B<sub>0</sub> = 0,2226<sub>2</sub> u. 0,2172<sub>3</sub> cm<sup>-1</sup> u. damit die Trägheitsmomente I<sub>B</sub> = 125,7<sub>1</sub> u. 128,8<sub>1</sub> · 10<sup>-40</sup> g · cm<sup>2</sup>. Die Hyperfeinstruktur ist mit einem Cl-Kernspin von  $\frac{3}{2}$  h im Einklang, die Quadrupolwechselwirkungskonstanten ergeben sich zu -40 u. -30 MHz. Mit den von DAVIS, FIELD, ZABEL u. ZACHARIAS (C. 1949. II. 1157) bestimmten Quadrupolmomenten von <sup>35</sup>Cl u. <sup>37</sup>Cl erhält man daraus die Inhomogenität des elektr. Feldes am Ort des Cl-Kerns zu  $\delta^2 V/\delta z^2 = 7 \cdot 10^{15}$  e.s.E. Mit einem Si-H-Abstand von 1,456 Å (Ultrarot, TINDAL, STRALEY u. NIELSEN, Physic. Rev. [2] 62. [1942.] 151) liefern die I<sub>B</sub>-Werte einen Si-Cl-Abstand von 2,035 Å u. einen H-Si-H-Winkel von 103°57'. Elektronenbeugung ergab Si-Cl = 2,06 ± 0,05 (LIVINGSTONE u. BROCKWAY, J. Amer. chem. Soc. 68. [1946.] 719). (Physic. Rev. [2] 74. 1870. 15/12. 1948. Schenectady, N. Y., General Electric Res. Labor.) 292.136

G. E. Becker und P. Kusch, *Über die Hyperfeinstruktur von Gallium*. Bestimmt wurden die Hyperfeinstrukturen des Grundzustandes  $^2P_{1/2}$  u. der metastabilen Zustände  $^2P_{3/2}$  von <sup>69</sup>Ga u. <sup>71</sup>Ga nach der atomstrahlmagnet. Resonanzmethode. Die h.f.s.-Niveaus für ein Atom, dessen Kern einen magnet. Dipol, einen elektr. Quadrupol u. ein magnet. Oktupolmoment hat, können wiedergegeben werden durch die Formel  $W = aC/2 + bC/(C+1) + c(C^3 + 4C^2 + 4C/5)$ , wo  $C = F(F+1) - I(I+1) - J(J+1)$  ist. Für den metastabilen Zustand von Ga mit  $I = J = \frac{3}{2}$  gibt es vier Niveaus bei einem äußeren magnet. Feld von Null entsprechend  $F = 3, 2, 1, 0$ . Die Best. der Trennungen dieser Niveaus erlaubt die Berechnung der Konstanten a, b, c in der obigen Gleichung. Es wurde gefunden, daß nur die beiden ersten Terme notwendig sind, um die Hyperfeinaufspaltung innerhalb der Meßgenauigkeit für jedes Ga-Isotop zu erklären. Eine obere Grenze für den Wert von c ist  $3 \cdot 10^{-9}$  cm<sup>-1</sup>. Weitere Ergebnisse sind für <sup>69</sup>Ga:  $a = 6,3644 \cdot 10^{-3}$  cm<sup>-1</sup> =  $190,790 \cdot 10^6$  sec<sup>-1</sup>,  $b = 8,6894 \cdot 10^{-5}$  cm<sup>-1</sup> =  $2,6049 \cdot 10^6$  sec<sup>-1</sup>,  $Q = 0,186 \cdot 10^{-24}$  cm<sup>2</sup>, für <sup>71</sup>Ga:  $a = 8,0868 \cdot 10^{-3}$  cm<sup>-1</sup> =  $242,424 \cdot 10^6$  sec<sup>-1</sup>,  $b = 5,4750 \cdot 10^{-5}$  cm<sup>-1</sup> =  $1,6416 \cdot 10^6$  sec<sup>-1</sup>,  $Q = 0,117 \cdot 10^{-24}$  cm<sup>2</sup>. Bestimmt wurden außerdem die  $\Delta v$  des n. Zustandes für jedes Isotop. Hierbei ergab sich für <sup>69</sup>Ga  $\Delta v = 0,089319$  cm<sup>-1</sup> u. für <sup>71</sup>Ga  $\Delta v = 0,113488$  cm<sup>-1</sup>. Das Verhältnis  $\Delta v_{71}/\Delta v_{69} = 1,27059$  steht in guter Übereinstimmung mit dem Quotienten  $a_{71}/a_{69} = 1,27063$ . (Physic. Rev. [2] 73. 584—91. 15/3. 1948. New York, N. Y., Columbia Univ.) 110.136

Klaus Schäfer und E. Wicke, *Raman-Spektrum, Molekelgestalt und thermodynamische Eigenschaften des Chlortrifluorids*. Es wurde das RAMAN-Spektr. des Chlortrifluorids im fl. Zustand aufgenommen. Die Ergebnisse wurden unter der Annahme verschied. Molekülmodelle diskutiert. Als wahrscheinlichstes Modell wird die symm. Pyramide abgeleitet. Die überzähligen Linien werden Verunreinigungen zugeschrieben. Ungefähre Winkel u. Abstände werden aus den Frequenzhöhen abgeleitet u. daraus wiederum das mittlere Trägheitsmoment. Weiterhin ergeben sich, allerdings ohne Berücksichtigung der Anharmonizitäts- u. Streckungseffekte, die freie Enthalpie, Entropie u. Molwärme. Diese Funktionen werden zur absol. Berechnung des Gleichgewichtes  $\text{ClF}_3 \rightleftharpoons \text{ClF} + \text{F}_2$  verwendet u. der Dissoziationswärme für 298° K zu  $26,5 \pm 0,5$  kcal/mol berechnet, in guter Übereinstimmung mit früheren u. eigenen gasthermometr. Messungen. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 52. 205—09. Nov. 1948. Göttingen, Univ. Inst. für physikal. Chem.) 238.137

P. Hoffmann und T. J. Hanwick, *Raman-Spektrum bestimmter Phosphorsäuren und ihrer Salze*. Es werden ohne weitere Erläuterungen die RAMAN-Spektren mitgeteilt von *Trikaliumphosphat*, *Dinatriumhydrogenphosphat*, *Metaphosphorsäure* u. *Kaliumpyrophosphat* u. mit früheren Messungen, soweit möglich, verglichen. (J. chem. Physics 16. 1163. Dez. 1948. New York, Univ., Dep. Phys.) 238.137

John T. Neu und William D. Gwinn, *Raman-Spektrum von Germanium- und Bleitetrachlorid*. Zur Überprüfung der von J. H. HILDEBRAND (vgl. C. 1948. II. 802) festgestellte Beziehung zwischen den RAMAN-Frequenzen u. den Abständen der Atome in Tetrachloriden, werden die RAMAN-Spektren von Germanium- u. Bleitetrachlorid aufgenommen. Während sich die Linien des PbCl<sub>4</sub> völlig zwanglos in die Reihe der übrigen Tetrahalogenide einordnen, bleibt die Abweichung für  $\omega_3$  beim GeCl<sub>4</sub> bestehen. Diese Abweichung wird mit der M. des Zentralatoms erklärt, das sich beim Germanium ebenfalls an dieser Schwingung beteiligt. Damit in Übereinstimmung zeigt das Germanium in bezug auf die Bindekräfte keine Abweichung mehr. (J. Amer. chem. Soc. 70. 3463—65. Okt. 1948. Berkeley, Univ. of California, Chem. Labor.) 238.137

S. Chandrasekhar, *Zur exakten Lösung für das Problem der Lichtstreuung durch eine planparallele Atmosphäre gemäß den Rayleighschen Gesetzen*. In Übereinstimmung mit den Gesetzen von RAYLEIGH u. unter geeigneter Berücksichtigung der Polarisationscharakteristik des Strahlungsfeldes werden für den Fall eines parallelen einfallenden Strahls die Gleichungen des Strahlungsübergangs formuliert u. streng gelöst. (Physic. Rev. [2] 73. 1233. 15/5. 1948. Chicago, Univ.) 283.138

Peter Brauer, *Über die Reflexion weißen Lichtes an mit mehreren dünnen Schichten bedecktem Glase*. V. berechnet die gesamte Lichtreflexion eines breiten Spektralbereiches an einer nicht absorbierenden Substanz (Glas), die mit einer beliebigen Zahl nicht absorbierender dünner Schichten bedeckt ist. (Kolloid-Z. z. Z. verein. Kolloid-Beih. 110. 93—97. Aug. 1948. München, Opt. Werke Steinheil, Physikal. Labor.) 251.138

A. F. Turner, *Erhöhung des Reflexionsvermögens von Metallen durch Mehrschichten*. Kurzer Bericht über eine Meth. zur Erhöhung des Reflexionsvermögens von Metalloberflächen. Auf diese werden  $\lambda/4$ -Schichten von abwechselnd niedrigem u. hohem Brechungsindex aufgebracht. Die Reflexion eines Al-Spiegels für weißes Licht ließ sich z. B. bei senkrechtem Einfall von 91 auf 96% erhöhen, wenn je eine  $\lambda/4$ -Schicht von MgF<sub>2</sub> u. ZnS aufgetragen wurde. Mit einem zweiten Paar dieser Schichten stieg die Reflexion sogar auf 98%. (J. opt. Soc. America 36. 711. 1946. referiert nach Optik [Stuttgart] 3. 169. 1948.) 251.138

E. Reeger, *Die Streufunktion von Rauch und künstlichem Nebel nach Laboratoriumsmessungen*. V. berichtet über die Abhängigkeit des Streulichtes vom Winkel zwischen Primärstrahlung u. Streustrahlung bei verschied. Rauchen u. Nebeln (Rauch verschied. Räucherkerzen, Nebel aus Chlorsulfonsäure, Zigarettenrauch). Diese werden in eine abgeschlossene Kammer eingeführt, durch einen Primärstrahl aus einer Wolframpunktlampe beleuchtet u. die Streustrahlung unter verschied. Winkeln gegen die Einfallsrichtung mittels einer Selensperreichtzelle gemessen. Es zeigt sich generell, daß die Form der Streufunktion nur wenig von der Natur des streuenden Stoffes abhängt. Man erhält eine starke Vorwärtsstreuung, d. h. hohe Streuwerte bei kleinen Winkeln gegen die Primärstrahlung, dann starken Abfall u. bei großen Winkeln (über ca. 120°) wieder einen schwachen Anstieg. Im wesentlichen stimmen die Meßkurven mit den an atmosphär. Dunst gewonnenen überein. (Optik [Stuttgart] 4. 194—205. 1948/49. Jena, Univ., Sternwarte u. meteorolog. Anstalt.) 251.138

Jean-Loup Delcroix, *Verwendung der Lippmannplatten als Filter*. V. untersucht das opt. Verh. von LIPPMANNschen Interferenzplatten, die durch Belichtung mit der grünen Hg-Linie hergestellt wurden, bes. bei Temp.- u. Feuchtigkeitsänderungen. Nach Belichtung u. Fixierung zeigte die Platte eine sehr enge Absorptionsbande. Ihre Lage u. Schwärzungsverteilung hängt von der Belichtungsdauer ab. Das von der LIPPMANN-Platte reflektierte Licht zeigt ein Linienspektr. mit Verstärkung in der Nähe der eingestrahlten Wellenlänge. Die Linien verschwinden bis auf die Satellitenlinie u. die Bande bei Unterbindung der Lichtreflexion an der Gelatineoberfläche. Bei Erhöhung des hygroskop. Zustandes der Gelatine der LIPPMANN-Platte (durch Temp.- oder Feuchtigkeitsänderung) tritt eine Verschiebung der Absorptionsbande nach größeren Wellenlängen ein. Das opt. Verh. kann auf Grund vereinfachter Annahmen in groben Zügen, nicht aber in den Einzelheiten, theoret. erfaßt werden. (Rev. Opt. théor. instrument 27. 493—509. Aug./Sept. 1948.) 378.138

M. A. Poral-Koschitz, Die röntgenographische Untersuchung der Struktur des Kaliumtetrantropalladats. M.-L. Ausg. der Akad. der Wiss. der UdSSR. 1948. (106 S.) Rbl. 6,— [in russ. Sprache].

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

I. Amdur, *Berechnung der Transporteigenschaften von Gasen*. HIRSCHFELDER, BIRD u. SPOTZ (C. 1949. II. 393) haben kürzlich über eine Meth. zur Berechnung der Transporteigg. nichtpolarer Gase berichtet, die zu ausgezeichneten Beziehungen zu den experimen-

tellen Ergebnissen führt. Sie werten die klass. geschwindigkeitsabhängigen Wirkungsquerschnitte für Viscosität u. Wärmeleitfähigkeit aus fundamentalen Beziehungen aus. Vf. benutzt eine indirekte Annäherung bei der Berechnung dieser Größen. Es wird angenommen, daß bei einer Geschwindigkeit  $v$  das Verhältnis der Wirkungsquerschnitte zu den klass. totalen Stoßquerschnitten die gleiche ist für ein reales Gas wie für das Hartkugelmodellgas. Diese indirekte Meth. hat dieselbe Genauigkeit wie die von HIRSCHFELDER, BIRD u. SPOTZ, erlaubt größere Freiheiten in der Wahl der Formen für die Funktion der potentiellen Energie zwischen den Moll. u. erfordert keine numer. Integration. Die gute Übereinstimmung zwischen Experiment u. Rechnung für die Transporteigg. der 5 Edelgase (z. B. für die Viscositäten von 14—550° K) scheint die Annahme, die über die Wirkungsquerschnitte als Funktion von  $v$  gemacht wurden, zu rechtfertigen. (J. chem. Physics 17. 100—01. Jan. 1949. Cambridge, Mass., Inst. Technol.) 450.179

J. S. Rowlinson, *Die Transporteigenschaften nicht-polarer Gase*. HIRSCHFELDER, BIRD u. SPOTZ haben Tabellen zur Berechnung der Viscosität u. Wärmeleitfähigkeit von VAN DER WAALSschen Gasen veröffentlicht (C. 1949. II. 393). Vf. berichtet über eine unabhängige, gleichzeitig durchgeführte Unters. desselben Problems mit einer anderen Annäherungsmeth., aber gleichen Ergebnissen. Die Dynamik eines Zusammenstoßes wurde behandelt nach einer im einzelnen nicht mitgeteilten Meth., die der von BURNETT ähnlich sein soll (Proc. Cambridge philos. Soc. 33. [1937.] 363). In einer Tabelle wurden vom Vf. errechnete Ausdrücke mit den von HIRSCHFELDER, BIRD u. SPOTZ mitgeteilten verglichen. Diese zur Berechnung der Transporteigg. benötigten Werte stimmen bis auf wenige % überein. (J. chem. Physics 17. 101. Jan. 1949. Oxford, Univ.) 450.179

K. R. Atkins, *Transportgeschwindigkeiten in Filmen flüssigen Heliums*. Es wird über neue Unterss. der Strömungsverhältnisse von ROLLIN-Filmen berichtet, welche alle Oberflächen bedecken, die mit suprafl. He II in Berührung stehen. Dabei wird im Widerspruch mit früheren Ergebnissen von DAUNT u. MENDELSSOHN folgendes beobachtet: Bei geeigneter experimenteller Anordnung kann sich der auf die Zeiteinheit bezogene Betrag strömender Fl. beträchtlich mit der Höhe des Films ändern. Es existiert ein Effekt, der einer Druckabhängigkeit gleicht. Es können höhere Übertragungsmengen, als nach den bisherigen Messungen bekannt, u. zwar bis zu  $10^{-3}$  cm<sup>3</sup>/sec je cm Filmbreite auftreten; der Sättigungswert wird erreicht bei ca. 0,001° Temperaturdifferenz zwischen den beiden He-Behältern. (Nature [London] 161. 925—27. 12/6. 1948. Cambridge, Royal Soc. Mond Labor.) 283.179

Laszlo Tisza, *Die Greensche Theorie des flüssigen Heliums*. Zu der Theorie von GREEN (vgl. C. 1949. II. 289), welcher die BORN-GREENSche Theorie der Fl. auf He II angewendet hat, werden einige Bemerkungen u. gewisse Vorbehalte geäußert. Sie beziehen sich vor allem auf die Erklärung des  $\lambda$ -Punktes, die Analogie zwischen Supra-Fl. u. Supraleitfähigkeit u. die Frage, ob die BOSE-EINSTEIN-Kondensation in die quantenmechan. Theorie einzubauen ist. — In seiner anschließenden Erwiderng bestätigt GREEN seine Übereinstimmung mit TISZA in der Ansicht, daß das Verh. von He II nicht durch die Annahme extremer Werte für makroskop. Parameter erklärt werden kann u. daß es nötig ist, die klass. Formulierung der Gesetze der Hydro- u. Thermodynamik abzuändern. Die Einwände TISZAs beruhen nach GREENs Meinung in der Hauptsache wohl auf der irrtümlichen Identifizierung der BORN-GREENSchen „potentiellen Viscosität“ mit der „dynam. Viscosität“, die TISZA in seiner phänomenolog. Theorie (vgl. C. 1948. II. 696) benutzt. (Nature [London] 162. 102—03. 15/1. 1949. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol.) 283.179

I. Pomerantschuk, *Der Einfluß von Beimischungen auf die thermodynamischen Eigenschaften und die Geschwindigkeit des zweiten Schalles in Helium II*. In He II enthaltene Beimischungen gehen in dessen n. Teil ein. Da der n. Teil von He II mit einer Temperaturerniedrigung rasch absinkt, können selbst geringfügige Beimischungen große Änderungen der thermodynam. Eig. sowie des 2. Schalles hervorrufen, was in vorliegender theoret. Arbeit näher dargelegt wird. Die Geschwindigkeit des 2. Schalles in He II mit Verunreinigungen geht gegen 0 für  $T \rightarrow 0$ , während sie für reines He II gegen den konstanten Wert  $u_1/\sqrt{3}$  strebt ( $u_1$  Geschwindigkeit des n. Schalles) (vgl. auch LANDAU u. POMERANTSCHUK, C. 1948. II. 1374). (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 19. 42—53. Jan. 1949. Akad. der Wiss. der UdSSR.) 421.179

Cyril H. Meyers, *Druck-Volum-Temperatur-Daten für Sauerstoff*. Für O<sub>2</sub> werden die Virialkoeffizienten der Gleichung  $P V/R T = 1 + B/V + C/V^2 + D/V^3$  als Temperaturfunktionen im Bereich von -200 bis +200° gegeben. Die in pounds/inch<sup>2</sup> angegebenen Drucke sind von -50 bis +150° F bis herauf zur 320fachen D. des O<sub>2</sub> bei 70° F u. 1 at tabuliert, außerdem werden die Daten graph. dargestellt. (J. Res. nat. Bur. Standards 40. 457—66. Juni 1948. Washington.) 205.181

G. L. Pickard und F. E. Simon, *Die Atomwärmen von Palladium, Natrium und Quecksilber bei tiefen Temperaturen.* Die spezif. Wärmen von Pd u. Na werden im Bereich zwischen He u. H<sub>2</sub>-Temp., von Hg zwischen He u. fl. Luft-Temp. gemessen. Bei Pd ergibt sich ein hoher Beitrag der Elektronen zur Atomwärme, zwischen 2 u. 22° K ist sie 0,0000224 T<sup>3</sup> + 0,0031 T cal/grad. Das den elektron. Beitrag wiedergebende lineare Glied ist erheblich größer als bei Nickel. Die Atomwärme des Na zeigt bei ca. 7° K eine Anomalie in Gestalt eines Buckels. Die von BRIDGMAN angenommene Umwandlung des Hg bei Temp. unterhalb des fl. O<sub>2</sub> konnte nicht gefunden werden, bei der Temp. des festen H<sub>2</sub> liegt ein Buckel. Bei tiefen Temp. ist die Atomwärme des Hg anomal hoch. Für die drei untersuchten Metalle werden die Atomwärmen, Entropien, Enthalpien u. freien Energien in 10°-Intervallen bis 300° K tabuliert. Bei 300° K sind C<sub>p</sub>, S—S<sub>0</sub> u. I—I<sub>0</sub> für Pd 6,27, 9,09 u. 1320, für Na 6,83, 12,36 u. 1573, für Hg 6,65, 18,52 u. 2258. (Proc. phys. Soc. 61. 1—9. 1/7. 1948. Oxford, Clarendon Labor.) 205.182

I. I. Tschernjajew, W. A. Ssokolow, N. Je. Schmid und G. Ss. Muraweisskaja, *Über die Wärmekapazität räumlicher Isomeren des Diamindichlorids des Platins.* Es wird die linear ansteigende Wärmekapazität von (NH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)Pt im Bereich von 22—78° (c<sub>p</sub> = 0,121 bei 22°, 0,128 bei 78°) u. des Transisomeren des Dichlordiamins von Pt im Bereich von 27—45° (im wesentlichen dieselbe Abhängigkeit, jedoch starke „Streuwerte“) gemessen. Die Wärmekapazität erlaubt Rückschlüsse auf das cis-trans-Gleichgewicht. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 62. 235—38. 11/9. 1948. Kurnakow-Inst. für allg. u. anorgan. Chem. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 421.182

## B. Anorganische Chemie.

E. Bischof und K. Würker, *Über die laboratoriumsmäßige Darstellung des Ammoniumsulfats.* Infolge zeitbedingter Schwierigkeiten waren Vf. gezwungen, mit einfachen Mitteln nach bekannten Verf. laboratoriumsmäßig Ammoniumsulfat herzustellen. Die App. u. ihre Bedienung werden sehr ausführlich beschrieben. (Metall 1948. 309—401. Dez. Sömmerrda, Thür., Rheinmetall-Borsig A. G.) 212.238

Hans König, *Über das Schmelzen des Kohlenstoffs.* Vf. glaubt die Angaben von STEINLE u. BASSET, wonach bei widerstandsgeheizten Kohlestäben ein Schmelzen des Kohlenstoffs erst bei einem Druck von 100 at (Argon) auftreten soll, mit älteren Beobachtungen über das Schmelzen bei atmosphär. Druck auf Grund von elektronenmkr. Beobachtungen anderer Art in Einklang bringen zu können. Bei Abbildung von Bakterien auf einer Zaponlackhaut im Übermikroskop werden diese formbeständig verkohlt u. die Zaponlack-schicht wandelt sich in eine Graphithaut um. Bei Steigerung der Elektronendichte schmelzt schließlich das Präp. mit der Graphithaut zu Tropfen zusammen. Die Tropfenbildung konnte auch an Zuckerkohle beobachtet werden. Die zunächst eckig begrenzten Teilchen verwandeln sich bei einer gewissen Objektbelastung in rasch bewegliche Kugeln, die in wenigen Sek. verdampfen. Bei rechtzeitiger Verminderung der Elektronendichte erstarren die Tropfen wieder. Durch mehrfache Wiederholung des Aufschmelzens u. Erstarrens bilden sich sechseckige Teilchen. Auch Diamantstaub läßt sich auf diese Weise schmelzen. Durch die Absorption der Elektronen müssen in den Präp. Temp. um 4000° absol. entstehen. Diese Temp. ergeben sich auch rechner., wenn angenommen wird, daß (bei Vernachlässigung der Wärmeableitung u. Berücksichtigung der Abstrahlung nach STEFAN-BOLTZMANN) die gesamte eingestrahlte Energie absorbiert wird. Während beim Durchschmelzen von Kohlestäben durch den elektr. Strom die Bedingungen für das Auftreten eines Schmelzregulus infolge der großen Verdampfungsgeschwindigkeit äußerst ungünstig sind, wird im Elektronenmikroskop die Verdampfungsgeschwindigkeit verringert, weil die spontane Aufheizung der Kohleteilchen von innen her erfolgt, solange ihre Oberfläche noch fest ist. Beim Durchschmelzen von Kohlestäben läßt sich ein Schmelzregulus erhalten, wenn im Augenblick des Schmelzens der Druck des umgebenden indifferenten Gases um einige Zehnerpotenzen größer ist als der Dampfdruck des C, weil dann das rasche Wegdiffundieren der C<sub>2</sub>-Moll. behindert wird. Vf. kommt zu dem Schluß, daß das Auftreten eines Schmelzregulus bei 100 at Druck nichts mit dem Druck im Tripelpunkt zu tun hat. Alle Beobachtungen lassen sich miteinander in Einklang bringen, wenn man den Tripelpunkt bei ungefähr 3800° absol. u. ca. 1 at annimmt, was bedeutet, daß Kohlenstoff bei Atmosphärendruck schmelzbar ist. (Naturwiss. 34. 108—10. 1947, ausgef. Jan. 1948. Göttingen, Univ., III. Physikal. Inst.) 285.270

Edmond Grillot, *Untersuchung über einige unvollkommene Komplexe des zweiwertigen Bleis.* III. Mitt. Bleiverbindungen der Monochloressigsäure. (II. vgl. Bull. Soc. chim. France. Mém. [5] 15. [1948.] 1031) Zur Herst. von Pb(CH<sub>2</sub>ClCOO)<sub>2</sub> (I) läßt man eine kochende Lsg. der CH<sub>2</sub>ClCOOH auf die berechnete Menge frisch gefälltes PbCO<sub>3</sub> einwirken. In der ab-

kühlenden Lsg. erscheinen weiße Krystalle, deren Zus. der genannten Formel entspricht. Seine Löslichkeit steigt fast linear mit der Temp.; sie ist bedeutend geringer als die des  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ . In über  $80^\circ$  warmen wss. Lsgg. unterliegt I einer deutlichen Hydrolyse:  $\text{CH}_2\text{ClCOO}' + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{CH}_2\text{OHCOO}' + \text{H}' + \text{Cl}'$ . Nach 48std. Kochen äquimol. Mischungen von I u.  $\text{PbCO}_3$  mit W. am Rückflußkühler entstehen in der abgekühlten Fl. Krystalle, die der Formel  $\text{PbCl}(\text{CH}_2\text{OHCOO})$  entsprechen. — I löst sich in verd., kalten oder warmen Lsgg. von  $\text{NH}_3$  in ausgekochtem W. rasch u. in viel stärkerem Maße als in Wasser. Nach einiger Zeit erscheint ein weißer Nd.:  $2(\text{CH}_2\text{ClCOO})_2\text{Pb} + 2\text{NH}_4\text{OH} = 2\text{CH}_2\text{ClCOONH}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{Pb}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{ClCOO})_2$  (II). Die Lsg. muß vor dem Zutritt des  $\text{CO}_2$  der Luft geschützt werden; auch das Filtern u. Waschen des Nd. mit ausgekochtem W. muß unter Luftabschluß vor sich gehen. II ist unlös. in kaltem, wenig lösl. in warmem Wasser. Erhitzt man 5 g I u. 6 g II mit  $100\text{ cm}^3$   $\text{CO}_2$ -freiem W. kurz zum Kochen, kühlt ab, filtriert den Überschuß an I ab u. läßt das Filtrat im Vakuum über  $\text{CaCl}_2$  verdunsten, so erhält man sehr wasserlös. Krystalle von  $\text{Pb}_2\text{OH}(\text{CH}_2\text{ClCOO})_3$ . Die Strukturverwandtschaft dieses Salzes mit der Verb.  $\text{Pb}_2\text{OH}(\text{CH}_3\text{COO})_3$  geht aus den entsprechenden Werten der mol. diamagnet. Suszeptibilität hervor. Aus verschied. Beobachtungen kann man schließen, daß I eine geringere Neigung zur Bldg. bas. Salze zeigt als  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ . Das durch Lösen von frisch gefälltem  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  in einer verd. Lsg. von  $\text{CCl}_3\text{COOH}$  u. Verdunstung der Lsg. gewonnene  $\text{Pb}(\text{CCl}_3\text{COO})_2$  bildet gar keine bas. Salze. Die geringste Zugabe von  $\text{NH}_3$  zur wss. neutralen Lsg. von  $\text{Pb}(\text{CCl}_3\text{COO})_2$  bewirkt die Fällung von  $3\text{PbO} \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Die Löslichkeit von I in W. wird durch die Ggw. von  $\text{PbCl}_2$  u. umgekehrt erhöht. Sättigt man nun  $56^\circ$  warmes W. gleichzeitig mit beiden Salzen u. filtriert die Lsg., so scheiden sich beim Erkalten schuppenartige Krystalle aus, die der Formel  $\text{Pb}(\text{CH}_2\text{ClCOO})\text{Cl}$  entsprechen. Beim Lösen des Salzes in W. erfolgt Hydrolyse unter Bldg. eines Nd. von  $\text{PbOHCl}$ ; die Hydrolyse kann durch 2%  $\text{CH}_2\text{ClCOOH}$  verhindert werden. Die Wrkg. des W. macht sich, bes. in der Wärme, auch auf das an C gebundene Cl bemerkbar, indem  $\text{PbCl}_2$  u.  $\text{Pb}(\text{CH}_2\text{OHCOO})\text{Cl}$  entstehen. Die Salze  $\text{PbCl}(\text{CH}_2\text{ClCOO})$  u.  $\text{PbCl}(\text{CH}_2\text{OHCOO})$  sind isomorph. Aus den Werten für die mol. diamagnet. Suszeptibilität dieser beiden Salze u. des  $\text{PbBr}(\text{CH}_3\text{COO})$  geht ebenfalls ihre nahe Verwandtschaft hervor. — Durch Lösen von  $\text{PbBr}_2$  u. I in  $560$  warmem W. u. Abkühlen der Fl. erhält man Krystallschuppen, die ein Gemisch von  $\text{PbBr}(\text{CH}_2\text{ClCOO})$  u.  $\text{PbCl}(\text{CH}_2\text{ClCOO})$  darstellen. Beim Lösen in W. bleibt ein Nd. von  $\text{PbOHCl}$  u.  $\text{PbOHBr}$  zurück, was die Anwesenheit von Cl- u. Br-Ion in der Lsg. beweist. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. 303—09. März/April 1949.) 397.326

A. Greenville Whittaker und Don M. Yost, *Magnetische Suszeptibilität, Gefrierpunktdiagramm, Dichte und spektrale Absorption im System Vanadiumtetrachlorid-Tetrachlorkohlenstoff*. Die magnet. Suszeptibilität von  $\text{VCl}_4$  in  $\text{CCl}_4$  ist unabhängig von der Feldstärke u. wird in geringem Maße kleiner mit sinkender Konz., das spricht gegen einen Polymerisationseffekt. Die mittlere mol. Suszeptibilität beträgt  $X_{\text{mol}} = 1552 \cdot 10^{-6}$  in guter Übereinstimmung mit dem theoret. zu erwartenden Wert.  $D. = 1,8198\text{ g/cm}^3$  bei  $25,3^\circ$ . Aus dem Gefrierpunktdiagramm ergibt sich die Bldg. von festen Lsgg. in geringem Umfang. Die Schmelzwärme beträgt  $550\text{ cal/mol}$ , die Schmelzentropie  $2,2$  Entropieeinheiten. Die Lichtabsorption u. ihre Konzentrationsabhängigkeit wurden untersucht u. Abweichungen vom BEERSchen Gesetz festgestellt. Die magnet. Suszeptibilität von  $\text{CCl}_4$  beträgt  $X = -0,432 \cdot 10^{-6}$ , die  $D. = 1,5837\text{ g/cm}^3$  bei  $25,3^\circ$ . (J. chem. Physics 17. 188—05. Febr. 1949. Pasadena, Calif., California Inst. of Technol., Gates and Crellin Labor. of Chem.) 296.329

Harald Schäfer, *Kurze Mitteilung zur Reindarstellung von Niobpräparaten*. Die Entfernung des Ti u. Sn aus Nb-Präpp. bereitet Schwierigkeiten. Vf. findet, daß die Trennung leicht auf Grund der verschied. Löslichkeit der Chloride in  $\text{CCl}_4$  gelingt. Darin beträgt die Löslichkeit des  $\text{NbCl}_5$  bei Raumtemp.  $< 10\text{ mg NbCl}_5/\text{cm}^3\text{ CCl}_4$ , während  $\text{TiCl}_4$  u.  $\text{SnCl}_4$  mit  $\text{CCl}_4$  vollständig mischbar sind. Prakt. Ausführung: Das Oxydgemisch wird durch Erhitzen mit  $\text{CCl}_4$  im Einschlußrohr in die Chloride übergeführt. Beim Erkalten kryst.  $\text{NbCl}_5$  (u.  $\text{TaCl}_5$ ) beinahe vollständig aus, während  $\text{TiCl}_4$  u.  $\text{SnCl}_4$  mit dem bei der Rk. gebildeten Phosgen im  $\text{CCl}_4$  gelöst bleiben. Bei bes. hohen Reinheitsforderungen kann  $\text{NbCl}_5$  aus  $\text{CCl}_4$  umkryst. werden. (Z. Naturforsch. 3b. 376. Sept./Okt. 1948. Stuttgart, KWI. für Metallforsch., Inst. für physikal. Chem. der Metalle.) 487.330

Lars Melander und Hilding Slätis, *Darstellung und Strahlung von  $^{237}\text{U}$* . Zur Darst. von  $^{237}\text{U}$  wurde durch Bor u. Cd abgeschirmtes festes Uranyl-salicylaldehyd-o-phenylendiamin mit schnellen Neutronen von Li u. mit Deuteronen im Cyclotron bombardiert. Zur Reindarst. müssen das gleichzeitig entstandene  $^{239}\text{U}$ ,  $^{239}\text{Np}$  u.  $\text{UX}_1$  entfernt werden. Nach der Bestrahlung u. einer genügend langen Wartezeit, um das kurzlebige  $^{239}\text{U}$  zum Verschwinden zu bringen, wurde die Probe in Pyridin gelöst u. nach einer früher angewandten Meth. (SLÄTIS, C. 1948. I. 1077) weiterbehandelt: die Aktive Substanz wurde an Kohle adsorbiert u. die

Kohle mit  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lsg. in Ggw. von etwas Ba geschüttelt. Es wurde so eine  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lsg. erhalten, die die unter diesen Bedingungen lösl. aktiven Substanzen enthält. In saurer Lsg. wurden die akt. Verunreinigungen von  $\text{UX}_1$ , vierwertigem Np u. die dreiwertigen Erdmetalle (Ce) als Fluoride gefällt. Im Filtrat wurde das sechswertige U mittels Zinkpulver zu vierwertigem red. u. nach Zugabe von wenig Ceroion als Trägermetall als Fluorid gefällt. Der Nd. wurde geglüht u. in diesem Zustand zu den Messungen benutzt. Zunächst wurde das  $\beta$ -Strahlspektr. untersucht. Die Ergebnisse sind graph. u. tabellar. wiedergegeben. Die beiden härtesten  $\gamma$ -Komponenten  $\gamma_2$  (204 keV) u.  $\gamma_3$  (260 keV) erschienen bei den Absorptionsmessungen nicht als zwei getrennte Komponenten. Die Energie der schwachen Komponente  $\gamma_1$  (57 keV) ist in guter Übereinstimmung mit dem Absorptionswert 59 keV. Außerdem wurde eine weiche  $\gamma$ -Strahlung (32 keV) u. Röntgenstrahlung gefunden. Die Halbwertszeit wurde gefunden zu  $6,63 \pm 0,05$  Tage. (Physic. Rev. [2] 74. 709—11. 15/9. 1948. Stockholm, Nobel Inst. for Phys.) 110.339

U. Esch und A. Schneider, *Über das Urancarbide  $\text{UC}_2$* . Vff. unters. das Syst. U- $\text{UC}_2$  röntgenograph. u. an Hand von Dichtemessungen. Analysenmeth.: Gesamt-C durch Verbrennen im Luftstrom u. Absorption der  $\text{CO}_2$  an Natronkalk, freier C durch Lösen in  $\text{HCl} + \text{H}_2\text{O}_2$  u. Wägung des Rückstandes, gebundener C ist Differenz dieser Werte. U-Best. durch Wägung des Verbrennungsrückstandes im Luftstrom als  $\text{U}_3\text{O}_8$  oder manomet. nach Red. im JONES-Reduktor.  $\text{N}_2$  wird nach DUMAS bestimmt. Die durch Differenz bestimmten  $\text{O}_2$ -Gehh. werden als  $\text{UO}_2$  (röntgenograph. ermittelt), die  $\text{N}_2$ -Gehh. als  $\text{U}_3\text{N}_4$  in Rechnung gesetzt. Zur Herst. der Präpp. wurden Preßlinge von metall. U u. Zuckerkohle, als Bindemittel Paraffinöl, das mit Bzl. verd. war, im Vakuum-TAMMANN-Ofen, der mit gereinigtem Ar gefüllt war, bei  $1800^\circ$  gesintert. Die Probeentnahme, Analyseneinwaage usw. wurde ebenfalls in Ar-Atmosphäre vorgenommen. Die Kohlungsstufe  $\text{UC}_2$  wurde nicht erreicht, höchstens  $\text{UC}_{1,56}$ . Vff. nehmen an, daß dies auf zu niedrige Sinterungstemp. zurückzuführen ist u. nicht für die Formel  $\text{U}_2\text{C}_3$  spricht. Erst bei  $2300^\circ$  kann die Kohlungsstufe  $\text{UC}_2$  annähernd erreicht werden (Mitt. von Dr. PAUS, Essen). Die röntgenograph. Ergebnisse zeigen, daß das  $\text{UC}_2$  ein breites Homogenitätsgebiet besitzt infolge der Fähigkeit, Subtraktionsmischkristalle zu bilden. Die U-Atome bilden ein flächenzentriertes tetragonales Gitter. Der Elementarkörper enthält 4 U-Atome u. 8 C-Atome, die ein Teilgitter bilden, dessen Kanten denen des U-Gitters parallel liegen (G. HÄGG, C. 1931. II. 675). Das Achsenverhältnis  $c/a$  nimmt mit abnehmendem C-Geh. stetig ab. Bei hohen Kohlungsstufen liegen Röntgendichte u. pyknom. Wert bei 11,8, mit abnehmendem C-Geh. nimmt die pyknom. gefundene D. zu, die Röntgendichte ab. (Z. anorg. Chem. 257. 254—66. Dez. 1948. Stuttgart, KWI für Metallforschung.) 487.339

Sherman Fried und Norman Davidson, *Die Darstellung von festen Np-Verbindungen*. Es wurden mehrere einfache, feste Np-Verbb. hergestellt u. ihre Eigg. mit den entsprechenden Verbb. des U u. Pu verglichen. Eine spezielle Technik mußte entwickelt werden, da nur einige  $\mu\text{g}$  Np zur Verfügung standen. Zur Identifikation wurde die Röntgenbeugungsmeth. verwandt, wobei weniger als  $10 \mu\text{g}$  Substanz genügten, selbst wenn die Verb. mit solcher anderer Elemente isomorph war. Das Herstellen, Füllen u. Leeren der Markröhrchen u. die Gewinnung der festen Substanz aus der Lsg. sind beschrieben. Die Synth. — einschließlich der dabei verwendeten App. — u. die Eigg. von  $\text{NpF}_3$ ,  $\text{NpF}_4$ ,  $\text{NpF}_6$ ,  $\text{NpCl}_3$ ,  $\text{NpCl}_4$ ,  $\text{NpBr}_3$ ,  $\text{NpBr}_4$ ,  $\text{NpJ}_3$ , Np-Metall, Np-Hydrid, Np-Oxysulfid, Np-Sesquisulfid sind angegeben. Die elektropositiven Elemente U, Np, Pu haben in wss. Lsgg. die Oxydationsstufen 3, 4, 5, 6. In einer Tabelle sind sämtliche Verbb. von U, Np, Pu mit O, F, Cl, Br, J u. S mit kurzen Bemerkungen zusammengestellt. (J. Amer. chem. Soc. 70. 3539—47. Nov. 1948; Химический Журнал [Fortschr. Chem.] 18. 331—46. Mai/Juni 1949. Chicago, Argonne National Labor.) 431.340

L. B. Magnusson und T. J. LaChapelle, *Erstmalige Isolierung des Elementes 93 in reinen Verbindungen und Bestimmung der Halbwertszeit von  $^{237}\text{Np}$* . Die in der Literatur angegebenen Werte für die Halbwertszeit von künstlich durch Kernumwandlung hergestelltem  $^{237}\text{Np}$  weichen voneinander ab u. sind nur auf den-Faktor 2 genau. Deswegen unternahmen Vff. eine Neubest. dieses Wertes mit Hilfe von Ultra-Mikro-Wägungen u. radiometr. Methoden. Es gelang ihnen, erstmalig  $^{237}\text{Np}$  in 2 verschied., reinen Verbb. zu isolieren ( $\text{NpO}_2$ , 4 wertig u.  $\text{NaNpO}_2(\text{O}_2\text{C}_2\text{H}_3)_3$ , 6 wertig). Der chem. Trennungsgang wird beschrieben. Das  $^{237}\text{Np}$ -enthaltende Ausgangsmaterial gewann man aus 64 pounds U-Metall, das mit schnellen Neutronen (in Be durch Deutronen des Berkeley-Cyclotrons erzeugt) beschossen wurde oder aus den U-Pilematerialien. Die Endausbeute betrug ca.  $45 \mu\text{g}$ . Die Messung der  $\alpha$ -Aktivität ist zum Nachw. des  $^{237}\text{Np}$  (einziges Np-Isotop, das langlebig genug ist) während des Trennungsganges nicht geeignet, da das gleichfalls anwesende Pu durch seine ca. 100 mal stärkere  $\alpha$ -Aktivität alles überdeckt. Die Ultra-Mikro-Wägungen wurden mit einer Quarz-Torsionswaage auf  $0,02 \mu\text{g}$  genau ausgeführt. Röntgen-

strukturaufnahmen ergaben für  $\text{NpO}_2$  ein kub. flächenzentriertes Gitter mit 4 Moll. in der Zelle; jedes Np-Atom ist von 8 O-Atomen umgeben (Fluoritstruktur),  $a = 5,42 \pm 0,01$  Å, Np-O = 2,35 Å.  $\text{NaNpO}_2(\text{O}_2\text{C}_2\text{H}_3)_3$  ist kub. mit  $a = 10,695 \pm 0,002$  Å. Die Daten liegen zwischen denen entsprechender Verbb. von U u. Pu. Die Verss. u. Ergebnisse anderer Forscher werden zitiert. Vff. bestimmten die Halbwertszeit mit einer Genauigkeit von 5% zu  $2,20 \cdot 10^6$  Jahre. Die möglichen Fehlerquellen u. ihre Berücksichtigung bei der Rechnung werden diskutiert. (J. Amer. chem. Soc. 70. 3534—38. Nov. 1948. Univ. of Chicago, Wartime Metallurg. Labor.) 431.340

Glenn T. Seaborg und Arthur C. Wahl, *Die chemischen Eigenschaften der Elemente 94 und 93*. Vff. (vgl. C. 1948. I. 535) untersuchen die chem. Eig. der Elemente 94 u. 93 mit Hilfe der „Spurentechnik“, wobei sie die radioakt. Isotope  $^{239}\text{Pu}$  u.  $^{239}\text{Np}$  benutzen. Als Namen u. Abkürzungen schlagen sie vor: 93-Np-Neptunium, 94-Pu-Plutonium. Die Fällungs-Rkk. von Np u. Pu ähneln denen der dreifach-positiven seltenen Erden, des Ac, des vierfach-positiven Ce, Th u. U. Np u. Pu ähneln Ac, Th u. vierfach-positivem U darin, daß ihre Fluoride, Jodate u. Hydroxyde unlösl. in W., ihre Sulfide säurelös. sind. Prakt. besteht keine chem. Ähnlichkeit zwischen Np, Pu u. Rh, Os. Die chem. Eig. von Np u. Pu weisen darauf hin, daß am oberen Ende des period. Syst. eine Elementgruppe vom Typ der seltenen Erden beginnt, deren Anfang wir nach dem jetzigen Stand unserer Kenntnis ebenso bei Ac oder Th wie bei U annehmen können. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1128—34. März 1948. Berkeley, Univ. of California, Dep. of Chem.) 214.340

W. E. Garner, T. J. Gray und F. S. Stone, *Die Reduktion dünner Kupferoxydfilme*. Filme von CuO werden hergestellt durch abwechselnde Oxydation u. Red. des Metalls. Die in den Filmen vor sich gehenden Veränderungen werden durch Messung des Abfalls des Gasdruckes u. des elektr. Widerstandes oder durch mikrograph. Prüfung der Oberfläche verfolgt. Um die Kinetik der Rkk. zu deuten, werden in den verschied. Stadien der Rk. die Adsorptionswärme von  $\text{O}_2$ , CO,  $\text{H}_2$  u.  $\text{CO}_2$  bestimmt; die Messungen werden in einem mit Thermoelement versehenen Calorimeter ausgeführt. Es zeigt sich, daß die Aktivierung einer Cu-Oberfläche durch die Sprödigkeit, die im Laufe der Red. des Oxydes durch den  $\text{H}_2$  auftritt, erhöht wird. Der  $\text{O}_2$  wird an der aktivierten Oberfläche in beweglicher Form mit einer geringen Adsorptionswärme adsorbiert. Die Adsorption von CO ergibt ein Carbonation, das durch Dissoziation in Abwesenheit von  $\text{O}_2$  zur Zerstörung der akt. Zonen der Oberfläche führt. Die Rk. zwischen dem CO u. dem  $\text{O}_2$  auf dem CuO bei gewöhnlicher Temp. vollzieht sich zwischen dem adsorbierten CO u. dem adsorbierten  $\text{O}_2$ . Wahrscheinlich geht die Adsorption von  $\text{O}_2$  u. CO an benachbarten Stellen, auf aktivierten Zonen der Oberfläche vor sich (Vgl. auch Gray, C. 1949. II. 1153.) (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. Mises au point D 177—82. März/April 1949. Bristol, Univ., Chem. Labor.) 397.358

## D. Organische Chemie.

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

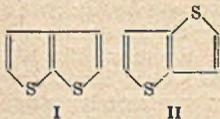
R. A. Robinson und R. C. Selkirk, *Das System Chlorwasserstoff-Dioxan-Wasser bei 25°*. Es ist zwar schon lange bekannt, daß sich das obige Syst. in zwei fl. Schichten trennen kann, doch sind die Bedingungen für die Existenz von zwei fl. Phasen noch nicht quantitativ untersucht worden. Unterss. der Vff. bei 25° ergaben, daß W.-Dioxan-Lsgg., welche 68—99% Dioxan enthalten, sich in zwei fl. Schichten trennen bei Zugabe von genügend Chlorwasserstoff. Die Untersuchungsergebnisse sind tabellar. u. graph. zusammengestellt. (J. chem. Soc. [London] 1948. 1460. Sept.) 110.400

V. Gold, *Die Hydrolyse von Acetanhydrid*. Vff. bestimmte konduktomet. die Geschwindigkeitskonstanten erster Ordnung für die „spontane“ Hydrolyse von Acetanhydrid in W. u. in W.-Natron-Gemischen. Es ergibt sich, daß die Geschwindigkeitskonstante mit steigender Konz. des Acetons ab- u. mit der Erhöhung der Temp. zunimmt. Die Rk. gehört zur Klasse der nucleophilen, bimol. ( $\text{S}_{\text{N}2}$ ), solvolyt. Substitutions-Rkk.: Der Lösungsmiteleinfl. auf die Geschwindigkeitskonstanten kann erklärt werden mittels der elektrostat. Theorie für eine Dipol-Dipol-Rk. mit einem starken polaren Zwischenzustand, obgleich hier die elektrostat. Theorie nicht mit Messungen der Wrkg. neutraler Salze übereinstimmt. Es zeigt sich, daß die Flüchtigkeitstheorie (vgl. OLSON u. HALFORD, C. 1938. II. 4206) des Lösungsmiteleinfl., die auf andere Rkk. dieser Art angewendet wurde, mit der elektrostat. Theorie unvereinbar ist. Die Temperaturabhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten stimmt nicht mit dem Gesetz von ARRHENIUS überein. Die Abweichung kann nicht auf der Wrkg. der Temperaturänderung auf die DE. beruhen. (Trans. Faraday Soc. 44. 506—18. Juli 1948. London, King's Coll., Dep. of Chem.) 207.400

**Chas. A. McDowell und J. H. Thomas, Mechanismus der Oxydation von gasförmigem Formaldehyd.** AXFORD u. NORRISH nahmen als Start-Rk. bei der genannten Rk. die direkte Oxydation von  $H_2CO$  zu  $HCOOH$  an (C. 1948. I. 659). Vff. halten für unwahrscheinlich, daß diese Rk. in einem einzigen Schritt verlaufen soll u. kommen auf Grund eigener Verss. über die Acetaldehydoxydation zu der Annahme, daß der Start nach  $CH_2O + O_2 = HCO + HO_2$  erfolgt. Das Formylradikal, das bei Temp. über  $100^\circ$  unbeständig ist, dürfte dann rasch in  $H + CO$  zerfallen. Unter dieser Annahme ergibt sich für die Brutto-Rk. dieselbe Gleichung wie bei AXFORD u. NORRISH; darüber hinaus wird leichter verständlich, warum bei tiefen Temp. Perameisensäure auftritt. In diesem Fall ist nämlich das Formyl beständiger u. kann im Sinne der Gleichungen  $HCO + O_2 = HCOOO$ ;  $HCOOO + H_2CO = HCOOOH + HCO$  reagieren, ehe es spontan zerfällt. Letzteres Gleichungspaar ist analog dem von Vff. zur Erklärung des Auftretens von Peressigsäure bei der Tieftemperaturoxydation von Acetaldehyd angenommenen. In Erwidung auf die vorst. Notiz weist R. G. W. NORRISH darauf hin, daß ohne Einfl. auf die Kinetik jede Start-Rk. angenommen werden kann, die eines der für die Kettenfortführung verantwortlichen Radikale erzeugt. Es muß jedoch berücksichtigt werden, daß die Start-Rk. den Hauptbeitrag zu der gesamten Aktivierungsenergie der Rk. liefert, die bei der Formaldehydoxydation ca. 20 kcal beträgt. Eine Abschätzung ergibt, daß die von MCDOWELL u. THOMAS angenommene Start-Rk. mit ca. 50 kcal endotherm ist, so daß sie zur Erklärung nicht in Frage kommen kann. Demgegenüber ist die Rk.  $H_2CO + O_2 = (HCOOOH) = HCOOOH + O$  nur mit ca. 8 kcal endotherm. Auch durch letztere Gleichung ist das Auftreten von Perameisensäure bei tieferer Temp., d. h. im Temperaturgebiet der Beständigkeit dieser Verb. zu verstehen. Eine genauere Unters. der Temperaturabhängigkeit der Oxydations-Rk. ist beabsichtigt, da prinzipiell die Möglichkeit besteht, daß in verschied. Temperaturbereichen verschied. Start-Rkk. maßgebend sind. (Nature [London] 162. 367—68. 4/9. 1948. Liverpool, Univ., Dep. of Inorgan. and Phys. Chem. u. Cambridge, Univ., Dep. of Phys. Chem.) 254.400

**Je. A. Schilow und A. I. Sjadnew, Kinetik und Mechanismus der Reaktion des aktiven Chlors mit organischen Verbindungen.** VII. Mitt. Oxydation der Ameisensäure in sauren Lösungen. (VI. vgl. Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 19. [1945.] 405). Unters. der Gleichgewichtsverhältnisse in Gemischen von Ameisensäure u.  $Cl_2$ -W. ergab, daß  $Cl'$  die Rk. stark beschleunigt,  $H'$  sie verlangsamt;  $HCl$  beschleunigt sie bei geringer Konz., in großer Konz. wirkt sie verlangsamernd, jedoch nicht proportional der  $HCl$ -Konz., andererseits steigt die Reaktionsgeschwindigkeit annähernd proportional der Konz. der Ameisensäure. Die Geschwindigkeit der Oxydation der Ameisensäure durch  $Cl_2$  in sauren wässr. Lsgg. wird durch die Gleichung  $-(d[Cl_2]/dt) = K[Cl_2][HCO_2^-] + K'[Cl_2][HCO_2H]$  bestimmt. Die Ermittlung des Temperaturkoeff. ergab: bei  $20^\circ$  ist  $K = 295$ ,  $K' = 0,028$ ; bei  $0^\circ$  ist  $K = 28,5$ ,  $K' = 0,0056$ . Die Oxydation der  $HCOOH$  in saurer Lsg. geht über das elementare  $Cl_2$  im Gegensatz zu jener der Oxalsäure, wo  $HClO$  (auch in Ggw. von  $Cl_2$ ) den akt. Faktor darstellt. Einige Bestimmungen der nominellen Konstante  $q$  1. Ordnung in Ggw. von  $KNO_3$  u.  $Na_2SO_4$  wurden durchgeführt. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 22. 1312—21. Nov. 1948. Kiew, Inst. für organ. Chemie der Akad. der Wiss. der Ukr.SSR u. Iwanowo, Chem.-technol. Inst.) 261.400

**E. B. Maxted und A. G. Walker, Untersuchungen über die Entgiftung von Katalysatorgiften.** VIII. Mitt. Thionaphthen und Thiophthene. (VII. vgl. C. 1949. I. 669). Die Unterdrückung der Giftwrkg. der genannten Verbb., die im Hinblick auf die Entgiftung von techn. Naphthalin untersucht wird, kann entsprechend wie beim Thiophen (MAXTED, C. 1948. II. 1391) durch Hydrierung u. anschließende Oxydation der ebenfalls noch giftigen Hydrierprodd. (wahrscheinlich Thionaphthan u. Thiophthane) erreicht werden.  $5 \cdot 10^{-6}$  Mol der S-Verbb. erniedrigen die Hydrieraktivität von 0,075 g Pt auf ca. 2% der Ausgangsaktivität; völlige Entgiftung wird durch 3—4malige Hydrierungs-Oxydationsbehandlung erreicht. Die beiden verwendeten Thiophthene hatten die nebenstehende Struktur; II läßt sich etwas weniger leicht entgiften als I; Permolylbdänsäure ist als Oxydationsmittel etwas wirksamer als verd.  $HNO_3$ . (J. chem. Soc. [London] 1948. 1916—19. Nov. Bristol, Univ.) 254.400



**Werner Kuhn, Über das Absorptionsspektrum der Polyene.** Das Verhalten von Atomen oder Atomgruppen in elektr. Feldern läßt sich modellmäßig dadurch darstellen, daß den Atomen Ersatzresonatoren zugeordnet werden, deren Frequenz der Lage der Absorptionsbanden u. deren Ladung der Intensität entspricht. Die Übertragung dieses Prinzips auf Wechselwirkungen von Gruppen innerhalb eines Mol. führt für die Polyene zu einem einfachen Modell, dessen Spekt. aus der Frequenz der isolierten Äthylenabsorptionsbande sowie aus einer einzigen, für die Kopplung charakterist. Konstanten berechnet werden

kann. Danach ergibt sich — in Übereinstimmung mit der Erfahrung — für die langwelligste Absorptionsbande eines aus  $n$  Doppelbindungen in linearer Anordnung bestehenden Syst. die Frequenz  $\nu = 191 \cdot 10^{15} \sqrt{1 - 0,922 \cos[\pi(n+1)]}$ . Die Frequenz der daneben mit sehr viel geringerer Intensität auftretenden kurzwelligen Banden beträgt  $\nu = 191 \cdot 10^{15} \sqrt{1 - 0,922 \cos[\pi s/(n+1)]}$ . Der Kopplungskoeff. ist so groß, daß seine Erhöhung von nur 10% zu einer Verschiebbarkeit der Elektronen in der Kettenrichtung und damit zu dem von H. KUHN (vgl. nächst. Ref.) entwickelten Elektronengasmodell führen würde. (Helv. chim. Acta 31. 1780—99. 15/10. 1948. Basel, Univ., Phys.-chem. Inst.) 102.400

Hans Kuhn, *Elektronengasmodell zur quantitativen Deutung der Lichtabsorption von organischen Farbstoffen*. I. Mitt. Zur Ermittlung des Maximums der ersten (im Sichtbaren liegenden) Absorptionsbande von symm. Cyanin-Farbstoffen (I) wird ein Modell benutzt, das dem als Modell für Metalle verwendeten Bild des freien Elektronengases analog ist. Die  $\pi$ -Elektronen der Polymethinkette werden als eindimensionales freies Elektronengas betrachtet, welches sich entlang der Polymethinkette hinzieht: Im Normalzustand sind nach dem PAULSchen Ausschließungsprinzip die stabilsten Zustände durch je 2 Elektronen besetzt, während die übrigen Zustände unbesetzt sind. Die 1. Absorptionsbande entspricht dem Übergang eines  $\pi$ -Elektrons aus dem höchsten im Normalzustand besetzten Energieband in das nächsthöhere unbesetzte Band. Für die Wellenlänge ( $\lambda$ ) des Maximums von I wird eine Beziehung angegeben, die  $\lambda$  in Abhängigkeit von der Länge der Polymethinkette u. der Anzahl der  $\pi$ -Elektronen in sehr guter Übereinstimmung mit der Erfahrung zu berechnen gestattet. (Helv. chim. Acta 31. 1441—55. 15/10. 1948. Basel, Univ., Phys.-chem. Inst.) 102.400

Ch. Je. Sterin, *Feinstruktur von Streuungslinien im Gemisch Benzol-Toluol*. Die vorliegenden orientierenden Verss. sind im Einklang mit der Arbeit von O. H. RANK u. Mitarbeiter (J. opt. Soc. America 38. [1948.] 287). (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 62. 219—21. 11/9. 1948. Phys. Lebedew-Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR, Opt. Labor.) 421.400

W. Zwetkow und Ch. Kibardina, *Die Temperaturabhängigkeit der dynamischen Lichtdoppelbrechung von Benzol und anderen Flüssigkeiten*. Die mit der früher beschriebenen Meth. (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 15. [1945.] 276) in der Nähe der Krystallisationstemp. durchgeführte Messung der MAXWELL-Konstanten ( $M = K/T$ ) für Bzl., Acetophenon, Naphthalin, Diphenyl u. Diphenyläther ergibt prakt. Konstanz bzw. eine ganz geringe Abnahme von  $K$  mit der Temperatur. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 62. 223—25. 11/9. 1948. Leningrad, Univ., Phys. Inst.) 421.400

E. W. Schpolski, A. A. Iljina und W. W. Basilewitsch, *Die Fluoreszenzspektren des Anthracens, 1.2-Benzanthracens und einige ihrer Derivate*. Vff. geben die mit Hg 365 m $\mu$  erregten Fluoreszenzspektren von Anthracen, 9.10-Dimethyl- u. Diäthylanthracen, 1.2-Benzanthracen, 1.2.5.6-Dibenzanthracen, 9.10-Dimethyl-1.2-benzanthracen, Cholanthren, 20-Methylcholanthren, 3.4-Benzopyren in Benzol. Einführung von Methyl- u. Äthylgruppen in Stellung 9.10 des Anthracen-Mol. führt lediglich zu einer Verschiebung des ganzen Spektr. ins Langwellige. Bei 1.2-Benzanthracen dagegen führt Einführung von Methylgruppen zu grundlegenden Änderungen des Spektrums. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 62. 227—30. 11/9. 1948. Moskau, Staatl. pädagog. Lenin-Inst., opt. Labor.) 421.400

Y. Hirshberg, *Die Absorptionsspektren phenylierter Anthracene*. Die UV-Spektren von 8 phenylierten Anthracenen werden mit geringer Auflösung gemessen u. abgebildet. Die Spektren von 9-Phenylanthracen u. 9.10-Diphenylanthracen sind dem des Anthracen ähnlich, ebenfalls 1-Phenylanthracen u. 1.4-Diphenylanthracen. Dagegen ist bei 2-Phenylanthracen u. 2.9-Diphenylanthracen das Maximum im Gebiet 2400—3000 Å schwächer u. nach längeren Wellen verschoben. Ganz andere Spektren liefern 1.4.9.10-Tetraphenylanthracen u. 1.4.5.8-Tetraphenylanthracen. Eine Erklärung der Effekte wird in groben Zügen angedeutet. (Trans. Faraday Soc. 44. 285—89. Mai 1948. Rehovoth, Palestina, Daniel Sieff Res. Inst.) 345.400

Horst Luther, *Die Ramanspektren von Monoalkylnaphthalinen*. Es werden die RAMAN-Spektren folgender Naphthalin-Derivv. mit Intensitäten mitgeteilt: Naphthalin,  $\alpha$ -Methyl-,  $\alpha$ -Äthyl-,  $\alpha$ -*n*-Propyl-,  $\alpha$ -Allyl-,  $\alpha$ -*n*-Butyl-,  $\alpha$ -tert. Butyl-,  $\alpha$ -*n*-Octyl-,  $\alpha$ -*n*-Tridecyl-,  $\beta$ -Methyl-,  $\beta$ -Äthyl-,  $\beta$ -*n*-Propyl-,  $\beta$ -*n*-Butyl-,  $\beta$ -*n*-Amyl-,  $\beta$ -*n*-Hexyl-,  $\beta$ -*n*-Heptyl-,  $\beta$ -*n*-Octyl-,  $\beta$ -*n*-Nonyl-,  $\beta$ -*n*-Decyl-,  $\beta$ -*n*-Dodecyl-,  $\beta$ -*n*-Tetradecyl-,  $\beta$ -Phenyl-,  $\alpha$ -Fluor-,  $\alpha$ -Chlor-,  $\alpha$ -Brom-,  $\beta$ -Chlor-,  $\beta$ -Brom-,  $\alpha$ -Brommethyl-naphthalin,  $\alpha$ -,  $\beta$ -Naphthol,  $\alpha$ -Naphthonitril,  $\alpha$ -Thionaphthol,  $\alpha$ -Naphthylisocyanat,  $\alpha$ -,  $\beta$ -Naphthylmethylketon. Außerdem wurden zu Vergleichszwecken aufgenommen die Spektren von Dihydranonaphthalin-(1,2), Tetralin, Inden,

*Indan,  $\beta$ -ar-Tetralylmethylketon.* Die Zuordnung der gefundenen Frequenzen zu bestimmten Molekülschwingungen wird für das Naphthalin selbst durch Analogieschlüsse zum Benzol durchgeführt. Sehr ausführlich werden die Spektren der  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Alkyl-naphthaline diskutiert u. verschied. Gesetzmäßigkeiten u. Eigentümlichkeiten herausgestellt, wie die „Massenabhängigkeit“ der total-symm. Schwingung  $\omega_4$  in den  $\alpha$ -Deriv., die wie bei den orthosubstituierten Benzolen durch eine empir. Gleichung der Form  $\omega_4^2 = A + B \cdot \omega_0^2$  ausgedrückt werden kann. In den  $\beta$ -Deriv. dagegen ist die entsprechende Frequenz unabhängig vom Substituenten. Aus der  $\omega_3$ -Frequenz werden Rückschlüsse auf den „aromat. Zustand“ des Naphthalinringes gezogen. Danach scheinen  $\beta$ -Alkyl-naphthaline mehr vom aromat. Zustand abzuweichen als die  $\alpha$ -Alkyl-naphthaline. Die für die verschied. substituierten Naphthaline spektralen Unterschiede lassen sich analyt. auswerten. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 52. 210—18. Nov. 1948. Göttingen, Univ., Inst. für Molekülspektroskopie im Anorgan.-Chem. Inst. u. Braunschweig, TH. Inst. für chem. Technol.) 238.400

**Árpád Kiss, Joseph Molnár und Camille Sandorfy, Die Absorptionsspektren von Phenolderivaten und ihre theoretische Deutung.** Kurze Mitt. zu dem nachst. Referat. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 227. 724—26. 11/10. 1948.) 518.400

**Á. Kiss, J. Molnár und C. Sandorfy, Die Absorptionsspektren von Phenolderivaten.** Vff. untersuchen den Einfl. der Substituenten OH, CH<sub>3</sub>, OCH<sub>3</sub> auf die UV-Absorptionsbande des Phenols (2750 Å). Ergebnisse: I) m-Kresol 2760 Å, o-Kresol 2750 Å, p-Kresol 2790 Å. II) Anisol 2750 Å, Resorcinmonomethyläther 2750 Å, Brenzcatechinmonomethyläther 2740 Å, Brenzcatechindimethyläther 2740 Å, Hydrochinondimethyläther 2910 Å. III) Resorcin 2770 Å, Brenzcatechin 2780 Å, Hydrochinon 2990 Å. (Die log  $\epsilon$ -Kurven der genannten Verb. sind für die Wellenlängen zwischen 2000 Å u. 3000 Å in Diagrammen dargestellt.) — Die Ergebnisse werden auf Grund zweier allg. Betrachtungen interpretiert: Nach der Theorie von DAUDEL u. MARTIN (Bull. Soc. chim. France, Mém. 15. [1948.] 1202; C. 1949. II. 26) ist die Konjugation der OH-Gruppe mit dem Benzolring größer als die der OCH<sub>3</sub>-Gruppe u. diese wieder größer als die der CH<sub>3</sub>-Gruppe: CH<sub>3</sub> (11%) < OCH<sub>3</sub> (15%) < OH (17%); der bathochrome Effekt dieser Gruppen nimmt im gleichen Sinne zu. Weiter wird der Resonanzeffekt zweier Substituenten je nach ihrer Stellung durch ihre gegenseitige Behinderung beeinflusst, u. zwar ist diese Behinderung bei den m- u. o-Verb. ca. von gleicher Größe, während sie für die p-Verb. viel kleiner ist: meta < ortho < para. Im Sinne dieser Prinzipien sind die Ergebnisse klar. In der Reihe I beeinflussen die CH<sub>3</sub> kaum die Lage der Absorptionsbande, ausgenommen bei p-Kresol, bei dem die Behinderung am kleinsten ist. Die Reihe III zeigt den Einfl. der Behinderungen bes. beim Hydrochinon deutlich. Der Vgl. von I u. II zeigt, daß der Ersatz von CH<sub>3</sub> durch OCH<sub>3</sub> nur eine geringe Verschiebung der Banden nach kürzeren Wellen bewirkt, wie nach der oben angegebenen bathochromen Reihe zu erwarten. Aus dem Vgl. von I u. III ergibt sich, daß die Maxima der m-, o- u. p-Dioxybenzole immer stärker nach längeren Wellen verschoben sind als die der m-, o- u. p-Kresole; die Differenz ist größer für die o-Verb. als für die m-Verb. u. viel größer für die p-Verb. als für die o-Verbindungen. — Die Berechnung der Lage der Absorptionsbande nach der Meth. der mol. Elektronenbahnen (vgl. COULSON u. LONGUET-HIGGINS (Proc. Roy. Soc. [London] 191. [1947.] 40) mittels der von dem einen der Vf. (SANDORFY, C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 227. [1948.] 1034) ermittelten Konstanten ergibt:

	Bzl.	Phenol	Hydrochinon	Brenzcatechin]	Resorcin
$\lambda_{\text{ber.}}$	2550	2750	2910	2870	2800
$\lambda_{\text{exp.}}$	2550	2750	2990	2780	2770

(Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. 275—80. März/April 1949. Szeged, Ungarn, Univ., Inst. f. allg. Chem. u. Paris, Centre de Chimie theorique.) 518.400

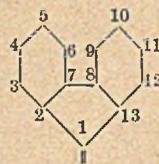
**L. A. Spektorow, Die polarisierte Fluoreszenz von Lösungen des Anthracens und einiger seiner Derivate.** Nach kurzer Erläuterung der Medanordnung wird über die Rotationsdepolarisation der durch unpolarisiertes Licht der Wellenlänge 365  $\mu$  erregten Fluoreszenz von Anthracen u. 17 Anthracenderiv. in Konz. von  $10^{-5}$  g/cm<sup>3</sup> in verschied. Glycerin-Alkoholgemischen berichtet. Vf. diskutiert die Ergebnisse, die sich in Übereinstimmung mit der Theorie von W. L. LEWSCHIN u. F. PERRIN befinden. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 65. 485—88. 1/4. 1949. Moskau, Staatl. Pädagog. Lenin-Inst., Opt. Labor.) 421.400

**William T. Simpson, Elektronenzustände organischer Moleküle.** Vf. berechnet die Lage u. Intensität der Hauptbanden u. der Banden 2. Ordnung von Bzl., Naphthalin u. 3 einfachen Polymethinderivaten. Er benutzt dazu die quantentheoret. Methoden („bond

orbital“ u. „molecular orbital“ u. 3 Modifikationen dieser Methoden). Die berechneten Energien u. Elektronenniveaus werden mit experimentellen Werten verglichen. (J. chem. Physics 16. 1124—36. Dez. 1948. Berkeley, Calif., Univ., Dep. of Chem.) 345.400

**Bernard Pullman und Gaston Berthier, Elektronenstruktur und chemische Eigenschaften der Kohlenwasserstoffe mit kumulierten Doppelbindungen (vom Allentypus).** Das Verf. der Molekularbahnen wird angewandt für die Berechnung der Resonanz- u. Erregungsenergie u. für die Unters. der Verteilung der Bindungszahl u. der Zahl der freien Wertigkeiten in den KW-stoffen mit gehäuften Doppelbindungen. Bei der Aufstellung der Diagramme ist die Hyperkonjugierung der endständigen CH<sub>2</sub>-Gruppen berücksichtigt. Die erhaltenen Ergebnisse werden benutzt, um die chem. Reaktionsfähigkeit der Kumulene, ihre Farbe u. die Isomerisation der Allenabkömmlinge zu erklären. Allg. führen die Kumulene mit einer ungeraden Anzahl von C-Atomen zur Lsg. von 2 ident. säkularen Gleichungen, wogegen die Kumulene mit einer geraden Anzahl von C-Atomen zur Lsg. von 2 verschied. Gleichungen führen, von denen eine das konjugierte Polym mit derselben Anzahl von C-Atomen liefert. Die Entw. der Konjugierung äußert sich in dem Maße, wie die C-Kette sich verlängert, einerseits in einer Angleichung der C—C-Bindungen u. andererseits in einer immer schwächer werdenden Erhöhung der Resonanz der endständigen CH<sub>2</sub>-Gruppen mit dem Mol.-Rest. Die End—C-Atome des Allens haben in bezug auf die anderen Kumulene sehr kleine Zahlen der freien Wertigkeiten. Die Verminderung der Erregungsenergie äußert sich bei Anstieg der Zahl der Doppelbindungen durch eine bathochrome Wrkg.: Tetraphenylallen ist farblos; Tetraphenylbutatrien ist gelb; Tetraphenylhexapentaen ist rot. Unter dem Einfl. der Alkalien isomerisieren sich die Alkylabkömmlinge des Allens zu Acetylen—KW-stoffen. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. 145—50. Jan./Febr. 1949. Paris, Inst. du Radium.) 307.400

**Charles P. Fenimore, Die Kristallstruktur von Dibiphenyläthylen.** Dibiphenyläthylen (I) zeigt anormale chem. u. spektrale Eigenschaften. Das erste Reduktionspotential, gemessen mit der Hg-Tropfelektrode, ist um einige Zehner V kleiner als das bei anderen Äthylenverb. gemessene u. gleich dem für Triphenylmethyl. Mit GRIGNARD-Reagens reagiert I unter Bldg. des entsprechenden Alkyldibiphenyläthan, während die meisten Olefine mit GRIGNARD-Reagens nicht reagieren. Auffallend ist ferner die tiefrote Farbe der Kristalle. Das Absorptionsmaximum von I liegt bei 460 m $\mu$ , das von Dibiphenylbutadien bei 446 u. 420 m $\mu$ , während man das Gegenteil erwarten sollte. Drehkrystall-, Schwenk- u. WEISSENBERG-Aufnahmen ergaben für die rhomb. nadelförmigen Kristalle (c = Nadelachse) die Dimensionen a = 17,22 Å, b = 36,9 Å, c = 8,23 Å. Die Zelle enthält 12 Moll., Raumgruppe ist P can. Diese Raumgruppe hat eine achtzählige allg. Lage u. drei spezielle vierzählige Lagen, von denen zwei ein Symmetriezentrum u. eine zweizählige Achse verlangen. Aus Raumerfüllungsgründen ist es nicht möglich, daß gleichzeitig diese drei speziellen Lagen besetzt werden können. Es müssen dabei die 8 der 12 Moll. die allg. Lage besetzen u. die restlichen 4 eine spezielle Punktage. Es konnte gezeigt werden, daß hierfür nur eine Lage mit Symmetriezentrum in Frage kommt. Aus den Drehkrystallaufnahmen um die c-Achse ergab sich eine Pseudohalbierung in dieser Richtung. Die c-Periode mit 8,23 Å ist etwas größer als zweimal die Dicke eines Benzolringes u. würde so eine Übereinanderlagerung von 2 Moll. gestatten, wenn die Moll. angenähert planar wären. Auch die starke negative Doppelbrechung u. der starke Pleochroismus deuten auf eine Lagenstruktur hin. Obgleich die Zelle 12 Moll. enthält u. daher 39 kristallograph. unabhängige C-Atome, ist es genügend, da für das Mol. in der allg. Punktage ein Symmetriezentrum angenommen wird, um 26 C-Atome in Betracht zu ziehen, u. zwar 13 für das Mol. in der speziellen Lage (bei 000) u. 13 für das in der allg. Lage (bei  $\frac{1}{2}$ ,  $\frac{1}{6}$ , 0,434 auf Grund der Strukturanalyse). In der nachfolgenden Aufstellung liegt das Mol. in der allg. Lage in  $\frac{1}{2} + A$ ,  $\frac{1}{6} + B$ , 0,434 + C u. in  $\frac{1}{2} - A$ ,  $\frac{1}{6} - B$ , 0,434 - C. Bei dem Mol. in der speziellen Lage liegen die Atome in (xyz), die durch ein Symmetriezentrum verbunden sind. Folgende Parameter wurden mittels PATTERSON- u. FOURIER-Analyse festgelegt (Bezeichnung der Atome s. die beiliegende Strukturformel): spezielle Lage 1: (x) = 0,024, (y) = 0,011, (z) = 0,036. 2: -0,005, 0,042, 0,135. 3: -0,075, 0,058, 0,186. 4: -0,073, 0,089, 0,285. 5: -0,002, 0,104, 0,332. 6: 0,065, 0,088, 0,281. 7: 0,066, 0,057, 0,192. 8: 0,133, 0,036, 0,116. 9: 0,212, 0,043, 0,139. 10: 0,236, 0,021, 0,067. 11: 0,244, -0,009, -0,028. 12: 0,165, -0,016, -0,050. 13: 0,109, 0,007, 0,022; allg. Lage  $\bar{1}$ : (A) = -0,027, (B) = 0,010, (C) = 0,033. 2: -0,111, 0,002, 0,008. 3: -0,160, -0,022, -0,071. 4: -0,240, -0,018, -0,058. 5: -0,272, 0,010, 0,033. 6: -0,223, 0,035, 0,111. 7: -0,142, 0,031, 0,099. 8: -0,081, 0,054, 0,173. 9: -0,092, 0,085, 0,271. 10: -0,027, 0,103, 0,331. 11: 0,048, 0,091, 0,292. 12: 0,058, 0,061, 0,194. 13: -0,007,



0,042, 0,135. — In dieser Struktur ist I zentralsymm. u. angenähert planar. Durch die so bestimmte Struktur lassen sich, wenigstens zum Teil, die anomalen Eig. von I erklären, (Acta crystallogr. [London] 1. 295—303. Dez. 1948. Baltimore, Md., The John Hopkins Univ., Crystallogr. Labor.) 110.400

**James A. Beattie** und **David G. Edwards**, *Dampfdruck, orthobare Dichten und kritische Konstanten von 2.2.4-Trimethylpentan*. Die Dampfdrucke u. die zu ihnen gehörige D. (orthobare D.) von Isooctan wurden als Funktion der Temp. von 150—250° bestimmt. Diese Dampfdrucke gehorchen der CLAUDIUS-CLAPEYRONschen Gleichung:  $\log p$  (Atm.) = 4,43444 — 1650,17/T. Die krit. Konstanten wurden durch Kompressionsvers. bestimmt. Sie ergeben sich zu  $t_{krit} = 271,15^\circ$ ,  $p_{krit} = 25,50$  at,  $v_{krit} = 0,482$  Liter/Mol u.  $d_{krit} = 2,07$  Mol/Liter. Die Ungenauigkeit beim krit. Vol. bzw. bei der D. beträgt 3%. Sie ist so verhältnismäßig groß wegen der schnellen Zers. der Substanz im krit. Gebiet. In einer Tabelle sind Dampfdrucke u. orthobare Dichten bei verschied. Temp. für den fl. u. gasförmigen Zustand angegeben, in einer weiteren die gemessenen neben den errechneten Dampfdrucke u. schließlich die Isothermen im krit. Gebiet. (J. Amer. chem. Soc. 70. 3382—84. Okt. 1948. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol.) 450.400

**D. J. Salley** und **J. B. Gray**, *Verbrennungswärmen einiger organischer Nitroverbindungen*. Es werden 8 sorgfältig gereinigte organ. Nitroverb. in der calorimetr. Bombe verbrannt. Die prozentualen Fehler der Messungen liegen bei 0,03—0,07, die Genauigkeit der Verbrennungswärmen ist nicht so groß, da der Reinheit der Proben eine Grenze gesetzt ist. Untersucht wurden folgende Verb. (mit Verbrennungswärme u. Bildungswärme bei 25° u. konstantem Vol.): *Cyanamid* 177,20, 14,65; *Dicyandiamid* 331,88, 7,14; *Melamin* 471,76, —15,35; *3-Cyanopyridin* 747,73, 46,78; *Phthalonitril* 955,40, 66,35; *Dioxyethylharnstoff* 384,64, —170,78; *Diisopropylcyanamid* 1124,88, —11,70; *Diisopropylcarbodiimid* 1132,21, —4,37 kcal/Mol. Die Werte der drei zuerst genannten Verb. sind Neubestimmungen, die hier ermittelten Daten werden als zuverlässiger angesehen. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2650—53. Aug. 1948. Stamford, Conn., American Cyanamid Co.) 205.400

**J. J. Kipling**, *Die Adsorption von Essigsäure und n-Butylamin aus wässriger Lösung durch aktive Kohlen*. Eine analyt. Verfolgung der Adsorption von Essigsäure u. n-Butylamin als typ. Vertreter schwacher Elektrolyte an verschied. Sorten akt. Kohle innerhalb eines weiten  $pH$ -Bereiches ergab, daß im wesentlichen nur eine Adsorption des undissoziierten Mol. erfolgt. Der Adsorptionsvorgang erfolgt prakt. momentan, ist innerhalb der benutzten Konz. weitgehend irreversibel u. läßt sich durch die Adsorptionsgleichung nach LANGMUIR quantitativ gut wiedergeben. Ferner kann gezeigt werden, daß das Adsorptionsvermögen der Kohle für diese beiden Stoffe mit abnehmendem Aktivierungsgrad ansteigt, aber nicht durch die Aktivierungstemp. beeinflußt wird. (J. chem. Soc. [London] 1948. 1483—87. Okt. Oxford.) 116.400

**W. Cooper**, *Radikalaktivität bei der Startreaktion der Styrolpolymerisation*. Es wird der Einfl. von *Butyryl-*, *Crotonyl-*, *m-* u. *p*-*Chlor-*, *p*-*Nitro-*, *p*-*Methyl-*, *o*-*Methoxybenzoylperoxyd* u. von *Di-(3.4-dioxy-methylenbenzoyl)-peroxyd* bei Konz. von 0,014 Mol/Liter auf die Polymerisation von *Styrol* untersucht. Als Maß für die Aktivität des Katalysators dient das Prod. aus P-Grad u. *Viscosität*. Die Aktivität wird oberhalb einer bestimmten Katalysatorkonz. von dieser unabhängig. Substitution mit elektronenziehenden Gruppen erniedrigt die Radikalaktivität, bes. wenn sie von einem mesomeren Affekt begleitet wird. Bei Alkoxybenzoylperoxyden überwiegt der mesomere den induktiven Effekt u. ergibt so eine hohe Aktivität. Alkylgruppen erhöhen die Aktivität, die Einführung von Doppelbindungen senkt sie etwas, vermutlich infolge stärkerer Zers. des Peroxydes. Die Reihenfolge der erhaltenen Werte ähnelt sehr der der Dissoziationskonstanten der betr. substituierten Benzoesäuren. (Nature [London] 162. 897—98. 4/12. 1948. Birmingham, Erlington, Dunlop Rubber Co., Chem. Res. Div.) 166.400

**C. W. Wilson**, *Fluoreszenz hochisolierender Dielektrika, erzeugt durch Röntgen- und  $\gamma$ -Bestrahlung*. „Distrene“, ein handelsübliches Polystyrol, zeigt bei Bestrahlung mit Röntgenstrahlung von 60—200 kV Röhrenspannung u. mit Ra- $\gamma$ -Strahlung eine starke Fluoreszenz von weißlicher Farbe. Photograph. wird außerdem ein merklicher Ultraviolett-Anteil nachgewiesen. Prakt. Verwertung als Distrene-Verstärkerfolien erscheint möglich u. wäre der geringen Absorption wegen wertvoll. Paraffinwachs, „Perspex“ u. „Alkathene“ zeigen ähnliche Fluoreszenz von meist viel geringerer Intensität, Bernstein eine solche nur bei  $\gamma$ -Bestrahlung. Urheber aller dieser Fluoreszenzstrahlungen sind vermutlich Verunreinigungen. (Nature [London] 161. 520—21. 3/4. 1948. London, Westminster Hospital, Phys. Dep.) 292.400

**N. Grassie** und **H. W. Melville**, *Thermischer Abbau von Polymethylmethacrylaten*. Systemat. Unters. über die Zersetzungsvorgänge beim Erhitzen unter Vakuum von Poly-

methylmethacrylaten, bei welchen neben Verringerung des Mol.-Gew. auch wachsende Anteile am Monomer auftreten infolge von Depolymerisation. Bei relativ niedrig polymeren Prodd. ist die Mol.-Gew.-Verringerung des Rückstandes gering u. wenig abhängig vom prozentualen Anteil des Monomeren. Mit zunehmendem Mol.-Gew. der Substanzen wird die prozentuale Mol.-Gew.-Abnahme des Rückstandes mit steigendem Monomeren-Anteil größer u. führt bei sehr hohen Mol.-Gew.-Werten zu einer nahezu linearen Beziehung zwischen beiden Größen. Es wird dabei noch weiterhin der Einfl. von Inhibitoren (1.4-Diaminoanthrachinon) sowie der von Querverb. u. Mischpolymeren behandelt. (Bull. Soc. chim. belges 57. 142—53. Mai 1948. Aberdeen, Univ., Scotland, Chem. Dep.)

300.400

Pierce W. Selwood, *Die Anwendung der Magnetochemie auf Polymere und Polymerisationen*. Nach kurzer Einführung in die Nomenklatur, Methodik u. Theorie der Magnetochemie wird zuerst die diamagnet. Anisotropie kristalliner u. orientierter Substanzen zunächst prinzipiell am Beispiel von *Naphthalin* u. *Diphenyl* u. dann bes. an orientierten, arom. Systeme enthaltenden Polymeren behandelt. Weiter wird gezeigt, daß infolge des Paramagnetismus von O<sub>2</sub> mit Radikalen diese bis hinab zu Konz. von 10<sup>-6</sup> Mol/Liter bestimmt werden können. Dadurch ist es möglich, den Verlauf von Polymerisationen zu verfolgen. Bei der therm. Polymerisation von Styrol bei 66° konnte auf diese Weise die Geschwindigkeit des O<sub>2</sub>-Verbrauchs ermittelt werden. Es ist jedoch mit den jetzigen Methoden noch nicht möglich, die Konz. der freien Radikale bei Polymerisationen zu messen. (J. Res. nat. Bur. Standards 41. 151—62. Aug. 1948. Northwestern Univ., USA.)

102.400

Thérèse Petitpas und Marcel Mathieu, *Über die Reaktionen in festem Zustand in den organischen Polymeren*. Die gebräuchliche Vorstellung einer „Phase“ muß, wenn es sich um natürliche oder künstliche Polymere (Cellulose, Nylon) handelt, abgeändert werden. Eine Anzahl von Rkk. der Cellulose u. ihrer Abkömmlinge, des Kautschuks u. des Nylons, die sich in der festen „Phase“ abspielen, werden aufgeführt. Es handelt sich um Rkk., bei denen die kristalline Struktur verändert wird (Acetylierung der Cellulose in heterogener Phase, Gewinnung der KNECHTischen Verb., Mercerisierung der Cellulose, Umsetzung der Cellulose mit Aminen, Nitrierung der Cellulose, Einw. von Ketonen u. organ. Estern auf Nitrocellulose) u. um Rkk., bei denen ein Stoff in die nicht kristallinen Zonen eindringt (Absorption einer Fl. durch einen festen Körper, Dispersion der festen Phase in der Fl., Zwischenstadien mit verschied. starken Quellungen: Cellulose-W.; Alkyl-nitrate, Nitrocellulose; Nylon-W.; Kautschuk-Benzol). Die Art dieser Rkk. hängt von der Struktur des Polymeren u. der Art des quellenden oder lösenden Stoffes ab, der auf das Polymere einwirkt. Die gewählten Beispiele zeigen die Wichtigkeit der Anschauung über eine Rk. in festem Zustand in einer durch ein organ. Polymeres gebildeten Phase. Man ist geneigt, von „fester Phase“ zu sprechen, wenn es sich um ein Polymeres handelt, u. keinen großen Unterschied zwischen einer kristallinen u. amorphen Phase zu machen. Die ganze M. des Polymeren, d. h. die Ansammlung seiner Moll., stellt die einzige Phase dar, in deren Innerem die Bindung der Radikale u. Verb. u. die Strukturänderungen vor sich gehen. Die Rkk. dringen mehr oder weniger in die Struktur ein: die Gebiete, in denen sich die nicht in ein Krystallgitter eintretenden akt. Gruppen befinden, sind am leichtesten zugänglich. Eine polymere „Phase“ hört erst auf zu bestehen, wenn alle Moll. getrennt u. durch die Einw. eines Lösungsm. in den isolierten Zustand verteilt sind. Ein allein angewendetes Verf. kann keine befriedigende Erklärung über die Rkk. der Polymeren in fester Phase liefern; lediglich die Anwendung aller verfügbaren Verf. gestattet eine genaue Feststellung der Reaktionen. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. Mises au point D 43—48. Jan./Febr. 1949. Paris, Labor. des Services chimiques de l'Etat.)

397.400

Marvin C. Brooks und Richard M. Badger, *Eine Mikrodiffusionsmethode zur Kennzeichnung hochpolymerer Fraktionen*. Zur Vermeidung der Korrektionsströme wird die Diffusionszelle mit einem Stapel Filtrierpapier ausgefüllt. Aus Diffusionsverss. an Nitrocellulose-Fraktionen ergibt sich, daß zwischen dem Diffusionskoeff. D u. dem Mol.-Gew. M der Fraktionen die Beziehung  $\log M = a \log D + b$  (a u. b sind Konstanten) besteht. (J. physie. Colloid Chem. 52. 1390—1403. Nov. 1948. Pasadena, Calif., Calif. Inst. Technol.)

102.400

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

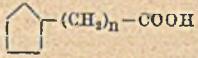
J. Van Steenis und H. I. Waterman, *Alkylierung von Isopentan mit Isopenten in Gegenwart von konzentrierter Schwefelsäure*. Vif. haben durch systemat. Unters. der Reaktionsbedingungen das für die Alkylierung von Isopentan (I) mit Isopenten (II) in Ggw. von konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (III) günstigste Verf. entwickelt. Das Molverhältnis der Reaktionspartner ist dabei I:II:III = 5:1:2½, III muß vor der Rk. mit dem gleichen Vol. I emulgiert werden; die günstigste Reaktionsdauer ist dann 2 Minuten. Bei schlechter Mischung



Äthylat; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub>N<sub>4</sub>, aus A., F. 141,5—142,5°. Durch Hydrierung des rohen Aldehyds entsteht III.  $\gamma$ , $\gamma$ -Dicarbäthoxy- $\gamma$ -brombutyraldehyd, aus Brom-I u. II bei Ggw. von Tributylamin, Kp.<sub>0,12</sub> 97—100°,  $n_D^{25} = 1,4665$ ; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub>N<sub>4</sub>Br, gelbe Platten aus A., F. 82,5—83,5°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 3470—72. Okt. 1948. Minncapolis, Minn., General Mills Inc.) 218.790

William W. Walton und Horace S. Isbell, 2-Ketolactobionsaures Barium und das entsprechende Bariumbromiddoppelsalz. Durch Oxydation von Lactoseoson (I) mit Brom in Ggw. von BaCO<sub>3</sub> kann 2-ketolactobionsaures Barium (II) als leicht krystallisierendes BaBr<sub>2</sub>-Doppelsalz (vgl. auch ISBELL, C. 1938. II. 549) erhalten werden; das aus ihm durch Entfernen des BaBr<sub>2</sub> mit Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> entstehende II ist sehr leicht lösl. u. schwer zu krystallisieren. Die Konst. des II ergab sich aus der enzymat. Hydrolyse mit Lactase; Galaktose (III) u. 2-Ketogluconsäure (IV) konnten isoliert u. charakterisiert werden. II hat auf Grund der Drehungsprüfung, wie Lactulose, Fructosestruktur u. unterscheidet sich von dieser dadurch, daß die endständige OCH<sub>3</sub>-Gruppe durch eine COOH-Gruppe ersetzt ist. Über die Ringstruktur konnte nichts ausgesagt werden; es wird angenommen, daß, wie bei Fructose u. Lactulose ein Gleichgewicht zwischen Pyranose- u. Furanosemodifikation vorliegt.

Versuche: Lactosephenylosazon, C<sub>23</sub>H<sub>32</sub>O<sub>9</sub>N<sub>4</sub>, aus Lactose mit Phenylhydrazin in verd. Essigsäure bei 80°, kryst. aus 20%ig. A.; Ausbeute 38%. Hieraus I, C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>12</sub>, mit Benzaldehyd auf dem Wasserbad; Ausbeute 65%. — II-BaBr<sub>2</sub>-Doppelsalz, C<sub>24</sub>H<sub>38</sub>O<sub>24</sub>·Ba·BaBr<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O, aus I in W., Sättigen der Lsg. mit CO<sub>2</sub> u. Behandeln mit BaCO<sub>3</sub> u. Brom unter Eiskühlung u. Einengen des wss. Anteils des Reaktionsprod., aus W. Krystalle,  $[\alpha]_D^{20} = -28,2^{\circ}$  (c = 2, in W., Enddrehung). — II, C<sub>24</sub>H<sub>38</sub>O<sub>24</sub>·Ba·2H<sub>2</sub>O, aus der wss. Lsg. des Doppelsalzes mit Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Einengen des Filtrats u. Füllen mit Methanol, aus wenig W. mit Methanol Krystalle,  $[\alpha]_D^{20} = -37,9^{\circ}$ ,  $[\alpha]_D^{0,6} = -42,3^{\circ}$  (c = 2, in W., Enddrehung). — Die Lsg. der aus II mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> erhaltenen freien Säure liefert bei p<sub>H</sub> = 6,7 mit Lactase bei 30° (unter Toluol, 11 Tage) u. der nachfolgenden Behandlung des Hydrolysats mit Galaktosefermenthefe u. einer Nährlsg. (zur Zerstörung der III) IV, Phenylhydrazon, F. 95—97°. — Die Hydrolyse von II mit verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> auf dem Wasserbad liefert eine Lsg., aus der nach dem Füllen mit CaCO<sub>3</sub> u. Entfernen des Elektrolyten durch Harzaustauscher III als Verdampfungsrückstand erhalten werden kann, aus wss. Methanol, F. 165°, Anfangsdrehung  $[\alpha]_D^{20} = 140,5^{\circ}$ , Enddrehung  $[\alpha]_D^{20} = 80,2^{\circ}$ , Mutarotationskonstante 0,009. (J. Res. nat. Bur. Standards 41. 119—23. Aug. 1948. Washington.) 179.819

Ng. Ph. Buu-Hoï und Paul Cagniant, Keton-, Phenol- und Naphtholderivate des Chaulmoogra. Chaulmoograöl u. die daraus gewonnenen Na-Salze der Hydnocarpensäure (Ia) u. Chaulmoograsäure (IIa) sind bis jetzt die einzigen Heilmittel gegen Lepra. Vf. haben jetzt Ketone, Phenole u. Lactone dargestellt, die sich von der Dihydrohydnocarpensäure (I) u. Dihydrochaulmoograsäure (II) ableiten, u. auf ihre therapeut.   $(CH_2)_n - COOH$  Wrkg. untersucht. Die dargestellten Verbb. sind wenig tox. u. hindern das Wachstum des KOCH-Bacillus nur unbedeutend. Die Darst. erfolgte durch Umsetzung der Chloride von I u. II (III u. IV) mit Methyläthern von Mono- oder Polyphenolen bzw. Naphtholen nach FRIEDEL-CRAFTS; die Chloride von Ia bzw. IIa reagieren dabei schlecht oder gar nicht wegen der geringeren als bei I. Die bei der Rk. entstandenen Ketone wurden zum Teil nach CLEMENSEN red., dann entmethyliert u. so Phenolderivv. von I u. II gewonnen. Die Red. ist schwierig durchzuführen bei Ketonen, die in o-Stellung zum Carbonyl substituiert sind. Alle dargestellten Ketone werden durch konz. HBr in Essigsäure hydrolyt. gespalten; die Spaltung erfolgt umso leichter, je größer das Mol.-Gew. des Acylrestes u. je schwerer u. komplizierter aufgebaut der arom. Kern ist. So sind Ketone, die sich von I ableiten, unbeständiger als II-Derivv., Ketone mit Naphthalinkern sind bes. zersetzlich. Begünstigt wird die Hydrolyse weiterhin durch Anwesenheit einer phenol. OH-Gruppe.

Versuche: 1-Dihydrohydnocarpoyl-2-methyl-5-isopropyl-4-methoxybenzol, C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O<sub>2</sub>, aus III (aus I u. SOCl<sub>2</sub>, Kp.<sub>2</sub> 180°) u. Thymolmethyläther in wasserfreiem Nitrobenzol mit AlCl<sub>3</sub> bei 0°, gelbes Öl, Kp. 258—265° [Druckangabe im Original unleserlich, der Ref.]. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-2-methyl-5-isopropyl-4-methoxybenzol, C<sub>27</sub>H<sub>46</sub>O, aus der vorst. Verb. mit Zn-Amalgam u. HCl bei Ggw. von Toluol, gelbliches Öl, Kp.<sub>3,7</sub> 240—245°. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-2-methyl-5-isopropyl-4-phenol, C<sub>26</sub>H<sub>44</sub>O, durch Kochen der vorst. Verb. in Eisessiglsg. mit 48%ig. HBr, Prismen, F. 30°, Kp.<sub>2</sub> 250—255°. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-2-methyl-4-methoxybenzol, C<sub>24</sub>H<sub>38</sub>O<sub>2</sub>, aus III u. m-Kresolmethyläther, Blättchen, F. 32°, Kp.<sub>1,5</sub> 245—255°; 1-Dihydrohydnocarpoyl-2-methyl-4-methoxybenzol, C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O, gelbliche Fl., Kp.<sub>3</sub> 240—245°; 1-Dihydrohydnocarpoyl-2-methyl-4-phenol, C<sub>23</sub>H<sub>38</sub>O, Kp.<sub>1,5</sub> 245

bis 250°, mit FeCl<sub>3</sub> braune Färbung. — 4-Dihydrochaulmoogyrolanisol, C<sub>25</sub>H<sub>40</sub>O<sub>2</sub>, aus IV u. Anisol, Blättchen aus A., F. 55°, Kp.<sub>4</sub> 270—280°; Oxim, C<sub>25</sub>H<sub>41</sub>O<sub>2</sub>N, Nadeln aus A., F. 63—64°. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-2.4-dimethoxybenzol, C<sub>24</sub>H<sub>38</sub>O<sub>5</sub>, aus III u. Resorcin-dimethyläther, Nadeln aus A., F. 58°, Kp.<sub>2</sub> 260—265°; 4-Dihydrohydnocarpylresorcin, C<sub>22</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub>, durch Red. u. Entmethylierung der vorst. Verb., Nadeln aus A., F. 67°. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-4-methyl-2.6-dimethoxybenzol, C<sub>25</sub>H<sub>40</sub>O<sub>3</sub>, aus III u. Orcindimethyläther, gelbliches Öl, Kp.<sub>2</sub> 268—272°; konnte nicht red. werden. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-3-äthyl-4.6-dimethoxybenzol, C<sub>26</sub>H<sub>42</sub>O<sub>3</sub>, aus III u. 4-Äthylresorcin-dimethyläther (durch CLEMMENSEN-MARTIN-Red. von Resacetophenondimethyläther, Kp.<sub>15</sub> 119—120°), F. 34°, Kp.<sub>2</sub> 274—276°. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-3.4-dimethoxybenzol, C<sub>24</sub>H<sub>38</sub>O<sub>3</sub>, aus III u. Veratrol, aus A., F. 69°, Kp.<sub>1,3</sub> 258—262°; 1-Dihydrohydnocarpoyl-3.4-dimethoxybenzol, C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>2</sub>, Nadeln aus A., F. 32°, Kp.<sub>1,3</sub> 230—235°; 4-Dihydrohydnocarpylbenzocatechin, C<sub>22</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub>, aus der vorst. Verb. in Eisessiglg. mit HJ, Nadeln aus PAe., F. 70—71°, unbeständig an der Luft, mit FeCl<sub>3</sub> smaragdgrün. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-6-äthyl-3.4-dimethoxybenzol, C<sub>26</sub>H<sub>42</sub>O<sub>3</sub>, aus III u. 4-Äthylbenzocatechindimethyläther (durch CLEMMENSEN-MARTIN-Red. von 4-Acetylveratrol, Kp.<sub>12</sub> 113—115°), Nadeln aus A., F. 38°, Kp.<sub>1</sub> 250—255°. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-2.5-dimethoxybenzol, C<sub>24</sub>H<sub>38</sub>O<sub>3</sub>, aus III u. Hydrochinondimethyläther in schlechter Ausbeute, Kp.<sub>15</sub> 250—255°. — 2-Acetylhydrochinondimethyläther gibt bei der Red. eine Verb., Kp.<sub>15</sub> 120°, u. nicht den erwarteten 2-Äthylhydrochinondimethyläther. — 1-Dihydrohydnocarpoyl-4-methoxynaphthalin, C<sub>27</sub>H<sub>38</sub>O<sub>2</sub>, aus III u. α-Methoxynaphthalin, Prismen aus A., F. 44°, Kp.<sub>4</sub> 282—287°; Oxim, C<sub>27</sub>H<sub>39</sub>O<sub>2</sub>N, Nadeln aus A., F. 86°; 1-Dihydrohydnocarpoyl-4-methoxynaphthalin, C<sub>27</sub>H<sub>40</sub>O, aus A., F. 30°, Kp.<sub>2</sub> 255—258°; 1-Dihydrohydnocarpoyl-4-naphthol, C<sub>26</sub>H<sub>38</sub>O, Nadeln aus A., F. 34—35°, an der Luft veränderlich. — 1-Dihydrochaulmoogyrol-4-methoxynaphthalin, C<sub>9</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>, aus IV u. α-Methoxynaphthalin, Nadeln aus A., F. 40—41°, Kp.<sub>3</sub> 285—290°. — 2-Dihydrohydnocarpoyl-6-methoxynaphthalin, C<sub>27</sub>H<sub>38</sub>O<sub>2</sub>, aus III u. Nerolin, Nadeln aus A., F. 87°, Kp.<sub>3</sub> 270—275°; Oxim, C<sub>27</sub>H<sub>39</sub>O<sub>2</sub>N, Nadeln aus A., F. 97°; 2-Dihydrohydnocarpoyl-6-methoxynaphthalin, C<sub>27</sub>H<sub>40</sub>O, Nadeln aus A., F. 75°, Kp.<sub>3</sub> 260—265° (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 67. 53—63. Febr. 1948. Paris, Inst. du Radium.) 218.1124

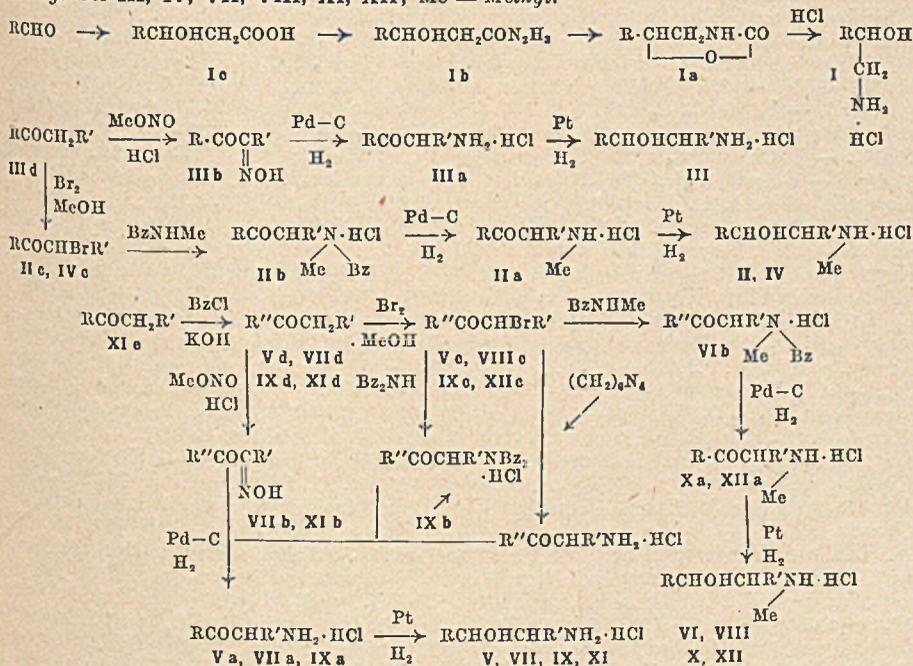
Alexander R. Surrey, Die Synthese von *N*-[3-Methoxybenzyl]-*N*-methyl-3-methoxy-4.5-methylendioxyphenäthylamin. Zwecks Aufklärung der Konst. von α-Fagarin wurde die in der Überschrift genannte Base dargestellt u. bewiesen, daß die beiden Verbb. nicht miteinander ident. sind. Als Ausgangsmaterial diente aus Myristicin dargestellter oder aus Pyrogallolmonomethyläther-(1) synthetisierter Myristicinaldehyd. Bei der Umsetzung des Aldehyds mit Malonsäure erhält man 3-Methoxy-4.5-methylendioxyzimtsäure, die bei Ggw. von RANEY-Ni zu der entsprechenden Hydrozimtsäure red. wird. Das Amid liefert durch HOFMANNschen Abbau 3-Methoxy-4.5-methylendioxyphenäthylamin. Durch Umsetzung mit 3-Methoxybenzaldehyd u. nachfolgende katalyt. Red. entsteht *N*-3-Methoxybenzyl-3-methoxy-4.5-methylendioxyphenäthylamin u. daraus durch Methylierung mit Formaldehyd u. Ameisensäure *N*-[3-Methoxybenzyl]-*N*-methyl-3-methoxy-4.5-methylendioxyphenäthylamin. Ausgehend von Piperonal gelangt man durch eine Reihe ähnlicher Rkk. zu *N*-[3-Methoxybenzyl]-*N*-methyl-3.4-methylendioxyphenäthylamin. Die Methojodide beider Amine werden beim Kochen mit NaOH gespalten unter Bldg. von *N,N*-Dimethyl-3-methoxybenzylamin.

Versuche: 2(?)-Allyloxy-3-methoxyphenol, aus Pyrogallolmonomethyläther-(1) mit Allylbromid in Aceton bei Ggw. von K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>; Ausbeute 80%. — 6(?)-Allylpyrogallolmonomethyläther, C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>, aus vorst. Verb. bei 200°. — Myristicin, aus vorst. Verb. beim Kochen mit Methylenjodid bei Ggw. von K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> in Aceton. — Dibrommyristicindibromid, C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>Br<sub>2</sub>, aus vorst. Verb. u. Br<sub>2</sub> in Essigsäure, Krystalle aus A., F. 128—129°. — Myristicinaldehyd, aus dem rohen Myristicin mit alkoh. KOH u. nachfolgender Oxydation des erhaltenen Isomyristicins mit KMnO<sub>4</sub>, F. 128—130°. — 3-Methoxy-4.5-methylendioxyzimtsäure, aus vorigem mit Malonsäure u. wenig Piperidin in Pyridin auf dem Wasserbad, F. 222—226°. — β-[3-Methoxy-4.5-methylendioxyphenyl]-propionsäure, aus vorst. Verb. bei Red. mit H<sub>2</sub> in Ggw. von RANEY-Ni in 0,5*N* NaOH, Krystalle, F. 95—100°; Amid, C<sub>11</sub>H<sub>13</sub>O<sub>4</sub>N, aus der Säure über das Chlorid, Nadeln aus Bzl., F. 128—129°. — 3-Methoxy-4.5-methylendioxyphenäthylaminhydrochlorid, C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>NCl, aus vorst. Amid mit NaOCl-Lsg. bei 70—80° u. nachfolgendem Behandeln mit HCl, Krystalle aus A. + Essigester + Ac., F. 167,2—168,1° (korr.). — *N*-[3-Methoxybenzyl]-3-methoxy-4.5-methylendioxyphenäthylaminhydrochlorid, C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>O<sub>3</sub>NCl, aus vorst. Verb. u. 3-Methoxybenzaldehyd, nachfolgender Red. des Reaktionsprod. mit H<sub>2</sub> bei Ggw. von Pd-Kohle in A. u. Behandeln mit alkoh. HCl, Krystalle aus Isopropanol, F. 144,2—145° (korr.). — *N*-[3-Methoxybenzyl]-*N*-methyl-3-methoxy-4.5-methylendioxyphenäthylaminhydrochlorid, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>O<sub>3</sub>NCl, aus vorst. Verb. beim Erwärmen mit NaOH, Erhitzen der Base mit 100%ig. HCO<sub>2</sub>H u. 35—40% ig. Formaldehyd auf dem Wasserbad u. Einw. von äther. HCl, aus Isopropanol,

F. 170,4—171,2° (korr.). *Methojodid*, C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>NJ, F. 176,6—177,1° (korr.). — *N*-[3-Methoxybenzyl]-homopiperonylaminhydrochlorid, C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>NCl, aus Homopiperonylamin u. 3-Methoxybenzaldehyd u. nachfolgender Red. des Reaktionsprod. bei Ggw. von Pd-Kohle in A., aus Isopropylalkohol, F. 160—161,4° (korr.). — *N*-[3-Methoxybenzyl]-*N*-methylhomopiperonylaminhydrochlorid (I), C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>3</sub>NCl, aus vorst. Verb. nach Überführung in die Base u. Methylierung wie oben, aus Isopropylalkohol, F. 161,6—163,5°. Liefert bei der Red. bei Ggw. von Pd-Kohle in 80%ig. Essigsäure bei 50—55° *N*-Methylhomopiperonylaminhydrochlorid. — *I*-Methojodid, C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>NJ, aus A., F. 174,5—176,5°. Liefert bei der Red. mit H<sub>2</sub> bei Ggw. von ADAMs Katalysator u. Na-Acetat in W. unter Druck u. nachfolgendem Behandeln mit alkoh. HCl *N*.*N*-Dimethylhomopiperonylaminhydrochlorid, Krystalle aus A. + Ae., F. 203—204°. — *N*.*N*-Dimethyl-3-methoxybenzylaminhydrochlorid, aus den beiden beschriebenen Methojodiden beim Kochen mit NaOH u. nachfolgendem Behandeln mit alkoh. HCl, aus A. + Aceton + Ae., F. 176—177° (korr.). (J. Amer. chem. Soc. 70. 2887—90. Sept. 1948. Rensselaer, N. Y.)

117.1187

Walter S. Ide und Richard Baltzly, *Amine, die mit 2.5-Dimethoxyphenyläthylamin verwandt sind*. IV. Mitt. *2.5-Diäthoxy-, 2-Oxy-5-methoxy- und 2-Oxy-5-äthoxyphenylalkanolamine*. (II. vgl. C. 1940. I. 3097; III. vgl. J. Amer. chem. Soc. 68. [1946.] 591.) Die Studien über blutdruckbeeinflussende Substanzen wurden fortgesetzt. Die Darst. von prim. u. sek. *β*-Oxy-*β*-(2.5-diäthoxyphenyl)-äthylaminen u. -isopropylaminen u. ihrer Analoga mit OH-Gruppen in Stellung 2 u. Methoxy- u. Äthoxygruppen in 5 wird beschrieben. Die *2.5-Diäthoxyverb.* (I—IV) wurden vorwiegend nach Angaben der II. Mitt. erhalten, jedoch mit geringerer Ausbeute infolge ihrer größeren Löslichkeit u. geringeren Neigung zur Krystallisation, die *2-Oxy-5-alkoxyphenylalkanolamine* (V—XII) nach der III. Mitteilung. Die Abkürzungen haben folgende Bedeutung: Bz = Benzyl; R = *2.5-Diäthoxyphenyl* bei I, II, III, IV; R = *2-Oxy-5-methoxyphenyl* bei V, VI, VII, VIII; R = *2-Oxy-5-äthoxyphenyl* bei IX, X, XI, XII; R = *2-Benzyloxy-5-methoxyphenyl* bei VIIa; R' = Benzyläther der entsprechenden Oxyphenylverb.; R' = H bei II, V, VI, IX, X; R' = Methyl bei III, IV, VII, VIII, XI, XII; Me = Methyl.



Versuche: Ic, C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>O<sub>5</sub>, aus Bzl.-Hexan, F. 94°; Ib, C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, aus absol. A., F. 167°; Ia, C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>N, Nadeln aus Bzl.-Hexan, F. 86,5°. — *Ketone*: III d, C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>O<sub>3</sub>, Kp.<sub>15</sub> 178—180°, F. 28°; V d, C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>, dicke Prismen aus Hexan, F. 50°, Kp.<sub>1</sub> 187—192°; VIII d, C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>O<sub>3</sub>, Kp.<sub>1</sub> 194—196°, Rhomben, F. 47°; *2-Acetoxy-5-methoxypropiofenon* C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>, Rhomben aus Hexan, F. 54°; IX d, C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>O<sub>3</sub>, nadelartige Prismen aus Hexan, F. 42°, Kp.<sub>1</sub> 198—202°; XI e, C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>, gelbe Nadeln aus Hexan, F. 82°; XII d, C<sub>18</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>, feine seidenartige Nadeln aus Hexan, F. 43°, Kp.<sub>1</sub> 198—202° — *α*-Isonitrosoketone: III b,

$C_{13}H_{17}O_4N$ , gelbes Pulver aus Essigester-Hexan, F. 84°; VIIb,  $C_{17}H_{17}O_4N$ , dunkelgelbe nadelartige Prismen aus Essigester-Hexan, F. 98,5°; 2-Äthylcarbonato-5-methoxy- $\alpha$ -isonitrosopropiophenon  $C_{13}H_{15}O_6N$ , goldgelbe nadelartige Prismen aus Essigester-Hexan, F. 89–89,5°; XIb,  $C_{18}H_{19}O_4N$ , gelbes Pulver aus Essigester-Hexan, F. 86°; —  $\alpha$ -Bromketone: IIc,  $C_{12}H_{15}O_3Br$ , Blättchen aus Methanol-Hexan, F. 77°; IVc,  $C_{13}H_{17}O_3Br$ , flache Nadeln aus Methanol-Hexan, F. 42°; Vc,  $C_{16}H_{15}O_3Br$ , Nadeln aus Essigester-Hexan, F. 87–87,5°; 2-Oxy-5-methoxy- $\alpha$ -brompropiofenon  $C_{10}H_{11}O_3Br$ , gelbes Pulver aus Hexan, F. 60°; VIIIc,  $C_{17}H_{17}O_3Br$ , Prismen aus Hexan, F. 60°; IXc,  $C_{17}H_{17}O_3Br$ , aus Hexan, F. 73°; XIIc,  $C_{18}H_{19}O_3Br$ , aus Hexan, F. 78°. —  $\alpha$ -Aminoketonhydrochloride: IIIa,  $C_{13}H_{20}O_3NCl$ , aus absol. A.-Ae., F. 161°; Va,  $C_9H_{12}O_3NCl$ , gelbe Rhomben aus verd. A., F. 192–193°; VIIa,  $C_7H_{10}O_3NCl$ , gefaltete Nadeln aus absol. A., F. 179,5°; IXa,  $C_{10}H_{14}O_3NCl$ , schwachgelbe Nadeln aus absol. A.-Ae., F. 182–185° (Zers.). —  $\alpha$ -Methylaminoketonhydrochloride: IIa,  $C_{13}H_{20}O_3NCl$ , feine gefaltete Nadeln aus absol. A., F. 163°; Xa,  $C_{11}H_{16}O_3NCl$ , kleine dicke Prismen aus absol. A., F. 186°; XIIa,  $C_{12}H_{18}O_3NCl$ , gelbe Blättchen aus absol. A., F. 164,5°. — *tert.* Aminoketonhydrochloride: IIb,  $C_{20}H_{26}O_3NCl$ , aus absol. A.-Ae., F. 145°; VIb,  $C_{24}H_{26}O_3NCl$ , hexagonale Prismen aus absol. A.-Ae., F. 156,5–158°; IXb,  $C_{31}H_{32}O_3NCl$ , seidenartige Nadeln aus absol. A.-Ae., F. 185–187° (Zers.). — Aminoalkohydrochloride: I,  $C_{12}H_{20}O_3NCl$ , aus absol. A.-Ae., F. 178°; II,  $C_{13}H_{22}O_3NCl$ , aus absol. A., F. 150°; III,  $C_{15}H_{22}O_3NCl$ , feine Nadeln aus absol. A., F. 216°; IV,  $C_{14}H_{24}O_3NCl$ , aus absol. A.-Ae., F. 146°; V,  $C_9H_{14}O_3NCl$ , Blättchen aus absol. A.-Ae., F. 160°; VI,  $C_{10}H_{16}O_3NCl$ , Rhomben aus absol. A.-Ae., F. 130°; VII,  $C_{10}H_{16}O_3NCl$ , Prismen aus absol. A., F. 228° (Zers.); VIII,  $C_{11}H_{18}O_3NCl$ , aus absol. A., F. 202°; IX,  $C_{10}H_{16}O_3NCl$ , Plättchen aus absol. A.-Ae., F. 152,5–153°; X,  $C_{11}H_{18}O_3NCl$ , aus absol. A.-Ae., F. 133°; XI,  $C_{11}H_{18}O_3NCl$ , aus absol. A., F. 217° (Zers.); XII,  $C_{12}H_{20}O_3NCl$ , feine gefaltete Nadeln aus absol. A.-Ae., F. 182,5°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 1084–87. März 1948. New York, Tuckahoe 7, Wellcome Res. Labor.) 380.1488

Carl M. Hill, Myron B. Towns und Gilbert Senter, *Darstellung und Reaktionen mehrerer chlosubstituierter Phenoxyacetylchloride*. Vff. beschreiben die Darst. von 2.4.5- u. 2.4.6-Trichlorphenoxyacetylchlorid u. die Umsetzungen dieser Säurechloride mit A.,  $NH_3$  u. Anilin sowie die Darst. der Phenylder von Mono-, Di- u. Trichlorphenoxyessigsäuren.

Versuche: 2.4.5-Trichlorphenoxyessigsäure (I),  $C_6H_3O_3Cl_3$ , Krystalle aus Chlf., F. 152–153°. — 2.4.6-Trichlorphenoxyessigsäure (II), Krystalle aus Chlf., F. 177–178° (unkorr.). — I-Chlorid,  $C_8H_9O_2Cl$ , auf dem Säure mit  $SOCl_2$  auf dem Wasserbad, wachsartige M. mit kakaonußähnlichem Geruch, F. 78–79°, Kp.<sub>3</sub> 165–167°; Ausbeute 80,0%. — II-Chlorid,  $C_8H_9O_2Cl$ , wachsartige M., F. 55–56°, Kp.<sub>3</sub> 147–150°; Ausbeute 90,0%. — I-Amid,  $C_8H_9O_2NCl$ , aus dem Chlorid mit konz.  $NH_3$  auf dem Wasserbad, Krystalle aus verd. A., F. 173–174°; Ausbeute 97,5%. — II-Amid,  $C_8H_9O_2NCl$ , Krystalle, F. 195–196°; Ausbeute 98,0%. — I-Äthylester,  $C_{10}H_{11}O_3Cl$ , beim Kochen des Chlorids mit 95% ig. A., Krystalle aus verd. A., F. 63–64°; Ausbeute 89%. — II-Äthylester, Krystallmasse, F. 33–34°; Ausbeute 85%. — I-Anilid,  $C_{14}H_{10}O_2NCl$ , aus dem Chlorid mit Anilin in Chlf., Krystalle aus verd. A., F. 176–177°; Ausbeute 67%. — II-Anilid,  $C_{14}H_{10}O_2NCl$ , Krystallmasse, F. 107–108°; Ausbeute 63%. — Phenoxyessigsäurephenylester,  $C_{14}H_{12}O_3$ , aus Phenoxyacetylchlorid mit Phenol in 10% ig. NaOH auf dem Wasserbad, Krystalle aus verd. A., F. 56–57°; Ausbeute 73%. — 2-Chlorphenoxyessigsäurephenylester,  $C_{14}H_{11}O_3Cl$ , Krystallmasse, F. 58–59°; Ausbeute 80%. — 4-Chlorphenoxyessigsäurephenylester,  $C_{14}H_{11}O_3Cl$ , F. 73–74°; Ausbeute 63,5%. — 2,4-Dichlorphenoxyessigsäurephenylester,  $C_{14}H_{10}O_3Cl_2$ , Krystalle aus verd. A., F. 100–101°; Ausbeute 82%. — I-Phenylester,  $C_{14}H_9O_3Cl$ , Krystalle aus verd. A., F. 116–117°; Ausbeute 70%. — II-Phenylester, Krystalle aus verd. A., F. 84,5–85°; Ausbeute 75%. (J. Amer. chem. Soc. 71. 257–58. Jan. 1949. Nashville, Tenn., Tennessee Agricultural & Industrial State Coll., Dep. of Chem.) 117.1650

Calvin A. Vanderwerf und Leo V. Lemmerman, 2-Allylcyclohexanon. Cyclohexanon wird durch Behandlung mit  $NaNH_2$  in sein Na-Salz verwandelt, das durch Umsetzung mit Allylbromid 2-Allylcyclohexanon liefert.  $NaNH_2$  wird gebildet durch Zugabe von 47,2 g (2,05 g-Atome) Na zu 1,5 Liter fl.  $NH_3$  in Ggw. von wenig  $Fe(NO_3)_3$ ; 1,2 Liter Ae. wird zugesetzt u.  $NH_3$  durch Kochen am Rückfluß entfernt. 220 g (2,24 Mol) Cyclohexanon werden hinzugefügt, die Mischung unter Rühren 3 Stdn. gekocht, nach Einleiten von  $N_2$  eisgekühlt u. schnell mit einer Lsg. von 246 g (2,03 Mol) Allylbromid in 1 Liter Ae. versetzt. Die einsetzende exotherme Rk. wird durch Kühlen 20–30 Min. im Sieden gehalten u. die Mischung dann weitere 3 Stdn. auf dem Dampfbad erhitzt. NaBr wird durch W. in Lsg. gebracht, die äther. Schicht mit 5 Ätherextrakten zusammen mit gesätt. NaCl-Lsg. gewaschen u. eingedampft. Sorgfältige Fraktionierung des Rückstandes liefert bei 90–92°/17 mm 2-Allylcyclohexanon in einer Ausbeute von 153–174 g (54–62%). (Org. Syntheses 28. 8–10. 1948.) 457.2040

L. C. Cheney, Richard R. Smith und S. B. Binkley, *Alkylaminoalkyläther der Benzylphenole*. Die von LOEW, KAISER u. MOORE (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 83. [1945.] 120) an dem von RIEVESCHL u. HUBER (A. P. 2 421 714) synthetisierten  $\beta$ -Dimethylaminoäthylbenzhydriläther (*Benadryl*) (I) beobachtete starke Antihistaminwrkg. regte dazu an, den  $\beta$ -Dimethylaminoäthyläther des 2-Benzylphenols (II) darzustellen u. auf seine pharmakol. Verwertbarkeit zu prüfen. Beschrieben wird ferner die Darst. von  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[4-benzylphenyl]-äther u. einer Anzahl von Homologen u. Salzen der genannten Verbindungen. Die im Versuchsteil aufgeführten Äther wurden erhalten durch Kondensation von Natriumbenzylphenolat mit den betreffenden Aminoalkylchloriden oder durch Umsetzung von  $\omega$ -Bromalkyläthern der Benzylphenole mit geeigneten Aminen in Toluol. Die pharmakol. Unters. der dargestellten Äther, über die an anderer Stelle berichtet werden soll, hat ergeben, daß II in medicin. Hinsicht am vielversprechendsten ist, da sein wasserlösl. Hydrochlorid sich als relativ ungiftig erwiesen hat u. es an Tieren starke Antihistaminwrkg. u. Lokalanästhesie bewirkt. Die klin. Prüfung ist in Angriff genommen.

Versuche: Reines 2-Benzylphenol wurde anfangs nach der Meth. von CLAISEN u. Mitarbeiter (Liebigs Ann. Chem. 442. [1925.] 210) in 25–35% ig. Ausbeute gewonnen, wobei fast kein 4-Benzylphenol gebildet wird. Aus den Rückständen wurden beträchtliche Mengen 2,6-Dibenzylphenol isoliert. Für die Darst. größerer Mengen von 2-Benzylphenol ist es zweckmäßiger, „*Santophen*“ [Gemisch aus 2- u. 4-Benzylphenol (MCMASTER u. BRUNER, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 28. [1936.] 505)] als Ausgangsmaterial zu verwenden. Die beiden Isomeren lassen sich vorteilhaft über ihre in W. verschied. lösl. Basalze trennen. 4-Benzylphenol, Krystalle aus CCl<sub>4</sub>, F. 84° (alle FF. uncorr.). 2-Benzylphenol, F. 51,5–53°. — Die benötigten Dialkylaminoalkylchloride wurden aus den zugänglichen Aminoalkoholen mit SOCl<sub>2</sub> in Bzl. dargestellt. Trockene Lsgg. der Basen in Toluol scheinen bei Zimmertemp. beständig zu sein.  $\beta$ -Cyclohexylaminoäthylchloridhydrochlorid, C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>NCl·HCl, aus N-Cyclohexyläthanolamin nach der Meth. von COPE u. HANCOCK (J. Amer. chem. Soc. 64. [1942.] 1503), F. 219–219,5°; Ausbeute 97,5%. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[2-benzylphenyl]-äther (II), beim Kochen von  $\beta$ -Dimethylaminoäthylchlorid u. der Na-Verb. des 2-Benzylphenols in Toluol unter N<sub>2</sub>, Öl, Kp.<sub>1</sub> 141–144°; Ausbeute 94,3%; C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>ON·HCl, Krystalle aus Methylisobutylketon, F. 119–120°. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[4-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 152–153°; Ausbeute 64,5%; C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol, F. 179–182°. —  $\beta$ -Dimethylaminoisopropyl-[2-benzylphenyl]-äther, beim Kochen von Na-2-Benzylphenolat mit überschüssigem 2-Chlor-1-dimethylaminopropan in Toluol unter N<sub>2</sub>, Kp.<sub>1</sub> 148–152°; Ausbeute (zusammen mit nachst. Verb.) 58,1%; C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>ON·HCl, Krystalle aus Essigester, F. 75–80°. —  $\beta$ -Dimethylaminoisopropyl-[2-benzylphenyl]-äther, als Nebenprod. bei vorst. Rk., Kp.<sub>1</sub> 152–157°; C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>ON·HCl, Krystalle aus Aceton, F. 170–171,5°. —  $\beta$ -Diäthylaminoäthyl-[2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 160–164°; Ausbeute 76,8%; C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol, F. 158–159°. —  $\gamma$ -Piperidinopropyl-[2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 192–198°; Ausbeute 68,3%; C<sub>22</sub>H<sub>27</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol, F. 167–168°. —  $\gamma$ -(2-Methylpiperidino)-propyl-[2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 194,5–197°; Ausbeute 66,2%; C<sub>22</sub>H<sub>27</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol, F. 149–150°. —  $\gamma$ -Dimethylaminoisopropyl-[2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 149–153°; Ausbeute 86,6%; C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol, F. 159–160°. —  $\gamma$ -Di-n-butylaminopropyl-[2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 174–176°; Ausbeute 98,2%; C<sub>24</sub>H<sub>35</sub>ON·HCl, Krystalle aus Essigester, F. 86–89°. —  $\gamma$ -Di-n-butylaminopropyl-[4-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 197–200°; Ausbeute 75%; C<sub>24</sub>H<sub>35</sub>ON·HCl, Krystalle aus Essigester, F. 96–98°. —  $\beta$ -Pyrrolidyläthyl-[2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 152–163°; Ausbeute 73,5%; C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>ON·HCl, Krystalle aus Aceton, F. 140 bis 141,5°. — [ $\beta$ -(2-Methylpiperidino)-äthyl]-[2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 151–167°; Ausbeute 75,5%; C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>ON·HCl, Krystalle aus Methylisobutylketon, F. 139,5–142°. —  $\beta$ -Morpholinyläthyl-[2-benzylphenyl]-ätherhydrochlorid, C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, Krystalle aus Methanol, F. 184–185°; Ausbeute 85,5%. —  $\beta$ -Piperidinoäthyl-[2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 180–183°; C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>ON·HCl, Krystalle aus Aceton, F. 139–141°; Ausbeute 55,3%. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[2,6-dibenzylphenyl]-ätherhydrochlorid, C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>ON·HCl, Krystalle aus Methylisobutylketon, F. 143–144,5°; Ausbeute 31,5%. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[2-cyclohexylmethylcyclohexyl]-ätherhydrochlorid, C<sub>17</sub>H<sub>33</sub>ON·HCl, bei der Hydrierung von  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[2-benzylphenyl]-äther bei Ggw. von ADAMS Pt-Katalysator in mit wenig konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> versetztem Eisessig unter Druck bei 60° u. nachfolgender Einw. von HCl, Krystalle aus Essigester, F. 128,5–129°; Ausbeute 38%. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[ $\alpha$ -hydro-2-benzylphenyl]-ätherhydrochlorid, C<sub>17</sub>H<sub>27</sub>ON·HCl, Krystalle aus Aceton, F. 179°; Ausbeute 25,7%. —  $\beta$ -Bromäthyl-[2-benzylphenyl]-äther, C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>OBr, durch tropfenweise Zugabe einer Lsg. von 1,05 Mol 2-Benzylphenol in Toluol zu einer sd. Suspension von 1,0 Mol NaOH in Toluol, Versetzen mit 3 Mol Äthylenbromid u. 60std. Erhitzen zum Sieden, Krystalle aus Isopropylalkohol, F. 82–85° (nicht rein erhalten);

Ausbeute 48,8%. —  $\beta$ -Isopropylaminoäthyl-[2-benzylphenyl]-äther, aus vorst. Verb. u. Isopropylamin beim Erhitzen in Dioxan in der Druckflasche, hellgelbe M., lösl. in Ae.; C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>ON·HCl, Krystalle aus W., F. 174—175°; Ausbeute 81,2%. —  $\gamma$ -Brompropyl-[2-benzylphenyl]-äther, F. 137—163° (Rohprod.); Ausbeute 60%. —  $\beta$ -Methylaminoäthyl-[2-benzylphenyl]-ätherhydrochlorid, C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ON·HCl, Krystalle aus absol. A., F. 178,5 bis 179,5°; Ausbeute 22,3%. —  $\beta$ -Cyclohexylaminoäthyl-[2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 165 bis 171°; Ausbeute 34,8%; C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol, F. 182—183,5° (J. Amer. chem. Soc. 71. 60—64. Jan. 1949. Syracuse, N. Y., Bristol Labor., Inc., Res. Div.) 117.2496

W. B. Wheatley, L. C. Cheney und S. B. Binkley,  $\beta$ -Dimethylaminoäthyläther der substituierten 2-Benzylphenole. (Vgl. vorst. Ref.) Die in vorst. Mitt. beschriebene starke Antihistaminwrkg. des  $\beta$ -Dimethylamino-[2-benzylphenyl]-äthers (I) gab Veranlassung,  $\beta$ -Dimethylaminoäthyläther von verschied. substituierten 2-Benzylphenolen darzustellen, um zu prüfen, ob durch die Substitution die Antihistaminwrkg. vermindert wird. Im allg. lassen sich die bas. Äther beim Erhitzen der substituierten Na-2-Benzylphenolate mit  $\beta$ -Dimethylaminoäthylchlorid in Toluol gewinnen. Die durch Sättigen der äther. Lsgg. der Amino mit HCl erhältlichen Hydrochloride sind farblose kristalline Verb., die meistens in W. leicht lösl. sind. In der Literatur (Zusammenstellung s. Original) sind mehrere Methoden für die Darst. von 2-Benzylphenol angegeben. Durch Umsetzung von Na-Phenolat mit Benzylchlorid wird 2-Benzylphenol frei von dem 4-Isomeren neben einer beträchtlichen Menge von Phenylbenzyläther erhalten. Letztgenannte Verb. läßt sich durch Extraktion entfernen. Für die Darst. der im Versuchsteil beschriebenen substituierten 2-Benzylphenole wurde nach der Vorschrift von CLAISEN u. Mitarbeiter (Liebigs Ann. Chem. 442. [1925.] 210) gearbeitet. Es wurde gefunden, daß die Darst. der Na-Phenolate sich zweckmäßiger als mit Na mit dem jetzt leicht erhältlichen NaH bewirken läßt. Vorläufige pharmakol. Unterss. ergaben, daß keine der synthetisierten Verb. gegen durch Histamin induzierte Krämpfe an Meerschweinchen so wirksam ist wie I. Ein ausführlicher Bericht über die pharmakol. Wrkg. der beschriebenen Äther folgt an anderer Stelle.

Versuche: Die nachst. beschriebenen substituierten 2-Benzylphenolate wurden wie folgt synthetisiert: Man fügt nach u. nach eine Lsg. von 1,0 Mol des substituierten Phenols in warmem Toluol zu einer sd. Suspension von 1,0 Mol NaH in Toluol unter N<sub>2</sub> u. versetzt das Reaktionsgemisch tropfenweise mit 1,1 Mol Benzylchlorid; nach 5std. Kochen wird das Gemisch abgekühlt u. mit verd. HCl hydrolysiert. Die Trennung der in einigen Fällen gebildeten 2- u. 4-Isomeren erfolgte über die Ba-Salze. 4-tert.-Butyl-2-benzylphenol, C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>O, Kp.<sub>2,5</sub> 157—160°, n<sub>D</sub><sup>23</sup> = 1,5624; Ausbeute 40%. — 4-Cyclohexyl-2-benzylphenol, C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>O, Krystalle aus Cyclohexan, F. 87,5—89,0° (alle FF. unkorrt.), Kp.<sub>2</sub> 188—196°; Ausbeute 55%. — 4-Methoxy-2-benzylphenol, C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>, Krystalle aus Bzl + Skellysolve B, F. 103,5—104,5°, Kp.<sub>7</sub> 198—212°; Ausbeute 46%. — 4-Äthoxy-2-benzylphenol, C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>, Kp.<sub>1</sub> 165—167°, n<sub>D</sub><sup>23</sup> = 1,5820; Ausbeute 42%. — 2-[4'-Isopropylbenzyl]-phenol, C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O, Kp.<sub>1</sub> 134—137°, n<sub>D</sub><sup>23</sup> = 1,5722; Ausbeute 38%. — 2-[4'-Methoxybenzyl]-phenol, C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>, Krystalle aus Cyclohexan, F. 80,0—81,5°, Kp.<sub>1</sub> 154 bis 157°; Ausbeute 36%. — 2-[2'.3'-Dimethoxybenzyl]-phenol, C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>, Krystalle aus Cyclohexan, F. 125,5—127,0°, Kp.<sub>1</sub> 148—154°; Ausbeute 49%. — 2-[ $\alpha$ -Methylbenzyl]-phenol, C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O, Kp.<sub>1,5</sub> 122—126°, n<sub>D</sub><sup>23</sup> = 1,5904; Ausbeute 37%. — 2-[2'.4'-Dichlorbenzyl]-phenol, C<sub>13</sub>H<sub>10</sub>OCl<sub>2</sub>, Kp.<sub>1</sub> 142—147°, n<sub>D</sub><sup>23</sup> = 1,6124; Ausbeute 29%. — Für die Darst. der substituierten  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[2-benzylphenyl]-äther wurde  $\beta$ -Dimethylaminoäthylchloridhydrochlorid mit 56% ig. KOH in Toluol behandelt u. die so erhaltene Lsg. tropfenweise zu einer Lsg. von substituiertem Na-2-Benzylphenolat in sd. Toluol gegeben u. das Gemisch 7 Stdn. zum Sieden erhitzt.  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[2-benzyl-4-tolyl]-äther, Kp.<sub>3</sub> 168—174°; Ausbeute 89%; C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 126,5—128,0°. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[4-tert.-butyl-2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 137—140°; Ausbeute 87%; C<sub>21</sub>H<sub>29</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 162,5—164,0°. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[4-cyclohexyl-2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 186—190°; Ausbeute 87%; C<sub>23</sub>H<sub>31</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 152,5—154,0°. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[4-methoxy-2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 174—177°; Ausbeute 86%; C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Ac., F. 131,0—132,0°. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[4-äthoxy-2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 167—171°; Ausbeute 79%; C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 136,0—137,0°. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[4-chlor-2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 172—176°; Ausbeute 82%; C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ONCl·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, existiert in 2 Formen, F. 141,0—143,0° u. F. 173,5—175,5°. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[6-chlor-2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 160—164°; Ausbeute 76%; C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ONCl·HNO<sub>3</sub>, Krystalle aus 95% ig. A., F. 93,0—95,0°. —  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl-[2-(4'-isopropyl-

benzyl]-phenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 151—152°; Ausbeute 90%; C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 144,0—145,5°. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-(4'-methoxybenzyl)-phenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 149—152°; Ausbeute 89%; C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 123,0—126,0°. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-(2,3'-dimethoxybenzyl)-phenyl]-äther, C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>O<sub>3</sub>N, Kp.<sub>1</sub> 164—166°, n<sub>D</sub><sup>23</sup> = 1,5560; Ausbeute 90%. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-(2'-chlorbenzyl)-phenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 155—167°; Ausbeute 80%; C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ONCl·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 139,5 bis 142,5°. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-(3'-chlorbenzyl)-phenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 146—152°; Ausbeute 82%; C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ONCl·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 120,0 bis 121,5°. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-(4'-chlorbenzyl)-phenyl]-äther, Kp.<sub>3</sub> 179—185°; Ausbeute 81%; C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ONCl·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 152,0—153,0°. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-(4'-brombenzyl)-phenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 162 bis 165°; Ausbeute 92%; C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>ONBr·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 158,0—160,5°. — β-Dimethylaminoäthyl-[4-chlor-2-(4'-chlorbenzyl)-phenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 177 bis 182°; Ausbeute 86%; C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>ONCl<sub>2</sub>·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 150—152,0°. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-(2',4'-dichlorbenzyl)-phenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 149—152°; Ausbeute 91%; C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>ONCl<sub>2</sub>·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 139,5—141,0°. — β-Dimethylaminoäthyl-[4,6-dichlor-2-benzylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 159—163°; Ausbeute 85%; C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>ONCl<sub>2</sub>·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 137,5—140,5°. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-benzoylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 180 bis 181°; Ausbeute 95%; C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 144,0—145,5°. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-(α-oxybenzyl)-phenyl]-ätherhydrochlorid, C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, aus vorst. Hydrochlorid bei der Hydrierung in Ggw. von ADAMS Pt-Oxydalkalysator in absol. A. unter 3 at Druck, Krystalle aus Isopropylalkohol + Methylisobutylketon, F. 153,0—154,0°; Ausbeute 70%. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-(α-methylbenzyl)-phenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 142—146°; Ausbeute 78%; C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>ON·HCl, Krystalle aus Isopropylalkohol + Skellysolve B, F. 141,0—142,5°. — β-Dimethylaminoäthyl-[2-benzhydrylphenyl]-äther, Kp.<sub>1</sub> 189—192°; Ausbeute 88%; C<sub>23</sub>H<sub>25</sub>ON·HNO<sub>3</sub>, Krystalle aus 95%ig. A., F. 184,0—186,5° (J. Amer. chem. Soc. 71. 64—66. Jan. 1949.) 117.2496

Merrill E. Speeter, Wendell M. Bird, Lee C. Cheney und S. B. Binkley, *Analge'siche Carbinole und Ester, die mit Amidon (Methadon) verwandt sind*. Trotzdem bisher zahlreiche, mit *Methadon* verwandte, Ketone u. Imine dargestellt wurden (Literatur s. Original), ist bisher nicht über solche Verbb. berichtet worden, in denen die Ketonhälfte des Mol. verändert worden ist. In vorliegender Arbeit wird die Red. von *Amidon* u. einer Anzahl verwandter Ketone, Ester u. Säuren zu Carbinolen beschrieben. Die Synth. der Ketone wurde in den meisten Fällen nach bekannten Methoden durchgeführt, wobei isomere Verbb. durch abwechselnde Krystallisation u. Dest. voneinander getrennt wurden. In Analogie zu den entsprechenden Dimethylaminoderivv. haben Vff. den Morpholinylanalogen von *Amidon* u. Isoamidon Struktur I u. II zuerteilt. Ebenso, wie *Amidon* sich leicht in Ggw. von ADAMS PtO<sub>2</sub>-Katalysator (aber nicht mit Pd) reduzieren läßt, konnte auch I red. werden, während II wie Isoamidon allen Reduktionsverss. in Ggw. von Katalysatoren widersteht. Dieses Verh. der Iso-Formen der Amidone bei der katalyt. Red. ist wahrscheinlich auf ster. Faktoren zurückzuführen. Durch LiAlH<sub>4</sub> werden *Amidon*, Isoamidon u. die Morpholinanalogen leicht reduziert. Die Red. von *Amidon* u. der verwandten Verbb. mit verzweigter Kette läßt ein zweites asymm. C-Atom im Mol. entstehen, so daß 2 Paare von Diastereoisomeren möglich sind. *Amidon* liefert aber sowohl bei der katalyt. Red. als auch mit LiAlH<sub>4</sub> die eine Form in 98%ig. Ausbeute, so daß das andere Isomere (falls überhaupt vorhanden), nur in geringer Menge entstanden sein kann. Die prim. Alkohole u. Ester der Amidone konnten aus den entsprechenden Estern oder Säuren durch Red. mit LiAlH<sub>4</sub> dargestellt werden. α,α-Diphenyl-γ-N-morpholinylbuttersäureäthylester liefert in 85%ig. Ausbeute 2,2-Diphenyl-4-[N-morpholinyl]-butanol-(I). γ-Dimethylamino-α,α-diphenylvaleriansäure ließ sich mit LiAlH<sub>4</sub> nur schwer reduzieren, da die Säure in Ae. schwer lösl. ist. Die Ester wurden im allg. durch Kochen der Carbinole mit überschüssigen Acylhalogeniden in Essigester gewonnen. Beim Umkrystallisieren aus A. wurden einige Ester hydrolysiert, während die Ester der Säuren mit höherem Mol.-Gew. in sd. A. beständig sind. Nähere Angaben über die pharmakol. Wrkg. s. Original.

Versuche: 1-[N-Morpholinyl]-propanol-(2), aus Morpholin u. Propylenchlorhydrin, Kp.<sub>7</sub> 85—87°. — 2-Chlor-1-[N-morpholinyl]-propan, aus vorst. Verb. u. SOCl<sub>2</sub>; Hydrochlorid, F. 172—173°. — 2,2-Diphenyl-4-[N-morpholinyl]-valeronitril u. 3-Methyl-2,2-diphenyl-4-[N-morpholinyl]-butyronitril, aus vorigem mit Diphenylacetonitril, Krystalle aus

A., F. 100—102°. — 4.4-Diphenyl-6-[N-morpholinyl]-heptanon-(3) (I), beim Kochen des Gemisches vorst. Nitrile mit C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>·MgBr in Xylol unter N<sub>2</sub> u. nachfolgender Hydrolyse des Reaktionsprod. mit HCl; Hydrobromid, C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>O<sub>2</sub>N·HBr, Krystalle aus Isopropylalkohol, F. 230—231°; Hydrochlorid, C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 222—223°; Ausbeute 79,3%. — 3-Imino-5-methyl-4.4-diphenyl-6-[N-morpholinyl]-hexan-(II), beim Kochen des Imins mit HCl, Krystalle aus Skellysolve C, F. 104—105°. — 3-Acetylmino-5-methyl-4.4-diphenyl-6-[N-morpholinyl]-hexanhydrochlorid, C<sub>25</sub>H<sub>31</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·HCl, aus vorst. Verb. u. Acetylchlorid in Bzl., Krystalle aus Essigester, F. 223—224°. — 5-Methyl-4.4-diphenyl-6-[N-morpholinyl]-hexanon-(3), C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>O<sub>2</sub>N (II), beim Kochen des Imins mit HCl, Krystalle aus Skellysolve C, F. 139—140°, Kp.<sub>1,5</sub> 187—190°; Ausbeute 42%; Hydrochlorid, C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>O<sub>2</sub>N·HCl·H<sub>2</sub>O, F. 229—230°. — 4.4-Diphenyl-6-[N-morpholinyl]-hexanon-(3), C<sub>25</sub>H<sub>27</sub>O<sub>2</sub>N, F. 114—115°; Hydrochlorid, C<sub>22</sub>H<sub>27</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 229—230°. — 4.4-Diphenyl-6-piperidino-hexanon-(3)-nitrat, C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>ON·HNO<sub>3</sub>, F. 142—143°. — α.α-Diphenyl-γ-[N-morpholinol]-buttersäureäthylester, C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>O<sub>3</sub>N, F. 68—70°; Hydrochlorid, C<sub>22</sub>H<sub>27</sub>O<sub>3</sub>N·HCl, F. 168 bis 169°. — 3.3-Diphenyl-5-dimethylamino-hexanon-(3)-hydrobromid, C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>ON·HBr, F. 164—165°. — γ-Dimethylamino-α.α-diphenylvaleriansäure, C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N, beim Erhitzen von 4-Dimethylamino-2.2-diphenylvaleronitril mit 70% ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> auf 150°, Krystalle aus Methylisobutylketon oder W., F. 200—201; Hydrochlorid des Äthylesters, C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 178—179°. — Die nachst. beschriebenen Carbinole wurden erhalten durch Red. der entsprechenden Ketone mit H<sub>2</sub> bei Ggw. von ADAMS PtO<sub>2</sub>-Katalysator in W. unter Druck. 6-Dimethylamino-4.4-diphenylheptanol-(3), C<sub>21</sub>H<sub>29</sub>ON, Öl; Hydrochlorid, C<sub>21</sub>H<sub>29</sub>ON·HCl, F. 206—207°; wird beim Umkrystallisieren aus Isopropylalkohol oder Methylisobutylketon dimorph, Plättchen oder Prismen, F. 195—196°. — 6-Dimethylamino-3-acetoxy-4.4-diphenylheptanhydrochlorid, C<sub>23</sub>H<sub>31</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, aus Amidoncarbinol mit Acetylchlorid in Essigester, Krystalle aus Essigester, F. 213—214°; Ausbeute 90%. — 6-Dimethylamino-3-propionyloxy-4.4-diphenylheptanhydrochlorid, C<sub>24</sub>H<sub>33</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 185 bis 186°. — 6-Dimethylamino-3-äthoxyformyloxy-4.4-diphenylheptanhydrochlorid, C<sub>21</sub>H<sub>33</sub>O<sub>3</sub>N·HCl, F. 167—169°. — 6-Dimethylamino-3-phenylacetoxy-4.4-diphenylheptanhydrochlorid, C<sub>29</sub>H<sub>35</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 172—173°. — 6-Dimethylamino-3-benzoyloxy-4.4-diphenylheptanhydrochlorid, C<sub>28</sub>H<sub>33</sub>O<sub>2</sub>N·HCl·H<sub>2</sub>O, F. 135—136°. — 6-Dimethylamino-3-[N-phenylcarbamyloxy]-4.4-diphenylheptanhydrochlorid, C<sub>28</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·HCl·H<sub>2</sub>O, F. 150—151°. — 6-Dimethylamino-5-methyl-4.4-diphenylheptanol-(3), C<sub>21</sub>H<sub>29</sub>ON, beim Kochen von Isoamidon mit LiAlH<sub>4</sub> in absol. Ac., Krystalle aus Skellysolve C, F. 109—110°; Hydrochlorid, C<sub>21</sub>H<sub>29</sub>ON·HCl, F. 204—205°. — 6-Dimethylamino-3-acetoxy-5-methyl-4.4-diphenylhexanhydrochlorid, C<sub>23</sub>H<sub>31</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 228—229°. — 4.4-Diphenyl-6-[N-morpholinyl]-hexanol-(3), C<sub>22</sub>H<sub>29</sub>O<sub>2</sub>N, F. 130—131°; Nitrat, C<sub>22</sub>H<sub>29</sub>O<sub>2</sub>N·HNO<sub>3</sub>, F. 185—186°. — 3-Acetoxy-4.4-diphenyl-6-[N-morpholinyl]-hexanhydrochlorid, C<sub>24</sub>H<sub>31</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 242—243°. — 4.4-Diphenyl-6-[N-morpholinyl]-heptanol-(3), C<sub>23</sub>H<sub>31</sub>O<sub>2</sub>N, F. 118 bis 119°; Hydrochlorid, C<sub>23</sub>H<sub>31</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 225—226°. — 3-Acetoxy-4.4-diphenyl-6-[N-morpholinyl]-heptanhydrochlorid, C<sub>25</sub>H<sub>33</sub>O<sub>3</sub>N·HCl, F. 221—222°. — 7-Dimethylamino-4.4-diphenylheptanol-(3)-hydrochlorid, C<sub>21</sub>H<sub>29</sub>ON·HCl, F. 172—173°. — 7-Dimethylamino-3-acetoxy-4.4-diphenylheptanhydrochlorid, C<sub>23</sub>H<sub>31</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 183—184°. — 6-Dimethylamino-4.4-diphenylheptanol-(3)-nitrat, C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>ON·HNO<sub>3</sub>, F. 156—157°. — 6-Dimethylamino-4-phenyl-4-cyclohexylheptanol-(3), C<sub>21</sub>H<sub>35</sub>ON, Öl, Kp.<sub>1</sub> 150—153°; Phosphat, Krystalle. — 2.2-Diphenyl-4-[N-morpholinyl]-butanol-(1), C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N, F. 155—156°; Hydrochlorid, C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 244—245°. — 1-Acetoxy-2.2-diphenyl-4-[N-morpholinyl]-butanhydrochlorid, C<sub>22</sub>H<sub>27</sub>O<sub>2</sub>N·HCl, F. 159—160°. — 4-Dimethylamino-2.2-diphenylpentanol-(1)-hydrochlorid, C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>ON·HCl, F. 210—211°. (J. Amer. chem. Soc. 71. 57—60. Jan. 1949. Syracuse, N. Y., Bristol Labor., Inc., Res. Div.) 117.2549

Charles C. Price und Gardner W. Stacy, Bis-(p-nitrophenyl)-sulfid. 157,5 g (1 Mol) p-Chlornitrobenzol, 160 g (1 Mol) KSCSO<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> u. 450 cm<sup>3</sup> 95% ig. A. werden 48 Stdn. am Rückfluß gekocht. Das während der Rk. ausfallende kryst. Bis-(p-nitrophenyl)-sulfid wird mit heißem A. u. heißem W. gewaschen u. aus Eisessig umkryst., F. 160—161°; Ausbeute 76—82%. (Org. Syntheses 28. 82—83. 1948.) 457.2564

Charles C. Price und Gardner W. Stacy, p-Aminophenyldisulfid (p-NH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SSC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NH<sub>2</sub>). Die Mischung von 236 g (1,5 Mol) p-Chlornitrobenzol, 960 g (4 Mol) Na<sub>2</sub>S und 2,5 Liter W. wird langsam zur Siedetemp. erwärmt, um die Initial-Rk. auszulösen, u. dann 20 Stdn. gekocht. Nach Abkühlen auf 15° wird von ausgeschiedenem p-Chloranilin abfiltriert u. das Filtrat durch Dest. auf 1,5 Liter eingengt. Im Verlauf von 2 Stdn. werden dann 230 cm<sup>3</sup> 30% ig. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zur 65—70° warmen Lsg. zugetropft, die gerührt wird. Beim Erkalten kryst. p-Aminophenyldisulfid aus, aus A.-W. unter Zusatz von einigen g Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, F. 75—76°; Ausbeute 108—120 g (58—64%). (Org. Syntheses 28. 14—15. 1948.) 457.2564

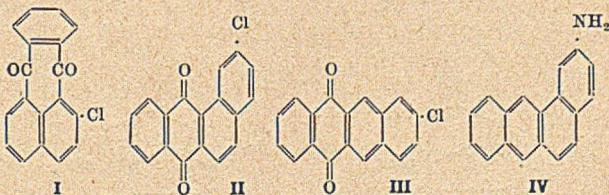
B. M. Michailow, *Synthese polycyclischer Verbindungen*. XIII. Mitt. *Lithiumorganische Verbindungen des Anthracens*. (XII. vgl. Доклады Академии Наук СССР, [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] 59. [1948.] 509; vgl. J. org. Chemistry 3. [1938.] 55; Ber. dtsch. chem. Ges. 47. [1914.] 480; 72. [1939.] 272) 9-Bromanthracen (I), schwerer 9,10-Dibromanthracen (II) geben in Ätherlsg. beim Erwärmen mit Li, besser mit *n*-Butyl-Li (III) als nicht-isolierbare Zwischenprodd. gelbe oder rote Ndd. von 9-Anthryl-Li bzw. 9-Brom-10-anthryl-Li. Bei Einw. der Reaktionsmasse auf feste CO<sub>2</sub> entsteht aus I mit Li nur Anthracen, mit III Anthracen-9-carbonsäure, schwerer aus II mit Li, glatter mit III 9-Bromanthracen-10-carbonsäure oder Anthracen-9,10-dicarbonsäure, bei der Rk. mit III u. Äthlenoxyd 9-β-Oxäthyl u. 9-Brom-10-β-oxäthylanthracen. Analoge Verff. eignen sich zur Synth. verschied. Anthracen-Mesoderivate.

Versuche: Anthracen (IV): 0,5 g 9-Bromanthracen (I), 10 cm<sup>3</sup> Ae. u. 0,1 g Li in N<sub>2</sub>-gefüllter zugeschmolzener Ampulle bei 40° geschüttelt, carboxyliertes Prod. mit Bzl. u. W. behandelt u. Wasserschicht mit verd. HCl angesäuert; nur Spuren amorpher Flocken; aus der Benzollsg. IV; Ausbeute 40%. — Anthracen-9-carbonsäure (V): entsprechend vorigem mit III (aus *n*-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>Cl u. Li in Ae.), 5 Min. im N<sub>2</sub>-Strom, gelbe Nadeln aus verd. A., F. 214—216°; Ausbeute 77%; daneben 3,2% IV. Schüttelt man 15 Min. bei 40°: 58% V u. 13% IV. — 9-β-Oxäthylanthracen (VI), C<sub>18</sub>H<sub>14</sub>O, analog aus C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>Li mit 1,9 g II u. ca. 1 g (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>O, nach Zers. mit W. kleine gelbe Nadeln aus PAe. u. verd. A., F. 106,5—107,5°; Ausbeute 64,5%. — 9-Bromanthracen-10-carbonsäure (VII), aus 2 g 9,10-Dibromanthracen (II) u. 0,1 g Li in 30 cm<sup>3</sup> Ae. (20 Stdn. bei 50—60°) u. Behandeln des carboxylierten Prod. mit W., gelbe Nadeln aus A., F. 265—267°. — Anthracen-9,10-dicarbonsäure, C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>, aus II u. III (7:25; 15 Min. bei 18°), feinkryst. Pulver aus A., F. 320—340° (Zers.). — I, aus 1,9 g C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>Cl u. 0,3 g Li in Ac. mit 4,5 g II, aus A., F. 97—99°; Ausbeute 43,6%. — 9-Brom-10-β-oxäthylanthracen, C<sub>18</sub>H<sub>14</sub>OBr, aus II u. III mit (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>O, nach Zers. mit W. kleine gelbe Nadeln aus Ae., F. 147,5—148° (Zers.); Ausbeute 64%. (Известия Академии Наук СССР, Отделение Химических Наук [Bull. Acad. Sci. URSS, Cl. Sci. chim.] 1948. 420—26. Juli/Aug. Inst. für organ. Chem. der Akad. der Wiss. der UdSSR.)

391.2791

G. M. Badger, *Polycyclische aromatische Amine*. Zwecks Darst. weiterer carcinogener KW-stoffe wurde die Synth. von 2'-Amino-1,2-benzanthracen (IV) durchgeführt. Aus dem nach FIESER (J. Amer. chem. Soc. 53. [1931.] 3546) leicht zugänglichen 1-Chlorpleiadendion-(7.12) (I) entsteht mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2'-Chlor-1,2-benzanthrachinon (II). Verss., daraus mit Hilfe von *p*-Toluolsulfonamid die entsprechende 2'-Aminoverb. darzustellen, scheiterten ebenso wie Verss. zum Austausch von Cl in 2'-Chlorbenzanthracen gegen NH<sub>2</sub>. Dagegen gibt I mit *p*-Toluolsulfonamid 1-*p*-Toluolsulfonaminopleiadendion-(7.12), das beim Behandeln mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 30—40° 1-Aminopleiadendion-(7.12) ergibt; mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 160° erhält man 2'-Amino-1,2-benzanthrachinon u. daraus bei der Red. mit Zn-Staub + NH<sub>4</sub>OH IV. FIESER u. FIESER (J. Amer. chem. Soc. 55 [1933.] 3342) hatten die Vermutung geäußert, daß die bei der Umsetzung von 2-Chlornaphthalin mit Phthalsäureanhydrid in Ggw. von AlCl<sub>3</sub> entstehende Chlornaphthoylbenzoesäure sich entgegen der Ansicht von HELLER (Ber. dtsch. chem. Ges. 45. [1912.] 665; 46. [1913.] 1497) statt zum 2'-Chlor-2,3-benzanthrachinon (III) zu II cyclisieren läßt. Zwecks Aufklärung des Reaktionsverlaufs wurde die Umsetzung von 2-Chlornaphthalin mit Phthalsäureanhydrid wiederholt u. dabei 7-Chlor-(2 oder 1)-naphthoyl-*o*-benzoesäure vom F. 216—218° u. 6-Chlor-(2 oder 1)-naphthoyl-*o*-benzoesäure vom F. 174—175,5° isoliert. Die Säure vom F. 216 bis 218° liefert bei der Cyclisation II. Demnach ist die von HELLER (l. c.) angenommene Konst. III durch II zu ersetzen. Durch Cyclisation der Säure vom F. 174—175,5° bildet sich 3'-Chlor-1,2-benzanthrachinon, aus dem durch Red. das entsprechende Chlorbenzanthracen entsteht, das sich über Cyan-1,2-benzanthracen in 3'-Carboxy-1,2-benzanthracen überführen läßt. Das Reduktionsprod. des rohen Chlorbenzanthrachinons ist hellgelb, wahrscheinlich infolge geringer Beimengungen von 2'-Chlor-2,3-benzanthracen.

Versuche: 1-*p*-Toluolsulfonaminopleiadendion-(7.12), C<sub>25</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>NS, aus 1-Chlorpleiadendion-(7.12) (I) u. *p*-Toluolsulfonamid in Ggw. von K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Cu-Acetat u. Cu in Nitrobenzol bei 180—190°, gelbe Plättchen aus Essigsäure, F. 211—213°.

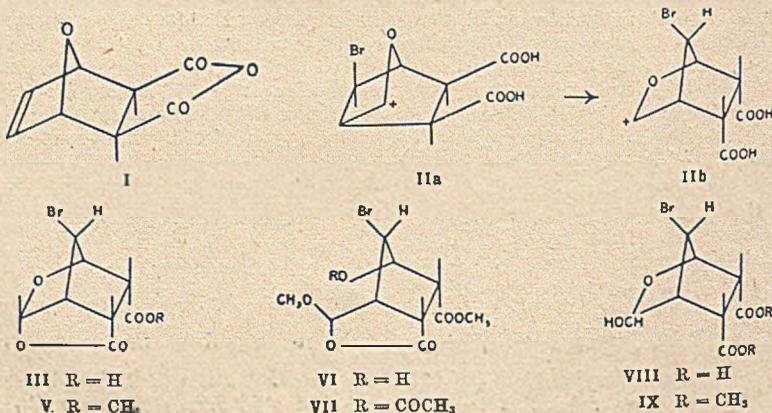


— 1-Aminopleiadendion-(7.12), C<sub>18</sub>H<sub>11</sub>O<sub>2</sub>N, aus vorst. Verb. mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 30—40°, orangegelbe Prismen (aus A.), F. 193—195°. — 2'-Amino-1,2-benzanthrachinon, C<sub>18</sub>H<sub>11</sub>O<sub>2</sub>N,

analog vorst. Verb. mit  $H_2SO_4$  bei  $160^\circ$ ; tief purpurrote Nadeln aus Toluol, F.  $204-205^\circ$ . Löst sich in konz.  $H_2SO_4$  mit dunkelrotbrauner Farbe; gibt mit alkal. Hydrosulfid (Dithionit) eine rotbraune Küpe. — *2'-Oxy-1.2-benzanthrachinon*,  $C_{18}H_{10}O_3$ , aus vorst. Verb. beim Diazotieren u. Verkochen mit W., rote Krystalle aus A., F.  $251^\circ$ ; sublimiert unter  $0,1$  mm bei  $230^\circ$ . — *2'-Amino-1.2-benzanthracen* (IV),  $C_{18}H_{13}N$ , bei der Red. des vorvorigen mit Zn in sd. wss.  $NH_4OH$ , gelbe Plättchen aus Bzl., F.  $162,5-164,5^\circ$ . Die Lsgg. fluorescieren im Tageslicht stark u. färben sich an der Luft u. im Licht rasch dunkel. — *7-Chlor-(2 oder 1)-naphthoyl-o-benzoesäure*,  $C_{18}H_{11}O_3Cl$ , aus 2-Chlornaphthalin u. Phthal-säureanhydrid (+  $AlCl_3$ ) in symm. Tetrachloräthan, aus Essigsäure F.  $216-218^\circ$ . Liefert mit Pyridin + Acetanhydrid auf dem Wasserbad ein *Acetoxy-lacton*,  $C_{20}H_{13}O_4Cl$ , aus A. F.  $168-170^\circ$ . — *6-Chlor-(2 oder 1)-naphthoyl-o-benzoesäure*,  $C_{18}H_{11}O_3Cl$ , neben voriger Säure, Prismen aus Bzl., F.  $174-175,5^\circ$ . *Acetoxy-lacton*,  $C_{20}H_{13}O_4Cl$ , Prismen aus A. oder Bzl., F.  $132-134^\circ$ . — *2'-Chlor-1.2-benzanthrachinon* (II),  $C_{18}H_9O_2Cl$ , aus obiger Säure vom F.  $218^\circ$  mit konz.  $H_2SO_4$  bei  $60-70^\circ$  oder mit  $AlCl_3$  u. NaCl bei  $140^\circ$ , hellgelbe Nadeln aus Essigsäure, F.  $235-236^\circ$ ; gibt mit alkal. Hydrosulfid eine rote Küp.. — *2'-Chlor-1.2-benzanthracen*,  $C_{18}H_{11}Cl$ , aus vorst. Verb. bei der Red. mit  $SnCl_2$  in sd. Essig-säure + konz. HCl u. nachfolgendem Kochen mit Zn u. 2n NaOH, Plättchen aus Essig-säure, F.  $161,5-162,5^\circ$ ; *Pikrat*,  $C_{18}H_{11}Cl \cdot C_6H_3O_7N_3$ , rote Nadeln aus Bzl., F.  $166,5$  bis  $167^\circ$ . — *3'-Chlor-1.2-benzanthrachinon*,  $C_{18}H_9O_2Cl$ , aus der Säure vom F.  $175^\circ$  (s. oben) mit konz.  $H_2SO_4$  bei  $65^\circ$ , gelbe Nadeln aus Essigsäure oder Bzl., F.  $213-215^\circ$ ; gibt mit alkal. Hydrosulfid eine rote Küpe. — *3'-Chlor-1.2-benzanthracen*,  $C_{18}H_{11}Cl$ , Plättchen aus Essigsäure, F.  $175-177^\circ$ . — *3'-Cyan-1.2-benzanthracen*,  $C_{18}H_{11}N$ , aus vorst. Verb. mit  $CuCN$ , Acetonitril u. Pyridin im Rohr bei  $230-240^\circ$ , bräunliche Nadeln aus Essig-säure, F.  $181,5-182,5^\circ$ ; sublimiert unter  $0,1$  mm bei  $180^\circ$ . Die Lsgg. fluorescieren im Tageslicht intensiv blau. — *3'-Cyan-1.2-benzanthrachinon*,  $C_{19}H_9O_2N$ , aus vorst. Verb. mit  $Na_2Cr_2O_7$  in Essigsäure, gelbe Nadeln aus Essigsäure, F.  $307-308^\circ$ . — *3'-Carboxy-1.2-benzanthracen*,  $C_{19}H_{11}O_2$ , mikrokristallines Pulver aus Essigsäure oder Xylol, F.  $290^\circ$ , (nach vorhergehender Dunkelfärbung). — *3'-Carboxy-1.2-benzanthrachinon*,  $C_{19}H_{10}O_3$ , gelbe Mikropismen aus Tetrahydrofurfurylalkohol, F.  $345^\circ$  (nach vorhergehendem Sinter-n u. Dunkelfärbung). (J. chem. Soc. [London] 1948. 1756-59. Nov. Glasgow, Univ.)

117.2819

R. B. Woodward und Harold Baer, *Die Reaktion von Furan mit Maleinsäureanhydrid*. (Vgl. C. 1946. I. 328.) Die Addition von Maleinsäureanhydrid an Furan führt nicht, wie DIELS u. ALDER (Ber. dtsh. chem. Ges. 62. [1929.] 557; Liebigs Ann. Chem. 490. 1931.] 243) annahmen, zu *endo-cis*, sondern zu *exo-cis-1.4-Endoxo-Δ<sup>5</sup>-cyclohexen-2.3-dicarbon-säureanhydrid* (I). Mit Brom in W. gibt I das *Monobromid* III neben dem n. *Dibromid* IV. III entsteht dabei in einer WAGNER-MEERWEIN-Umlagerung über ein Carbonium-Ion (z. B. II) durch Lactonisierung. Bei der Veresterung von III mit Diazomethan entsteht der *Monomethylester* V, Veresterung mit Methanol- $H_2SO_4$  gibt dagegen den *Pseudoester* VI, der ein *Acetylderiv.* VII bildet. Beim Kochen mit verd.  $HNO_3$  gehen III, V u. VI in die Säure VIII über, die mit Methanol- $H_2SO_4$  VI zurück-bildet, während mit Diazomethan der instabile n. Ester IX entsteht. Mit diesen experi-mentellen Befunden steht nur die Formel I für das Reaktionsprod. von Furan mit Malein-säureanhydrid in Übereinstimmung. Die Konfiguration der verschied. *3.6-Endoxoheza-hydrophthalsäuren* ist demnach: *exo-cis-Säure*, F.  $122-123^\circ$ ; *Anhydrid*, F.  $116-117^\circ$ ; *trans-Säure*, F.  $180^\circ$ ; *endo-cis-Säure*, F.  $169-170^\circ$ ; *Anhydrid*, F.  $158-159^\circ$ .



Versuche: *Furan-Maleinsäureanhydrid-Addukt* (I), nach DJELS u. ALDER (l. c.). Zers. sich leicht beim Umkrystallisieren aus warmen Lösungsmitteln. — *Bromlactonsäure* III, C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>Br, aus vorst. in wss. oder NaOH-Lsg. mit Brom bei 0—8°, Nadeln aus W., F. 153° (Zers.). Wird von neutraler oder saurer KMnO<sub>4</sub>-Lsg. nicht oxydiert, zers. sich in alkal. Lsg. beim Erwärmen aus den Mutterlaugen; *Dibromid* (IV), C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>OBr<sub>2</sub>(COOH)<sub>2</sub>, Krystalle aus W., F. 155°. — *IV-Dimethylester*, C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>Br<sub>2</sub>, aus IV mit Methanol-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Krystalle aus W., F. 115,9—116,3°. — *Monomethylester* (V), C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>5</sub>Br, aus III mit Diazomethan, Krystalle aus Methanol, F. 167—168° (Zers.). — *Pseudoester* VI, C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>Br, aus III mit Methanol-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Krystalle aus Methanol, F. 163° (Zers.). — *Acetylderiv.* VII, C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>O<sub>6</sub>Br, mit sd. Acetylchlorid, Nadeln aus Methanol, F. 146,5—147°. — *Säure* VIII, C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>Br, aus VI, V oder III, beim Erwärmen mit verd. HNO<sub>3</sub>, Nadeln aus W., F. 136 bis 137°; bildet beim Kochen mit Methanol-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> VI zurück. — *n-Ester* IX, C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>O<sub>6</sub>Br, aus VIII mit Diazomethan, Nadeln, F. 57° (Zers.). (J. Amer. chem. Soc. 70. 1161—66. März 1948. Cambridge, Mass.) 278.2862

Alvin I. Kosak und Howard D. Hartough, *2-Acetothienon* (*Methyl-2-thienylkton*)-168 g (2 Mol) Thiophen u. 107 g (1 Mol) 95%ig. Essigsäureanhydrid werden auf 75° erwärmt u. unter Rühren mit 6 cm<sup>3</sup> 85%ig. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> versetzt. Während der eintretenden exothermen Rk. wird gekühlt, anschließend 2 Stdn. am Rückfluß gekocht. Die erkaltete Mischung wird mit 250 cm<sup>3</sup> W. u. dann 2 mal mit je 100 cm<sup>3</sup> 5%ig. Sodalslg. gewaschen. Über eine Fraktionierkolonne wird bei gewöhnlichem Druck unverändertes Thiophen abdest. u. dann bei 80—90°/10 mm das *2-Acetothienon*, F. 9,2—10,5°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,5662; Ausbeute 74—79%. (Org. Syntheses 28. 1—2. 1948.) 457.2010

D. Muriel Hall und E. E. Turner, *Struktur und Antimalaria-Wirkung*. III. Mitt *Einige Benzimidazole*. (II. vgl. J. chem. Soc. [London] 1945. 699) Das beim Erhitzen von *p-Chlor-o-nitro-ω-chloracetanilid* mit Diäthylamin oder Piperidin entstehende *p-Chlor-o-nitro-ω-diäthylamino-(oder piperidino)-acetanilid* liefert bei der Red. in Ggw. von RANEY-Ni die entsprechende Aminoverb., die beim Kochen mit Na-Acetat in Eisessig in *5(oder 6)-Chlor-2-diäthylamino-(oder piperidino)-methylbenzimidazol* übergeht. Die Hydrochloride zeigen gegen Plasmodium relictum u. P. gallinaceum keine Antimalaria-Wirkung. Beim Erhitzen von *p-Chlor-o-nitro-β-brombutyranilid* mit Piperidin auf 120° werden *p-Chlor-o-nitroanilin*, *p-Chlor-o-nitrocrotonanilid* u. *p-Chlor-o-nitro-β-piperidinobutyranilid* gebildet. Aus letztgenannter Verb. entstehen bei der katalyt. Red. die entsprechende *Aminoverb.* u. geringe Mengen *Azoxy-5-chlor-2-β-piperidinobutyranilid*. Ringschlussverss. in sd. Eisessig bei Ggw. von Na-Acetat ergaben ein Harz; dagegen wurde in sd. Propionsäure bei Ggw. von Na-Propionat *5(oder 6)-Chlor-2-propen-(1 oder 2)-ylbenzimidazol* erhalten.

Versuche: *p-Chlor-o-nitro-ω-chloracetanilid*, C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, aus *p-Chlor-o-nitroanilin* u. Chloracetylchlorid in sd. Bzl., gelbe Nadeln aus Bzl., F. 141—142°. — *p-Chlor-o-nitro-ω-diäthylaminoacetanilid*, C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>Cl, hellgelbe Nadeln aus A., F. 58—59°. — *p-Chlor-o-amino-ω-diäthylaminoacetanilid*, C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>ON<sub>3</sub>Cl, Krystalle aus PAe., F. 75—76°. *Dihydrochlorid*, Nadeln aus A. + PAe., F. 188° (Zers.). — *5(oder 6)-Chlor-2-diäthylamino-methylbenzimidazol*, C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>Cl, Nadeln aus PAe., F. 150—151°. *Dihydrochlorid*, Prismen aus A. + PAe.; besitzt keinen scharfen Schmelzpunkt. — *p-Chlor-o-nitro-ω-piperidinacetanilid*, C<sub>13</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>Cl, blaßgelbe Nadeln aus A. oder PAe., F. 99°. — *p-Chlor-o-amino-ω-piperidinoacetanilid*, C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>ON<sub>3</sub>Cl, fast farblose Plättchen aus verd. A., F. 121—122,5°. *Hydrochlorid*, Plättchen aus A., F. 217° (Zers.). — *5(oder 6)-Chlor-2-piperidinomethylbenzimidazol*, C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>Cl, Plättchen aus PAe., F. 163—164°. *Hydrochlorid*, Nadeln aus A., F. 249—251° (Zers.). — *β-Brombutyrylchlorid*, C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>OCIBr, Kp.<sub>16</sub> 61°. — *p-Chlor-o-nitro-β-brombutyranilid*, C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>ClBr, gelbe Nadeln aus A., F. 99°. Ähnelt dem *5-Chlor-β-brombutyranilid* in bezug auf seine Reizwrg. auf die Haut. — *p-Chlor-o-nitro-β-piperidinobutyranilid*, C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>Cl, gelbe Krystalle aus PAe., F. 65—66°. — *p-Chlor-o-nitrocrotonanilid*, C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>Cl, braungelbe Krystalle aus PAe., F. 157—158°. — *p-Chlor-o-amino-β-piperidinobutyranilid*, C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>ON<sub>3</sub>Cl, Nadeln aus Bzl., F. 141,5°. — *Azoxy-5-chlor-2-β-piperidinobutyranilid*, C<sub>30</sub>H<sub>40</sub>O<sub>3</sub>N<sub>6</sub>Cl<sub>2</sub>, gelbe Prismen aus PAe., F. 156—157°. — *5(oder 6)-Chlor-2-propenylbenzimidazol*, C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Cl, mikrokrystallines Pulver aus Bzl., F. 184 bis 187° (J. chem. Soc. [London] 1948. 1909—11. Nov. Univ. of London, Bedford Coll.) 117.3102

Flaven E. Johnson und Cliff S. Hamilton, *Einige Derivate des 2-Aminobenzthiazols*. Bekanntlich zeigen Alkylaryl- u. heterocycl. Arylsulfone mit p-ständiger Aminogruppe deutliche baktericide u. antituberculare Wrkg. (FOURNEAU u. Mitarbeiter, C. 1939. I. 4807; SMIRNOWA, C. 1948. II. 1406). Dies gilt bes. für Verb., die einen Thiazolring enthalten (BAMBAS, J. Amer. chem. Soc. 67. [1945.] 671). Da Sulfide u. Sulfoxyde ebenfalls chemo-

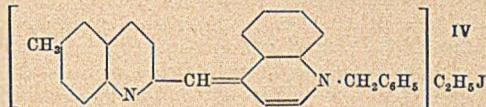
therapeut. wirksam sind (GIBBS u. ROBINSON, J. chem. Soc. [London] 1945. 925), erschien es reizvoll, oben erwähnte Eigg. in einer Verb. zu vereinigen, indem man versuchte, S-haltige Derivv. des 2-Aminobenzthiazols, z. B. 6-Methylmercapto-2-aminobenzthiazol (V) zu synthetisieren. Das nach bekannter Meth. dargestellte 4-Methylmercaptobenzthiazol (II) wurde red. zu dem entsprechenden Amin u. letzteres in 4-Methylmercaptophenylthioharnstoff (IV) übergeführt. Durch Oxydation mit Br<sub>2</sub> entsteht daraus in guter Ausbeute V, dessen Acetylverb. sich mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zu 2-Acetamino-6-methylsulfonylbenzthiazol (VII) oxydieren läßt. VIII konnte auch in geringerer Menge durch Oxydation von II zu 4-Methylsulfonylnitrobenzol (IX), Red. von IX zu der entsprechenden Aminoverb. X u. aufeinanderfolgender Einw. von NH<sub>4</sub>SCN u. Br<sub>2</sub> in VIII übergeführt werden. Durch modifizierte SANDMEYER-Rk. erhält man aus VIII 2-Chlor-6-methylsulfonylbenzthiazol (XI). V liefert bei derselben Rk. 2 Prodd.: 2-Chlor-6-methylsulfonylbenzthiazol (XII) bei 0° u. 2-Chlor-6-methylmercaptobenzthiazol (XIII) bei -20°, die beide bei der Oxydation mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in XI übergehen. Die Cl-Verbb. XI, XII u. XIII lassen sich mit Benzylamin, Piperidin, δ-Diäthylaminobutylamin u. γ-Diäthylaminopropylamin zu den entsprechend substituierten 6-Methylmercapto-, 6-Methylsulfinyl- u. 6-Methylsulfonylbenzthiazolen kondensieren.

Versuche: Na-Salz des 4-Nitrothiophenols (I), Darst. nach PRICE u. STACY, (C. 1947. 1845); Ausbeute 84%. — 4-Methylmercaptobenzthiazol (II), Darst. nach WALDRON u. REID (J. Amer. chem. Soc. 45. [1923.] 2399), F. 68—69°; Ausbeute 70—75%. — 4-Methylmercaptanilinhydrochlorid (III), aus II bei der Red. mit H<sub>2</sub> (+ RANEY-Ni) in Aceton u. Einleiten von HCl; Ausbeute 94%. Benzoylderiv., F. 176—178°. — 4-Methylmercaptophenylthioharnstoff (IV), Darst. nach WERTHEIM (J. Amer. chem. Soc. 53. [1931.] 200), F. 200—201°; Ausbeute 86%. — 6-Methylmercapto-2-aminobenzthiazol (V), C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, bei vorsichtigem Erwärmen von IV mit Br<sub>2</sub> in Chlf., bräunliche Plättchen aus 50% ig. A., F. 150—151°; Ausbeute 89,5%. — 6-Methylmercapto-2-acetaminobenzthiazol (VI), C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>ON<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, cremefarbene Krystalle aus 95% ig. A., F. 198—200°; Ausbeute 99%. — 6-Methylsulfonyl-2-acetaminobenzthiazol (VII), C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, aus VI mit 30% ig. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in Eisessig bei 80°, F. 305—307°; Ausbeute 76,5%. — 6-Methylsulfonyl-2-aminobenzthiazol (VIII), C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, beim Kochen von VII mit 4n HCl (Ausbeute 91%) oder aus X (s. unten) mit NH<sub>4</sub>SCN in W. u. nachfolgender Einw. von Br<sub>2</sub> in Chlf. (Ausbeute 9,1%), Krystalle aus 95% ig. A., F. 224—226°. — 4-Methylsulfonylnitrobenzol (IX), aus II mit 30% ig. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in Eisessig auf dem Wasserbad, gelbe Nadeln, F. 142°; Ausbeute 79%. — 4-Methylsulfonylanilinhydrochlorid (X), aus IX bei der Red. mit H<sub>2</sub> (+ RANEY-Ni) in Aceton u. Sättigen mit HCl; Ausbeute 86,5%. Die freie Base ist hellgelb, F. 136—137°. — 2-Chlor-6-methylsulfonylbenzthiazol (XI), C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>NCIS<sub>2</sub>, aus VIII beim Erwärmen mit 87% ig. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, Versetzen der auf 0° abgekühlten Lsg. mit konz. HNO<sub>3</sub> u. danach mit wss. NaNO<sub>2</sub>-Lsg.; die so gewonnene Diazonium-Lsg. wurde anschließend in CuCl-haltiger konz. HCl eingetragen, Nadeln aus 95% ig. A., F. 189—190°; Ausbeute 48%. — 2-Chlor-6-methylsulfinylbenzthiazol (XII), C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>ONCIS<sub>2</sub>, aus V analog vorizem, aus W. F. 112 bis 113°; Ausbeute 34%. — 2-Chlor-6-methylmercaptobenzthiazol (XIII), C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>ONCIS<sub>2</sub>, analog vorigem bei -20°, Krystalle aus PAe., F. 51—52°, Kp.<sub>3</sub> 138—142°; Ausbeute 28%. — Zwecks Darst. der nachstehend beschriebenen Aminobenzthiazole wurden die entsprechenden Chlorbenzthiazole mit etwas mehr als 2 Mol Amin im Wasser- oder Ölbad erhitzt: 6-Methylmercapto-2-[δ-diäthylaminobutylamino]-benzthiazoldihydrochlorid, C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>S<sub>2</sub> · 2HCl, hellbraune Krystalle aus Methanol u. Ae.; Ausbeute 70%. — 6-Methylmercapto-2-[γ-diäthylaminopropylamino]-benzthiazoldihydrochlorid, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>S<sub>2</sub> · 2HCl; Ausbeute 58%. — 6-Methylmercapto-2-benzylaminobenzthiazol, C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, F. 175—176°; Ausbeute 45%. — 6-Methylmercapto-2-piperidinobenzthiazol, C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, F. 75—76°; Ausbeute 40%. — 6-Methylsulfinyl-2-[δ-diäthylaminobutylamino]-benzthiazol, C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub> · 2HCl; Ausbeute 40%. — 6-Methylsulfinyl-2-[γ-diäthylaminopropylamino]-benzthiazol; Ausbeute 21%; Dipikrat, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>ON<sub>2</sub>S<sub>2</sub> · 2C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>, F. 163—165°. — 6-Methylsulfinyl-2-benzylaminobenzthiazol, C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>ON<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, F. 158—180°; Ausbeute 65%. — 6-Methylsulfonyl-2-piperidinobenzthiazol, C<sub>13</sub>H<sub>16</sub>ON<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, F. 109—110°; Ausbeute 23%. — 6-Methylsulfonyl-2-[δ-diäthylaminobutylamino]-benzthiazoldihydrochlorid, C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>S<sub>2</sub> · 2HCl; Ausbeute 44%. — 6-Methylsulfonyl-2-[γ-diäthylaminopropylamino]-benzthiazoldihydrochlorid, C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>S<sub>2</sub> · 2HCl; Ausbeute 80%. — 6-Methylsulfonyl-2-benzylaminobenzthiazol, C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, F. 220°; Ausbeute 95%. — 6-Methylsulfonyl-2-piperidinobenzthiazol, C<sub>13</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, F. 150—151°; Ausbeute 94%. (J. Amer. chem. Soc. 71. 74—76. Jan. 1949. Lincoln, Nebr., Univ., Dep. of Chem., Avery Labor.)

117.3142

A. F. Wompe, Zur Frage der Aufspaltung des Pyridinringes. Reaktion quartärer Salze der Pyridin- und Chinolinreihe mit Aminen. Komplexe des Chinolinchlorbenzylats mit arom. Aminen. Entgegen EMMERT, SCHNEIDER u. KOBERNE (Ber. dtsh. chem. Ges. 64.

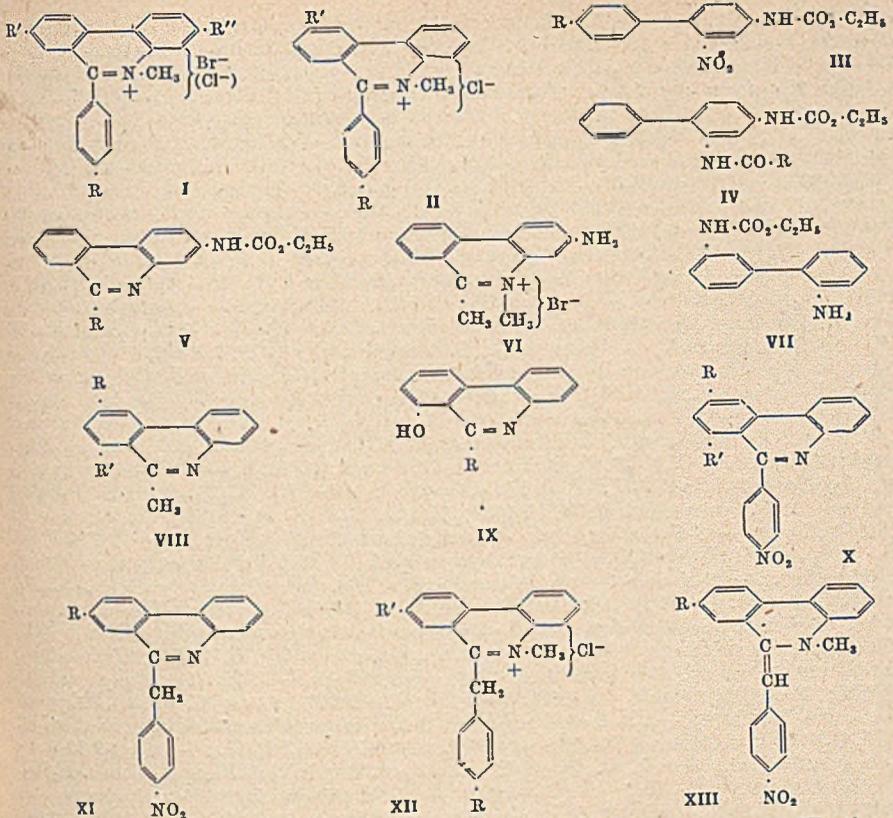
[1931.] 950) bilden quartäre Salze von Pyridin, Chinolin u. bes.  $\gamma\gamma'$ -Dipyridyl sehr leicht mit arom. Aminen, Phenolen, Metallsalzen u. dgl. gefärbte Komplexverbindungen. Die Einw. von arom. Aminen auf *Chinolinchlorbenzylat* (I) bewirkt entgegen MICHAILENKO u. MINOFJEV (Журнал Русского Физико-Химического Общества [J. russ. physik.-chem. Ges.] 61. [1929.] 2269) keine Aufspaltung des Chinolinringes, u. nur p-substituierte Amine, wie *p-Toluidin* (II), *p-Phenitidin*, *p-Brom-* u. *Jodanilin* geben kryst. Additionsverb. ( $C_6H_7N \cdot C_6H_5CH_2Cl$ )  $\cdot$   $(NH_2C_6H_4R)$  (R = p-CH<sub>3</sub>, Cl, Br, J, NO<sub>2</sub>, OCH<sub>3</sub>, OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), o- u. m-substituierte Amine (o- u. *m-Toluidin*, o-*Chlor-* u. *Jodanilin*, 1.3.4-, 1.3.5- u. 1.2.4-*Xylidin*) aber nur gefärbte Lsgg.; das beschriebene Prod. von I u. m-Nitranilin ist lediglich ein Komponentenemisch. I gibt mit *Benzidin* ( $C_6H_7N \cdot C_6H_5CH_2Cl$ )<sub>2</sub>  $\cdot$   $(NH_2C_6H_4 \cdot C_6H_4NH_2)_2$ , dunkelrot, F. 169°. — Man erhitzt alkoh. I-Lsgg. mit dex äquimol. oder überschüssigen Aminmenge (2—4 Mol). Mit Ae. oder W. verd. alkoh. Komplexlsgg. entfärben sich; I fällt aus. Schwermetallsalze geben Ndd., z. B. von I + CoCl<sub>2</sub>, F. 212°, u. I + HgCl<sub>2</sub>, F. 142—143°. Die Kurven der UV-Absorptionsspektren von I u. der Komplexe sind völlig gleichartig. I + II-Prod. liefert mit 2.6-Dimethylchinolinjodäthylat (III) den *Isocyaninfarbstoff* IV, der auch aus I mit II u. III entsteht,  $\lambda_{max}$  561 m $\mu$ . N-Benzyl- $\gamma$ -cyan-1.4-dihydrochinolin statt I gibt keine Komplexe, die somit nicht dem Chinhydrontypus von merichinoiden Salzen (HANTZschen Pseudosalzen) entsprechen, vielmehr wahrscheinlich der Resonanzstruktur des Pyridinsalzkatons mit höchstens 3 Mol Amin im Komplex, verbunden durch  $\alpha$ - u.  $\gamma$ -C-Atome. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 60. 803—06. 11/5. 1948. Wiss. Kinophoto-Forschungsinst.) 391.3378



V. Bruckner, G. Fodor, J. Kovács und J. Kiss, *Beitrag zur Kenntnis des Isochinolinringes*. 3. Mitt. *Untersuchungen über Synthese und Abbau in der Isochinolinreihe*. (Vgl. C. 1946. I. 47.) Der Ringschluß bei  $\alpha$ -[3.4-Dialkoxyphenyl]- $\beta$ -acylaminopropanolen erfolgt nach früheren Unters. der Vff. in m-p-Stellung zu den Alkoxygruppen; es werden dabei 6.7-disubstituierte 3-Methylisochinoline gebildet. Vff. haben jetzt die Synth. der von PFEIFFER (C. 1940. I. 1671) als 1-[2'-Oxy-4'-methoxyphenyl]-3-methyl-7.8-dimethoxychinolin beschriebenen Verb. (I) erneut untersucht u. die Konst. von I durch oxydativen Abbau zu *Metahemipinsäure* festgestellt. Danach befinden sich die beiden Methoxygruppen am isochinolinern auch bei I in 6.7-Stellung. Die von PFEIFFER aus *Brasilin* erhaltene Verb. ist nicht ident. mit I u. muß sich durch die Anordnung der Substituenten am Isochinolinern oder in dem in 1-Stellung befindlichen Radikal von I unterscheiden. — Durch Darst. aus dem Dioxideriv. wurde die strukturelle Beziehung des 1.3-Dimethyl-2.2-methylendioxyisochinolin (II) zu den übrigen Verb. dieser Reihe bewiesen u. die Lage der Methylendioxygruppe auch für II in 6.7-Stellung festgelegt. — II, aus 1.3-Dimethyl-6.7-methylendioxychinolin in A. mit Na-Alkoholat u. CH<sub>2</sub>J<sub>2</sub>, F. 144°, ident. mit dem früher (s. oben) synthetisierten Präparat. —  $\alpha$ -[3.4-Dimethoxyphenyl]- $\beta$ -aminopropanol (III, a) aus O-Methyleugenol- $\psi$ -nitrosit wie früher beschrieben (s. oben), F. 128°. b) stereoisomere Form nach IWAMOTO u. HARTUNG (J. org. Chemistry 9. [1944.] 513) aus  $\alpha$ -Isonitroso-3.4-dimethoxypropiofenon, F. 138°. — 2-Oxy-4-methoxybenzoesäuremethyl ester (IV), aus  $\beta$ -Resorcyssäure mit Dimethylsulfat u. KOH, Plättchen, F. 50—52°. — 2-Benzoyloxy-4-methoxybenzoesäure (V), C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>, aus IV in A., mit Na-Alkoholat u. Benzylchlorid u. Verseifung des Esters, Prismen aus A., F. 103°. —  $\alpha$ -[3.4-Dimethoxyphenyl]- $\beta$ -[2'-benzyloxy-4'-methoxybenzoylamino]-propanol (VI), C<sub>26</sub>H<sub>29</sub>O<sub>6</sub>N, aus V durch Umwandlung in das Säurechlorid mit SOCl<sub>2</sub> in Toluol u. Rk. mit IIIb in sd. Toluol unter Röhren, Nadeln, F. 139—140°. — 1-[2'-Benzyloxy-4'-methoxyphenyl]-3-methyl-6.7-dimethoxyisochinolin (VII), C<sub>26</sub>H<sub>25</sub>O<sub>4</sub>N, aus VI in Toluol mit POCl<sub>3</sub>, Nadeln aus wss. A., F. 83—84°; *Hydrochlorid*, gelbgrünes Pulver, F. 221—222°. — VII entstand auch durch analoge Rkk. aus IIIa. — I, C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>O<sub>4</sub>N, aus VII mit H<sub>2</sub> bei Ggw. von Pd-Tierkohle, grüngelbe Nadeln aus wss. A., F. 143—144°, *Hydrochlorid*, F. 271°; *Pikrat*, F. 274—276° (Zers.); *Methyläther*, C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>O<sub>4</sub>N, aus I in Methanol mit CH<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, Plättchen, F. 144°. — I gibt beim Erhitzen mit alkal. KMnO<sub>4</sub> auf dem Dampfbad *Metahemipinsäure*, aus W. F. 175 bis 177°; *Äthylimid*, C<sub>12</sub>H<sub>13</sub>O<sub>4</sub>N, F. 228°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 2697—99. Aug. 1948. Szeged, Ung., Univ.) 218.3416

A. G. Caldwell und L. P. Walls, *Mögliche Trypanocide der N-Heterocyclischen Serien*. I. Mitt. *Phenanthridiniumsalze*. In früheren Arbeiten war gezeigt worden, daß quaternäre Phenanthridiniumsalze mit freien Aminogruppen nicht nur stark baktericid sind, sondern daß sie eine heilende Wrkg. bei Trypanosomeninfektionen auszuüben vermögen. Am stärksten ist diese trypanocide Wrkg. bei 9-Phenylphenanthridiniumsalzen mit 2NH<sub>2</sub>-

Gruppen entwickelt u. erreicht ihr Maximum im 2.7-Diamino-9-phenyl-10-methylphenanthridiniumbromid (I; R=H, R'=R''=NH<sub>2</sub>). Auch wenn eine der NH<sub>2</sub>-Gruppen in den 9-Phenylsubstituenten verlagert ist (I; R=R'=NH<sub>2</sub>, R''=H), wurde starke trypanocide Wrkg. beobachtet. Im Rahmen der Verss. über die Abhängigkeit dieser Wrkg. von der Stellung der NH<sub>2</sub>-Gruppen im Phenanthridinskelett war es bes. reizvoll, Salze von I (R=R''=NH<sub>2</sub>, R'=H) in die Unterss. einzubeziehen. Die Darst. von Phenanthridiniumverb. mit NH<sub>2</sub> in 2-, 6- oder 8-Stellung erfolgte durch Cyclisierung von Urethrangruppen enthaltenden o-Acylaminodiphenylen nach der Meth. von WALLS (C. 1948. I. 1006). Da die für die Synth. von 2-Aminophenanthridinen benötigten 2.4-disubstituierten Diphenyle nicht leicht erhältlich sind (vgl. GULL u. TURNER, J. chem. Soc. [London] 1929, 496; FINZI u. BELLAVITA, C. 1938. II. 686), wurde vom 2-Nitrobenzidin ausgegangen, das nach CAIN u. MAY (J. chem. Soc. [London] 97. [1910.] 724) 2-Nitro-4-amino-4'-acetaminodiphenyl neben geringen Mengen einer Diacetylverb. lieferte. Die Überführung der Monoacetylverb. vom F. 210° in 2-Nitro-4-carbäthoxyamino-4'-acetaminodiphenyl (III; R=NH·CO·CH<sub>3</sub>) verläuft quantitativ. Durch saure Hydrolyse entsteht daraus 2-Nitro-4'-amino-4-carbäthoxyaminodiphenyl (III; R=NH<sub>2</sub>). Auf dieselbe Weise kann durch partielle Hydrolyse die Darst. des als Zwischenprod. benötigten 2-Amino-4'-carbäthoxyaminodiphenyls bewirkt werden. Die Diazotierung von III (R=NH<sub>2</sub>) u. Eliminierung der Diazogruppe zwecks Darst. von 2-Nitro-4-carbäthoxyaminodiphenyl (III; R=H) bot infolge der Schwerlöslichkeit der Amin- u. Diazoniumsalze gewisse Schwierigkeiten. Die bes. Ergebnisse wurden erzielt durch Zers. der wss.-alkoh. Lsg. des Diazoniumsulfats mit H<sub>3</sub>PO<sub>3</sub>. Durch Hydrolyse der Urethrangruppe wurde dann 2-Nitro-4'-aminodiphenyl gewonnen. III (R=H) liefert bei der Red. ein Amin, dessen Acylderiv. (IV) zu dem Phenanthridin V (R=CH<sub>3</sub>) cyclisiert wurde. 2-Carbäthoxyamino-9-methylphenanthridin (V; R=CH<sub>3</sub>) wurde in das quaternäre Salz übergeführt, das dann zu dem roten Aminalsalz VI hydrolysiert werden konnte. Das quaternäre Salz des 2-Carbäthoxyamino-9-p-nitrophenylphenanthridins (V; R=C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>·NO<sub>2</sub>) wurde zu dem purpurrot-schwarzen Nitroaminalsalz I (R=NO<sub>2</sub>, R'=H, R''=NH<sub>2</sub>) hydrolysiert, das bei der Red. mit Fe-Pulver das Diaminalsalz I (R=R''=NH<sub>2</sub>, R'=H) liefert. — Für die Darst. von II (R=R'=NH<sub>2</sub>) wurde 2.3'-Dinitrodiphenyl nach der verbesserten Meth. von CASE (C. 1939. II. 79) reduziert. Aufeinanderfolgende Carbäthoxylierung u. Red. lieferte 2-Amino-3'-carbäthoxyaminodiphenyl (VII). Das Acetylderiv. von VII wurde mit Phosphorylchlorid in eine Mischung von 6- u. 8-Carbäthoxyamino-9-methylphenanthridinen (VIII) verwandelt, die über die Sulfate getrennt werden konnten. Das in geringerer Menge erhaltene Isomere wurde in die Oxyverb. IX (R=CH<sub>3</sub>) übergeführt, die eine starke Indophenol-Rk. nach GIBBS zeigte, wodurch eine freie p-Stellung zur OH-Gruppe bewiesen werden konnte. In ihm liegt also das 8-Isomere vor u. der Ringschluß hatte in überwiegender Menge das 6-Isomere ergeben. — Der Ringschluß des p-Nitrobenzaminoderiv. von VII ergab eine wenig lösl. Substanz vom F. 250° in 35%ig. Ausbeute u. eine leichter lösl. Verb. vom F. 200° in 45%ig. Ausbeute. Hydrolyse der letztgenannten Verb. u. Diazotierung desamins ließ eine alkalilösl. Oxyverb. IX (R=C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>·NO<sub>2</sub>) entstehen, die eine positive GIBBS Rk. gibt; die isomere Oxyverb. ist lösl. in Alkalilauge u. gab negative GIBBS-Reaktion. Daraus folgt, daß die leichter lösl. Verb. 8-Carbäthoxyamino-9-p-nitrophenylphenanthridin (X; R=H, R'=NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) ist. Beide Isomeren wurden in die quaternären Salze (II; R=NO<sub>2</sub>, R=NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) übergeführt, die zu den entsprechenden Nitroaminalsalzen (II; R=NO<sub>2</sub>, R'=NH<sub>2</sub>) hydrolysierbar u. aus denen dann die Diaminalsalze durch Red. erhältlich sind. Die Salze der 8-Serie sind leichter lösl. u. tiefer gefärbt als die der 6-Serie. — 4-Carbäthoxyamino-2'-p-nitrophenylacetaminodiphenyl läßt sich leicht zu dem entsprechenden Phenanthridin XII cyclisieren. Die quaternären Salze XII (R=NO<sub>2</sub>, R'=NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) u. XII (R=NO<sub>2</sub>, R'=NH·CO·CH<sub>3</sub>) werden von warmem W. in tiefgefärbte Substanzen verwandelt u. durch verd. Säuren wieder entfärbt. Mit Alkalilauge wurden ähnliche Substanzen gefällt, die in Ae. oder Bzl. leicht lösl. sind u. unzweifelhaft Anhydrobasen (XIII) ähnlich der von KOENIGS, KOHLER u. BLINDOW (Ber. dtsch. chem. Ges. 58. [1925.] 933) aus 2-p-Nitrobenzylpyridiniumsalzen sein dürften. Ähnliche Phänomene wurden beim 9-p-Nitrobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R=NO<sub>2</sub>, R'=H) beobachtet. — 7-Amino-9-p-carbäthoxyaminophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (I; R=NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R'=NH<sub>2</sub>, R''=H) wurde leicht erhalten durch Hydrolyse der entsprechenden Acetylverb. (WALLS, l. c.) mit verd. HCl. Ferner gelang durch partielle Hydrolyse die Bldg. von I (R=NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R'=H, R''=NH<sub>2</sub>) u. XII (R=NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R'=NH<sub>2</sub>). — Die beschriebenen quaternären Salze zeigen in vitro stark baktericide Wrkg., bes. gegen grampositive Organismen, die durch Blut nicht vermindert wird. Mehrere Salze sind chemotherapeut. wirksam bei Infektionen von Mäusen mit Streptococcus pyogenes u. T. congolense.



Versuche: **2-Nitro-4-amino-4'-acetaminodiphenyl**,  $C_{14}H_{13}O_3N_3$ , aus 2-Nitrobenzidin u. Acetanhydrid in sd. verd. A. neben der Diacetylverb., goldgelbe Plättchen aus A., F. 216°. — **2-Nitro-4-carbäthoxyamino-4'-acetaminodiphenyl** (III; R = NH·CO·CH<sub>3</sub>),  $C_{17}H_{17}O_5N_3$ , aus vorst. Verb. u. Diäthylanilin in sd. A. u. tropfenweisem Versetzen mit Chlorameisensäureäthylester, gelbe Prismen, schm. bei ca. 218° unter Schäumen u. wird dann wieder fest. — **2-Nitro-4'-amino-4-carbäthoxyaminodiphenyl** (III; R = NH<sub>2</sub>),  $C_{15}H_{15}O_4N_3$ , aus vorst. Urethan beim Kochen mit konz. HCl u. A., gelbbraune Prismen aus A., F. 177°. Gibt mit verd. HCl u. verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wenig lösl. Salze. — **2-Nitro-4-carbäthoxyaminodiphenyl** (III; R = H),  $C_{15}H_{14}O_4N_2$ , aus vorst. Verb. durch Diazotierung u. Versetzen der Diazo-Lsg. mit H<sub>3</sub>PO<sub>3</sub>, gelbe Nadeln, F. 123°. — **2-Nitro-4-amino-diphenyl**,  $C_{12}H_{10}O_2N_2$ , aus vorst. Verb. beim Erhitzen mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> auf 125°, goldgelbe Plättchen aus verd. A., F. 109,5°. — **Sulfat**, Krystalle. — **2-Acetamino-4-carbäthoxyamino-diphenyl** (IV; R = CH<sub>3</sub>),  $C_{17}H_{19}O_5N_2$ , aus vorst. Verb. bei der Red. mit H<sub>2</sub> in A. bei Ggw. von Pd-Kohle unter 20 at Druck u. Erwärmen der öligen Diaminoverb. mit Acetanhydrid, Nadeln aus A., F. 169,5°. — **2-Carbäthoxyamino-9-methylphenanthridin** (V; R = CH<sub>3</sub>),  $C_{17}H_{16}O_2N_2$ , aus vorst. Verb. beim Erhitzen mit Phosphorylchlorid, Plättchen aus A., F. 197°. — **Hydrochlorid**,  $C_{17}H_{16}O_2N_2·HCl$ , citronengelbe Nadeln, ist bei 300° noch nicht geschmolzen. — **2-Amino-9-methylphenanthridin**,  $C_{14}H_{12}N_2$ , aus vorst. Verb. beim Erhitzen mit verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> auf 150°, cremefarbene Plättchen aus verd. A., F. 174—175°. — **2-Carbäthoxyamino-9,10-dimethylphenanthridiniumbromid**,  $C_{18}H_{19}O_2N_2·Br$ , aus V (R = CH<sub>3</sub>) u. Dimethylsulfat in Nitrobenzol bei 160° u. Umsetzung des quaternären Sulfats mit KBr; gelbe Nadeln, F. 247° (Zers.). — **2-Amino-9,10-dimethylphenanthridiniumbromid** (VI),  $C_{13}H_{15}N_2·Br$ , aus vorst. Methylsulfat beim Erhitzen mit verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> auf 150° u. Versetzen der roten Lsg. der Base mit KBr, rote Nadeln, ist bei 300° noch nicht geschmolzen; leicht lösl. in W. u. Methanol, wenig in A. — **2-p-Nitrobenzamino-4-carbäthoxyamino-diphenyl** (IV; R = C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>·NO<sub>2</sub>),  $C_{22}H_{19}O_5N_3$ , aus **2-Amino-4-carbäthoxyaminodiphenyl** u. p-Nitrobenzoylchlorid in Nitrobenzol bei 150°, gelbe Prismen aus Essigsäure, F. 226,5°. — **2-Carbäthoxyamino-9-p-nitrophenylphenanthridin** (V; R = C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>·NO<sub>2</sub>),  $C_{22}H_{17}O_4N_3$ , gelbe Nadeln, F. 258—259° (Schäumen). — **2-Amino-9-p-nitrophenylphenanthridin**,  $C_{19}H_{13}O_2N_3$ ,

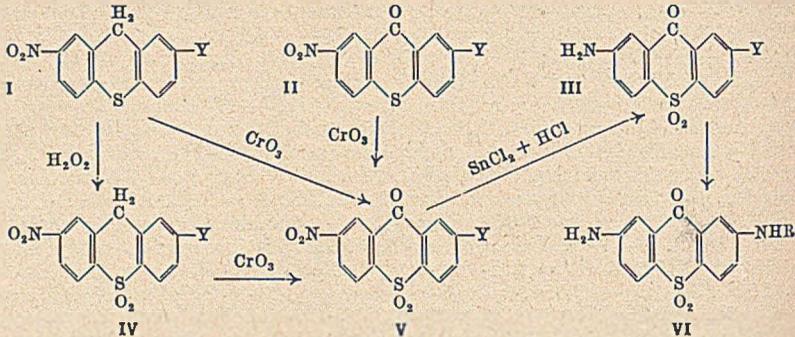
bräunlichrote Nadeln aus Pyridin, F. 259°; *Sulfat*, purpurrot, unlösl. in Wasser. — *2-Carbäthoxyamino-9-p-nitrophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid* (I; R = NO<sub>2</sub>, R' = H, R'' = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>·Cl, gelbe Nadeln, F. 252—254° (Zers.); *Sulfat*, Krystalle — *2-Amino-9-p-nitrophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid* (I; R = NO<sub>2</sub>, R' = H, R'' = NH<sub>2</sub>), C<sub>20</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>·Cl·H<sub>2</sub>O, schwarz Plättchen aus W., F. 222—224° (Zers.); *Acetylderiv.*, C<sub>22</sub>H<sub>18</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>·Cl·0.5H<sub>2</sub>O, tiefgelbe Prismen aus W., ist bei 300° noch nicht geschmolzen. — *2-Acetamino-9-p-aminophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid* (I; R = NH<sub>2</sub>, R' = H, R'' = NH·CO·CH<sub>3</sub>), C<sub>22</sub>H<sub>20</sub>ON<sub>3</sub>·Cl·H<sub>2</sub>O, orangefelbe Prismen, schm. im auf 260° vorgezeichneten Bade bei 283° (Zers.). — *2-Acetamino-9-p-carbäthoxyamino-phenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid* (I; R = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R' = H, R'' = NH·CO·CH<sub>3</sub>), C<sub>25</sub>H<sub>24</sub>O<sub>5</sub>N<sub>3</sub>·Cl·2H<sub>2</sub>O, orangefelbe Plättchen aus W., F. 193—195° (Zers.). — *2-Amino-9-p-aminophenyl-10-methylphenanthridiniumbromid* (I; R = R' = NH<sub>2</sub>, R'' = H), C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>·Br, tiefrote Nadeln aus Methanol, F. 254° (Zers.). — *2-Amino-9-p-carbäthoxyaminophenyl-10-methylphenanthridiniumbromid* (I; R = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R' = H, R'' = NH<sub>2</sub>), C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>·Br, orangefelbe Plättchen aus W., F. 254—256° (Zers.). — *7-Amino-9-p-carbäthoxyaminophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid* (I; R = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R' = NH<sub>2</sub>, R'' = H), C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>·Cl·1.5H<sub>2</sub>O, orangefelbe Plättchen aus W., F. 195° (Zers.). — *2-Nitro-3'-aminodiphenyl*, C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, gelbe Prismen aus Methanol, F. 88°. — *2-Amino-3'-carbäthoxyaminodiphenyl* (VII), C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, Plättchen aus PAc., F. 88°; *Acetylderiv.*, C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, Nadeln aus Methanol, F. 161°. — *6-Carbäthoxyamino-9-methylphenanthridin* (VIII; R = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R' = H), C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O, Plättchen aus Bzl., sintert bei 110°, F. 163°; *Sulfat*, C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Nadeln aus A., F. 216° (Zers.). — *8-Carbäthoxyamino-9-methylphenanthridin* (VIII; R = H, R' = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O, Prismen aus verd. A., F. 150,5°; *Sulfat*, gelbe Prismen, F. 187° (Zers.). — *6-Amino-9-methylphenanthridin* (VIII; R = NH<sub>2</sub>, R' = H), C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>, Nadeln aus verd. A., F. 196,5°; *Hydrochlorid*, C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>·HCl, blaßgelbe Nadeln aus W., ist bei 300° noch nicht geschmolzen. — *8-Amino-9-methylphenanthridin* (VIII; R = H, R' = NH<sub>2</sub>), cremefarbene Prismen aus verd. A., sintert bei 70°, F. 134,5°; *Hydrochlorid*, orangefarbene Nadeln, ist bei 300° noch nicht geschmolzen. — *8-Oxy-9-methylphenanthridin* (IX; R = CH<sub>3</sub>), C<sub>14</sub>H<sub>11</sub>ON·HCl, grünlichgelbe Prismen aus A., ist bei 300° noch nicht geschmolzen. — *6-Carbäthoxyamino-9.10-dimethylphenanthridiniummethosulfat*, C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S, Nadeln aus A., F. 238—242° (Zers.); leicht lösl. in W.; *6-Amino-9.10-dimethylphenanthridiniumbromid*, C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>N<sub>2</sub>·Br, aus vorst. durch Verseifung mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, blaßgelbe Nadeln aus W., F. 297—299°. — *3-Carbäthoxyamino-2'-p-nitrobenzaminodiphenyl*, C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>5</sub>N<sub>2</sub>, cremefarbene Nadeln aus A., schm. teilweise bei 161—162°, erstarrt bei höherem Erhitzen u. schm. dann bei 176°. — *6-Carbäthoxyamino-9-p-nitrophenylphenanthridin* (X; R = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R' = H), C<sub>22</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>, Prismen aus Aceton, Nadeln aus Pyridin, F. 248—250° (Zers.); ziemlich leicht lösl. in Pyridin. — *8-Carbäthoxyamino-9-p-nitrophenylphenanthridin* (X; R = H, R' = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), C<sub>22</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>, blaßgelbe Prismen aus A., F. 194°, leichter lösl. in A. als die isomere Verbindung. — *6-Amino-9-p-nitrophenylphenanthridin* (X; R = NH<sub>2</sub>, R' = H), C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>, gelbe Nadeln aus Pyridin, F. 260°; wenig lösl. in A., besitzt schwach bas. Eigw. u. bildet ein unlösl. gelbes Sulfat. — *8-Amino-9-p-nitrophenylphenanthridin* (X; R = H, R' = NH<sub>2</sub>), C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>, goldgelbe Nadeln aus A., F. 180°. Bildet ein hellrotes, wenig lösl. Sulfat. Läßt sich im Gegensatz zur vorst. Verb. nur schwer in das Urethan zurückverwandeln. — *8-Oxy-9-p-nitrophenylphenanthridin* (IX; R = C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>·NO<sub>2</sub>), C<sub>19</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, rötlichgelbe Nadeln aus Nitrobenzol, F. 262—263°; unlösl. in Alkalilauge. — *6-Oxy-9-p-nitrophenylphenanthridin*, C<sub>19</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, rötlichgelbe Prismen aus Cellosolve, F. 280—282°. — *6-Carbäthoxyamino-9-p-nitrophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid* (II; R = NO<sub>2</sub>, R' = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>·Cl·H<sub>2</sub>O, cremefarbene Nadeln aus A., F. 221—223° (Zers.). — *6-Amino-9-p-nitrophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid* (II; R = NO<sub>2</sub>, R' = NH<sub>2</sub>), C<sub>20</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>·Cl, bräunlichgelbe Plättchen aus W., F. 217° (Zers.). — *6-Amino-9-p-aminophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid* (II; R = R' = NH<sub>2</sub>), C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>Cl, hellbraune Prismen, ist bei 300° noch nicht geschmolzen. — *8-Carbäthoxyamino-9-p-nitrophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid*, C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>·Cl·2H<sub>2</sub>O, orangefarbene Prismen aus W., F. je nach der Geschwindigkeit des Erhitzens 180—185° (Zers.). — *8-Amino-9-p-nitrophenyl-10-methylphenanthridiniumchlorid*, C<sub>20</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>·Cl·H<sub>2</sub>O, schwarze, im durchfallenden Licht rubinrote Prismen aus W., F. 232—234° (Zers.). — *8-Amino-9-p-aminophenyl-10-methylphenanthridiniumbromid*, C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>·Br, hellrote Prismen aus W., F. 245—246° (Zers.). — *2-Amino-4'-carbäthoxyaminodiphenyl*, Nadeln aus PAc., F. 96°. — *4-Carbäthoxyamino-2'-p-nitrophenylacetaminodiphenyl*, C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>O<sub>5</sub>N<sub>3</sub>, Nadeln aus A. oder wss. Dioxan, F. 209 bis 210°. — *7-Carbäthoxyamino-9-p-nitrobenzylphenanthridin* (XI; R = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>, Nadeln aus Bzl., F. 186—187°. — *7-Amino-9-p-nitrobenzylphenanthridin*, C<sub>20</sub>H<sub>15</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>, tiefgelbe Nadeln aus Dioxan, F. 244—247° (Zers.); *Acetylderiv.*, C<sub>22</sub>H<sub>17</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>,

blaßgelbe Nadeln aus Dioxan, F. 252—254° (Zers.). — 7-Carbäthoxyamino-9-p-nitrobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R = NO<sub>2</sub>, R' = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), C<sub>24</sub>H<sub>22</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>·Cl, tiefgelbe Nadeln aus verd. HCl, F. 221° (Zers.); Methylsulfat, C<sub>24</sub>H<sub>22</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>·SO<sub>4</sub>·CH<sub>3</sub>, blaßgelbe Nadeln aus A., F. 234—236° (Zers.); die beiden vorst. Salze lösen sich teilweise in sd. W. unter Bldg. einer wenig lösl. roten Substanz. — 7-Amino-9-p-nitrobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R = NO<sub>2</sub>, R' = NH<sub>2</sub>), C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>·Cl, H<sub>2</sub>O-haltige rote Plättchen, F. 185° (Zers.); wird bei 110°/0,05 mm wasserfrei u. fast schwarz; an der Luft kehrt die rote Farbe unter Wasseraufnahme zurück. — 7-Acetamino-9-p-nitrobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid, C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>·Cl, gelbe Nadeln aus A., F. 245° (Zers.). — 7-Amino-9-p-aminobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R = R' = NH<sub>2</sub>), C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>3</sub>·Cl, mkr. orangefarbene Nadeln aus W., F. ca. 205° (Zers.). — 7-Carbäthoxyamino-9-p-aminobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R = NH<sub>2</sub>, R' = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), C<sub>26</sub>H<sub>24</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>·Cl, orangefarbene Nadeln aus W., schm. im auf 200° vorgeheizten Bade bei 206—210° (Zers.). — 7-Carbäthoxyamino-9-carbäthoxyaminobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R = R' = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), C<sub>27</sub>H<sub>24</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>·Cl, hellgelbe Mikronadeln, F. ca. 220° (Zers.). — 7-Acetamino-9-p-aminobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R = NH<sub>2</sub>, R' = NH·CO·CH<sub>3</sub>), C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>ON<sub>3</sub>·Cl, tiefgelbe Mikronadeln, schm. im auf 250° vorgeheizten Bade bei 262° (Zers.); Bromid, C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>ON<sub>3</sub>·Br, orangefarbene Mikrokristalle, F. 274° (Zers.). — 7-Acetamino-9-p-carbäthoxyaminobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R' = NH·CO·CH<sub>3</sub>), C<sub>26</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>·Cl, blaßgelbe Mikronadeln aus W., F. 242° (Zers.); Bromid, C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>·Br, gelbe Mikronadeln aus W., F. 255° (Zers.). — 7-Amino-9-p-carbäthoxyaminobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R' = NH<sub>2</sub>), C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>·Cl, orangefarbene Kristalle aus Methanol + Ae., F. 244° (Zers.). — 9-p-Nitrobenzylphenanthridin (XI; R = H), C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, Nadeln aus Bzl. oder A., F. 168—169°. — 2-p-Nitrophenylacetaminodiphenyl, C<sub>26</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, Nadeln aus A., F. 188—189°. — 9-p-Nitrobenzyl-10-methylphenanthridinium-methylsulfat, C<sub>21</sub>H<sub>17</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·SO<sub>4</sub>·CH<sub>3</sub>, strohfarbene Nadeln aus Methanol, F. 238° (Zers.); teilweise lösl. in Wasser. — 9-p-Aminobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid, C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>·Cl, tief orangefarbene Nadeln + 2,5 H<sub>2</sub>O, F. ca. 115—120°; schäumt bei 130°; Bromid, C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>·Br, orangefarbene Nadeln, F. 215—218°. — 9-p-Carbäthoxyaminobenzyl-10-methylphenanthridiniumchlorid (XII; R = NH·CO<sub>2</sub>·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R' = H), C<sub>24</sub>H<sub>23</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·Cl, wasserhaltige cremefarbene Nadeln, F. 60°; schäumt bei 110° u. schm. erneut bei ca. 205° (Zers.); wird bei 110°/15 mm wasserfrei, blaßgelbe Mikrokristalle aus Propylalkohol, F. 220° (Zers.). (J. chem. Soc. [London] 1948. 188—97. Febr. Langley Court, Beckenham, Kent.)

117.3423

E. D. Amstutz, E. A. Fehnel und J. M. Hunsberger, *Untersuchungen in der Sulfonreihe*. IV. Mitt. *Heterocyclische Derivate von 2,7-Diaminothioxanthon-S-dioxyd*. (III. vgl. C. 1948. I. 462) In Fortsetzung der Unters. über antituberculare Verb. wurden verschied. monosubstituierte N-heterocycl. Deriv. des 2,7-Diaminothioxanthon-S-dioxyds (VI) dargestellt. Es wurde gefunden, daß die Kondensation der Na-Salze des p-Jod- u. p-Bromthiophenols mit 6-Chlor-3-nitrobenzaldehyd besser verläuft als mit 6-Chlor-3-nitrobenzoesäure. Durch Oxydation des entstandenen 5-Nitro-2-[4'-jod- bzw. 5-Nitro-2-[4'-bromphenylmercapto]benzaldehyds als auch der entsprechenden Benzoesäuren mit überschüssigem 30%ig. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in Eisessig gelangt man zu 5-Nitro-2-[4'-halobenzolsulfonyl]benzoesäure. Beim Behandeln des Aldehyds mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bildet sich ein äquimol. Gemisch von 7-Halo-2-nitrothioxanthen (I) u. 7-Halo-2-nitrothioxanthin (II). II erhält man auch aus dem 5-Nitro-2-[4'-halophenylmercapto]benzoesäuren mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. I u. II geben bei der Oxydation mit CrO<sub>3</sub> in sd. Eisessig die gewünschten Thioxanthon-S-dioxyde (V) in guter Ausbeute. Im Gegensatz zu CAMPBELL u. Mitarbeitern (C. 1942. II. 1687) verlief die Oxydation mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> nur unbefriedigend; lediglich 7-Jod-2-nitrothioxanthon-S-dioxyd (IV) wurde in 92%ig. Ausbeute gewonnen (vgl. HILDITCH u. SMILES, J. chem. Soc. [London] 99. [1911.] 145). Die Red. der NO<sub>2</sub>-Gruppe zur NH<sub>2</sub>-Gruppe wurde in der üblichen Weise (vgl. III. Mitt.) vorgenommen. 7-Jod-2-aminothioxanthon-S-dioxyd (III; Y = J) liefert mit überschüssigem 2-Aminopyrimidin in Ggw. von K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> u. Cu bei 200° in guter Ausbeute 2-Amino-7-[pyrimidyl-(2)-amino]thioxanthon-S-dioxyd (VI; R = C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>). Dagegen entwickelt das aus III mit 2-Aminopyridin isolierte Prod. mit alkoh. KOH beträchtliche Mengen NH<sub>3</sub>, so daß angenommen wird, daß es zum mindesten teilweise in der Pyridonform reagiert haben muß. Diese Schwierigkeit wurde umgangen durch Kondensation von III mit 2-Brompyridin u. nachfolgendem Ersatz des Halogenatoms im 7-Halo-2-[pyridyl-(2)-amino]thioxanthon-S-dioxyd durch NH<sub>2</sub> mittels konz. wss. NH<sub>3</sub> in Ggw. von Cu im Rohr bei 210—220°. Alle dargestellten Thioxanthondioxyd-verb. geben beim Behandeln mit Zinkstaub in warmer wss.-alkoh. Alkalilauge charakterist. grüne bis violette Färbungen. Ähnliche Färbungen entstehen beim Behandeln der Thioxanthendioxyde mit kaltem wss.-alkoh. Alkali. Die Färbungen verschwinden rasch an

der Luft, bes. beim Schütteln der Lsgg., u. können bei den Thiaxanthendioxyden durch reduzierende Agenzien wie Zinkstaub zum Wiedererscheinen gebracht werden. Vermutlich ist die Bldg. freier Radikale vom Semichinontyp der Grund für das Auftreten dieser Färbungen.



Versuche: 5-Nitro-2-[4'-jodphenylmercapto]-benzoesäure,  $C_{13}H_8O_4NJS$ , aus 6-Chlor-3-nitrobenzoesäure u. p-Jodthiophenol bei Ggw. von  $NaHCO_3$  in sd. verd. A. neben 4,4'-Dijoddiphenyldisulfid, hellgelbe Krystalle aus Eisessig oder A., F. 244—247°. — 5-Nitro-2-[4'-bromphenylmercapto]-benzoesäure,  $C_{13}H_8O_4NBrS$ , aus 6-Chlor-3-nitrobenzoesäure u. p-Bromthiophenol bei Ggw. von wenig Cu in sd. wss.-alkoh. KOH unter Stickstoff, gelbes mikrokristallines Pulver aus verd. A., F. 224—226°; Ausbeute 36%. — 5-Nitro-2-[4'-jodphenylmercapto]-benzaldehyd,  $C_{13}H_8O_3NJS$ , aus 6-Chlor-3-nitrobenzaldehyd u. p-Jodthiophenol (+  $NaHCO_3$ ) in sd. verd. A., gelbe Nadeln aus Eisessig, F. 131—133°; Ausbeute 84%. — 5-Nitro-2-[4'-bromphenylmercapto]-benzaldehyd,  $C_{13}H_8O_3NBrS$ , gelbe Nadeln, F. 123—125°. — 5-Nitro-2-[4'-jodbenzolsulfonyl]-benzoesäure,  $C_{13}H_8O_6NJS$ , aus der Mercaptobenzoensäure beim Kochen mit 30%ig.  $H_2O_2$  in Eisessig, Krystallpulver aus A., F. 242—246° (Zers.); Ausbeute 81%. — 5-Nitro-2-[4'-brombenzolsulfonyl]-benzoesäure,  $C_{13}H_8O_6NBrS$ , Pulver, F. 190,5—192°; Ausbeute 90%. — 7-Jod-2-nitrothiaxanthone (I; Y = J),  $C_{13}H_8O_3NJS$ , aus 5-Nitro-2-[4'-jodphenylmercapto]-benzaldehyd beim Lösen in konz.  $H_2SO_4$ , gelbe Krystalle aus Aceton, F. 155,5—157,5°; Ausbeute 83%. — 7-Jod-2-nitrothiaxanthone (II; Y = J),  $C_{13}H_8O_3NJS$ , als Nebenprod. bei vorst. Rk. oder aus 5-Nitro-2-[4'-jodphenylmercapto]-benzoesäure u. konz.  $H_2SO_4$  bei 100°, gelbes Krystallpulver, F. 300—303° (Zers.); Ausbeute 91 bzw. 84%. — 7-Brom-2-nitrothiaxanthone (I; Y = Br),  $C_{13}H_8O_3NBrS$ , gelbe Krystalle aus Essigsäure, F. 162—164,5°; Ausbeute 67%. — 7-Brom-2-nitrothiaxanthone (II; Y = Br),  $C_{13}H_8O_3NBrS$ , hellgelbes Krystallpulver aus Essigsäure, F. 283—286° (Zers.); Ausbeute 92 bzw. 95%. — 7-Brom-2-aminothiaxanthone,  $C_{13}H_{10}NBrS$ , aus I (Y = Br) bei der Red. mit  $SnCl_2 + HCl$  in Eisessig bei 80—85°, bräunlichgelbe Plättchen aus A., F. 183—184°; Ausbeute 96%. — 7-Jod-2-nitrothiaxanthone-S-dioxyd (IV; Y = J),  $C_{13}H_8O_4NJS$ , aus I (Y = J) bei der Oxydation mit 30%ig.  $H_2O_2$  in sd. Eisessig, fast farblose Nadeln aus Acetanhydrid, F. 229—231°. Gibt mit wss.-alkoh. KOH eine tiefgrüne Färbung; Ausbeute 92%. — 7-Brom-2-nitrothiaxanthone-S-dioxyd (IV; Y = Br), blaßgelbe Krystalle aus Essigsäure, F. 205—207°. Gibt mit wss.-alkoh. KOH eine tiefgrüne Färbung; Ausbeute 41%. — 7-Jod-2-nitrothiaxanthone-S-dioxyd (V; Y = J),  $C_{13}H_8O_5NJS$ , aus I (Y = J), II (Y = J) oder IV (Y = J) bei der Oxydation mit  $CrO_3$  in sd. Eisessig + wenig konz.  $H_2SO_4$ , fast farblose Krystalle aus Acetanhydrid, F. 303—306°. Gibt mit Zn-Staub in warmer wss.-alkoh. KOH eine grüne Färbung, die an der Luft wieder verschwindet. — 7-Brom-2-nitrothiaxanthone-S-dioxyd (V; Y = Br),  $C_{13}H_8O_5NBrS$ , aus dem Gemisch von I u. II (Y = Br) bei der Oxydation mit Superoxol oder  $CrO_3$  in sd. Eisessig oder aus II (Y = Br) mit  $H_2O_2$  in sd. Essigsäure, fast farblose Nadeln aus Acetanhydrid; F. nach vorhergehendem Sintern 273—275°. Gibt mit Zn-Staub u. wss.-alkoh. Alkali eine vergängliche grüne Färbung. — 7-Jod-2-aminothiaxanthone-S-dioxyd (III; Y = J),  $C_{13}H_8O_3NJS$ , aus V (Y = J) bei der Red. mit  $SnCl_2 + HCl$  in Eisessig bei 80—85°, hellgelbes Pulver, schm. im auf 295° vorgeheizten Bade bei 301—304° (Zers.); gibt beim Behandeln mit Zinkstaub in wss.-alkoh. Alkaliange eine tiefviolette Färbung, die an der Luft verblaßt; Ausbeute 87%. Liefert beim Erhitzen mit 2-Aminopyridin bei Ggw. von  $K_2CO_3$  u. wenig Cu unter  $N_2$  auf 190—195° eine Verb.  $C_{18}H_{15}O_3N_3S$  (wahrscheinlich unreines VI, R =  $C_6H_5N$ ), orangefarbenes mikrokristallines Pulver aus verd. A., schm. nach vorhergehendem Sintern bei 235—240°; entwickelt bei 2std. Kochen mit wss.-alkoh. KOH beträchtliche Mengen  $NH_3$ . — 2,7-Diaminothiaxanthone-S-dioxyd (III; Y =  $NH_2$ ),  $C_{13}H_{10}O_3N_2S$ , aus vorst. Verb. beim Erhitzen mit 12n  $NH_4OH$  u. wenig Cu im Rohr auf 220°, hellgelbes Pulver, F. 286—291°. — 7-Brom-

*2-aminothiazanthon-S-dioxyd* (III; Y = Br), C<sub>13</sub>H<sub>9</sub>O<sub>3</sub>NBrS, orangefelbes Pulver aus Aceton, F. 310—311°. Gibt mit Zn-Staub in wss.-alkoh. Alkalilauge eine an der Luft unbeständige tiefviolette Färbung. — *2-Amino-7-[pyrimidyl-(2-amino)-thiazanthon-S-dioxyd* (VI; R = C<sub>4</sub>H<sub>3</sub>N<sub>2</sub>), C<sub>17</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>N<sub>4</sub>S, aus III (Y = J) mit 2-Aminopyrimidin (+ K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> u. wenig Cu) unter N<sub>2</sub> bei 195—205°, hellgelbes Pulver aus Aceton, F. 335—338°; Ausbeute 90%; *Diacylderiv.*, C<sub>21</sub>H<sub>16</sub>O<sub>6</sub>N<sub>4</sub>S, orangefelbe Kristalle aus Essigsäure, F. 318 bis 321° (Zers.); Ausbeute 66%. — *7-Iod-2-[pyridyl-(2-amino)-thiazanthon-S-dioxyd*, C<sub>18</sub>H<sub>11</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>JS, aus III (Y = J) mit 2-Brompyridin bei 155—160°, orangefarbenes mikrokristallines Pulver aus Pyridin, F. 294—295°; Ausbeute 83%. — *7-Brom-2-[pyridyl-(2-amino)-thiazanthon-S-dioxyd*, C<sub>18</sub>H<sub>11</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>JS, analog vorst. Verb., orangefarbenes mikrokristallines Pulver, F. 297—298°. — *2-Amino-7-[pyridyl-(2-amino)-thiazanthon-S-dioxyd* (VI; R = C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>N), C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>S, aus den beiden vorst. Verbb. mit 12 n NH<sub>4</sub>OH u. wenig Cu im Rohr bei 210—220°, orangefarbenes mikrokristallines Pulver aus verd. A., F. 280—282° (Zers.); Ausbeute 68%. — *7-Iod-2-[chinolyl-(2-amino)-thiazanthon-S-dioxyd*, C<sub>22</sub>H<sub>13</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>JS, aus III (Y = J) u. 2-Chlorchinolin (+ wenig Cu) im Rohr bei 150—185°, aus Pyridin + A., F. 320—321° (Zers.); Ausbeute 79%. — *2-Amino-7-[chinolyl-(2-amino)-thiazanthon-S-dioxyd* (VI; R = C<sub>9</sub>H<sub>6</sub>N), C<sub>22</sub>H<sub>15</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>S, aus vorst. Verb. mit konz. NH<sub>4</sub>OH im Rohr bei 205° (J. Amer. chem. Soc. 70. 133—38. Jan. 1948. Bethlehem, Pa.)

117,3449

S. M. McElvain und Michael J. Curry. *Ketenacetale*. XIX. Mitt. *2-Methylen-1,3-dioxolane und -1,3-dioxane*. (XVIII. vgl. J. Amer. chem. Soc. 69. [1947.] 2661.) Im Anschluß an frühere Arbeiten über Ketenacetale wird die Darst. von cycl. Ketenacetaten beschrieben, die sich vom Äthylen- u. Trimethylen glykol ableiten. *2-Methylen-1,3-dioxolane* u. *-1,3-dioxane* (III) wurden durch Dehydrohalogenierung der entsprechenden halogenierten cycl. Acetale (II) gewonnen. Letztgenannte Verbb., mit Ausnahme der cycl. Chloracetale, wurden durch Alkoholaustausch zwischen dem Glykol u. dem Methyl- (oder Äthyl-) acetal (I) erhalten. Es ist zweckmäßig, bei der Bldg. der Äthylenglykolacetale von den Methyl- statt von den Äthylacetaten (I) auszugehen wegen der Ähnlichkeit der Kpp. der letzteren mit denen der cycl. Acetale (II, n = 2). Dagegen kann man zwecks Synth. der Trimethylen glykolacetale wegen ihrer hohen Kpp. sowohl die Methyl- als auch die Äthylacetale als Ausgangsmaterial wählen. Chloraldiäthylacetal liefert bei derselben Rk. höhersd. Prodd., denen wahrscheinlich die Struktur CCl<sub>3</sub>·CH(O·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)·O·CH<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>·OH u. CCl<sub>3</sub>·CH(O·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)·CH<sub>2</sub>·OH<sub>2</sub> zukommt. Die der Formel II entsprechenden Acetale des Chlorals wurden direkt aus dem Aldehyd u. den Glykolen gewonnen. Die Dehydrohalogenierung der cycl. Acetale (II) zu den Ketenacetaten (III) wurde in 50—80% ig. Ausbeute mit Hilfe von K-tert.-Butylat in tert.-Butylalkohol bewerkstelligt. Die auffallendste Eig. der meisten dieser cycl. Ketenacetale ist ihre ausgeprägte Neigung zu spontaner Polymerisation. Der Grad dieser Polymerisation ist abhängig von der Reinheit der Substanz, d. h. je reiner das Acetal ist, desto schneller wird es polymerisiert. Bei diesen spontanen Polymerisationen aus unsubstituierten Methylen dioxolanen u. -dioxanen werden feste Prodd. erhalten, die in einem begrenzten Temperaturbereich schm. u. die durch verd. HCl leicht zu roten, alkalilösl. Ölen hydrolysiert werden. Die Polymerisationsprodd. der monohalogenierten cycl. Ketenacetale sind talkartige Pulver, die bei 290—300° sintern; sie sind unlösl. in allen Lösungsmitteln außer konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. bleiben beim mehrstd. Erhitzen mit konz. HCl unverändert. Vff. nehmen an, daß die aus Methylen dioxolan u. -dioxan gebildeten Polymeren relativ einfache, gradkettige Gebilde sind, woraus bei der Hydrolyse rote Poly-1,3-diketone (vgl. JOHNSON, BARMES u. MCELVAIN, C. 1941. I. 765) entstehen, während Glykolphälften eine mehr komplexartige Struktur zukommt. Die relativ schwer polymerisierbaren cycl. Phenyl- u. Dichlorketenacetale sind sehr feuchtigkeitsempfindlich. Sie geben mit W., wahrscheinlich über die intermediären Orthosäureester (IV), Oxyalkylester (V) u. mit Alkoholen stabile gemischte Orthoester (VI). Mit Ausnahme von *2-Methylen-1,3-dioxolan*, das durch HCl rasche exotherme Polymerisation erleidet, liefern die cycl. Ketenacetale mit HCl Chloralkylester (V; Cl statt OH). *2-Methylen-1,3-dioxolan* gibt beim Erhitzen mit Benzylbromid 43% des monobenzylierten Prodd., *Dihydrozimtsäure-β-bromäthylester* u. 42% polymerisiertes Ketenacetal, aber kein Dibenzylderivat. Das früher (MCELVAIN u. STEVENS, J. Amer. chem. Soc. 68. [1946.] 1917) als gelbe Fl. beschriebene *Phenylketendimethylacetal* dürfte nicht rein gewesen sein, da das aus *Phenylbromacetaldehyddimethylacetal* dargestellte Prodd. vollkommen farblos ist, einen höheren Refraktionsindex hat u. bei aufeinanderfolgendem Behandeln mit W. u. wss. NH<sub>4</sub>OH in fast quantitativer Ausbeute Phenylacetamid liefert.

Versuche: *Methyl-α.β.β-tetrachloräthyl-äther*, beim Vermischen von Chloral mit absol. Methanol u. Eintragen einer äther. Lsg. des entstandenen Chloralmethylalkoholats in eine Lsg. von Pyridin u. SOCl<sub>2</sub> in Ae. bei 10—15°, Kp.<sub>75</sub> 173—174°, Kp.<sub>22</sub> 72



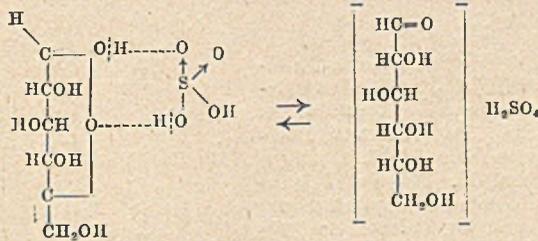
sich innerhalb weniger Stunden.  $(C_4H_5O_2Cl)_x$  sintert bei 280—340° ohne zu schm., unlösl. in allen gebräuchlichen Lösungsmitteln, lösl. in konz.  $H_2SO_4$  u. wird beim Verdünnen mit W. nicht wieder ausgefällt. — 2-Chlormethylen-1,3-dioxan,  $C_6H_7O_2Cl$ , Kp.<sub>23</sub> 132—135°,  $n_D^{25} = 1,4780$ . — 2-Brommethylen-1,3-dioxolan,  $C_6H_5O_2Br$ , Kp.<sub>24</sub> 118—119°. Gibt beim Erhitzen auf 100° ein weißes Polymerisationsprod.  $(C_4H_5O_2Br)_x$ , wenig lösl. in allen gebräuchlichen Lösungsmitteln. — 2-Brommethylen-1,3-dioxan,  $C_6H_7O_2Br$ , Kp.<sub>2</sub> 73—75°,  $n_D^{25} = 1,5007$ . Liefert mit W. in 75% ig. Ausbeute Bromessigsäure- $\gamma$ -oxypropylester,  $C_8H_9O_3Br$ , Kp.<sub>7</sub> 127—132°, D.<sub>4</sub><sup>25</sup> = 1,5760,  $n_D^{25} = 1,4830$ . — 2-Dichlormethylen-1,3-dioxolan,  $C_6H_4O_2Cl_2$ , F. 55,5—57°, Kp.<sub>21</sub> 118—121°. Liefert mit W. u. wenig konz.  $H_2SO_4$  in 49% ig. Ausbeute Dichloroessigsäure- $\beta$ -oxyäthylester, Kp.<sub>0,4</sub> 77—78°,  $n_D^{20} = 1,4735$ ,  $n_D^{25} = 1,4720$ , u. wahrscheinlich 2-Dichlormethyl-2-[ $\beta$ -dichloroacetoxyäthoxy]-1,3-dioxolan,  $C_8H_{10}O_5Cl_4$ , Kp.<sub>0,4</sub> 144—149°. 2-Dichlormethylen-1,3-dioxolan liefert mit Methanol in 83% ig. Ausbeute 2-Methoxy-2-dichlormethyl-1,3-dioxolan, Kp.<sub>1,7</sub> 69—70°, D.<sub>20</sub><sup>20</sup> = 1,400,  $n_D^{20} = 1,4700$ ,  $n_D^{25} = 1,4680$ . — 2-Dichlormethylen-1,3-dioxan,  $C_6H_5O_2Cl_2$ , F. 67—69°, Kp.<sub>3</sub> 105—106°. — Phenylketendimethylacetal,  $C_{10}H_{12}O_2$ , Kp.<sub>7,35</sub> 235—238°, Kp.<sub>1</sub> 81—82°, D.<sub>4</sub><sup>25</sup> = 1,0592,  $n_D^{25} = 1,5620$ . Liefert mit W. u. nachfolgendem Schütteln mit wss.  $NH_3$  Phenylacetamid. Chlorketendimethylacetal,  $C_8H_7O_2Cl$ , Kp.<sub>7,30</sub> 140—141°,  $n_D^{20} = 1,4460$ . — Bromketendimethylacetal,  $C_8H_7O_2Br$ , Kp.<sub>7,30</sub> 171—172°,  $n_D^{25} = 1,4880$ . (J. Amer. chem. Soc. 70. 3781—86. Nov. 1948. Madison, Wis., Univ., Labor. of Org. Chem.) 117.3470

Hellmut Brederick und Eva Hoepfner, *Darstellung der 1.2.3.5-Tetraacetyl-ribose*. Durch Behandlung von 1.2.3-Triacetyl-5-tritylribose (Ber. dtsh. chem. Ges. 73. [1940.] 956) mit Essigsäureanhydrid u. Äthylbromid wird eine 1.2.3.5-Tetraacetylribose erhalten, die mit der bekanntesten 1.2.3.4-Tetraacetylribose nicht ident. ist.  $C_{13}H_{18}O_9$ . Kristalle aus 50% ig. A., F. 56°,  $[\alpha]_D^{20} = -3,6^\circ$  (in absol. Methanol). (Chem. Ber. 81. 51—52. Jan. 1948. Jena, Univ., Inst. für Organ. Chemie u. Biochemie.) 418.900

Bhagat Singh, G. R. Dean und Sidney M. Cantor, *Die Rolle des 5-Oxymethylsulfurols bei der Verfärbung von Zuckerlösungen*. Bei dem Abbau der d-Glucose im sauren Medium bildet sich zuerst bei 280  $\mu$  u. dann später bei 230  $\mu$  eine Bande im UV-Spektrum. Vf. schließt daraus, daß sich zunächst der Pyranring öffnet; die freie Carbonylgruppe bewirkt die Bande bei 280  $\mu$ , durch Wasserabspaltung bildet sich daraus das Oxymethylsulfurol mit einer weiteren charakterist. Bande bei 230  $\mu$ . Die Lsgg. verschied. Konz. von Oxymethylsulfurol zeigen beim Erhitzen im sauren Medium die Bldg. von Farbstoffen durch Zersetzung. Lävulinsäure, die ebenfalls beim Abbau der Glucose entsteht, zeigt unter gleichen Bedingungen keine Veränderung während des Erhitzens. Die Abbau-Rk. der Glucose als Funktion des  $pH$ -Wertes zeigt ein Minimum bei  $pH = 3$ . d-Fructose u. Rohrzucker zeigen dieses Minimum nicht. Der Abbau im sauren Medium ist bei Rohrzucker u. d-Fructose größer als der von d-Glucose.  $\alpha$ -Methylglucosid wird unter gleichen Bedingungen nicht abgebaut. Ein Beweis für die Rk. von Aminosäuren oder Polypeptiden mit reduzierenden Zuckern konnte nicht erbracht werden. (J. Amer. chem. Soc. 70. 517—22. Febr. 1948. Argo, Ill.) 418.910

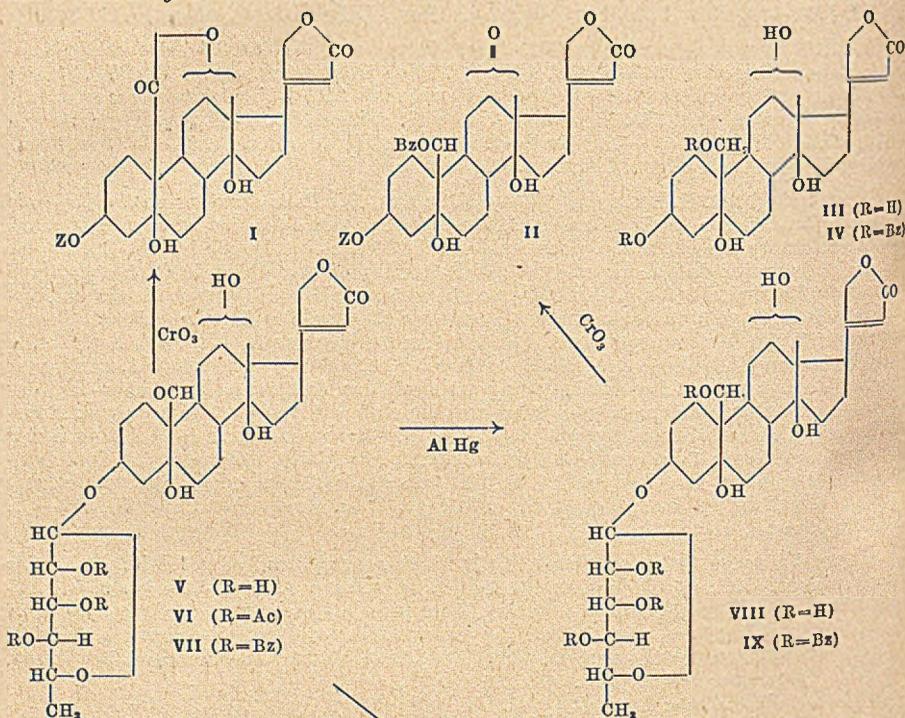
Eugene Pacsu und Lejaren Arthur Hiller jr., *Zucker mit offenen Ketten*. 1. Mitt. *Absorption im ultravioletten Licht von d-Glucose und l-Arabinose in saurer Lösung*. d-Glucose u. l-Arabinose zeigen in 50% ig.  $H_2SO_4$  eine starke Absorption bei einer für die Carbonylgruppe charakterist. Wellenlänge von 2840 Å. Bei der vorsichtigen Neutralisation mit  $NaHCO_3$  zu einer schwach sauren Lsg. bleiben die Banden erhalten, verschwinden aber sofort, sofern die Lsg. schwach alkal. wird.

Vf. schließt daraus, daß sich zuerst sehr schnell ein Komplex mit der Schwefelsäure u. dem Ring-Zucker bildet, der dann unter Öffnung des Pyranringes schnell in die Carbonylform übergeht. — Es ist nicht gelungen, freie Zucker in kryst. Form zu erhalten, wohl aber ein amorphes Acetat, das sich von den bekannten  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Pentaacetaten unterscheidet u. eine starke Bande bei 2840 Å zeigt. (J. Amer. chem. Soc. 70. 523—26. Febr. 1948. Princeton, Univ., Textile Foundation and the Frick Chemical Labor.) 418.910



K. Doebel, E. Schlittler und T. Reichstein, *Beitrag zur Kenntnis des  $\alpha$ -Antiarins*. 32. Mitt. über *Glykoside und Aglykone*. (Vgl. auch C. 1948. I. 1211) Aus „Ipoc“ hergestelltes Antiarin zeigte in alkoh. Lsg. im UV selektive Absorption mit zwei Maxima bei 217  $\mu$  u. bei 305  $\mu$ , ersteres entspricht einem einfach ungesätt. Lacton u. letzteres einer Car-

bonylgruppe. Das erhaltene Präp. stimmte mit dem von KILIANI gefundenen  $\alpha$ -*Antiarin* (V) (Arch. Pharmaz. Ber. dtsh. pharmaz. Ges. 234. [1896.] 438; Ber. dtsh. chem. Ges. 43. [1910.] 3574; 46. [1913.] 667. 2179) überein. Es wurden hiervon ein amorphes *Acetat* (VI) sowie ein gut kryst. *Tribenzoat* (VII) erhalten, das bei der Oxydation mit CrO<sub>3</sub> einen kryst. Neutralstoff lieferte, der als Lacton (I) formuliert wird. Mit Al-Amalgam ließ sich V zu *al-Dihydro- $\alpha$ -antiarin* (VIII) reduzieren, das die für  $\alpha$ , $\beta$ -ungesätt. Lactone typ. Absorption im UV besaß u. biol. gleich wirksam war wie  $\alpha$ -Antiarin. VIII gab ein kryst. Tetrabenzoat, das bei der Oxydation mit CrO<sub>3</sub> unter Verlust von 2 H-Atomen einen Neutralstoff lieferte. Vf. schließt hieraus, daß  $\alpha$ -Antiarin eine bei Raumtemp. nicht benzoylierbare sek. OH-Gruppe enthält. Nach hydrolyt. Spaltung von V mit HCl in Aceton nach MANNICH u. SIEVERT (Ber. dtsh. chem. Ges. 75. [1942.] 737; C. 1942. II. 1601) konnte eine kleine Menge eines Stoffes isoliert werden, der wahrscheinlich *Antiarigenin* (XI) darstellt; er liefert ein kryst. Monobenzoat (XII). Aus den amorphen Mutterlaugen konnte durch Chromatographie ein anderes kryst. Benzoat isoliert werden, das wahrscheinlich ein *Anhydro- $\alpha$ -antiarintribenzoat* (XIV) war. Der zuckerfreie Anteil der Spaltung von VIII konnte nur als Benzoylderiv. isoliert werden. Die Analysendaten passen auf ein *al-Dihydro-antiarigenindibenzoat* (IV). Die Zuckerkomponente des  $\alpha$ -Antiarins, die *Antiarose*, konnte als *d-Gulomethylgose* identifiziert werden.



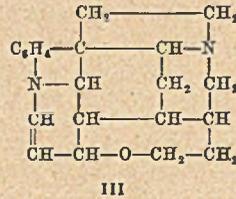
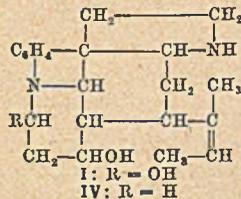
Versuche:  $\alpha$ -*Antiarin* (V), C<sub>29</sub>H<sub>42</sub>O<sub>11</sub>, durch Extraktion von „Ipoe“ mit A. nach ROSENTHALER (Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 66. [1925.] 21). Nach Reinigung u. mehrmaligem Umkrystallisieren aus Methanol u. Methanol-W. rautenförmige, farblose Kristalle, Spitzenfraktion F. 242 bis 242,5° (alle FF. kor.); 2. Fraktion F. 238–240°.

Restmutterlaugen F. 220–235°,  $[\alpha]_D^{17} = 3,90 \pm 2^\circ$  (c = 0,905 in Methanol); Oxim. C<sub>29</sub>H<sub>42</sub>O<sub>11</sub>. Nadeln aus Methanol-Ac., F. 274–276° (Zers.),  $[\alpha]_D^{21} = 9,90 \pm 3^\circ$  (c = 0,758

Ac = CH<sub>3</sub>CO-; Bz = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CO-;  
Z = Benzoyl-d-gulo-methylgulo-  
sido-Rest.

in Methanol); *Acetat* (VI); amorph. *Benzoat* (VII), C<sub>50</sub>H<sub>54</sub>O<sub>14</sub>, Nadeln aus Aceton-Methanol, F. 240—241°, [α]<sub>D</sub><sup>21</sup> = +2,4° ± 4° (c = 0,511 in Aceton). VII lieferte mit CrO<sub>3</sub> in Eisessig ein neutrales Oxydationsprod. (I?), farbloses Pulver, F. 206—208°. — *al-Dihydro-α-antiarin* (VIII), C<sub>26</sub>H<sub>44</sub>O<sub>11</sub>, durch Red. von V mit Al-Amalgam, Platten aus Methanol, F. 211 bis 213°, [α]<sub>D</sub><sup>21</sup> = -9,4° ± 4° (c = 0,566 in Methanol); *Acetat*, nicht kryst. erhalten; *Tetra-benzoat* (IX), C<sub>57</sub>H<sub>60</sub>O<sub>15</sub>, verfilzte Nadelchen aus Aceton-Methanol, F. 208—209°, [α]<sub>D</sub><sup>17</sup> = +10,2° ± 3° (c = 0,782 in Aceton), lieferte bei der Oxydation mit CrO<sub>3</sub> in Eisessig ein *neutrales Oxydationsprod.* C<sub>57</sub>H<sub>18</sub>O<sub>15</sub> (II), gefiederte Nadeln aus Aceton-Ae., F. 235—238°. — *Antiarginin* (XI?), C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>O<sub>7</sub>, aus V nach MANNICH u. SIEVERT (l. c.), Nadeldrusen aus Aceton-Ae., F. 242—248° (Zers.), [α]<sub>D</sub><sup>23</sup> = +42,3° ± 3° (c = 0,805 in Methanol); *Benzoat* (XII?), C<sub>30</sub>H<sub>36</sub>O<sub>8</sub>, kantige Spieße aus Methanol-Aceton, F. 305—307°, [α]<sub>D</sub><sup>18</sup> = +27,2° ± 5° (c = 0,4776 in Aceton). — *Anhydro-α-antiarintribenzoat* (XIV?), C<sub>50</sub>H<sub>52</sub>O<sub>13</sub>, durch Benzoylierung der Nebenprodd. der hydrolyt. Spaltung. Reinigung durch Chromatographie. Zu Drusen vereinigte Plättchen oder Spieße aus Aceton-Methanol, F. 265 bis 267°, [α]<sub>D</sub><sup>18</sup> = +33,0° ± 2° (c = 1,0892 in Aceton). — *Antiarse* (X), durch Reinigung des wasserlös. Sirups der MANNICH-Spaltung, Sirup, [α]<sub>D</sub><sup>17</sup> = -11,6° ± 1° (c = 2,666 in W.) nach 1 Stde. konstant; *Osazon*, C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, hellgelbe Nadelchen aus A.-Ae., F. 133—135°, dann Wiedererstarren u. definitives Schmelzen bei 168°, [α]<sub>D</sub><sup>16</sup> = +13,8° ± 4° (c = 0,510 in A.-Pyridin 3:2) nach 1 Stde. konstant. — *Antiaronensäurelacton*, C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>, durch Oxydation mit Brom, farblose Prismen aus Methanol, F. 132—183°, [α]<sub>D</sub><sup>13</sup> = -34,8° ± 4° (c = 0,517 in Methanol). — *p-Bromphenylhydrazon der Antiarse*, farblose Nadeln aus absol. A., F. 134—135°, [α]<sub>D</sub><sup>24</sup> = -11,4° ± 3° (c = 0,878 in absol. A. nach 20 Min.). — *al-Dihydroantiargininbenzoat* (IV?), C<sub>37</sub>H<sub>42</sub>O<sub>9</sub>, oder *Anhydro-α-dihydro-α-antiarintetra-benzoat*, C<sub>57</sub>H<sub>58</sub>O<sub>14</sub> durch hydrolyt. Spaltung von VIII mit HCl in Aceton u. anschließender Benzoylierung Spieße aus Aceton-Methanol, F. 262—264°, [α]<sub>D</sub><sup>19</sup> = +6,4 ± 2° (c = 1,1805 in Aceton). (Helv. chim. Acta 31. 688—709. 30/4. 1948. Basel, Univ., Pharmazcut. Anstalt.) 418.3690

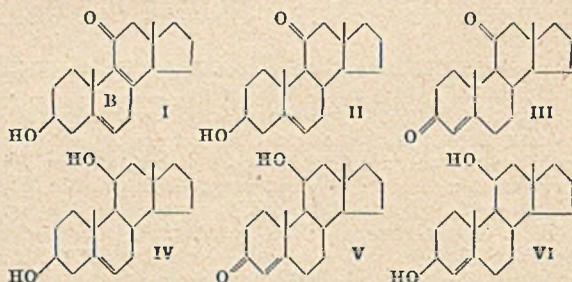
G. R. Clemo und T. J. King, *Strychnin*. III. Mitt. *Einige neue Reduktionsprodukte*. (II. vgl. RAPER u. CLEMO, C. 1946. I. 355) Strychnin wird durch Na u. A. in fl. NH<sub>3</sub> in eine „Base E“ (I), C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 165°, umgewandelt, die wahrscheinlich durch Red. der Lactam- zur Carbinolamgruppe, reduktive Öffnung des Ätherings u. Spaltung der Allylamgruppe gebildet u. daher als *Oxytetrahydro-dichano-strychnidin* bezeichnet wird. Diese Formulierung stützt sich auf das Verh. von N-Methylacetanilid, das unter denselben Bedingungen zu Acetaldehyd abgebaut wird, ferner auf den Nachw. einer potentiellen Aldehydgruppe (Bldg. eines *Oxims*, C<sub>21</sub>H<sub>29</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>, F. 122°, jedoch kein Reduktionsvermögen oder Aldehyd-Farb-Rkk.) u. auf das Ausbleiben der OTTO-Rk., während mit Oxydationsmitteln ähnliche Farb-Rkk. wie beim Strychnidin erhalten werden. Die Oxydation von I zu einem Lactam gelingt auffälligerweise nicht. Von den akt. H-Atomen läßt sich nach ZEREWITNOFF oder durch Acetylierung nur eines nachweisen. Die *Acetylverb.*, C<sub>23</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 175° Zers., leitet sich von einer *Anhydrobase*, C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ON<sub>2</sub>, ab, die als gelbes amorphes Prod. (F. gegen 280° Zers.) durch Lösen von I in verd. Mineral-säuren u. Ausfällen mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> gewonnen wird. In dieser ist vermutlich die Doppelbindung nach dem Innern des Mol. hin verschoben, da sie nicht hydriert werden kann, während I bei der Hydrierung mit RANEY-Nickel (100%/80 at) (nicht aber mit Pt) unter Absättigung der Doppelbindung u. Red. der pseudobas. OH-Gruppe in eine als *Hexahydro-dichano-strychnidin* (II) zu bezeichnende Verb., C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>ON<sub>2</sub>, F. 247°, übergeht, die typ. Strychnidin-Farb-Rkk. zeigt u. nach der ZEREWITNOFF-Best. 2 akt. H-Atome besitzt. — Dihydrostrychnin liefert bei der Red. mit Na u. CH<sub>3</sub>OH in fl. NH<sub>3</sub> eine „Base F“, C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>ON<sub>2</sub>, F. 254°, die in Säuren mit gelber Farbe lösl. u. auf Grund ihrer Reduzierbarkeit mit RANEY-Nickel (100%/90 at) zu Dihydrostrychnidin, als *Dehydrodihydro-strychnidin* (III) zu formulieren ist. — Aus der „Base D“ (vgl. II. Mitt.) wird bei analoger Red. eine der „Base F“ sehr ähnliche Verb. C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 160° Zers., erhalten, die bei der Red. mit RANEY-Nickel (100%/90 at) in die gleiche Base (F. 217°) übergeht, die durch Elektro-Red. der „Base D“ entsteht (vgl. II. Mitt.). — Strychnidin liefert



nach derselben Meth. eine als *Tetrahydro-dichano-strychnidin* (IV) zu bezeichnende säurebeständige Verb. C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>ON<sub>2</sub> (F. 192°, Kp.<sub>14</sub> 200°; *Pikrat-monohydrat*, C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>ON<sub>2</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>·O<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O, F. 127° Zers.; *Monoacetylverb.*, C<sub>23</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 158—160°), die ebenso wie I durch energ. Hydrierung mit RANEY-Nickel (150%/100 at) in eine *Dekahydro-tetra-chano-strychnidin* genannte Verb. C<sub>21</sub>H<sub>34</sub>ON<sub>2</sub>, F. 258—260°, mit 3 akt. H-Atomen u. wahrschein-

lich einer prim. Aminogruppe verwandelt wird, in der vermutlich 4 Ringe des Strychninmol. aufgesprengt sind. (J. chem. Soc. [London] 1948. 1661—66. Okt. Newcastle-upon-Tyne, Univ. of Durham, King's Coll.) 169.3700

Walter A. Jacobs und Yoshio Sato, *Veratrumalkaloide*. XXVIII. Mitt. *Die Struktur von Jervin*. (XXVII. vgl. JACOBS u. HUEBNER, C. 1948. I. 1313; XXVI. vgl. C. 1948. I. 1322)  $\beta$ -Dihydrojervinol (Teilformel IV; dargestellt aus jervinfreiem Dihydrojervin (II) durch Red. mit Na in Butanol) läßt sich durch Al-tert.-Butylat in Aceton-Bzl. zu  $\Delta^4$ - $\beta$ -Dihydrojervinol (V), C<sub>27</sub>H<sub>41</sub>O<sub>3</sub>N (F. 221,5—223,5°; Oxim, C<sub>27</sub>H<sub>42</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, F. 286—292°), oxydieren, aus dem durch Red. mit Al-Isopropylat  $\Delta^4$ -Dihydrojervinol (VI), C<sub>27</sub>H<sub>43</sub>O<sub>3</sub>N (F. 246—248°,  $[\alpha]_D = +54,5^\circ$  (Chlf.); Hydrochlorid, C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O<sub>3</sub>NCl, F. 272—275°) erhalten wird, welches ROSENHEIM-Rk. gibt. Entsprechende Oxydation von Dihydrojervin (II) führt zu  $\Delta^4$ -Dihydrojervon (III), C<sub>27</sub>H<sub>39</sub>O<sub>3</sub>N (F. 131—132°; Oxim, C<sub>27</sub>H<sub>40</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, F. 293 bis 297°), dessen Red. jedoch kein befriedigendes Resultat liefert. Durch die beschriebene Reaktionsfolge wie auch durch den Vgl. der Molekularrotationen (BARTON, J. chem. Soc. [London] 1945. 813; 1946. 1116; C. 1947. 1280) von N-Acetyljervin, N-Acetyljervinacetat u. N-Acetyljervinbenzoat (C<sub>36</sub>H<sub>45</sub>O<sub>5</sub>N, F. 219—223°) wird die 3( $\beta$ )-Oxy- $\Delta^5$ -Steroidstruktur von Jervin (das kein unlösl. Digitonid bildet) bestätigt. Die Ketogruppe des Jervins ist in 11-Stellung anzunehmen, da sie sich durch große Reaktionsträgheit auszeichnet; die entsprechende OH-Gruppe in IV läßt sich hingegen leicht acetylieren (*N*-Acetyl- $\beta$ -dihydrojervinoldiacetat, C<sub>33</sub>H<sub>49</sub>O<sub>6</sub>N, F. 256—257°). Somit ist dem Jervin ein 3( $\beta$ )-Oxy-11-keto- $\Delta^5$ -Steroidgerüst (Teilformel I) mit einer sekundär-bas. Gruppe in der Isooctylseitenkette zuzuschreiben; die wahrscheinlich vorhandene Ätherbrücke geht vermutlich ebenfalls von der Seitenkette aus. Isojervin könnte durch Enolisierung der 11-CO-Gruppe u. Aromatisierung des Ringes B gebildet werden. Hierfür sprechen die Säurebeständigkeit



von II, die leichte Acetylierbarkeit der neuen OH-Gruppe des Isojervins u. dessen Nichthydrierbarkeit; im Absorptionsspekt. macht sich jedoch ein benzoide Ring nicht bemerkbar. — Die katalyt. nicht hydrierbaren Polyoxybasen Cevin, Germin u. Protoverin werden als  $\Delta^8$ -Stenole, die aus ihnen durch Alkalibehandlung entstehenden hydrierbaren Isobasen als  $\Delta^4$ -Stenole angesehen. — Rubijervin, Iso-

rubijervin u. Solanidin sind, entgegen der früheren Mitt., nicht durch Na zu Dihydroverbb. reduzierbar. (J. biol. Chemistry 175. 57—65. Aug. 1948. New York, Rockefeller Inst. for Med. Res.) 169.3700

Léo Marion und Francois Turcotte, *Papilionaceen-Alkaloide*. IV. Mitt. *Baptisia perfoliata* (L.) R. Br. (III. vgl. J. Amer. chem. Soc. 70. [1948.] 3076) Aus *Baptisia perfoliata* werden durch Extraktion mit CH<sub>3</sub>OH neben einem Neutralstoff C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub> (F. 218°) 6 Alkaloide isoliert: *d*-Sparteïn (Kp.<sub>0,2</sub> 110°,  $[\alpha]_D = +15,8^\circ$  (A.); Dipikrat, F. 208°; Perchlorat, (F. 173°), *Cytisin* (C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>ON<sub>2</sub>, F. 154,5°; Perchlorat, F. 286°; Pikrat, F. 286°), *N*-Methylcytisin (Pikrat, C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>ON<sub>2</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>N<sub>3</sub>, F. 233°), *Anagyrin* (Perchlorat, F. 315°; Pikrat, C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>ON<sub>2</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>N<sub>3</sub>, F. 252°), sehr wenig *Alkaloid P 2* (Pikrat, F. 241°; vgl. II. Mitt., C. 1948. II. 1304) u. eine neue Base *Baptifolin* (Alkaloid P 3), C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 210°; Perchlorat, F. 286—287°; Pikrat, C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>N<sub>3</sub>·CH<sub>2</sub>OH, F. 256°. (J. Amer. chem. Soc. 70. 3253—54. Okt. 1948. Ottawa, Canada, Nat. Res. Council, Div. of Chem.) 169.3700

Léo Marion und W. F. Cockburn, *Papilionaceen-Alkaloide*. V. Mitt. *Baptisia minor*. Lehm. (IV. vgl. vorst. Ref.) Aus *Baptisia minor* werden durch Extraktion mit CH<sub>3</sub>OH neben einem Neutralstoff C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub> (F. 231°) 6 Alkaloide isoliert: 0,0182% *d*-Sparteïn (Perchlorat, F. 173°), 0,013% *Cytisin* (F. 155—156°; Pikrat, C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>ON<sub>2</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>N<sub>3</sub>, F. 288 bis 289°), 0,0008% *N*-Methylcytisin (Pikrat, F. 234°; Perchlorat, F. 282°), 0,0016% *Anagyrin* (Perchlorat, C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>ON<sub>2</sub>·HClO<sub>4</sub>, F. 315°; Pikrat, F. 249—251°), 0,018% *Baptifolin* (C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 210°,  $[\alpha]_D = -147,7^\circ$  (A.); Perchlorat, C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·HClO<sub>4</sub>, F. 289,5°,  $[\alpha]_D = -89,05^\circ$  (W.); Pikrat, C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>N<sub>3</sub>, F. 145° u. 256°; Hydrochlorid, C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>·HCl, F. 322—323° u. eine geringe Menge eines neuen *Alkaloids P 4* (Perchlorat, F. 286°). (J. Amer. chem. Soc. 70. 3472—74. Okt. 1948. Ottawa, Canada, Nat. Res. Council, Div. of Chem.) 169.3700

## E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

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

L. Zechmeister und F. W. Went, *Einige stereochemische Betrachtungen in der Genetik*. Theoret. Betrachtungen über die große Spezifität, vor allem in stereochem. Hinsicht, bei der Synth. nur eines Isomeren aus vielen möglichen im Organismus. Am Beispiel verschied. gefärbter Tomaten wird der Einfl. besonderer Gene auf die Bldg. der betreffenden *Lycopine* gezeigt. In gleicher Weise dürften auch spezif. Gene für den stereochem. Aufbau von Makromoll. verantwortlich sein. (Nature [London] 162. 847—48. 27/11. 1948. Pasadena, Calif., Inst. of Technol.) 273.4101

Dontcho Kostoff, *Atypisches Wachstum, anomale Mitosen, Polyploidie und Chromosomen-Fragmentation durch Einwirkung von Hexachlorcyclohexan*. Manche insekticide Handelspräpp. enthalten als akt. Stoffe Isomere des *Hexachlorcyclohexans* (I). Vf. stellte fest, daß I auch auf die Wirtspflanze (z. B. *Zea mays*, *Triticum vulgare*, *Secale cereale*, *Helianthus annuus*, *Vicia faba* u. a. mehr) schädigend wirkte. Die Wrkg. erfolgte zunächst am Cytoplasma. Die Mitosen verliefen anomal u. führten (wie bei Anwendung von *Colchicin*) zu Polyploidie, die häufig über die tetra- u. oktaploide Stufe hinausging. Das damit verbundene Wachstum der Kerne u. Zellen führte zu Verdickungen. Durch Wanderung von Chromosomengruppen in das Cytoplasma erfolgte manchmal Bldg. mehrkerniger Zellen mit zum Teil deformierten Kernen. Auch Chromosomenfragmentation wurde beobachtet. (Nature [London] 162. 845—46. 27/11. 1948. Sofia, Acad. of Sci., Inst. f. Applied Biol. u. Organ. Development.) 273.4101

F. E. Lehmann und G. Andres, *Über die Wirkungsähnlichkeit antimittotischer Chinone*. Verschied. Gemische von je 2 antimittot. Stoffen wurden auf ihre Wrkg. am *Tubifex-Ei* geprüft. Im Gemisch *Phenanthrenchinon-Colchicin* addieren sich ungefähr die halben Wirkungsmengen der Komponenten zum vollen Effekt. Im Gemisch *Phenanthrenchinon-Benzanthracenchinon* dagegen addieren sich die halben Wirkungsmengen nur im antimittot. Bereich, nicht aber im Bereich der Erzeugung von Morula und Blastula. Die Wirkungsähnlichkeit zwischen Phenanthrenchinon u. Colchicin scheint also größer zu sein als zwischen Phenanthrenchinon u. Benzanthracenchinon. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 6. C 56—57. Sept. 1948. Bern, Univ., Zool. Inst.) 457.4101

Lisbeth Fries, *Mutationen, die durch die Stickstoffverbindung von Lost bei Coprinus fimetarius (L.) ausgelöst wurden*. Während die Basidiosporen von *Coprinus fimetarius (L.)* gegen Röntgenbestrahlung resistent waren, führte Behandlung mit Lsgg. von  $(CIClH_2 \cdot CH)_2 \cdot N \cdot CH_3$  zum Teil zu morpholog. oder physiol. abweichenden Mutanten. Von letzteren wurden 5 näher untersucht; sie gediehen nur bei Zusatz von *Hypoxanthin* (I) bzw. *Adenin* oder *Methionin* (II) bzw. *Cystein* zur minimalen Nährlösung. Nach Paarung der I- u. II-freien Mutanten wurde ein dieryot. Mycel gebildet, das ohne Zusätze in der Nährlsg. wuchs (intracelluläre Symbiose). (Nature [London] 162. 846—47. 27/11. 1948. Upsala, Univ., Inst. of Physiol. Botany.) 273.4101

Arthur Wagg Pollister und Cecilie Leuchtenberger, *Der Nucleotidgehalt des Nucleolus*. Vf. untersuchten die Nucleoli in den frühen meiot. Prophasekernen der Sporocyten von *Zea mays*. Extraktionen, Behandlung mit proteasefreier *Ribonuclease* u. Kontrolle der UV-Absorption ergaben, daß der Nucleolus nur Nucleotide vom *Ribose*- (bzw. *Pentose*)-Typ enthält. 20% davon besaßen einen Polymerisationsgrad, der zwischen einem Mononucleotid u. *Nucleinsäure* lag. (Nature [London] 163. 360—61. 5/3. 1949. New York, Columbia Univ., Dep. of Zool.) 273.4150

Ll. Lloyd, *Induzierte und spontane Anomalitäten bei Ciliaten*. (Vgl. MOTTRAM, Cancer Res. 1. [1941.] 313 u. Problem of Tumours, London 1942.) Bei *Paramecium caudatum* konnten mit *Benzolhexachlorid* anomale Zellen erhalten werden, die in der Regel nach 1—2 Teilungen zum Tode der betreffenden Formen führten. In einem von 90 Fällen wurde eine solche Zellabnormität über mehrere Monate am Leben erhalten. Die gleiche Erscheinung wurde auch spontan in einer Kontrollkultur beobachtet, hier war die anomale Form über ein Jahr lebensfähig. Diese Erfahrung widerspricht der Ansicht von MOTTRAM, daß die Ursache der Desorganisation ein carcinogener Faktor sein müsse. (Nature [London] 162. 188—89. 31/7. 1948. Leeds, Univ., Dep. of Zool.) 273.4160

J. W. Orr, *Fehlen carcinogener Wirksamkeit bei Benzolhexachlorid („Gammexan“)*. (Vgl. vorst. Ref.) *Benzolhexachlorid* (I) hatte bei Mäusen keine carcinogene Wrkg., weder bei subcutaner Implantation von I-haltigen Paraffinstückchen, noch bei Pinselung mit einer Acetonlsg. von I. (Nature [London] 162. 189. 31/7. 1948. Leeds, Univ., Dep. of Exp. Pathol.) 273.4160

Kurt Hohl, *Experimentelle Untersuchungen über Röntgeneffekte und chemische Effekte auf die pflanzliche Mitose*. Stuttgart: Thieme. 1949. (87 S. m. 30 Abb. u. Tab.) 8°. DM 6,—.

E<sub>2</sub>. Enzymologie. Gärung.

Donald Hockenhull, *Hemmung eines Bernsteinsäureaerodehydrogenase-Systems durch oberflächenaktive Agentien*. Folgende Substanzen hemmen in verschied. Ausmaß je nach der Konz. die O<sub>2</sub>-Aufnahme eines Homogenates aus Kaninchenleber in Ggw. von Succinat: Cetylsulfat, Na-Salz von isopropylsubstituierter Naphthalinsulfonsäure; Gallensalze (Taurocholat u. Glykocholat); Cetylpolyläthylenoxyd; Cetyltrimethylammoniumchlorid; Dodecylpyridinbromid. (Nature [London] 162. 850—51. 27/11. 1948. Manchester, Coll. of Technol.) 256.4210

E. Albert Zeller, *Über die Cholinesterase der Schlangengifte*. 5. Mitt. über die Biochemie der tierischen Gifte. (4. vgl. ZELLER, ISELIN u. MARITZ, Helv. physiol. pharmacol. Acta 4. [1946.] 233) Es wird eine große Anzahl von Schlangengiften auf ihren Geh. an Cholinesterase (I) untersucht, um festzustellen, ob das Vork. von I in Zusammenhang steht mit der systemat. Stellung der betreffenden Schlangenart. — Die Gifte von 30 Arten u. Unterarten der zur Familie Viperidae zu zählenden Gattungen Agkistrodon, Bitis, Bothrops, Crotalus, Echis, Sistrurus, Trimeresurus u. Vipera weisen keine I auf. Dagegen findet sich I in den Giften aller 20 Arten u. Unterarten der zur Familie der Colubridae u. Unterfamilie Elapidae gehörenden Gattungen Acontophis, Bungarus, Demansia, Dendraspis, Denisonia, Elaps, Naia, Notechis, Porphyriacus u. Sepedon. Das Gift der Unterfamilie Hydrophiidae zugeteilten Art Enhydrina schistosa ist frei von I. — Die Wirksamkeit schwankt von Art zu Art; sie erreicht in den meisten Giften sehr viel höhere Werte als in irgendeiner anderen Quelle für I. — Keines der untersuchten Elapidae-Gifte war zur Spaltung von Benzoylcholin befähigt. Die 10 geprüften Elapidae-Gifte greifen *Acetyl-β-methylcholin* an; es handelt sich dabei sicher um Wrkg. von I. — Durch Coffein sowie durch hohe Konz. an Acetylcholin werden die I mehrerer Elapidae-Arten gehemmt. — Alle Ergebnisse sprechen für die Annahme, daß eine „echte“ I, der e-Typ im Sinne von ZELLER u. BISEGGER (C. 1943. II. 1371) vorliegt. Dabei ist die Übereinstimmung mit dem e-Typ der I des Gihirnes u. der Erythrocyten nicht vollkommen; damit stellt der e-Typ, ebenso wie das früher für den s-Typ gezeigt wurde, nur eine Gruppenbezeichnung dar. (Helv. chim. Acta 32. 94—105. 1/2. 1949. Basel, Univ.) 256.4210

E. A. Zeller und D. C. Utz, *Über die Spezifität der Cholinesterase der Schlangengifte*. 6. Mitt. über die Biochemie tierischer Gifte. (5. vgl. vorst. Ref.) BOVET-NITTI (Ann. N. Y. Acad. Sci. 47. [1946.] 521) hat auf die Fähigkeit von Kobragift zur Spaltung von Essigsäureäthylester hingewiesen. Vff. zeigen jetzt, daß die Cholinesterase (I) der Schlangengifte die Eig. besitzt, neben Acetylcholin auch Neutralester abzubauen. Von den Giften der Elapiden wurden gespalten: Essigsäureäthylester sowie Chlor-, Brom-, Cyan- u. Jodessigsäureäthylester. Die Geschwindigkeit dieser Spaltung läuft parallel mit der Spaltung von Acetylcholin. Bei gleichzeitigem Zusatz der beiden Substrate tritt eine ausgesprochene Konkurrenz ein. Der Abbau der Neutralester wird gehemmt durch Physostigmin, Prostigmin u. Coffein. Die Einführung des Cl in den Acetylrest steigert die Affinität um das Zehnfache. — Nicht gespalten werden: die Äthylester von Glykokoll, Cystein u. von Di- u. Trichloressigsäure. — Das Verh. spricht gegen die Annahme einer etwaigen Aliesterase, welche für die Spaltung der Neutralester teilweise verantwortlich gemacht werden könnte. (Helv. chim. Acta 32. 338—47. 1/2. 1949. Basel, Univ., u. Rochester, Minn., Mayo Clinic.) 256.4210

D. E. Hughes und D. H. Williamson, *Einige Eigenschaften der Glutaminase von Clostridium welchii*. Cetyltrimethylammoniumbromid (Cetaron) beschleunigt die Decarboxylierung der Glutaminsäure u. die Desaminierung von Glutamin durch Suspensionen u. durch zellfreie Extrakte von C. welchii. Diese Beschleunigung tritt nicht auf, wenn das gereinigte Enzym verwendet wird. (Biochemic. J. 43. XLV. 1948. Sheffield, Univ.) 256.4210

W. Hess und G. Vollier, *Über das Verhalten der Plasma- und Lungenlipasen nach intravenöser Injektion von Olivenöl*. Um festzustellen, ob für das Zustandekommen einer Fettembolie Störungen in der fettabbauenden Fähigkeit des Plasmas u. der Lunge eine Rolle spielen, wurde die Aktivität der Plasma- u. Lungenlipasen nach i. v.-Injektion von Olivenöl bei n. u. bei atoxyl- u. chininvergifteten Kaninchen bestimmt (manometr. im WARBURG-App. mit Tributyrin als Substrat). i. v.-Injektion von 0,5 cm<sup>3</sup> Olivenöl pro kg ruft am Kaninchen einen sofortigen Anstieg der Gesamtplasmalipase hervor, der über eine Woche anhält. Zuerst u. am stärksten steigt die chininresistente Fraktion, dann die chinin- u. atoxylsensiblen Anteile, der Anstieg der atoxylresistenten Fraktion erfolgt später u. verschied. stark. Die Aktivität der Lungenlipase ist nach Fettinjektion ebenfalls erhöht. Vergiftet man die Tiere vor der Fettinjektion mit Atoxyl oder Chinin, so wird die Aktivität der Plasmalipasen herabgesetzt; diejenige der Lungenlipase ist bei Atoxylvergiftung stark vermindert, bei Chininvergiftung leicht erhöht. Histolog. findet man bei

atoxyl- wie bei chinivergifteten Tieren die Lungencapillaren 48 Stdn. nach der Fettinjektion noch mit Fett verlegt. Da die Fettresorption sowohl bei gehemmter als auch bei leicht gesteigerter Aktivität der Lungenlipase verlangsamt ist, dürfte die Hemmung der Plasmaesterasen für den schwereren Verlauf der Fettembolie bei chinin- u. atoxylvergifteten Tieren verantwortlich sein. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 6. C 19—20. März 1948. Basel, Univ., Chirurg. u. Med. Klinik.) 457.4210

**P. Bernfeld und A. Meutémédian, Isophosphorylase und die Bildung verzweigter Polysaccharide.** Gleichzeitige Einw. von Isophosphorylase (I) u. Phosphorylase auf Glucose-1-phosphat führt zur Bldg. verzweigter Polysaccharide, wie Amylopektin u. Glykogen. I ist das Enzym, welches die Bldg. von  $\alpha$ -1,6-Bindungen aus Glucose-1-phosphat u. auch die Spaltung dieser Bindungen katalysiert. Im Gegensatz zur Phosphorylase aus Kartoffel, Hefe oder Muskel wird die I aus Kartoffel oder Hefe durch Phlorrhizin nicht gehemmt. Läßt man nun die beiden Enzyme in Ggw. von steigenden Mengen von Phlorrhizin auf Glucose-1-phosphat einwirken, so erhält man eine Reihe von Polysacchariden, welche sich mit Jod verschied. anfärben (blau, violett, purpur bis braun), also einen von Amylopektin oder Glykogen verschied. Grad der Verzweigung aufweisen. Der Verzweigungsgrad hängt vom gegenseitigen Verhältnis der beiden Enzyme ab: je größer die relative Menge an I ist, desto stärker verzweigt ist das gebildete Polysaccharid. (Nature [London] 162. 618—19. 16/10. 1948. Genf, Univ.) 258.4210

**R. A. Peters und R. W. Wakelin, Die Wirkung einiger Thiolverbindungen auf Trypsin, Chymotrypsin und Chymotrypsinogen.** Mit einem Anhang von R. Cecil, Untersuchung von Chymotrypsin in der Ultrazentrifuge. (Vgl. C. 1949. I. 76) Trypsin u. Chymotrypsin (I) werden irreversibel inaktiviert durch folgende SH-Verbb.: Monothioäthylenglykol, Cystein, Glutathion, 2,3-Dimercaptopropanol, Thiosalicylsäure, Natriumsulfid. Diese Wrkg. ist ebenso wie der bekannte Effekt auf Insulin auf der alkal. Seite am stärksten. Die Inaktivierung kann nicht mit S—S-Verbb. wieder rückgängig gemacht werden. Sie ist begleitet vom Auftreten von SH-Gruppen in den Enzymen, was aber nicht etwa auf einem Demaskieren bereits vorhandener SH-Gruppen beruht. — Auch in Chymotrypsinogen treten nach Behandeln mit einigen Thiolverbb. SH-Gruppen auf. Zugleich erfolgt Denaturierung des Proteins. — Anhang: Bei Unters. des I in der Ultrazentrifuge wurde ein Sedimentationsdiagramm erhalten, aus dem sich die Ggw. einer einzigen homogenen Komponente von  $S_{20}$  (korr.) =  $3,09 \cdot 10^{-13}$  ergibt. (Biochemic. J. 43. 45—51. 1948. Oxford, Dep. of Biochem.) 258.4210

**Georges N. Cohen und Germaine Cohen-Bazire, Vergärung von Pyruvat,  $\beta$  Oxybutyrat und von C<sub>4</sub>-Dicarbonsäuren durch einige Buttersäure bildende Organismen.** Die voneinander abweichenden Ergebnisse verschied. Actoren können erklärt werden durch Abweichungen, welche durch die verschied. Stämme der Organismen bedingt sind. Als Arbeitshypothese wird folgendes Schema für die Buttersäureldg. vorgeschlagen: Pyruvat  $\rightarrow$  Acet. t  $\rightarrow$  unbekanntes Zwischenprodd.  $\rightarrow$   $\beta$ -Oxybutyrat  $\rightarrow$  Acetat + Butyrat. Die von den Vff. experimentell untersuchte vollkommene Hemmung der Bldg. von Buttersäure durch Arsenit dürfte in einem Eingriff in ein vor der Bldg. von Oxybutyrat liegendes Stadium bestehen. (Nature [London] 162. 578. 9/10. 1948. Garches [S. et O.], Inst. Pasteur.) 256.4270

**A. G. C. White und C. H. Werkman, Fettsynthese in Hefe.** Nachdem MACLEOD u. SMEDLEY-MCLEAN (C. 1939. I. 694) gezeigt haben, daß Essigsäure durch Hefe in Fett u. Sterine umgewandelt wird, zeigten Vff. (Arch. Biochemistry 13. [1947.] 27) unter Verwendung von <sup>13</sup>C, daß die Umwandlung direkt, d. h. ohne vorangehende Bldg. von Kohlenhydrat, erfolgt. Es werden jetzt die Bedingungen gezeigt, unter denen bei nicht sich fortplanzenden Zellen von Saccharomyces cerevisiae mit Acetat als einziger C-Quelle ein maximaler u. reproduzierbarer Zuwachs an Fett erzielt wird. Hierfür sind folgende Bedingungen einzuhalten: 24std. Kultur der Zellen; Belüften zwischen 24 u. 48 Stdn.; Konz. an Acetat 0,1 Mol; an'ängliches pH von 6,5—8,0. Die Zunahme an Fett betrug dann in 48 Stdn. ca. 118% des ohne Acetat erzielten Fettess. — Getrocknete oder lyophil gemachte Zellen weisen nicht die synthet. Fähigkeit frisch geernteter Zellen auf. (Arch. Biochemistry 17. 475—82. Juni 1948. Ames, Iowa, State Coll., Industrial Sci. Res. Inst.) 256.4270

**W. Diemair und J. Koch, Beitrag zur Kenntnis der Hefephosphatide.** 1. Mitt. Vff. gewannen durch Methanolextraktion aus *Torula utilis* ein Rohphosphatid, das sich durch Lösen in Ae. u. Fällen mit Aceton (0°) reinigen ließ. Das gereinigte Hefephosphatid (I) hatte nur in Ae.-Aceton flockige Struktur u. wurde an der Luft plast. u. gelblich-braun. Wasserlösl. Phosphatide waren in der *Torula*-Trockenhefe nicht enthalten. Spaltung von I mit 10%ig. HCl lieferte neben Fettsäuren Glycerin, Cholin u. Colamin. Wie bei anderen tier. Phosphatiden waren Lecithin u. Cephalin nebeneinander vorhanden. Der Fettsäuregeh. wurde mit 55% sicher zu niedrig gefunden (theoret. 70%), ebenso der Geh. an Glycerin (10,7 statt 11,5%). Die Fettsäuren bestanden aus Palmitinsäure, Ölsäure u. stärker

ungesätt. Säuren. (Angew. Chem., Ausg. A 60. 155.—57. Juni 1948. Frankfurt a. M., Univ., Inst. für Lebensmittelchemie.) 273.4270

**Cyril Rainbow**, *p-Aminobenzoensäure als Wachstumsfaktor für gewisse Bierhefen*. Im Gegensatz zu den meisten engl. Bierhefen wuchsen zwei Hefearten nicht auf synthet. Glucose-Mineralmedium mit *Biotin* (I), *Pantothensäure* (II) u. *Inosit* als Wachstumsfaktoren. Die eine Rasse benötigte I u. *p-Aminobenzoensäure* (III) zum Wachstum; II war stimulierend, aber nicht erforderlich. Die zweite Hefe brauchte I, II u. III; *Inosit* oder *Riboflavin* + *Aneurin* + *Nicotinsäure* + *Pyridoxin* wirkten wachstumsfördernd. (Nature [London] 162. 572—73. 9/10. 1948. Birmingham, Univ., Dep. of Industr. Fermentation.) 273.4270

**Heinrich Lüers**, Die Hefe. Eine Gesamt-Literaturübersicht mit einführendem Text. Nürnberg: Carl. 1949. (356 S.) 8°. = Praktische Wissenschaft. DM 16,70.

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

**Edward J. Herbst und Esmond E. Snell**, *Putrescin als Wachstumsfaktor für Haemophilus parainfluenzae*. *Haemophilus parainfluenzae* wuchs in einem Medium aus Aminosäuren, Hefe u. Orangensaft, doch konnte letzterer völlig durch *Putrescin* (I) ersetzt werden. Vff. isolierten I aus dem Orangensaft u. wiesen nach, daß statt I auch *Spermin* u. *Spermidin* als Wachstumsfaktor wirksam waren. Inakt. erwiesen sich verwandte Stoffe wie *Ornithin*, *Cadaverin*, *1,3-Diaminopropan*, *1,6-Diaminohexan* u. andere. (J. biol. Chemistry 176. 989—90. Nov. 1948. Madison, Univ. of Wisconsin, Dep. of Biochem., Coll. of Agricult.) 273.4310

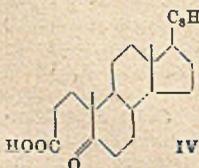
**Sidonie Marcus**, *Antibakterielle Wirksamkeit von Fuscin*. Überblick über das Wirkungsspektr. von *Fuscin*, wonach dieses bes. gegen grampositive Bakterien ziemlich intensiv wirksam ist, jedoch wenig oder gar nicht gegen gramnegative u. Mykobakterien. Überführung in das Thioglykolsäurederiv. bewirkt eine bemerkenswert geringe Veränderung des Spektrums. (Biochemic. J. 43. 532—33. 1948. London, Univ., School of Hyg. and Tropical Med.) 107.4320

**Harold W. Milner**, *Die Fettsäuren von Chlorella*. *Chlorella pyrenoidosa* wurde unter verschied. Bedingungen (Änderung der Nährslg., Wachstumsdauer, Belüftung) gezüchtet. Bezogen auf Trockengewicht enthielten die Versuchsreihen 23, 33, 63 bzw. 76% *Lipoid*. Der Geh. an Fettsäuren schwankte zwischen 6 u. 66% der Trockensubstanz; davon waren ca. 12—16% gesätt. (meist *Palmitinsäure*), der Rest stark ungesättigt. (J. biol. Chemistry 176. 813—17. Nov. 1948. Stanford, Calif., Carnegie Inst. of Washington, Div. of Plant Physiol.) 273.4330

**G. S. Eadie, Frederick Bernheim und Robert J. Fitzgerald**, *Die Kinetik der Oxydation von Benzoesäure durch gewisse Mykobakterien*. Vff. untersuchten die Kinetik der Oxydation von *Benzoesäure* (I) durch *Mykobacterium tuberculosis* BCS 8240. Es finden 6 monomol. Rkk. statt, deren Geschwindigkeitskonstanten meistens gleich waren, nur manchmal, bei Rk. 5 u. 6, beträchtlich höher lagen, wenn eine relative Zunahme der entsprechenden Enzyme stattfand. Die Oxydation beginnt mit einer latenten Periode, bis genügend Enzyme gebildet sind. Vorbehandlung von *Mykobact.* mit wenig I verkürzt diese Latenzzeit, da schon vorher die Enzymbildung erfolgen kann, u. erhöht die Reaktionsgeschwindigkeiten. Bei Abwesenheit von I verschwinden die betreffenden Enzyme allmählich. *Streptomycin* setzte alle Oxydations-Rkk. gleichmäßig herab. (J. biol. Chemistry 176. 857—62. Nov. 1948. Durham, N. C., Duke Univ., School of Med., Dep. of Physiol. and Pharmacol.) 273.4330

**G. E. Turfitt**, *Der mikrobiologische Abbau von Steroiden*. IV. Mitt. *Die Spaltung des Steroidmoleküls*. (Vgl. C. 1945. I. 711) Vff. untersucht die Einw. von Organismen der Familie *Proactinomyces* auf Steroide, um einen Einblick in den Abbau-Mechanismus zu gewinnen. Definierte Prodd. konnten zunächst nicht gefaßt werden, da es sich im Laufe der Unterss. zeigte, daß diese bevorzugt vor den Ausgangsprodd. weiter abgebaut wurden. Abfangen saurer Prodd. als Ca-Salze brachte keine Abhilfe. In einer bes. App. (s. Original) wurden dann diese prim. Abbauprodd. möglichst rasch durch kontinuierliche Entfernung der weiteren Einw. der Organismen entzogen. *Cholestenon* (I) ergab so neben 75%

Ausgangsmaterial u. anderen nicht identifizierten Prodd. *Isocaproensäure* (II), *3-Ketoötiocolen-4-säure* (III) u. eine Säure von der Formel IV. *3-Ketocholen-4-säure* ergab geringe Mengen III. Aus *Cholesterinacetat* konnte nur II isoliert werden. Auch in der *3,7,12-Triketocholansäure* wurde nur die Seitenkette angegriffen unter Bldg. der *3,7,12-Triketoötiocolensäure*. *Östradiol* ergab nur bei sehr hohen Bakterienkonz. Spuren von *Östron*. Außer bei I konnte also in keinem weiteren Falle eine Aufspaltung der Ringe des



Kohlenstoffskeletts nachgewiesen werden. (Biochemic. J. 42. 376—83. 1948. Nottingham, Home Office Forensic Sci. Labor.) 366.4330

F. W. Norris und K. J. Lynes, *Der Einfluß von Fetten und Fettsäuren auf Lactobacillen bei mikrobiologischen Bestimmungen*. Vff. prüften den Einfl. von Getreide- u. anderen pflanzlichen Ölen (I) sowie tier. I auf die mikrobiol. Biotin(II)-Best. mittels *Lactobacillus arabinosus* (III). Beim II-Grundgeh. der Nährflg. förderten die I das Wachstum von III, während sie es bei höherem II-Geh. hemmten. Der Grad der Hemmung scheint mit steigender JZ. der I zuzunehmen. Mit *Palmöl*- u. *Stearinsäure* wurden ähnliche Ergebnisse erhalten, während *Öl*- u. *Linolsäure* unabhängig vom II-Geh. eine beträchtliche Wachstumsförderung bewirkten. (Biochemic. J. 43. XLV—XLVI. 1948. Birmingham, Univ., Dep. of Industrial Fermentation.) 249.4360

G. E. Francis und A. Wormald, *Die Verwendung von radioaktiven Isotopen in Immunitätsreaktionen*. 1. Mitt. *Präcipitationen mit <sup>32</sup>P-haltigem Ovoiditellin*. Hennen wurde <sup>32</sup>P in Gestalt von neutralem Na-Phosphat injiziert u. vom 4.—12. Tag aus den Eiern radioakt. *Vitellin* (I) u. radioakt. *Lecithin* (II) in guter Ausbeute gewonnen. Beim Zusammenbringen von I mit spezif. Antiserum zur quantitativen Best. des Verhältnisses von Antigen u. Antikörper im Präcipitat zeigte es sich, daß bis zu 80% des Präcipitates aus mit Ae. extrahierbaren Phospholipoiden bestand, trotzdem I nur bis zu 47% daran gebunden enthielt. Dieses Mitreißen ist spezif., denn unspezif. Präcipitate (Humanserum u. Antihumanserum) in Ggw. von I ergaben <sup>32</sup>P-freie Präcipitate. Umgekehrt waren Präcipitate von nichtradioakt. I u. *Antivitellin* in Ggw. von II radioaktiv. Der Grund für das Mitreißen von gebundenen u. vorher mit Ae. nicht extrahierbaren Phospholipoiden in die Präcipitate von I u. Antivitellin, die dann mit Ae. extrahierbar sind, ist unbekannt. (Biochemic J. 42. 469—74. 1948. London, Ned. Coll. of St. Bartholomew's Hosp., Dep. of Biochem. and Chem.) 366.4370

P. A. Charlwood, *Elektrophoretische Untersuchungen an Diphtherietoxoid-Präparaten*. Es wird über vergebliche Verss. berichtet, eine Beziehung zwischen antigenen Eigg. u. elektrophoret. Verh. verschied. Diphtherietoxoid-Lsgg. zu finden. (Biochemic. J. 42. 425—28. 1948. Beckenham, Kent, Langley Court, Wellcome Physiol. Res. Labor.) 366.4371

Albert Delaunay, Paul Boquet, Jacqueline Lebrun, Yvonne Lehout und Marcelle Delaunay, *Die Wirkungsweise bakterieller Endotoxine*. IV. Mitt. *Die Vasomotorenstörungen bei vergifteten Tieren und ihre Konsequenzen*. (Vgl. C. 1948. II. 1310) Injiziert man Meerschweinchen, Mäusen oder Kaninchen tödliche Dosen von Typhustoxin, dann sind im Gebiet der Arteriolen charakterist. Veränderungen erkennbar. Von einem Meerschweinchen oder einer Maus wird in Narkose ein Stück Mesenterium in situ vorgelagert u. unter dem Mikroskop direkt beobachtet. Bei Kaninchen wird im Ohr eine sogenannte „feuchte Kammer“ erzeugt (SANDISON, Anatom. Rec. 28. [1924.] 281), in der die Gefäße ebenfalls direkter Beobachtung zugänglich sind. Einige Min. nach i. v.-Injektion des Toxins kommt es im Bereich der Arteriolen u. Präcapillaren zu ausgeprägter Konstriktion, die kurze Zeit andauert, bald von Gefäßerweiterung abgelöst wird, der wiederum eine Kontraktion folgt. Dieses alternierende Verh. geht mit wechselnder Geschwindigkeit vor sich u. verliert mit zunehmender Intoxikation des Gesamtorganismus an Intensität, bis schließlich eine allg. Gefäßerweiterung bestehen bleibt. Capillaren u. Venen erfahren keine wesentlichen Veränderungen, nur die Geschwindigkeit des Blutstromes wechselt in gleicher Weise wie Kontraktion u. Dilatation im Arteriolengebiet. Am Kaninchenohr lassen sich im Venen- u. Capillargebiet regelmäßig Leukopenie u. Hemmung der Diapedese beobachten. Aus früheren Unters. (BOQUET, BOVET u. LEHOULT, C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 224. [1947.] 1671) werden ferner Befunde erwähnt, die eine Herabsetzung der Hauttemp. bis zu 10° gezeigt hatten, während die Körpertemp. während der Intoxikation um ca. 1—2° anstieg. — Am denervierten Kaninchenohr (Extirpation des sympath. Gl. cervicale) waren die beschriebenen Veränderungen völlig die gleichen wie beim intakten. Die Arterienkonstriktion scheint also vom sympath. Nervensyst. unbeeinflusst zu sein. Auch vom Blutdruck ist sie unabhängig. — Außerdem wurden an verschied. Organen nekrot. u. entzündliche Gewebsschädigungen beobachtet, die als Folge der gestörten Durchblutung u. der Anoxämie angesehen werden. Die Ähnlichkeit dieser Gefäßstörungen mit den Gefäßveränderungen im traumat. oder anaphylakt. Schock, die Vff. an Hand ausgiebiger Literaturzitate nachzuweisen versuchen, lassen für derartige Zustände einen gemeinsamen Mechanismus vermuten. Es wird angenommen, daß es sich um einen humoralen Mechanismus handelt, bei dem das Endotoxin nicht selbst die Schäden bewirkt, sondern die Abgabe von pharmakol. differenten Substanzen aus den Nieren, Nebennieren oder anderen Geweben veranlaßt. In diesem Zusammenhang werden die Substanzen von ZWEIFACH (Amer. J. Physiol. 142. [1944.] 80; Ann. Surgery 120. [1944.] 232), *Histamin*.

*Renin* u. *Angiotonin* sowie *Adrenalin* als ursächliche Faktoren in Erwägung gezogen. (J. Physiol. [Paris] 40. Nr. 2. 89—110. 1948. Garches Inst. Pasteur, Labor. de Pathol. exp.) 484.4371

W. Schrömann, Repetitorium der Hygiene, Bakteriologie und Serologie in Frage und Antwort. 7., umgearb. u. erw. Aufl. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer. 1949. (VII + 237 S.) 8° DM 9,60.

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

Hans v. Euler, Leo Heller und Karl Gustav Högberg, *Nucleoproteide aus Pollen von Birke (Betula pubescens)*. Pollen der Glasbirke wurden im Porzellanmörser mit Glaspulver verrieben u. mit schwach alkalisiertem physiol. NaCl-Lsg. (20 cm<sup>3</sup> auf 1 g Pollen) extrahiert. Durch differentielle Zentrifugierung der zertrümmerten Zellmembran wurden Fraktionen verschied. Körnchengröße u. Zus. erhalten. In der morpholog. heterogenen Fraktion der mkr. eben noch sichtbaren Teilchen wurde keine Nucleinsäure aufgefunden, während die Fraktion der submkr. Teilchen eine beträchtliche Menge davon aufwies. In dem nach Ausfällung der submkr. Teilchen durch Essigsäure hinterbleibenden Restextrakt wurde ein relativ hoher Geh. einer durch Essigsäure leicht fällbaren freien *Ribonucleinsäure* festgestellt. (Ark. Kem., Mineral. Geol., Ser. A 26. 1—15. 1948. Stockholm, Univ., Inst. f. org.-chem. Forschg.) 457 4420

N. P. Kirjalow und Je. W. Budkewitsch, *Anatomische und chemische Besonderheiten der Früchte einiger Arten des Genus Ferula*. Vf. achten auf die Zusammenhänge zwischen dem Chemismus u. der Morphologie der Ferulafrüchte u. untersuchen auf mikrochem. Wege den Ort des Vork. von Harz u. äther. Öl in ihnen. Es werden Früchte von *Ferula Jaeschkeana* Vatke u. *F. foliosa Lipsky* untersucht. Die beiden Arten sind chem. sehr unterschiedlich, besitzen jedoch gewisse Ähnlichkeiten in ihrem Kohlenhydratgerüst. Es wird daher eine Verschiedenheit im Verlaufe der biochem. wie physiol. Prozesse bei beiden Arten vermutet. (Ботанический Журнал [Bot. J.] 33. 45—54. Jan./Feb. 1948. Leningrad, Botan. Komarov-Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 424.4420

Robert MacVicar und R. H. Burris, *Studien über den Stickstoff-Stoffwechsel in Tomaten mit Hilfe von isotopem Ammoniumsulfat*. 6 Wochen alte Tomatenpflanzen, die im Gewächshaus in Nährlsg. gezogen waren, wurden mit <sup>15</sup>N-haltigem (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> versetzt u. 4 oder 12 Stdn. danach untersucht. In beiden Fällen wurde starke Aufnahme, Verteilung u. Verarbeitung des NH<sub>4</sub>-Ions festgestellt. Alle N-Fraktionen u. Aminosäuren, die isoliert wurden, enthielten deutliche Mengen <sup>15</sup>N, die höchste <sup>15</sup>N-Konz. zeigte *Glutaminsäure*, dann folgte *Asparaginsäure*. *Histidin* u. *Lysin* enthielten am wenigsten <sup>15</sup>N. (J. biol. Chemistry 176. 511—16. Nov. 1948. Madison, Univ. of Wisconsin, Dep. of Biochem.) 273.4460

James Bonner und Barbarin Arreguin, *Die Biochemie der Kautschukbildung in der Guayule*. 1. Mitt. *Die Kautschukbildung in Sämlingen*. Von Vf. werden Verss. zur Bldg. von *Kautschuk (I)* in Pflanzen mit Hilfe von in Nährlsg. wachsenden Sämlingen der *Guayule (Parthenium argentatum Gray)* durchgeführt, indem zu diesen Lsgg. verschied. Stoffe hinzugefügt wurden. Extrakte aus in bezug auf I-Bldg. akt. Blättern der *Guayule* riefen, der Nährlsg. hinzugefügt, eine Steigerung der I-Bldg. in den Sämlingen hervor, was auf das Vorliegen eines Vorprod. des I in diesen Blättern hinweist. Gegenüber der Kontrolle mit 0,37% I finden Vf. eine Steigerung bis 0,67%. Extrakte aus in bezug auf I-Bldg. inakt. Blättern zeigten keinen Effekt. Eine große Zahl von der Nährlsg. hinzugefügten Stoffen (verschied. Kohlenhydrate, Aldehyde u. Säuren mit 5 C-Atomen) zeigten keinen Einfl. auf die I-Bildung. Dagegen vermochten *Glycerin*, *Acetate*, *Acetessigsäure*, *Aceton* u. *β-Methylcrotonsäure* die I-Bldg. in den Sämlingen zu steigern. Bei Verss. mit Na-Acetat (10—100 mg/Liter) erwies sich eine höhere Temp. von 80° F gegenüber 80° F tagsüber u. 50° F nachts als günstiger. Die eine I-Bldg. steigernden Stoffe dürften nach Vf. an folgenden Rkk. beteiligt sein: Acetate → Acetessigsäure → Aceton u. Acetate + Aceton → β-Methylcrotonsäure → Kautschuk (Arch. Biochemistry 21. 109—24. März 1949. Pasadena, Calif., Inst. of Technol.) 146.4465

R. G. H. Cormack, *Intercelluläre Einschlüsse in den Wurzeln von weißem Senf bei Colchicinbehandlung*. Durch *Colchicin* wird in Wurzeln von weißem Senf Hypertrophie hervorgerufen; in den radial verlaufenden Intercellularräumen finden sich dann körnige Substanzen, die Vf. als innere Wurzelhärchen deuten möchte. (Nature [London] 163. 362—63. 5/3. 1949. Edmonton, Univ. of Alberta, Dep. of Botany.) 273.4465

E. K. Gabrielsen, *Photosynthese in Blättern bei sehr niedrigen Kohlendioxyd-Konzentrationen*. Im Gegensatz zu BLACKMANN (Philos. Trans. Roy. Soc. London, Ser. B 183. [1895.] 503) fand Vf. u. unabhängig von ihm AUDUS (Angew. Bot. 11. [1947.]

165), daß Laubblätter, selbst bei stärkster Bestrahlung, nicht mehr als 90% des ausgeatmeten CO<sub>2</sub> wieder assimilieren können. In CO<sub>2</sub>-freiem Luftstrom hängt die Photosynth. ab: 1. von dem Grade der CO<sub>2</sub>-Bldg. (I) im Blatt, 2. von der Stärke des CO<sub>2</sub>-Transportes (II) aus dem Blatt in die Umgebung. Wenn I niedrig u. II verhältnismäßig hoch ist, findet keine Photosynth. statt (Schattenblätter von *Sambucus nigra*, 0,13 mm dick). In den Sonnenblättern von *Sambucus* (0,23 mm dick) ist I größer u. II niedriger; so kann ein unterer Schwellenwert für die CO<sub>2</sub>-Konz. erreicht u. 56% des ausgeatmeten CO<sub>2</sub> wieder assimiliert werden. Die Zwischenprodd. der Atmung werden wahrscheinlich nicht zur Resynth. verwendet. (Nature [London] 163. 359—60. 5/3. 1949. Kopenhagen, Royal Veterinary a. Agricult. Coll., Labor. of Plant Physiol.) 273.4470

K. A. Timirjasew, Auswahl von Arbeiten über Chlorophyll und die Aufnahme von Licht durch die Pflanzen. Ausg. der Akad. der Wiss. der UdSSR. 1948. (352 S.) Rbl. 18,— [in russ. Sprache].

### E. Tierchemie und -physiologie.

W. Bloch, *Zur quantitativen Bestimmung des Adrenalins im Blut mit der Fluoreszenzreaktion*. Die von JØRGENSEN (vgl. Acta pharmacol. 1. [1945.] 225) angegebene Meth. ist nicht zur Best. des Adrenalins im Blut geeignet (Fluoreszenznachweis). Es wird eine verbesserte Meßmethodik vorgeschlagen, mit der sich zeigen läßt, daß im Blut ein die Adrenalinfluoreszenz hemmender Faktor vorhanden ist. UV-Absorptionsspektren von Adrenalin vor u. nach Zusatz von NaOH werden gezeigt. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 6. 122—29. März 1948. Basel, Univ., Med. Klinik.) 457.4561

J. A. V. Butler, D. M. P. Phillips und J. M. L. Stephen, *Das Kernstück des Insulinmoleküls*. Bei der Behandlung von *Insulin*, das zu den am besten untersuchten Proteinen gehört, mit proteolyt. Enzymen bleibt ein „Kern“ zurück (C. 1949. I. 76), in dem die Ketten mit —S—S-Bindungen verknüpft sind. Durch langdauernde Einw. von *Chymotrypsin* wird der Kern langsam aufgespalten. Vers. zur Isolierung der im Filtrat vom Nd. mit Trichloressigsäure erwarteten Peptide mit niedrigem Mol.-Gew. mittels Papierchromatographie schlugen fehl. Der Nd. selbst ist nach elektrophoret. Unters. im wesentlichen einheitlich. Es wird eine Deutung der dabei erhaltenen Diagramme gegeben. Mit der Dinitrophenol-Meth. von SANGER (C. 1948. I. 1133) konnten in dem „Kern“ nachgewiesen werden: *Glykokoll*, wenig *Valin*, *Histidin* u. wenig *ε-Lysin*. Die Kerne verschied. Insulinpräpp. waren nicht gleich. (Nature [London] 162. 418—19. 11/9. 1948. London, Middlesex Hospital.) 256.4564

B. Poletini, *Über den Alloxan-Diabetes*. Es wird über Unterss. berichtet, die unter der Leitung des Vf. durchgeführt wurden. Sie haben mehr ontogenet. Charakter u. bringen keine neuen Befunde. (Athena [Russ. mens. Biol., Clin. Terap.] 14. 103—04. Sept./Okt. 1948. Padua, Univ., Ist. di Patholog. Generale.) 160.4564

I. Abelin, *Über die diätetische Beeinflussung des Alloxandiabetes*. Da alloxandiabet. Ratten ohne Insulinzufuhr monatelang am Leben bleiben, bilden sie ein günstiges Objekt für das Studium diätet. Einfl. auf die Zuckerkrankheit. Es zeigte sich, daß eine fett- u. eiweißreiche, aber kohlenhydratarme Kost die wichtigsten Merkmale des Diabetes wie Glucosurie, Polyurie, Exsiccose, Polyphagie, Polydipsie ganz wesentlich bessert oder zum Verschwinden bringt. Durch die diätet. Behandlung wird auch die Hyperglykämie günstig beeinflusst; sie bleibt aber als einziges Symptom erhalten u. bewegt sich 10—12 Std. nach der letzten Nahrungsaufnahme zwischen 250—350 mg%. Trotz der bei der Diätbehandlung 3—4fach erhöhten Blutzuckermenge kann die Zuckerausscheidung gering sein. Es wird die Ansicht vertreten, daß der endogen gebildete Zucker anders verwertet u. ausgeschieden wird als das exogene Kohlenhydrat, das beim Alloxandiabetes als sehr starkes Reizmittel wirkt. Bei einer Anzahl alloxandiabet. Ratten besteht Neigung zur Acetonurie in Abhängigkeit von individuellen Faktoren u. der Jahreszeit (Frühjahr u. Sommer stärker als Herbst u. Winter). Zur Bekämpfung der Acetonurie sind vorteilhaft tägliche kleine Gaben von Lebertran, auch Schweinefett oder Vollkornbrot; Milchpulver oder Casein nicht; Erhöhung des Elektrolytgeh. des Futters beeinflusst die Ketonurie ungünstig. Acetonurie u. Glucosurie sind in weitem Maße von der Gesamtbeschaffenheit der Kost abhängig; die qualitative Zus. der aufgenommenen Eiweißstoffe, Fette, Kohlenhydrate ist ebenso maßgebend wie ihr gegenseitiges Mengenverhältnis. Die weitverbreitete Ansicht, daß Acetonurien nur bei Glykogenmangel oder -freiheit der Leber entstehen, findet beim Alloxandiabetes der Ratten keine Bestätigung. Unter den Organbefunden an diätet. nicht vorbehandelten alloxandiabet. Ratten sind Verarmung der Nebenniere an Cholesterin sowie Abnahme des Herz- u. Muskelkreatins bes. hervorzuheben. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 7. 79—111. März 1949. Bern, Univ., Med.-Chem. Inst.) 457.4564

**J. S. D. Bacon und D. J. Bell,** *Über das Vorkommen von Fructose und Glucose im Blute von Schaffoeten.* Im Blute von Schaffoeten war eine Substanz mit positiver SELWANOFF-Rk. gefunden worden. Vff. identifizierten sie als freie *d-Fructose* (Bldg. des Methylphenylosazons unter Bedingungen, bei denen Glucose nicht reagiert [NEUBERG, Ber. dtsh. chem. Ges. 35. [1902]. 959. 2626] u. der 2.3.4.5-Diacetonfructose). Neben der Fructose wurde auch Glucose mit Hilfe der Glucoseoxydase quantitativ bestimmt. Andere Zucker konnten nicht gefunden werden. (Biochemic. J. 42. 397—405. 1948. Cambridge, Univ., Biochemic. Labor.) 366.4572

**Peter Schieler,** *Über den Gehalt des Blutes an normalem und durch Reizwirkung gebildetem Alloxan.* Vff. konnte zeigen, daß die Verabreichung großer Mengen Glucose per os (1 g/kg Körpergewicht bei Ratten nach einer Fastenzeit von 48 Stdn.) eine deutliche Erhöhung von 0,02 mg/% des Normalwertes auf 1,02 mg/% des Blutalloxans (I) zur Folge hatte; Brenztrauben-, Bernstein- u. Fumarsäure zeigen gleiche Wrkkg., Äpfelsäure dagegen hat keinen Effekt. Eine intraperitoneale Injektion kleiner Mengen von I erzeugt Hyperglykämie. Aus den Verss. wird angenommen, daß Kohlenhydrate eine n. Funktion im Stoffwechsel von I haben. I kann weder aus Mesoxal- noch aus Tartronsäure gebildet werden, selbst wenn diese in tox. Mengen vorhanden sind. Die Best. von I wurde nach der von ARCHIBALD (J. biol. Chemistry 158. [1945.] 347) entwickelten Meth. bestimmt. (Biochim. biophysica Acta [Amsterdam] 2. 260—62. Aug. 1948. Kopenhagen, Polytechn. Inst., Dep. of Biol.) 160.4572

**Luc Kaufmann und R. Sulzer,** *Die Beziehungen zwischen der Aggregation der Erythrocyten und ihrer Sedimentationsgeschwindigkeit im menschlichen Blut.* Das Ausmaß der Aggregation der roten Blutkörperchen bei 3° u. 40° wurde an zahlreichen Blutproben mit der Senkungsgeschwindigkeit in Beziehung gebracht. Je stärker die Aggregation bei 40°, um so schneller erfolgt die Sedimentation. Die Dichte der Aggregate scheint einen größeren Einfl. auf die Sedimentation zu haben als ihre Dimensionen. Die Aggregation bei 40° stellt eine thermo-indifferente Agglutination (Pseudoagglutination) dar. Die Zusammenhänge bei niederen Temp. sind ähnlich, aber weniger definiert. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 7. 291—303. Juni 1949. Genf, Univ., Physiol. Inst.) 457.4572

**Rudolf Jürgens und Alfred Studer,** *Weitere gerinnungsphysiologische Untersuchungen in vivo: intravenöse Thrombokinasinfusion.* (Vgl. Helv. physiol. pharmacol. Acta 5. [1947.] C 42) Zur Klärung der Frage, ob die experimentelle Fibrinogenopenie auch gelingt, wenn der Organismus selbst *Thrombin* bilden muß, wurde in die Vena jugularis des Kaninchens eine Suspension wasserlösl., hochakt. *Thrombokinas* infundiert (1 cm<sup>3</sup>/Min.) Nach 2 Stdn. Infusionsdauer war das Blut ungerinnbar u. kein *Fibrinogen* mehr nachweisbar. Der *Prothrombin*-Geh. hatte nur wenig abgenommen u. war auch nach 5 Stdn. Infusionsdauer nicht völlig erschöpft. Nach Thrombokinasinfusion ist Fibrinogen nach 5 Stdn. noch nicht nachweisbar, aber schon nach 1 Stde., wenn Thrombokinas zusammen mit Thrombin infundiert wird. Es gelingt also, am Kaninchen durch Thrombokinasinfusion Ungerinnbarkeit des Blutes infolge Fibrinogenopenie zu erzielen. Am Dicumarintier wurde durch kombinierte Thrombokinas-Thrombininfusion außerdem eine Aprotrombinämie erreicht. Die Eliminierung von Fibrinogen u. Prothrombin ist demnach in vivo ohne Blutungen möglich u. mit dem Leben vereinbar. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 6. C 24—25. März 1948. F. Hoffmann-La Roche & Co. AG.) 457.4572

**E. Grandjean,** *Eine neue Methode zur Erzeugung von akuten Magengeschwüren bei der Ratte.* Ernährt man Ratten ausschließlich mit einer 40%ig. *Glucose*-Lsg., so zeigen 90% der Tiere zwischen dem 6. u. 10. Tag akute Magengeschwüre, wobei im Mittel 10 Geschwüre auf einen Magen fallen. Bei n. Ernährung nach der Glucosediat heilen die Geschwüre nach spätestens 5 Tagen wieder aus. Die Geschwüre sitzen immer in der mit geschichtetem Pflasterepithel überzogenen Cardiaportion, während die Verdauungsschleimhaut der Pylorusportion meist nur hämorrhagische Erosionen aufweist. Es kommt nie zur Perforation der Magenwand, die Geschwüre bleiben immer an der Muscularis externa stehen. 40%ig. *Saccharose*-Lsg. hat denselben ulcerativen Effekt. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 6. C 7. März 1948. Lausanne, Univ., Physiol. Inst.) 457.4586

**Cl. Petitpierre und B. Volet,** *Verbesserung des Nährwertes von Weizen durch Zusatz verschiedener Aminosäuren.* Dem Weizenmehl fehlen die unentbehrlichen Aminosäuren *Lysin*, *Methionin*, *Threonin*, *Histidin*, *Valin* u. *Tryptophan*. Optimales Wachstum von Ratten wurde bei Fütterung von Weizenmehl unter Zusatz von 5% *Casein*, 0,3% *Lysin* u. 0,2% *Methionin* erzielt. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 7. C 16—17. Juni 1949. Lausanne, Univ., Physiol. Inst.) 457.4586

**W. Charles Evans und E. T. Rees Evans,** *Beziehung eines Faktors aus Kleesaft, der Paralyse der glatten Muskulatur bewirkt, zum Auftreten von Blähungen bei Wiederkäuern.*

Extrakte aus Kleeblättern enthielten einen Faktor, der auf Eingeweide von Kaninchen ähnlich wirkte wie verschied. bekannte Gifte des *Cytochrom*-Syst., z. B. HCN. Chem. ließ sich HCN in genügender Konz. in den Klee-Extrakten nachweisen. Vff. nehmen an, daß HCN einer der Faktoren ist, die das Auftreten gefährlicher Blähungen bei Wiederkäuern bewirken; dafür sprachen auch Fütterungsverss. mit weißem Klee u. Kälbern als Versuchstieren. (Nature [London] 163. 373—75. 5/3. 1949. Aberystwyth, Univ. Coll. of Wales, Dep. of Animal Health.) 273.4586

Serge Bonfils und Christiane Marnay, *Ergebnisse von Blutproben nach hervorgerufener Hypervitaminämie A am Normalen und Kranken*. Es wurden 18 Versuchspersonen untersucht (männliche u. weibliche); davon 2 n., ferner solche mit Hypertonie, Tabes, Rectocolitis, Myxödem, Basedow, Nephrose, Schwangerschaft. Nach einer Nüchternblutprobe erhielten sie in einem leichten Frühstück 200000 I. E. Vitamin A. Das Maximum der Hypervitaminämie zeigt sich nach 6 Stunden. Bei einigen Versuchspersonen wurden auch nach 3 u. 24 Stdn. Proben genommen. Während der ersten 6 Stdn. wurde auch der Urin gesammelt. Die tabellar. angeordneten Ergebnisse sind in 3 Gruppen eingeteilt: I. Mittlere Spitzen (500—1000 I. E.) II. Hohe Spitzen (über 1000 I. E.), III. Niedrige Spitzen (unter 500 I. E.). Der Urin war nur bei einer Versuchsperson (Nephrose) positiv. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 142. 20—31. Januar 1948.) 406.4587

J. C. Somogyi, *Inaktivierung von Aneurin durch Karpfendarmextrakt*. Die Inaktivierung von Aneurin (I) durch Karpfendarmextrakt geht mit sehr großer Geschwindigkeit vor sich; selbst wenn die Temp. von 37° auf -5° gesenkt wird, sind innerhalb 1 Min. 90% des I im Versuchsgemisch inaktiviert. Die Wrkg. ist bei Extrakt aus Forelleneingeweide (46% I inaktiviert in 10 Sek.) geringer als bei Karpfendarm (88% inaktiviert in 10 Sek.); Extrakte aus Kaninchen- u. Hühnerdarm inaktivierten I in viel geringerem Maße (11% bzw. 14%). (Helv. physiol. pharmacol. Acta 7. C 24—26. Juni 1949. Bern, Hallerianum.) 457.4587

W. H. Schöpfer und M. L. Boss, *Über die Beziehungen Tryptophan-Nicotinsäure. Eine Nicotinsäure-Avitaminose bei einem Mikroorganismus, hervorgerufen durch Vitamin K<sub>2</sub>-Vitamin K<sub>3</sub> (2-Methyl-1,4-naphthochinon) übt eine antibiot. Wrkg. gegenüber *Phycomyces Blakesleeanus* aus, die aufgehoben wird durch Anthranilsäure, Indol, Tryptophan, Kynurenin u. am stärksten durch Nicotinsäure, die mit 1 γ schon die Wrkg. von 100 γ Vitamin K<sub>3</sub> aufhebt. Vitamin K<sub>3</sub> greift nicht in den Wirkungsmechanismus der Nicotinsäure ein, sondern hemmt ihre Biosynth. in einem frühen Stadium, da bereits Anthranilsäure die Avitaminose rückgängig macht. Die eigentliche Ursache der Avitaminose liegt also in einer Störung der Anthranilsäure-Biosynthese. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 7. C 20—22. Juni 1949. Bern, Univ., Botan. Inst.) 457.4587*

W. L. Kretowitsh, *Das Problem der ernährungsmäßigen Vollwertigkeit des Brotes*. Ausg. der Akad. der Wiss. der UdSSR. 1948. (164 S.) Rbl. 9,— [in russ. Sprache].

Hermann Schall sen., *Nahrungsmitteltabelle zur Aufstellung und Berechnung von Diätverordnungen für Krankenhaus, Sanatorium und Praxis*. 15., verb. Aufl. In Verb. mit Hermann Schall jr. Berlin: Arbeitsgemeinschaft med. Verlage; Leipzig: J. A. Barth. 1949. (X + 131 S.) gr. 8° DM 5.40.

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

Hans T. A. Haas, *Reizstoffe und ihre Wirkungsweise*. Bei der Wrkg. aller Reizstoffe, gleichgültig welchen Wirkungsscharacters, dürfte es sich letzten Endes immer darum handeln, daß sie eine Erregung einer sensiblen Nervenendigung hervorrufen u. gleichzeitig mehr oder minder ausgeprägt störend oder schädigend in die Zellfunktion der Stromazelle eingreifen. Zwischen den einzelnen Reizstoffen bestehen in der Hauptsache Unterschiede quantitativer Art im Kampfe um das gestörte Zellgleichgewicht. Diese quantitativen Abweichungen sind in erster Linie für den wechselnden Verlauf des äußeren u. inneren Wirkungsbildes maßgeblich. Dies zeigte sich z. B. im Verh. des *Hauthistamins* sehr deutlich, wo die Stärke der Schädigung darüber entscheidet, ob *Histamin* für längere oder kürzere Zeit freigesetzt wird bzw. überhaupt in Aktion tritt. — Am Histamingeh. des Hautextraktes lassen sich 2 Gruppen von Substanzen abgrenzen, da nur ein Teil dieser Reizstoffgruppe eine Zunahme von Histamin bewirkt, während ein anderer trotz des Auftretens etwa gleich starker Hautveränderungen den Histaminbestand der Haut völlig unbeeinflusst läßt. Die 3. Gruppe unterscheidet sich durch die zeitlichen Verhältnisse beim Anstieg des Hauthistamins. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmacol. 205, 170—88. 1948. Bonn, Univ., Pharmakol. Inst.) 325.4608

Edward Rentz, *Zum Wirkungsmechanismus einiger bei Leber- und Gallenleiden angewandter pflanzlicher Mittel (Berberis, Chelidonium, Chelone)*. Die *Berberis*:e (Sauerdorn, *Berberis vulgaris*) wird bei Leberentzündungen, katarrhal. Gelbsucht u. Gallensteinleiden

verordnet, bes. in der Homöopathie u. Volksmedizin. Auch Schöllkraut (*Chelidonium*) wird seit jeher angewandt. Berberis u. in bedeutend schwächerem Maße auch *Chelidonium* bewirken am Meerschweinchen eine gewisse Zunahme der Gallenmenge. *Chelone glabra* erwies sich in dieser Hinsicht als prakt. unwirksam. Die Tatsache, daß *Berberis* u. in hohen Dosen auch *Chelidonium* am Meerschweinchen *cholagog*, an der Ratte hingegen nicht wirken, läßt wohl den Schluß zu, daß es sich bei beiden Drogen weniger um eine *choloret.* (echte Mehrsekretion) als vielmehr um eine *cholekinet.* Wrkg. (Beeinflussung der Gallenblase u. Gallenwege) handelt, da die Ratte keine Gallenblase u. in ihren Gallenwegen keine glatte Muskulatur besitzt. — Die drei Drogen lassen sich hinsichtlich der Beeinflussung der glatten Muskulatur des isolierten Dünndarms als auch in ihrem Verb. zum *Acetylcholin* dem Wirkungsgrade nach ganz ähnlich einstufen wie hinsichtlich ihres galletreibenden Vermögens. Das wirksame Agens im Berberin ist offensichtlich auch im *Chelidonium* enthalten (Tonussteigerung u. Verbesserung der Kontraktionen des Dünndarms bei fast gleichzeitiger Abschwächung der Acetylcholinwirkung). *Berberinhydrochlorid* wirkt wie *Berberis* u. *Chelidonium*. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmacol. 205. 332—39. 1948. Leipzig, Fa. Dr. Willmar Schwabe.) 325.4610

**Ja. Ss. Pekker, Die Behandlung der Glossalgie mit Citral.** Glossalgie findet man hauptsächlich bei Frauen im Alter von etwa 40 Jahren. Die Ätiologie u. die Pathogenese dieser Krankheit sind nicht geklärt. Die Erkrankung wird von funktionellen Störungen, häufig auch von Psychonurosen begleitet. Sehr häufig entwickelt sich eine Cancero-phobie. Neben der Psychotherapie, allg. Stärkung des Körpers u. der lokalen Behandlung verwendet V. *Citral*, ein Abbauprod. des Vitamins A<sub>2</sub>. Es wurde in Form von Zungenbädern verwendet (20 Tropfen 1%ig. alkoh. Citrallsg. auf 1/2 Glas warmen gekochten W. 15 bis 20 Min. lang alle 3 bis 4 Stunden). Es ergab sich eine merkliche analget. Wirkung. (Stomatologia [Stomatologie] 1948. Nr. 4. 26—27. Nov./Dez. Moskau, Stomatolog. Inst., Lehrst. für therapeut. Stomatol.) 424.4614

**Hans-Joachim Rauch und Bernhard Elsken, Epilepsiebehandlung mit Citrullamon.** *Citrullamon* soll pharmakolog. u. chem. mit dem 1936 in die Epilepsiebehandlung eingeführten *Diphenyl-Hydantoin-Na* (ausländ.: *Dilantin*, deutsch: *Zentropil*) übereinstimmen. 46 der 62 Patienten konnten katamnest. erfaßt werden. In 54% blieben die großen epilept. Anfälle aus u. in 43% traten sie seltener auf. Schwindelanfälle scheinen ebenfalls gut anzusprechen. Bessende Wrkg. hat es nicht. Kinder vertragen es gut. Gegenüber dem *Luminal* fehlt die hypnot. Wrkg. bei gleichem therapeut. Effekt. Ein Vorzug ist die geringere Toxizität gegenüber dem *Diphenyl-Hydantoin-Na*. (Ärztl. Wschr. 3. 631—34. 30./10. 1948. Heidelberg, Univ., Psychiatr. u. Neurolog. Klinik.) 325.4615

**Günther Weitzel, Stoffwechselbelastung mit Atophanyl.** Feinere Anzeichen einer etwa beginnenden *Atophan*-(*2-Phenylchinolincarbonsäure*)schädigung sind bisher nicht bekannt, da die *Urobilinogen*-Rk. u. die anderen üblichen klin. Proben meist versagen. Unter diesem Gesichtspunkt wurde die Ausscheidung der *Citronen-, Bernstein- u. Hippur-* bzw. *Benzoessäure* bei *Atophanyl*-belastung an 2 Versuchspersonen bestimmt, bei der ersten (I) 21 Injektionen zu 10 cm<sup>3</sup> (je 0,5 g *Atophan*) in 27 Tagen bei quantitativer Harnsammlung während der Versuchszeit von 27 Tagen. Die andere (II) erhielt in einem halben Jahre 85 Injektionen, der Harn wurde während der letzten 20 Tage gesammelt. Im Blutbild keine Besonderheiten. Die *Urobilinogen*-probe war in der Kälte stets negativ. Die positive *Diazo*-Rk. wird auf ausgeschiedene *Phenylchinolincarbonsäure* bzw. deren Abbauprod. zurückgeführt. Ausgeschieden wurden bei I (II) *Citronensäure* 340 mg/tgl. (449), *Bernsteinsäure* 17,3 mg/tgl. (20,0), *Benzoessäure* 491 mg/tgl. (125,6) u. *Hippursäure* (aus *Benzoessäure* berechnet) 720 mg/tgl. (184,2). Während die *Citronensäure*-ausscheidung im n. Bereich liegt, ist die *Bernsteinsäure*-ausscheidung bei beiden Personen deutlich erhöht, die nicht erklärt werden kann. Die *Benzoessäure* liegt bei I in der Norm, bei II etwa an der unteren Grenze. *Atophan* kann demnach nicht ein so gefährliches Gift sein, wie heute angenommen wird. Die angebliche Giftwrkg. auf das Leberparenchym ist bisher unbewiesen. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmacol. 205. 393—98. 1948. Leipzig, Univ., Physiol.-Chem. Inst.) 325.4617

**O. Schaumann und Lisbeth Schmidt, Über die Beeinflussung der Wirkung von *Oxytocin* und *Vasopressin* auf die Salzdiurese durch *Saltyrgan*.** In Diurese-Verss. an weißen Ratten wird gezeigt: *Oxytocin* (I) vermehrt in noch stärkerem Maß als die *Cl*-Ausscheidung die *Na*-Abgabe im Harn. *Vasopressin* (II) hat keinen fördernden Einfl. auf die Salzdiurese. Es hebt die *Na*-ausschwemmende Wrkg. des I auf. *Saltyrgan* (III) allein hat bei *NaCl*-arm ernährten Ratten keinen Einfl. auf Wasser- u. Salzdiurese. III verstärkt außerordentlich die I-Wrkg. auf die *Cl*- u. vor allem die *Na*-Ausscheidung. III hebt die Einschränkung der *Na*-Ausscheidung nach II auf. Die wassereinsparende Wrkg. des II

wird an salzarm ernährten Ratten durch III nicht beeinflusst. Präphyson verhält sich in Kombination mit III genau so wie der seinem Geh. an *Hinterlappenwirkstoffen* entsprechende Hinterlappenextrakt. Die Verss. stützen daher nicht die Annahme eines kurzfristig die Diurese fördernden Wirkstoffes im *Vorderlappen*. Der über eine einfache Addition hinausgehende potenzierende Einfl. des III auf die I-Wrkg. bei der Salzdiurese läßt auf verschied. Angriffspunkte schließen. Als Arbeitshypothese wird die Vermutung geäußert, daß durch III primär die Cl-Ausscheidung, durch I primär die Na-Ausscheidung gefördert wird. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 205. 367--75. 1948. Höchster Farbwerke, Pharmakol. Labor., u. Innsbruck, Univ., Pharmakognost. Inst.) 325.4617

**Rud. Hellmann**, *Über intrauterine Sulfonamidbehandlung von Aborten*. Die Verhütung u. Behandlung der Infektionen beim Abort läßt sich durch intrauterine Anwendung von *Marbadal-Styli* wesentlich verbessern. Der Entstehung von *Adnexitiden* kann dadurch weitgehend vorgebeugt werden. Bei manifester Infektion muß die lokale mit der üblichen allg. *Sulfonamid*-Behandlung kombiniert werden, um die Keime möglichst schlagkräftig von allen Seiten anzugreifen. Die Sulfonamid-Styli werden möglichst schon vor u. bes. nach erfolgter Ausräumung in die Uterushöhle eingelegt. Auch bei konservativ zu behandelnden komplizierten Aborten wird der infizierte Uterusinhalt der örtlichen Sulfonamid-Einwrkg. ausgesetzt. Die Behandlung ist einfach u. kann von jedem prakt. Arzt durchgeführt werden. (Ärztl. Wschr. 3. 615—20. 30/10. 1948. Hamburg 24, Papenhuder Str. 34.) 325.4619

**M. O. Golubow**, *Prophylaktische Anwendung von Penicillin bei Operationen in der Bauchhöhle*. VI. führte nach der Operation 100 000 bis 400 000 O. E. *Penicillin* in die Bauchhöhle ein. Im Falle einer Peritonitis erhielt der Kranke 25 000 O. E. intramuskulär alle 3 Stdn. 5—7 Tage lang. Es wurden so 60 Kranke behandelt. Von 24 Kranken mit perforiertem Magen- oder Zwölffingerdarmgeschwür bzw. Magenkrebs heilten 23 ohne sonderliche Zwischenfälle. Der eine verstarb an einer diffusen Peritonitis. Von 23 Appendektomien (bei 14 davon perforierter Fortsatz u. Peritonitis) heilten alle 23, 22 davon ohne jegliche Komplikationen. Von 7 Kranken mit Resektionen des Darmes heilten alle. Desgleichen 6 weitere Kranke mit verschied. Verletzungen im Bereiche des Darmes u. des Magens. Die meisten Peritoniden werden durch eine Mischinfektion hervorgerufen. Die reinen Coliperitonitiden sind selten. *Penicillin* müßte daher in jedem Fall einer Peritonitis injiziert werden. (Хирургия [Chirurgie] 1948. Nr. 12. 39—41. Dez. Minsk, Staatl. Med. Inst., Lehrstuhl für allg. Chirurgie.) 424.4619

**Fedorowzew und Fiweisski**, *Die Behandlung von epizootischer Lymphangiitis mit Penicillin*. *Penicillin* ist ein überaus wirksames Mittel zur Heilung von epizoot. Lymphangiitis. Wegen der Einfachheit der Anwendung u. hohen Effektivität im Vgl. zu anderen Präpp. empfehlen Vff. eine ausgedehnte Verwendung in der tierärztlichen Praxis. Die Frage der Dosierung ist noch nicht ganz geklärt. (Ветеринария [Tierheilkunde] 25. Nr. 11. 42. Nov. 1948.) 336.4619

**A. I. Feldmann**, *Penicillintherapie bei akuten und chronischen Laryngitiden*. VI. erzielte bei 15 Kranken mit chron. u. bei 6 mit langwieriger akuter Laryngitis gute Erfolge mit *Penicillin*. Dieses wurde 6mal am Tage (je 30—50 Einheiten) 5—6 Tage lang injiziert. (Вестник Ото-Рино-Ларингологии [Nachr. Oto-Rhino-Laryngologie] 10. Nr. 5. 62—64. Sept./Okt. 1948.) 424.4619

**K. L. Chilow**, *Bronchoskopie und Penicillin bei der Behandlung von Lungenabscessen*. VI. behandelte die Lungenabscesse durch lokale Anwendung des mittels Bronchoskopie eingeführten *Penicillins* (I). In die vorher anaesthesierten Bronchien wurden 250—500 000 O. E. I eingeführt. Die Behandlung wurde dreimal wöchentlich wiederholt. In manchen Fällen genügte die Einführung einer Duodenalsonde mittels der gewöhnlichen Laryngoskopie. Insgesamt wurden 12 erwachsene Kranke, nur alte Fälle, 9 Monate bis 5 Jahre, behandelt, die jeder anderen Therapie trotzten. Bei 6 Kranken konnte vollständige Arbeitsfähigkeit erreicht werden. Die Abscesshöhle war bei ihnen 10 Monate nach der Behandlung weder perkutor. noch röntgenolog. festzustellen. Bei der Sektion eines der Genesenen (Selbstmord) fand man eine völlig vernarbte Abscesshöhle. Bei einigen Kranken blieben Bronchiektasien zurück. Bei 4 weiteren Kranken traten neue Abscesse auf. Die I-Behandlung der Lungenabscesse verlangt viel Ausdauer, in einigen Fällen hat die Behandlung bis zu 6 Monaten gedauert. Bei parenteraler Einführung des I erreicht dieses die Abscesshöhle nicht. (Вестник Ото-Рино-Ларингологии [Nachr. Oto-Rhino-Laryngologie] 10. Nr. 5. 31—36. Sept./Okt. 1948. Leningrad, II. Med. Inst., Hals-Nasen-Ohrenklinik.) 424.4619

**George E. Boxer, Viola C. Jelinek, Ralph Tompsett, Rebeckah DuBois und Ann O. Edison**, *Streptomycin im Blut. Chemische Bestimmungen nach einzelnen und wieder-*

hollen Injektionen. Best. von *Streptomycin* (I) im Blut von Menschen (ein kryst. *Streptomycintrihydrochlorid-Calciumchlorid-Doppelsalz* (II) u. Hunden (II u. *I-Trihydrochlorid*) nach intramuskulären Injektionen (Vgl. C. 1947, 1772). Die I-Konz. im Blut war der Dosis pro kg Körpergewicht proportional im Bereich von Dosen zwischen 4000 u. 20000  $\gamma$ /kg. I verschwindet aus dem Serum mit einer der I-Konz. proportionalen Geschwindigkeit. Die Geschwindigkeitskonstanten bei Menschen u. Hunden waren verschieden. Es wird eine Meth. zur Berechnung der I-Konz. im Blut nach wiederholten Injektionen unter Berücksichtigung des jeweils zwischen den Injektionen vor sich gehenden I-Abbaues beschrieben. (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 92, 226—35. März 1948. Rahway, N. J., Merck-Res., u. New York, Cornell Univ., Dep. of Med. u. N. Y.-Hospital.) 401.4619

D. Ss. Futer und Je. W. Prochorowitsch, *Weitere klinische Beobachtungen über tuberkulöse Meningitis der Kinder bei Behandlung mit Streptomycin*. Auch bei Erkrankungen der Hirnhäute dringen *Penicillin* u. *Streptomycin* (I) in das Nervensyst. nur in ungenügenden Mengen ein. Die beste Verteilung u. die beste Wrkg. erreicht man bei ihrer suboccipitalen Verabreichung. Auch die tox. Wrkg. ist dann am geringsten. Vff. verfügen über eine Erfahrung von 7000 suboccipitalen Punktionen. Komplikationen wurden nur bei einzelnen Fällen beobachtet. Dosierungen von 25000 bis 50000 E. erwiesen sich als ausreichend. Die Verweildauer des I im Körper ist bei parenteraler Einführung eine kürzere als bei suboccipitaler. Vff. berichten über Erfolge an 164 Kranken (Alter 3 Monate bis 18 Jahre). Günstige Ergebnisse zeigten sich bei etwa 70% der Kranken. Alle im bewußtlosen Zustande eingelieferten Patienten starben, ebenfalls alle Kinder im Alter unter 2 Jahren. Die Autopsie von 100 an tuberkulöser Meningitis Verstorbenen zeigte, daß die Erkrankung eine Folge von ganz verschied. Affektionen der inneren Organe sein kann. Bei den überlebenden Kranken sah man bei einer Beobachtungsdauer von  $\frac{1}{2}$  bis  $1\frac{1}{2}$  Jahren langdauernde Remissionen mit einem allmählichen Ausgang in Genesung mit u. ohne Komplikationen. Nur bei 2 Kranken war der weitere Verlauf trotz der Behandlung ungünstig. (Проблемы Туберкулеза [Probleme Tuberkul.] 1948. Nr. 5, 17 bis 21. Sept./Okt. Zentrales Pädiatr. Inst. der RSFSR u. Kinderklinik.) 424.4619

N. O. Wassilewitsch, *Die Behandlung der tuberkulösen Meningitis bei Kindern mit Streptomycin*. Krankenmaterial 30 Kinder (Alter 9 Monate bis 11 Jahre). Die meisten Kranken zeigten außerdem eine akt. Lungentuberkulose. Vf. behandelte daher die Kranken gleichzeitig suboccipital bzw. intralumbal u. intramuskulär. 11 Kranke starben, die meisten davon kamen bereits in hoffnungslosem Zustande, 5 davon waren unter 3 Jahre alt. Die besten Erfolge zeigten die Fälle, wo die Behandlung bis zum 10. Krankheitstag eingeleitet wurde. Alle Kranken, die nach dem 20. Krankheitstag eingewiesen wurden, starben. Eine frühzeitige Diagnose ist daher eine Vorbedingung der erfolgreichen Behandlung. Die Injektionen erfolgten im Laufe der ersten 5 bis 10 Tage täglich, später alle 2 bis 3 Tage. Es wurden 20 bis 30 Suboccipitalinjektionen, jeweils 0,025—0,1 g *Streptomycin*, verabreicht. Die intramuskulären Injektionen wurden in der Regel gleichzeitig (3 bis 5 Monate lang) durchgeführt. Die tägliche Dosis schwankte von 0,25 bis 0,5 g. Die klin. Genesung der Meningitis trat in 2 bis 3 Monaten ein. Eine Rückkehr des Liquors zur Norm wurde jedoch auch nach 10—15 Monaten Beobachtung nur bei 6 Kranken festgestellt. Die KOCHschen Stäbchen verschwanden bereits nach 3 bis 6 Injektionen. Der Lungenprozeß verschlimmerte sich in keinem einzigen Fall. Bei miliaren Prozessen wurde eine entschiedene Besserung beobachtet. Intralumbale Injektion war mit suboccipitaler gleichwertig. Nur die Besserung im Befinden des Kranken trat bei intralumbaler Verwendung einige Tage später ein. Dafür sind die Nebenerscheinungen bei dieser Art der Verabreichung schwächer. Desgleichen waren die Restzustände bei intralumbaler Injektion seltener. (Проблемы Туберкулеза [Probleme Tuberkul.] 1948. Nr. 5, 22—30. Sept./Okt. Tuberkulose-Inst. der Akad. der Med. Wiss., Kinderklinik.) 424.4619

A. I. Meshowa, *Die Anwendung von Gramacidin bei Behandlung der ulcerösen Stomatitiden*. *Gramacidin* (I) ist ein farbloses kryst. Polypeptid. Es ist gut lösl. in A., Essigsäure und mäßig lösl. in wasserfreiem Aceton. Es ist wirksam gegen grampositive Kokken u. Anaerobier. In stärkeren Konz. wirkt es haemolyt., es darf daher nicht intravenös verabreicht werden. Vf. behandelte 12 Stomatitiskranke mit lokaler Anwendung (Tamponade) von 4%ig. alkoh. Lsg. des I (50 bis 100fach mit gekochtem W. verdünnt). Diese Behandlung ergab wenig befriedigende Resultate. Vf. ging daher zu einer nur 25fach verd. I-Lsg. über. Auch ließ Vf. die Kranken die Lsg. 5 bis 10 Min. im Munde halten; auf die Tamponade wurde verzichtet. Mit dieser Meth. wurden bei 32 von 42 Behandelten mit schwerer ulceröser Stomatitis gute Erfolge erzielt. Die Epithelisierung begann am 3. bis 4., die Heilung trat am 6.—9. Tage ein. Eine Reizwrkg. auf die Mundschleimhaut wurde nicht beobachtet. Die I-Lsg. zeigte anästhesierende Eigenschaften. (Стоматология [Stomatologie] 1948. Nr. 4, 20—22. Nov./Dez. Charkow, Stomatol. Inst., Lehrst. für therap. Stomatol.) 424.4619

T. Gordonoff, *Über die Beeinflussung der Salzsäuresekretion nach Histamin durch die sogenannten Antihistamine*. Verss. an Menschen ergeben deutlich, daß die Hyperchlorhydrie nach Histamin durch Neo-Antergan nicht beeinflußt wird. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 6, C 17—19. März 1948. Bern, Univ., Pharmakol. Inst.) 457.4623

Sten Wiedling, *Einfaches Verfahren zum direkten Vergleich der Atmungs- und Kreislaufdepression durch Barbiturate*. Meth.: Intravenöse Infusion der Lsgg. von Na-Salzen der 5-Äthyl-5-isoamylbarbitursäure (Amytal) (I), N-Methyl-5-methyl-5-cyclohexenylmethylbarbitursäure (Evipal = Evipan) (II), N-Methyl-5-isopropyl-5-β-bromallylbarbitursäure (Narkotal) (III), 5-Äthyl-5-(1-methylbutyl)-thiobarbitursäure (Pentothal) (IV) an Urethan-anästhesierten Meerschweinchen; nach Atmungsstillstand künstliche Atmung bei geöffnetem Thorax, Weiterinfusion bis zum Herzstillstand. Die Konz. wird so gewählt, daß die dosis minima letalis jeweils ca. 1 ml/100 g Körpergewicht entspricht; die Infusionsgeschwindigkeit beträgt ca. 0,5 ml/Minute. Die für Atmungs- bzw. Herzstillstand erforderlichen Dosen verhalten sich bei I wie 1:4, bei II, III u. IV wie 1:15. Die Erfolgsaussichten für künstliche Atmung sind also bei Anwendung der Verbb. höherer Toxizität günstiger als bei dem weniger tox. I. (Nature [London] 162. 1003. 25/12. 1948. Södertälje, Schweden.) 516.4623

W. P. Memorski, *Zur Frage nach den Resultaten der Behandlung akut ansteckender Syphilisformen mit Arsenoxyden und Novarsenol*. Die Sichtung von venerolog. Material ergab für 1½ Jahre insgesamt 42 Kranke mit klin. Rezidiven, vorwiegend Syphiliden u. Meningitiden. Von ihnen waren 24 mit Arsenoxyden u. 18 mit Novarsenol behandelt worden. Die Rezidive traten am häufigsten bei der Behandlung der prim. Syphilis nach der ersten Kur oder sogar während derselben auf. Die relativ große Zahl syphilit. Meningitiden wird der Kombination von Arsenoxyden mit lösl. Hg-Präpp. zur Last gelegt. Von anderen Ursachen für die Rezidive werden ungenaue Behandlung (zu lange Intervalle zwischen den Kuren infolge interkurrenter Erkrankungen usw.) sowie ungenügende Dosen genannt. (Вестник Венерологии и Дерматологии [Nachr. Venerol. Dermatol.] 1948. Nr. 1. 25—27. Jan./Febr. Moskauer Kreis-Venerol. wiss. Forschungsinst. Klinik für Haut- u. Geschlechtskrankheiten.) 453.4624

A. A. Akowbjan und A. A. Filatowa, *Mapharsen in der Therapie der Syphilis*. Es wurden 15378 Infusionen durchgeführt, im Durchschnitt 9 Infusionen pro Kur, wobei Männer insgesamt 0,6 g. Frauen 0,4 g. erhielten. Mapharsen (I) wurde zum Teil für sich allein, zum Teil in Kombination mit Biochinol verabreicht. Die Spirochaeten verschwanden aus den Syphiliden innerhalb der ersten 48 Std., im Durchschnitt in 1,8 Tagen. Erosive u. ulceröse Schanker waren relativ rasch epithelisiert. In 42,9% wurde die stark positive Wassermann-Rk. negativ, in 17,9% wurde sie schwach positiv u. blieb in 27,2% unbeeinflußt. 7 Patienten waren gegenüber dem I resistent. I hat keine kumulative Eigg., da es rasch eliminiert wird. Die Verträglichkeit ist bei Frauen u. Männern gleich. In 10% der Fälle kam es während der ersten Heilungskuren zu Nebenerscheinungen, vor allem von seiten des Magendarmtraktes, zu Kopfschmerzen, Temperaturerhöhungen u. allg. Abgeschlagenheit. In 2 Fällen kam es zu nitritoiden Krisen. Keine Encephalopathien. Ist die Verträglichkeit für I schlecht, so wird vielfach Novarsenol gut vertragen u. umgekehrt. (Вестник Венерологии и Дерматологии [Nachr. Venerol. Dermatol.] 1948. Nr. 1. 29—33. Jan./Febr. Taschkent, Städt. Gesundheitsamt, Klin.-venerol. Krankenhaus.) 453.4624

Kurt Beckmann, *Arzneitherapie Innerer Krankheiten*. Klin. Pharmakologie. Ein Lehrb. f. Studierende u. Ärzte. Stuttgart: Enke. 1949. (XV + 846 S. m. 46 Abb.) gr. 8° DM 41,50.

Wilhelm Grunke, *Die Anwendung der Sulfonamide in der inneren Medizin und ihren Grenzgebieten*. Stuttgart: Wissenschaftl. Verl. Ges. 1949. (170 S. m. 82 Textabb. u. 25 Tab.) 8° DM 16,50.

Herbert Harnisch, *Die Chemotherapie in der Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde (Sulfonamide, Penicilline)*. 1—3. Tsd. München: Hanser. 1949. (59 S.) gr. 8° = Zahnheilkunde in Einzeldarstellungen. Folge 5. DM 5,—.

## F. Pharmazie. Desinfektion.

Sharp & Dohme, Inc., Philadelphia, übert. von: Arthur C. Cope, Belmont, Mass., V. St. A., *Herstellung von sek. Alkyl-sek.-aminoalkoholestern von arylsubstituierten aliphatischen Säuren*, z. B. Zimtsäure, Diphenyllessigsäure, α-Phenylbuttersäure oder α-Phenylbutyrylhalogenid. Zur Veresterung geeignete Aminoalkohole sind z. B. mit einer sek. Alkylgruppe substituierte Aminoalkohole, wie Aminoäthanol, -propanol oder -butanol. Hierfür geeignete Alkylgruppen sind z. B. Isopropyl, sek.-Butyl, sek.-Pentyl, -Hexyl, -Heptyl, -Octyl, -Nonyl, oder alicycl. Reste, wie Cyclopentyl u. Cyclohexyl, sowie mono- u. poly-substituierte Alkylgruppen, wie 4-Methylpentyl, 2,6-Dimethylheptyl oder Diisobutylmethyl, 3-Äthylcyclopentyl, 4-Methylcyclohexyl u. 4-Äthylcyclohexyl. 0,1 Mol 2-Isopropylaminoäthanol werden in 30 g Chlf. gelöst u. mit trockenem HCl-Gas unter

Kühlen gesättigt. Dazu wird eine Lsg. von 0,1 Mol  $\alpha$ -Phenylbutyrylchlorid in 30 g Chlf. gegeben, u. das Gemisch wird 4 Tage auf dem Wasserbad unter Rückfluß erhitzt, wobei die atmosphär. Feuchtigkeit ausgeschlossen ist. Danach wird das Lösungsm. im Vakuum abdest. u. nach Zusatz von Bzl. zu dem sirupartigen Rückstand kryst. das 2-Isopropylaminoäthyl- $\alpha$ -phenylbutyrylhydrochlorid aus. Umkryst. aus A. u. Ae. F. 123—125°. — Aus 1-(3-Pentylamino)-2-propanol u. Diphenylacetetylchlorid entsteht 1-(3-Pentylamino)-2-propyldiphenylacetathydrochlorid, F. 141—142°. Ebenso entsteht aus Cinnamoylchlorid u. 1-Cyclohexylamino-2-methyl-2-propanol das 1-Cyclohexylamino-2-methyl-2-propylcinnamathydrochlorid, F. 161—163°. — Ebenso wird das 1-Cyclohexylamino-2-methyl-2-propyldiphenylacetathydrochlorid (F. 172—174°), 1-Cyclohexylamino-2-methyl-2-propyl- $\alpha$ -phenylbutyrylhydrochlorid (F. 66,5—68°) u. 1-Cyclohexylamino-2-methyl-2-propylcarbanilathydrochlorid (F. 131,5—132,5°) hergestellt. Die erhaltenen Prodd. besitzen lokalanästhet. u. anti. spasmod. Wirkung. (A. P. 2 456 555 vom 6/10. 1945, ausg. 14/12. 1948.) 808.4807

Sharp & Dohme Inc., Philadelphia, übert. von: Arthur C. Cope, Belmont, Mass., V. St. A., Herstellung von sek. Alkyl-sek.-aminoalkoholestern von *p*-diäthylierten Aminobenzoensäuren. Für die Veresterung kommen z. B. in Betracht mit sek. Alkylgruppen substituierte Aminoäthanoole, -propanole u. -butanoole, in welchen die sek. Alkylgruppe z. B. ist Isopropyl, sek. -Butyl, -Pentyl, -Hexyl, -Heptyl, -Octyl, -Nonyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl, 4-Methylpentyl, 2,6-Dimethylheptyl, Diisobutylmethyl, 3-Äthylcyclopentyl, 4-Methylcyclohexyl, 4-Äthylcyclohexyl. — 3,7 g 2-Cyclohexylaminoäthanol werden in 15 g Chlf. gelöst u. mit trockenem HCl-Gas gesätt., worauf eine Lsg. von 0,026 Mol *p*-Diäthylaminobenzoylechlorid in 15 g Chlf. zugegeben wird u. 4 Tage auf einem Wasserbade bei 50—60° unter Ausschluß von Luftfeuchtigkeit erwärmt wird. Dabei entsteht das 2-Cyclohexylaminoäthyl-*p*-diäthylaminobenzoathydrochlorid. F. 165,5—166,5°. — In gleicher Weise entsteht mit 2-(2-Octylamino)-äthanol das 2-(2-Octylamino)-äthyl-*p*-diäthylaminobenzoathydrochlorid (F. 70—71°). — Weiterhin sind z. B. genannt das 1-(4-(2,6-Dimethylheptyl)-amino)-2-propyl-*p*-dimethylaminobenzoathydrochlorid u. 2-Cyclohexylamino-1-butyl-*p*-diäthylaminobenzoathydrochlorid (F. 171—171,5°). — Die erhaltenen Ester werden als Mittel für die Lokalanästhesie, verbunden mit einer großen Wirksamkeit bei geringer Toxizität verwendet. (A. P. 2 456 556 vom 6/10. 1945, ausg. 14/12. 1948.) 808.4807

Moses Juda Lewenstein, New York, N. Y., V. St. A., Herstellung von Aurothiolykolsäurecanilid. Als Ausgangsprodd. werden AuBr (I) u. Thiolykolsäurecanilid (II) verwendet. Das letztere wird nach BECKURTS (vgl. J. prakt. Chem. [2] 66. 174) dargestellt; I erhält man durch Einleiten von SO<sub>2</sub> in eine Lsg. von 10 g KBrAu<sub>4</sub> in 100 cm<sup>3</sup> 96%ig. A., bis diese farblos geworden ist. Das ausgeschiedene KBr wird abfiltriert u. die Lsg. zu 3 g II in 50 cm<sup>3</sup> A. von 20° gegeben. Der entstehende Nd. von Au—S—CH—CO—NH—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (III) wird wiederholt nacheinander mit Ni, 96%ig. A., 100%ig. A. u. Ligroin vom Kp. 40—60° ausgewaschen, über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> getrocknet u. im Hochvakuum aufbewahrt, da er O<sub>2</sub>-empfindlich ist. III ist sehr wenig lösl. in W. u. Körperfl. u. wird deshalb zu intramuskulären Injektionen gegen Tbc. u. Arthritis verwendet. Die Wrkg. hält 2—3 Monate an, u. Neben-Rkk. treten nicht auf. (A. P. 2 451 841 vom 31/1. 1941, ausg. 19/10. 1948.) 805.4807

N. V. Hartog's Fabrieken, Holland, Herstellung von Carotinenextrakten aus pflanzlichem Material. Der Geh. der Extrakte an Chlorophyllen u. gegebenenfalls Xanthophyllen wird dadurch erheblich herabgesetzt, daß das Material (getrocknete Pflanzen, getrockneter Kuhmist) mit gelöschtem Kalk behandelt u. mit Bzn., CCl<sub>4</sub>, Bzl., Chlf., Dichloräthan oder dgl. ausgezogen wird. — Z. B. wird 1 Liter Benzinextrakt aus 100 g Kuhmist mit 400 g Kalk verrührt u. filtriert. Der Geh. an Carotin ist unverändert 40 mg, der Geh. an Xanthophyll von 80 auf 8 mg gefallen, Chlorophyll nicht vorhanden. (F. P. 930 309 vom 6/7. 1946, ausg. 22/1. 1948.) 832.4809

Wyeth Inc., Philadelphia, Pa., übert. von: Jesse Charney, New York, N. Y., V. St. A., Herstellung von Lösungen des Riboflavins (6,7-Dimethyl-9-d-ribitylisoalloxazin) unter Verwendung von 1-Tyrosinamid (I) als Lösungsmittel. — 4 g I werden in 100 g W. gelöst u. mit HCl wird der pH-Wert der Lsg. auf 5 eingestellt. Zu dieser Lsg. werden 200 mg Riboflavin gegeben, welches sich in 5—10 Min. bei 100° löst. — Gegebenenfalls wird das Riboflavin in Gemeinschaft mit Nicotinamid, Thiaminhydrochlorid, Ca-Pantothenat, Vitamin B<sub>6</sub>-hydrochlorid u. anderen wasserlösl. wachstumfördernden Mitteln, wie Pantothenensäure, Ascorbinsäure, Biotin, Cholinchlorid verwendet. — 40 (g) 1-Tyrosinamid (eingestellt auf pH = 5,5 mit HCl), 3 Riboflavin, 25 Nicotinamid u. je 5 Thiaminhydrochlorid, Ca-Pantothenat u. Vitamin B<sub>6</sub>-hydrochlorid werden in 1 Liter W. bei 100° gelöst. (A. P. 2 445 208 vom 4/2. 1946, ausg. 13/7. 1948.) 805.4809

Abbott Laboratories, Illinois, übert. von: Albert Ensign Knauf und Frederick Joseph Kirchmeyer, Waukegan, Ill., V. St. A., Herstellung von Polyoxyisoalloxazinslösungen,

bes. von Riboflavinlsgg. für pharmaceut. parenterale Anwendung. Die Lsgg. werden hergestellt unter Verwendung von *Veratrylalkohol* u. W. als Lösungsmittel. — 100 mg *Riboflavin*, 1 cm<sup>3</sup> *Veratrylalkohol* u. 8 cm<sup>3</sup> W. werden bis zur Lsg. erwärmt. Danach wird mit W. auf 100 cm<sup>3</sup> verdünnt. — 40 mg *d-Arabo flavin* (6.7-Dimethyl-9-araboflavin) werden in 0,4 cm<sup>3</sup> *Veratrylalkohol* u. 4 cm<sup>3</sup> W. in der Wärme gelöst u. mit W. auf 25 cm<sup>3</sup> verdünnt. (A. P. 2 440 050 vom 13/5. 1944, ausg. 20/4. 1948.) 808.4809

**Ayerst, McKenna & Harrison, Ltd., Canada, Östrogene Hormonpräparate aus Harn von trächtigen Stuten oder von Hengsten.** Der frische oder konservierte Harn wird eingeeengt, das Konzentrat mit einem Lösungsm., wie Pyridin in wss. Lsg. oder einem Gemisch von A. u. Chlf., behandelt u. der von den festen Bestandteilen des Harns befreite Hormonauszug auf die wasserlös. Hormone weiterverarbeitet. — Die Konzentrierung der Hormone geschieht vorzugsweise im Vakuum u. in Ggw. eines Adsorptionsmittels, wie Holzkohle, CaPO<sub>4</sub> oder Fullererde, das anschließend eluiert wird. Das p<sub>H</sub> soll ständig schwach alkal. gehalten werden. — Beispiele. (F. P. 930 029 vom 29/6. 1946, ausg. 14/1. 1948.) 832.4809

**K. Bodendorf, Kurzes Lehrbuch der pharmazeutischen Chemie.** Auch zum Gebrauch für Mediziner. 2. u. 3., verb. Aufl. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer. 1949. (VII + 459 S.) 4<sup>o</sup> DM 26,—.

**D. Schenk, Pharmazeutisch-chemisches Praktikum.** Herstellung, Prüfung und theoretische Ausarbeitung pharmazeutisch-chemischer Präparate. Ein Ratgeber f. Apothekerpraktikanten. 3., verb. u. erw. Aufl. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer. 1949. (VII + 234 S. m. 58 Abb.) 8<sup>o</sup> DM 15,—.

## G. Analyse. Laboratorium.

**Ralph H. Müller, Laboratoriumsgeräte.** Besprechung der Literatur der Jahre 1938—48 auf einigen Gebieten der Entw. von Instrumenten für die Analysetechnik, u. a. Elektronenröhren, Schreib- u. Regelgeräte. — 12 Zitate. (Analytic. Chem. 21. 108—15. Jan. 1949. New York, N. Y., Univ.) 212.5010

**Alfred Schulze, Über die Auswahl und das Verhalten metallischer Werkstoffe für Thermoelemente.** Allg. Übersicht. (Elektrotechnik 3. 65—70. März 1949.) 116.5016

**H. von Ubisch, Ein neues Hitzdraht-Vakuummeter.** Der Meßbereich eines Wärmeleitungs-Manometers kann bis 10 Torr und darüber ausgedehnt werden, wenn der Heizstrom entsprechend erhöht wird. Zur Vermeidung einer Überbelastung wird eine selbsttätige Vorrichtung nach VON DARDEL eingebaut. (Nature [London] 161. 927—28. 12/6. 1948.) 322.5026

**Maynard R. Euverard und Daniel R. Hurley, Messung der Oberflächenspannung.** Ermittelt wird die Länge einer Luftblase von gegebenem Vol. in horizontalem Rohr von bekannter lichter Weite u. daraus die Oberflächenspannung der Flüssigkeit berechnet. Die Meth. eignet sich bes. beim Vorliegen viscoser Materialien, bei welchen die üblichen Veiff. versagen. (Amor. Paint J. 33. 11. 7/3. 1949. Newark, N. J., Interchem. Corp.) 253.5040

**G. Ingram, Allgemein verwendbarer Trockenofen zur Verwendung bei der mikrochemischen Analyse.** Beschreibung eines neuen Trockenofens für Filter u. Becher u. auch andere App., die beim Filtern u. Trocknen benutzt werden. (Metallurgia [Manchester] 38. 239—40. Aug. 1948.) 112.5048

**National Bureau of Standards, Stromquelle für die Elektrolyse.** Von dem N. B. St. ist eine Stromquelle entwickelt worden, die von 110 V Wechselstrom ausgeht u. sehr genau einreguliert werden kann. Die dazu erforderlichen Instrumente, die der Radioindustrie entnommen sind, bestehen aus einem Oscillator, der die Amplituden kontrolliert, einem Gleichrichter u. einem Verstärker. Durch Induktions- u. Kapazitätsfilter werden Geräusche auf ein Mindestmaß reduziert. In geeigneter Weise kann entweder die Spannung oder die Stromstärke konstant gehalten werden. Die erhaltene Genauigkeit beträgt 0,5%. Infolgedessen lassen sich mit Hilfe der Elektrolyse Elemente trennen, die sich in ihrem Potential nur um einige Zehntel Volt unterscheiden. (J. Franklin Inst. 245. 433—35. Mai 1948.) 382.5054

**Samuel E. Q. Ashley, Elektroanalyse.** Literatur-Übersicht aus den Jahren 1944—48 über allg. Theorie u. Praxis der elektrolyt. Metallabscheidung u. über die Anwendung zur analyt. Erfassung einzelner Metalle (Sb, As, Cd, Co, Cu, Au, Pb, Ni, Tl, Sn u. Zn). — 73 Zitate. (Analytic. Chem. 21. 70—75. Jan. 1949. Pittsfield, Mass., General Electric Company.) 212.5054

**Frederick K. Vreeland, Ein direkt abzulesendes analytisches Spektroskop.** Vf. beschreibt ein Spektroskop, bei welchem die Spektren direkt mit den Spektren der fraglichen Ele-

mente visuell verglichen werden, so daß das Ablesen der Wellenlänge entfällt. Durch allmähliche Aufheizung der Probe erscheinen die Elemente nach ihrer Flüchtigkeit nacheinander, so daß der Vgl. mit den in natürlichen Farben erscheinenden Spektren der fraglichen Elemente leicht fällt. Meth. u. Spektren werden im einzelnen beschrieben. Das Instrument ist zur raschen Durchmusterung von Proben mit Abschätzung der quantitativen Verhältnisse geeignet. (Amer. Mineralogist 33. 600—11. Sept./Okt. 1948. Mill Valley, Calif., Vreeland Corp., Labor.) 487.5063

G. Hansen, *Mechanismen zur automatischen Fokussierung von homogenen Spektralapparaten*. Es werden 3 verschiedenartige Mechanismen zur automat. Fokussierung von Prismen-Spektralapp. beschrieben u. ihre Eigg. an Hand von Zahlenbeispielen erläutert. (Optik [Stuttgart] 4. 268—82. 1948/49. Oberkochen, Württbg., Zeiss-Opton.) 345.5063

A. A. Rjabow, D. A. Wjachirew und I. B. Rabinowitsch, *Lampenpotentiometer*. Es wird ein Glühbirnen-(Lampen-)Potentiometer beschrieben u. abgebildet zur Messung der EK galvan. Ketten. Der App. ist zuverlässig u. stabil in seinen Angaben. Der Anschluß an ein Netz von 100—220 V geschieht direkt ohne Umschaltungen, da ein stabilisierender Transformator mit Ferroresonanz u. ein Brückenschema zum Anschluß gehören. Zu seinem Schema gehören 3 Glühbirnen, die zum Schutz des (wenig empfindlichen) Galvanometers hintereinander geschaltet sind. Man kann mit dem App. ohne bes. Vorkehrungen die Chinhydron-, H<sub>2</sub>Sb-, Hg-Tropfelektrode (Polarographie) in wenigen Min. bei einem p<sub>H</sub>-Fehler von  $\pm 0,05$  kontrollieren u. bestimmen. (Заводская Лаборатория [Betriebs-Lab.] 14. 1142—44. Sept. 1948.) 261.5066

Ss. K. Tschirkow, *Über die Anwendung fester Elektroden in der polarographischen Analyse*. Beim Ersetzen der Hg-Tropfelektrode durch andere feste Elektroden treten Schwierigkeiten auf: eine klare, reproduzierbare Welle ist nicht ohne weiteres zu erhalten. Vf. benutzte einen Polarographen mit einem Spiegelgalvanometer von  $1,8 \cdot 10^{-9}$  A mm/m Empfindlichkeit u. Elektroden aus glattem Pt-Draht u. fand, daß klare, reproduzierbare Wellen erhältlich sind, wenn die Makroelektrode zu ihrer Aufnahme bestimmt wird (als Kathode für Kationenwellen, als Anode für Anionenwellen), die Mikroelektrode dient als die andere Anode (als Kathode zeigt sie Anodenwellen mit). Die Wellenhöhe ist der Länge der Makroelektrode direkt proportional. Bei Rührvers. (durch Rotieren des Elektrolysergefäßes erzeugt) ist sie der linearen Bewegungsgeschwindigkeit der Fl. „symbat“ proportional u. zeigt zudem eine Abhängigkeit von der Entfernung vom Rotationszentrum. Figuren illustrieren das Gesagte an Lsgg. von Ag (in KNO<sub>3</sub>), Hg<sup>2+</sup>(KNO<sub>3</sub>), Au<sup>3+</sup>(KCl), J(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Die Anwendung fester Elektroden eröffnet der Polarographie neue Wege. (Заводская Лаборатория [Betriebs-Lab.] 14. 1300—06. Nov. 1948. Swerdlowsk, Hygien. wiss. Forschungsinst.) 261.5066

Stanley Wawzonek, *Organische Polarographie*. Literaturübersicht, bes. 1941—48. — 146 Zitate. (Analytic. Chem. 21. 61—66. Jan. 1949. Iowa City, Iowa, State Univ.) 212.5066

### a) Elemente und anorganische Verbindungen.

Clement J. Rodden, *Anorganische Maßanalyse*. Der Überblick über Arbeiten aus den Jahren 1943—48 behandelt zunächst die Titration u. Äquivalenzpunkt-Best., dann die Normallsgg. u. Reagenzien, weiter die Indicatoren u. schließt mit einer alphabet. geordneten Übersicht über die zur Best. der einzelnen Elemente dienenden Verfahren. (Analytic. Chem. 21. 163—67. Jan. 1949. Washington, D. C., USA, Bureau of Standards.) 129.5100

F. E. Beamish, *Anorganische Gewichtsanalyse*. Die Übersicht über Arbeiten aus den Jahren 1941—47 ist in zwei Teilen angeordnet, deren erster allg. gewichtsanalyt. Verf. behandelt wie Probenahme, allg. Trennverf., Vorbereitung zur Wägung, Filtration, automatische Wägung, allg. Reagenzien, während der zweite Teil die Best. der einzelnen Elemente bringt. Diese sind nach prakt. Gesichtspunkten in Gruppen zusammengefaßt, die auf der Spiralanordnung des Periodensystems der Elemente im allg. sektorenähnliche Flächen einnehmen: 1. Metalle der Leichtmetalllegierungen, 2. Elemente der seltenen Erden, 3. natürlich radioakt. Elemente, 4. Alkali- u. Erdalkalimetalle, 5. stahlbildende Elemente, 6. Nichteisenmetalle, welche den Sektor zwischen Cu-Hg u. As-Po einnehmen, 7. Edelmetalle, 8. Metalloide, 9. Halogene (Abb.). (Analytic. Chem. 21. 144—60. Jan. 1949. Toronto, Can., Univ.) 129.5100

Erich Boye und Eugen Graner, *Bestimmung von SO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S mittels Kaliumpermanganat*. Vf. halten die von PETIO angegebene Vorschrift zur Best. von H<sub>2</sub>S (C. 1941. I. 1574), in der das bisher übliche J durch KMnO<sub>4</sub> ersetzt wurde, aus folgenden Gründen für ungeeignet. Grundsätzlich falsche Ergebnisse erhält man schon dadurch, daß das

CdS nach der Filtration mit dem Filter der Oxydation unterworfen wird, da schon Cellulose allein  $\text{KMnO}_4$  reduziert. Außerdem reicht 0,1n  $\text{KMnO}_4$  zur vollständigen Zers. des CdS nicht aus, man muß also mit 0,5n Lsgg. arbeiten. Dabei verläuft die Oxydation des freigewordenen  $\text{H}_2\text{S}$  teilweise bis zur  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Diese Tatsache schließt eine weitere Fehlermöglichkeit ein. Nach orientierenden Verss. der Vff. scheint es möglich zu sein, die CdS-Ndd. unter gleichbleibenden Bedingungen zu wägen u. dadurch die Verwendung von J-Lsg. auszuschalten. (Angew. Chem., Ausg. A. 60. 210—11. Juli/Aug. 1948. Darmstadt.)

258.5100

O. P. Case, *Photometrische Bestimmung von Arsen in Kupfer und Kupferlegierungen.* Zur As-Best. in Cu, Messing, aber auch in Lagermetallen wird das As nach Aufschluß mit  $\text{HNO}_3$ — $\text{H}_2\text{SO}_4$  von den übrigen Metallen durch Abscheidung als elementares As mit Hypophosphit in 50%ig. salzsaurer Lsg. bei 80—90° isoliert. Der Nd. wird auf einem feinporigen Glasfrittiegel durch Zugabe von 0,02n Jodlsg. zu Arsensäure oxydiert u. schließlich mittels  $\text{NH}_4$ -Molybdat u. Hydrzinsulfat in das blaue Heteropolysalz übergeführt. Man mißt die Extinktion der blauen Verb. am besten im Gebiet von 840  $\mu$ , obwohl auch bei kürzeren Wellenlängen eine photometr. Auswertung möglich ist, unter Benutzung einer Eichkurve, deren Herst. beschrieben wird. Das angegebene Verf. ist der Destillationsmeth. in Schnelligkeit, Empfindlichkeit u. Genauigkeit überlegen. Bei As-Mengen von 0,1 bis 0,7 mg beträgt der gefundene Wert im Mittel 95%. (Analytic. Chem. 20. 902—04. Okt. 1948. Waterbury, American Brass Co.)

116.5100

Edward W. Hammock, Rupert A. Brown und Ernest H. Swift, *Endpunktsbestimmung mit Jodmonochlorid bei der Titration von dreiwertigen Antimon mit Jodat, Permanganat u. Cerverbindungen.* Zur quantitativen Titration von  $\text{Sb}^{+++}$  mit Jodat unter Benutzung der Endpunktsbest. mit  $\text{JCl}$  (u.  $\text{CCl}_4$ ) müssen die Lsgg. 2,5—3,5n an  $\text{HCl}$  sein; auch mit  $\text{KMnO}_4$  ist eine Titration bei 2,5—3,0n  $\text{HCl}$  möglich. Benutzt man niedrigere Konz. an  $\text{HCl}$ , so wird wegen der langsamen Oxydation von J zu  $\text{JCl}$  der Endpunkt leicht überschritten; bei noch höheren Konz. an  $\text{HCl}$  andererseits erfolgt die Oxydation des Sb so langsam, daß man verfrühte u. schleppende Endpunktsbest. erhält. Mit Cerisulfat als Oxydationsmittel erhält man selbst in 3—3,5n  $\text{HCl}$  langsamen Reaktionsablauf; diese Titration ist so heikel in bezug auf  $\text{HCl}$ -Konz. u. muß so langsam u. vorsichtig durchgeführt werden, daß sie für prakt. Zwecke nicht empfohlen werden kann. (Analytic. Chem. 20. 1048—50. Nov. 1948. Pasadena, Calif., Inst. Technol.)

116.5100

—, *Analysenverfahren für Aluminium. Bestimmung des Titan-Gehaltes.* Beschrieben wird ein colorimetr. Verf., das die Färbung Ti-haltiger Lsgg. nach Zugabe von  $\text{H}_2\text{O}_2$  ausnützt. Zum Vgl. dient eine in gleicher Weise hergestellte Lsg. mit bekanntem Ti-Gehalt. Die zur Verwendung gelangende  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lsg. muß chem. rein und völlig frei von HF sein. Si wird nach dem Verf. von REGELSBERGER abgetrennt. Bei Ggw. von V, Cr u. Mo wird die Substanz mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  u.  $\text{Na}_2\text{O}_2$  au geschlossen, der Rückstand, welcher das gesamte Ti enthält, in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  gelöst u. Si abgetrennt. Die Colorimetrierung erfolgt nach Zugabe von  $\text{H}_3\text{PO}_4$  u.  $\text{H}_2\text{O}_2$  u. muß ziemlich schnell durchgeführt werden. Für Schiedsanalysen wird die Substanz in  $\text{NaOH}$  gelöst u. der Rückstand weiterbehandelt. Die Messung erfolgt photometr. oder in einem gewöhnlichen Colorimeter. — Genaue Arbeitsvorschriften werden gegeben. (Revue Aluminium 25. 375. Dez. 1948.)

428.5100

—, *Analysenverfahren für Aluminium. Bestimmung des Zinngehaltes.* (Vgl. vorst. Ref.) Es wird ein abgeändertes Verf. für die Best. des Sn-Geh. in Al-Legierungen beschrieben. Die Substanz wird in  $\text{HCl}$  gelöst u. mit  $\text{H}_2\text{O}_2$  oxydiert. Im Filtrat werden Sn, Pb u. Cu mit  $\text{H}_2\text{S}$  gefällt. Die Sulfide werden in  $\text{HCl}$  unter Zusatz von Bromwasser gelöst. Die Lsg. wird stark natronalkal. gemacht. u. Pb u. Cu werden mit  $\text{H}_2\text{S}$ -Wasser gefällt. Das Filtrat wird mit Essigsäure angesäuert; der entstehende Nd. enthält das gesamte Sn. Er wird in einem alkalibeständigen Becherglas mit  $\text{KOH}$ -Lsg. u.  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lsg. erhitzt, die Lsg. mit  $\text{HNO}_3$  neutralisiert (Indicator: Methylorange),  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ -Lsg. hinzugegeben u. gekocht. Der hierbei entstehende Nd. von  $\text{SnO}_2$  wird abfiltriert, verascht u. ausgewogen. — Genaue Arbeitsvorschriften werden angegeben. (Revue Aluminium 25. 376. Dez. 1948.)

428.5100

O. Werner, unter Mitarbeit von W. Corleis, *Über die photometrische Bestimmung des Aluminiums und des Eisens in Zinklegierungen auf Feinzinkbasis.* Die photometr. Best. des Aluminiums erfolgt durch Anwendung des Farbstoffes Eriochromcyanin-R. Von den in Feinzinklegierungen vorkommenden Begleitelementen beeinträchtigen Pb, Mn u. Mg sowie Zn selbst die Extinktion nicht. Cu u. bes. Fe stören (Cu, wenn der Geh. größer ist als der Al-Geh.; Fe, wenn der Geh. größer ist als etwa 30% des Al-Geh.), bei geringeren Gehh. können die Fehler jedoch vernachlässigt werden. Die Eliminierung des Cu erfolgt durch Tarnung mittels Natriumthiosulfat, dessen Zusatz jedoch zu der bereits

gepufferten Lsg. erfolgen muß ( $pH = 6,0$ ), um eine Schwefelabscheidung in der vorher sauren Lsg. zu vermeiden. Bei den untersuchten Zn-Legierungen war der Fe-Geh. so gering, daß die etwaigen Fehler nicht berücksichtigt zu werden brauchten. Eine Tarnung des Fe ist nach dem Vorschlag von RICHTER durch Zusatz von Thioglykolsäure möglich, eigene Erfahrungen des Vf. hierüber liegen jedoch noch nicht vor. Auf Grund der durchgeführten Unters. ist die photometr. Best. des Al in Feinzinklegierungen bei einer Einwage von etwa 0,3 g somit ohne vorherige chem. Abtrennung der Begleitelemente möglich. — Für die Durchführung der Best. werden genaue Arbeitsvorschriften gegeben. — Die photometr. Best. des Eisens erfolgt mit Hilfe des Eisen(III)-chloridkomplexes im UV-Licht von 3660 Å unter Verwendung eines lichtelektr. Photometers u. einer Hg-Spektrallampe. Der erforderliche Eisen(III)-chloridkomplex wird durch Zusatz einer konz. NaCl-Lsg. erzeugt. Das z. Zt. vorliegende Schrifttum über die Eisen(III)-chloridkomplexbildung u. dessen Anwendung zur photometrischen Fe-Best. wird in diesem Zusammenhang besprochen. Unter den in Feinzinklegierungen vorkommenden Begleitelementen stört lediglich das Cu, welches daher vorher durch  $H_2S$ -Fällung abgetrennt werden muß. Störend wirkt auch die Temperaturabhängigkeit der Extinktion, so daß die Anwendung von Photometern mit Kühlvorrichtung zu empfehlen ist. — Für die Durchführung der Bestimmung werden genaue Arbeitsvorschriften gegeben. (Metall 3. 140—50. Mai 1949. Berlin-Dahlem, Materialprüfungsamt.) 428.5100

#### d) Medizinische und toxikologische Analyse.

Werner Osten, *Diabetisches Koma oder hypoglykämischer Schock?* Zur Differentialdiagnose von diabet. Koma u. hypoglykäm. Schock wurde eine einfache chem. Schnellmeth. angegeben, die auf der Red. von *Pikrinsäure* zu *Pikraminsäure* in alkal. Milieu beruht u. prinzipiell sich an die colorimetr. Meth. von BENEDICT-BECHER bzw. CRECELIVS-SEIFERT anlehnt. Die gleiche Methodik ist im colorimetr. Komparatorverf. auch zum quantitativen Blutzuckernachw. geeignet. Das Verf. zeigt gegenüber Kontrollunters. nach HAGEDORN-JENSEN Abweichungen von ca.  $\pm 10$  mg%. (Dtsh. Gesundheitswes. 4. 159—61. 15/2. 1949. Berlin-Zehlendorf, Behringkrankenhaus.) 160.5727

Jacob Cholak und Donald M. Hubbard, *Spektrographische Bestimmung von Beryllium.* In Fortbildung u. Verfeinerung eines früheren Verf. zur Best. geringer Be-Mengen im Harn (vgl. C. 1949. II. 110) erfolgt die Verdampfung der Probe an der Kathode eines Gleichstromlichtbogens. Bei quantitativer Verfolgung ergab sich, daß dieses Verf. 0,001  $\gamma$  Be im Lichtbogen nachzuweisen erlaubt, während bereits 0,00025  $\gamma$  im (durch die Sektorscheibe) ungeschwächten Spektrum erkennbar sind. Bei Benutzung der Be-Linie 2348,6 Å liegt die günstigste Konz. für die Best. im Bereich von 0,005—0,3  $\gamma/cm^3$  der vorbereiteten Lsg.; damit wird ein Anschluß an die früher beschriebene Meth. für 0,2—2  $\gamma/cm^3$  erreicht. Für einen Be-Geh. von 2—30  $\gamma/cm^3$  wird ein Auswertungsdiagramm für das Linienpaar Be 2650,8 Å, Ti 2580,2 Å angegeben. Auf bes. Vorsichtsmaßnahmen beim Nachw. so geringer Be-Spuren wird hingewiesen. (Analytic. Chem. 20. 970—72. Okt. 1948. Cincinnati, Ohio, Univ.) 116.5732

Erich Balzer und Karl Schuster, *Eine titrimetrische Methode zur quantitativen Bestimmung der stärkeverzuckernden Kraft des Duodenalsaftes.* Zur quantitativen Best. der stärkeverzuckernden Kraft des Duodenalsaftes (I) im Rahmen der kurzfristig fraktionierten Pankreasfunktionsprüfung nach BERGER u. HARTMANN wird unter Verwendung der Blutzuckerbest. nach HAGEDORN-JENSEN eine titrimetr. Meth. angegeben. Gegenüber der bisher üblichen Meth. der Diastasebest. von WOHLGEMUTH weist die titrimetr. Meth. einige Vorteile auf: Geringer Zeit- u. Materialaufwand u. somit geeignet für Reihenversuche. Genaue Abstufbarkeit der Werte der einzelnen Proben von I u. damit Vermeidung des häufig sprunghaften Verlaufs der WOHLGEMUTH-Kurven. Genauere Werte für die Fermentwirkung, da die Fehlerquellen wegen der weit weniger hohen Fermentverdünnungen geringer sind u. das Verhältnis von Verdauungssaft zu Substrat in allen Proben gleich ist. Die titrimetr. Meth. erfaßt die Endstufen des Stärkeabbaus, während die Meth. nach WOHLGEMUTH nur die Anfangsstufe des Stärkeabbaus mißt. Es wird daher eine vollständige Erfassung der gesamten Stärkeverzuckerung der tatsächlich vorhandenen Kraft des I gewährleistet. (Klin. Wschr. 26. 559—61. 15/9. 1948. Münster, Univ., Med. Klinik.) 160.5736

G. Piccardi und G. Radaoli, *Über den Nachweis und das Verhalten von Molybdänverbindungen in leprakranken Organen.* Die Anwesenheit von aus Heilmitteln stammendem Mo in leprakranken Organen läßt sich mit Hilfe des Bogenspektr. nachweisen, ebenso dessen Verteilung u. die Dauer seines Verbleibs in den Organteilen. Methylenblau bewirkt keine Anreicherung u. Fixierung des Mo in den Lepraknötchen. (Spectrochim. Acta [Roma]

3. 233—34. Mai 1948. Florenz, Univ., Istituto di Chimica fisica; Genua, Univ., Clinica Dermatologica. [Orig.: italien.] 407.5754

S. Wehrli und M. Kanter, *Eine mikrochemische Bestimmung von Blausäure für forensische Zwecke*. Durch Wasserdampfdestillation wird Blausäure aus dem angesäuerten Leichenmaterial entfernt u. in 10%ig. NaOH aufgefangen. Das Destillat wird von übergegangenen Carbonaten mit Ba(OH)<sub>2</sub> gereinigt, mit verd. Schwefelsäure angesäuert u. abermals in 2%ig. NaOH überdestilliert. Anschließend wird im Vakuum bei 50° abgedampft. Man nimmt den Trockenrückstand mit 1 cm<sup>3</sup> W. auf u. gibt 2 cm<sup>3</sup> einer 1—2%ig. Ferrosulfatlsg. zu. Darauf wird mit 3 cm<sup>3</sup> 1n Schwefelsäure angesäuert. 0,5 g Silicagel, das mit Ferrosulfat u. Schwefelsäure vorbehandelt ist, werden in ein Glasrohr gefüllt, die Lsg. hineingegossen u. durchsickern gelassen. Im Silicagel verwandeln sich die letzten Cyanidspuren in Berliner Blau. Die Silicagelschicht, welche das Berliner Blau enthält, wird mit Salpetersäure u. Silbernitrat versetzt. Das Eisen wird mit Ammoniak ausgefällt u. anschließend von Fe-Nd. u. Silicagel abfiltriert. Es wird erneut mit Salpetersäure angesäuert, das gebildete Silbercyanid abfiltriert u. bei Rotglut verascht. Die Asche wird mit Na-Phosphat aufgenommen u. so lange geglüht, bis sich Silber in Kugelform abscheidet. Das Silberkügelchen wird gewaschen u. unter dem Mikroskop der Durchmesser bestimmt u. daraus die Silbermenge berechnet. (1 mg Silber = 2,63 mg Blausäure.) Die Erfassungsgrenze dieser Meth. liegt bei 5  $\gamma$  Blausäure in 20—40 g Organmaterial oder Blut. (Helv. chim. Acta 31. 1971. 1/12. 1948. Zürich, Univ., Gerichtlich-Medizin. Inst.) 370.5764

A. Gebring und R. Fresenius, *Einführung in die quantitative chemische Analyse anorganischer Stoffe*. Unter Mitarb. von O. Fuchs und Marianne Vulplus. Bd. 1. Gewichtsanalyse einschl. Elektroanalyse. Braunschweig: Vieweg. 1949. (VIII + 220 S.) 8° DM 9,50.

Benno Reichert, *Harnanalytisches Praktikum*. 3. Aufl. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer. 1948. (39 S. m. 9 Abb.) DM 2,70.

E. Schmidt und J. Gadamer, *Anleitung zur qualitativen Analyse*. 14. Aufl., bearb. v. F. v. Bruchhausen. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer. 1948. (VIII + 109 S. m. 8 Tab.) 8° DM 7,50.

## H. Angewandte Chemie.

### I. Allgemeine chemische Technologie.

I. Friedman, *Die Ölabscheidung in Ammoniakkälteanlagen*. Beschreibung eines Ölabscheiders mit Gaswäsche mittels fl. NH<sub>3</sub>, das in einem Mehrrohrkühler aus dem Umlaufgas kondensiert wird u. aus dem Umlaufgas 93—97,5% des Öls auswäscht. (Холодильная Техника [Kälte-Techn.] 20. Nr. 3. 38—42. Juli/Sept. 1948. Allunions-wiss. Forschungsinst. für Kältetechnik.) 185.5850

N. Komarow, *Die spezifische Kälteleitfähigkeit von Freon-12*. In einer Tabelle werden die Werte der spezif. Kälteleitfähigkeit von Freon-12 (CF<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>) in cal/kW-Stde. für die Verdampfungstemp. —10, —15, —20, —25, —30, —35, —40 u. —50° bei den Kondensierungstemp. +20, +25, +30, +35 u. +40° u. jeweils verschied. Temp. vor dem Regulierventil mitgeteilt. (Холодильная Техника [Kälte-Techn.] 20. Nr. 3. 20—21. Juli-Sept. 1948.) 185.5850

E. F. Mactaggart, *Trockenverfahren. Neuere Entwicklungen in Betrieb und Methoden*. Seit der Jahrhundertwende sind erhebliche Verbesserungen in der Technik der Trocknung erzielt. Neue bis dahin unbekannte Verf. wurden eingeführt, bei den bekannten Verf. ist eine weitgehende Vereinfachung der Apparaturen u. eine Steigerung der Leistung bei größerer Schonung des zu trocknenden Materials erreicht. Auch die Hilfsapparaturen, wie Wärmeaustauscher, wurden wirksamer gestaltet, neue korrosionsfeste Materialien werden in steigendem Umfange verwendet. Das Trocknen auf Horden u. dgl. erfordert viel Handarbeit, hat sich aber bis heute noch vielfach erhalten, z. B. zum Trocknen von Kaolin in Cornwall, wo erst in jüngster Zeit Turbotrockner hierfür eingeführt wurden. Tunnel- u. Kiltrockner sind für diskontinuierlichen u. kontinuierlichen Betrieb in Gebrauch. Drehrohrrockner mit direkter u. indirekter Beheizung verschiedenartigster Konstruktion werden für vielfache Zwecke verwendet. Filmtrockner bestehen in ihrer einfachsten Form aus einem zylindr. von innen beheizten Rohr, das z. T. in einen mit der zu trocknenden Fl. gefüllten Trog taucht. Beim Rotieren wird ein Film der Fl. mitgenommen u. nach Verdampfen des W. vor dem Wiedereintauchen in die Fl. abgeschabt. Diese Trockner sind durch wesentliche Verbesserungen vervollkommenet, z. B. durch die Weiterentw. der Meth. von JUST-HATMAKER. Eine ähnliche Art der Trocknung wird bei der Trockenmilchherst. angewandt. Von besonderer Wichtigkeit bei diesem Verf. ist häufig die An-

wendung korrosionsfesten Materials mit glatter Oberfläche, zur Erzielung eines Films von gleichmäßiger Dicke. (Chem. Trade J. chem. Engr. 124. 37—39. 14/1. 1949.)

303.5870

\* **Imperial Chemical Industries Ltd. und Olaf G. Dixon**, *Behandlung von Gasen oder Dämpfen* in beschickten Türmen. Die Packungen bestehen aus Geweben, Füllkörpern, Glaswolle, Schlackenwolle, Maschendraht in Rollen, Schwämmen oder dgl. Wesentlich bei der Behandlung ist das Überfluten der Packung vor der Inbetriebnahme. Beim Ablassen bleibt genügend Fl. in der Packung zwecks Rk. hängen. (E. P. 603 423 ausg. 15/6. 1948.)

823.5847

\* **Walter Raskin**, *Wärmeaustauscher*. In einer Röhre sind spiralförmig federartige Elemente mit feinen Rinnen in der Längsrichtung angeordnet, die capillare Dimensionen besitzen. In diese soll das zu verdampfende Medium eindringen u. dadurch seine Oberfläche vergrößern. Die Anordnung ist bes. zur Verwendung in Kühlvorr. geeignet. (A. P. 2 434 519, ausg. 13/1. 1948.)

805.5851

**Lummus Co.**, übert. von **Carl S. Reed, August Henry Schutte, Vernon O. Bowles, New York, N. Y., u. Dubbs Ferry, Hastings on Hudson, N. Y., V. St. A., Arbeitsverfahren für Katalysatoren**. Zum Überführen von in Gasen feinverteilten festen Katalysatoren aus einer Rk. in eine andere mit anderem Druck werden Reaktionskolonnen angewandt, die unten einen Flüssigkeitsverschluß besitzen, der mit der benachbarten Kolonne in Verb. steht. Die Fl. ist gegenüber dem Katalysator inert, nicht benetzungsfähig u. von größerer Dichte. Sie wird dazu benutzt, um ihn durch eine Art Flotation aus einer Zone in eine andere zu transportieren. — 2 Abbildungen der Apparatur. (A. P. 2 453 458 vom 24/11. 1943, ausg. 9/11. 1948.)

805.5895

### III. Elektrotechnik.

**C. Schörg**, *Die induktive Heizung mit Netzfrequenz in der chemischen Industrie*. Beschrieben wird ein Verf. zur induktiven Beheizung von chem. Apparaten mit normal-frequenstem Wechselstrom, bei dem das elektromagnet. Feld im Innern einer hitzebeständig isolierten Spule nutzbar gemacht wird, u. eine Anordnung zur induktiven Erhitzung strömender Fl. oder Gase. Mehrere ausgeführte Anwendungsbeispiele werden gezeigt. (Z. Ver. dtsh. Ing. 91. 277—84. 15/6. 1949. Frankfurt a. M.-Höchst.)

112.5966

**E. J. W. Verwey, P. W. Haayman und F. C. Romeyn**, *Halbleiter mit großem negativen Temperaturkoeffizienten des Widerstandes*. (Vgl. C. 1949. I. 823) (Philips' techn. Rdsch. 9. 239—49. 1947—48.)

110.5978

**C. Drotschmann**, *Die Depolarisation in Primärelementen*. Zusammenfassender Überblick. (Funk u. Ton 3. 93—103. Febr. 1949.)

110.5984

\* **N. V. Philips Gloeilampenfabrieken**, übert. von: **Pieter W. Haayman, Frans C. Romeyn und Evert J. W. Verwey**, *Akkumulator*. In einer Lsg. von *Pb-Fluorsilicat* befinden sich Graphitelektroden. Außerdem wird einer Elektrode eine Verb. zugesetzt, die bei der Entladung  $PbO_2$  gibt, z. B. *Pb-Salze von aromat. Sulfon- oder Polysulfonsäuren*, bes. von *Naphthalinsulfonsäuren*. Ein erfindungsgemäßer Elektrolyt besteht z. B. aus  $PbSiF_6$ -Lsg. von der D. 1,95, der auf je  $30\text{ cm}^3$  100 mg 1-Naphthalinsulfonat zugesetzt worden sind. 50  $\text{cm}^3$  dieser Lsg. werden in ein Gefäß gebracht, das 2 flache Graphitelektroden von  $30\text{ cm}^2$  Oberfläche in 2 cm Abstand enthält. Bei 2 V Spannung u. 150 mAmp. Stromstärke wird dieser Akku in 20 Stdn. entladen. (Holl. P. 61 906, ausg. 15/10. 1948.)

805.5985

**Sylvania Electric Products Inc.**, übert. von: **Bennet S. Ellefson, Emporium, Pa., V. St. A.**, *Fluoreszenzschicht*. Ein Gemisch aus  $ZnS$  u.  $Zn/Be$ -Silicat in Mengenverhältnissen 1:2,88 bis 1:3,12 gibt bei Bestrahlung mit UV ein fast weißes Fluoreszenzlicht, das etwa der Strahlung des schwarzen Körpers bei  $6500^\circ\text{K}$  entspricht. Der Strahlungsbereich kann durch Änderung der Mengenverhältnisse der Komponenten variiert werden (Diagramme). — Zur Herst. eines geeigneten Gemisches gewinnt man zuerst  $ZnS$  mit 0,0005% Ag aus reinstem  $ZnSO_4 + 7\%$  NaCl durch 25 Min. langes Glühen bei  $900^\circ$  u. dann das Silicat aus  $ZnO$ ,  $BeO$ ,  $SiO_2$  u.  $MnF_2$  in solchen Mengen, daß das Endprod. 40 Mol-%  $ZnO$ , 23 Mol-%  $BeO$ , 37 Mol-%  $SiO_2$  u. 1,61 Gewichts-% Mn enthält, durch Sintern bei  $1400$ — $1600^\circ$ , Mahlen mit Aceton in einer Kugelmühle bis zur Korngröße von  $30\ \mu$  Ø, nochmaliges Glühen bei  $100^\circ$  (etwa 45 Min. lang) u. Mahlen bis zu einer Teilchengröße von  $100$ — $0,1\ \mu$  Ø. (A. P. 2 461 726 vom 8/12. 1942, ausg. 15/2. 1949.)

805.5989

**P. R. Mallory & Co.**, Indianapolis, Ind., übert. von: **Cleveland Scudder Smith jr., West Orange, N. J., Sol Blumenthal, Indianapolis, und Samuel Ruben, New Rochelle, N. Y., V. St. A.**, *Verdampfung von Selen*. Beschreibung einer Vorr. zur Verdampfung von Se u. Niederschlagung der Dämpfe auf Grundplatten für *Se-Gleichrichter*. Die Vorr.

besteht in der Hauptsache aus einem geschlossenen Zylinder, in dem übereinander eine Serie von Schalen angeordnet ist. In der obersten wird das Se geschmolzen, es gelangt dann zur nächsttieferen Schöle u. von dieser zur nächsten, wobei es immer stärker erhitzt wird. Die Verdampfung findet erst in der untersten Schale statt. (A. P. 2 455 277 vom 5/9. 1945, ausg. 30/11. 1948.) 805.5991

Horst Rothe und Werner Kleen, Elektronenröhren als Schwingungserzeuger und Gleichrichter. 2., erw. Aufl. Leipzig: Akademische Verl. Ges. 1948. (XIV + 208 S. m. 189 Abb.) 8° = Bücherei der Hochfrequenz-technik. Bd. 5. DM 15,20.

#### IV. Wasser. Abwasser.

Heinrich Schrewe, *Die Wasserversorgung der Reichswerke, eine Großwasserversorgung im nördlichen Harzvorland*. Wasserverbrauch im Versorgungsgebiet der Reichswerke. Anlagen zur Wassergewinnung u. Wasseraufbereitung. Wichtigste Analysenwerte der verschied. Wässer. (Dtsch. Ver. Gas- u. Wasserfachmännern, Rundschreiben Nr. 34. 4—5. Juni 1949. Watenstedt.) 252.6012

P. Mercier und J. Perret, *Wasserbelüftungsanlage am Bret-See*. Örtliche Lageverhältnisse. Beschreibung der Belüftungsanlage. Sauerstoffgeh. u. Sauerstoffaufnahme des Wassers. (Schweiz. Ver. Gas- u. Wasserfachmännern, Monatsbull. 29. 25—30. Febr. 1949.) 252.6012

Hermann Rudy und Kurt E. Müller, *Beitrag zur Phosphat-Bestimmung in Kühlwässern*. Die Überwachung einer Kühlwasseranlage, bei welcher dem Kühlwasser Natriummetahexaphosphat zur Verhinderung der Steinblgd. im Kühlsyst. zugesetzt wurde, führte die Vf. dazu, nach einer möglichst einfachen u. trotzdem genauen Bestimmungsmeth. für geringe Phosphatmengen, bes. solche zwischen 0,5—5 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> je Liter Kühlwasser, zu suchen, da das dem W. zugesetzte Metaphosphat im Lauf der Zeit in unwirksames bzw. schlecht wirksames Orthophosphat übergeht. Die Aufgabe bestand also darin, geringe Mengen von Orthophosphat neben mehr oder minder großen Mengen von polymeren Phosphaten (Meta-, Poly- u. Pyrophosphaten) zu ermitteln, wobei auch noch weitere Verunreinigungen des Kühlwassers, bes. Kieselsäure, zu berücksichtigen waren. Die Vf. geben sodann eine ausführliche Beschreibung dieser Orthophosphat-Best., bei welcher die colorimetr. Best. als Phosphormolybdänblau zur Anwendung kam, u. berichten an Hand von 4 Tabellen über den Einfl. der verschied. Fremdstoffe. (Angew. Chem., Ausg. A. 60. 280—82. Okt. 1948. Ludwigshafen/Rh., Chem. Fabrik Joh. A. Benckiser G. m. b. H.) 444.8060

Walter B. Leaf, Denver, Colo., V. St. A., *Entfernung der inkrustierenden Stoffe aus Wasser*, bes. von Kieselsäure aus Kesselspeisewasser durch Überleiten des W. über großoberflächige Metallspäne, z. B. aus Eisen, Al, Zn oder Mg, unter gleichzeitigem Zuleiten von Luft oder eines Gemisches von Luft u. CO<sub>2</sub>. Dabei bilden sich die Metallhydroxyde oder -oxydhydrate, welche für die in dem W. enthaltene SiO<sub>2</sub> adsorbierende Eigg. besitzen. Die in dem W. enthaltenen lösl. Metallsalze werden durch Zusatz von Kalk u. Soda entfernt. — Zeichnung. (A. P. 2 447 511 vom 2/5. 1944, ausg. 24/8. 1948.) 808.6021

U. S. A., Secretary of Interior, übert. von: Wilburn C. Schroeder, Calvert Hills, und Abraham Berk, Berwyn Heights, Md., V. St. A., *Kesselwasserbehandlung*. Zur Vermeidung der bes. in den Nietnähten von Dampfkeskeln durch lokale hohe Konz. von NaOH oder Na-Silicat verursachten Beschädigungen (vgl. Bulletin 443 des Bureau of Mines) wird die für das Kesselwasser nötige Alkalität nur durch Zusatz von Alkalisalzen schwacher Säuren wie Essig-, Citronen-, Phosphor-, Bor- oder Arsensäure erzeugt oder durch andre Alkalisalze, die bei Dampfkeskelttemp. stark hydrolysiert werden. Im W. vorhandenes freies Alkali wird außerdem mit der gleichen Säure neutralisiert. Der pH-Wert des W. soll zwischen 10 u. 11,5 liegen u. muß dauernd überwacht u. durch entsprechende Zusätze auf diesen Bereich eingeregelt werden. (A. P. 2 454 258 vom 2/7. 1942, ausg. 16/11. 1948.) 805.6021

Clyde C. Hays, Waco, Texas, V. St. A., *Abwasserbehandlung*. Aus den Abwässern werden die festen Anteile in bekannter Weise abgeschieden u. einem anaeroben Abbau unterworfen. Die sich dabei abscheidende Fl. wird alkal. gemacht u. unter starker Durchlüftung biol. verarbeitet. — 10 Abb. der Abwasser-Verarbeitungsanlage. (A. P. 2 458 163 vom 6/4. 1944, ausg. 4/1. 1949.) 805.6043

#### VI. Silicatchemie. Baustoffe.

B. D. Bruce, *Eine Betrachtung über die Verwendung von 1300° F-Emailen auf Stahlblech*. Die Herabsetzung der Brenntemp. vermindert das Werfen des Emailleüberzugs.

Bei C-armem Stahl muß diese Temp. unterhalb der krit. Temp. von 1330° F (721° C) liegen. Für dunkle Töne läßt sich mit einem Emailleüberzug aus schwach deckendem Material auskommen, sonst ist blauer Grund- u. darüber Decküberzug erforderlich. (Better Enamel. 19. Nr. 10. 16—17. 36. Okt. 1948. Chicago Vitreous Enamel Prod. Co.) 253.6174

B. D. Bruce, *Die Beziehung der Brenntemperatur zu Emaillierfehlern durch Gasentwicklung aus Stahl*. Blasen, Löcher usw. in Emailleüberzügen beruhen häufig auf der Entw. von Gas aus dem Stahl während des Brennvorganges. Die Gasldg. kann von oxydiertem C oder occludiertem H im Stahl herrühren. Zur Vermeidung der Gasbildung soll die Brenntemp. unterhalb der krit. Temp. des Stahls bleiben. Reversibel gelöster H kann nach den Beobachtungen von ZAPFFE u. SIMS (C. 1940. II. 2523) durch Altern oder niedrige Emailliertemp. entfernt werden, während sonstiger occludierter H erst oberhalb 1450° F (787,8° C) entweicht. Günstig ist eine Brenntemp. bei 1300° F (704,4° C). (Better Enamel. 19. Nr. 9. 18. Sept. 1948. Chicago Vitreous Research Laborr.) 253.6174

Joseph C. Richmond und Allen C. Francisco, *Verwendung plastischer Abdrücke zur Bestimmung der Oberflächenstruktur von Porzellanemailen*. Die plast. Abdrücke der Emailleoberflächen werden mit u. ohne Vergrößerung visuell geprüft, auf Trübungsgrad untersucht u. ohne Verwendung eines Negativs durch Projektion fotografiert. Feinheiten der Oberfläche treten in den Abdrücken deutlich hervor. Laufende Abdrücke von beanspruchten Emailleflächen geben ein Bild von der eintretenden Veränderung. Proben von 25 Emailen wurden der Standard (1942)-PEI-Abschürfprobe unterworfen, die beanspruchten Proben nach der Glanzverlustmeth. (I) u. visuell nach dem Grad ihrer Schürfresistenz (II) geordnet u. die davon genommenen Abdrücke ebenso geordnet (III), sowie auch nach dem Trübungsgrad (IV). Resultate: Ergebnisse nach I zeigten ziemlich gute Übereinstimmung mit II; IV stimmte besser mit I als mit II überein; III ging mit IV parallel, aber kaum mit II. Durch Verwendung von Abdrücken wird der Einfl. von Farbe u. der Emailleproben ausgeschaltet u. dadurch ein besseres Kriterium für den mechan. Einfl. der Abschürfung gewonnen. (Better Enamel. 19. 24—25. Juni 1948. National Bureau of Standards, Washington, D. C.) 253.6174

John S. Haynes und Jesse F. Scott, *Eine Methode zur Versilberung einer Dewarflasche für optische Experimente*. Beschreibung der mechan. Ausführung der Versilberung einer DEWAR-Flasche unter Freilassung von opt. Fenstern. (Science [New York] 107. 301. 19/3. 1948. Massachusetts Inst. of Technol., Dep. of Biology.) 212.6194

John H. Koenig, *Porzellane*. Die mechan. Festigkeit, Wärme- u. Tropenbeständigkeit, bes. auch das abweisende Verh. gegen W. u. Mikroorganismen von Porzellanen bei Anwendung von Stealit, Cordierit u. Zusatz von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, ThO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> u. ZrO<sub>2</sub> werden behandelt, desgleichen Steingut, Steinzeug sowie Bleiborat- u. Bleisilicatgläser in bes. Zusammensetzung. (Ind. Engng. Chem. 40. 1782—85. Okt. 1948. New Brunswick, N. J., Rutgers Univ.) 354.6218

E. R. Harrington, *Kolloide Eigenschaften einiger Tone aus dem Westen*. Vf. vergleicht an Hand von 15 Tonen verschied. Vork. die Möglichkeiten zur Bst. der koll. Substanz in diesen. Die 15-Tage-Extraktionsmeth. wird als Standardmeth. aufgestellt. Die Perkolations- u. die Pipettenmeth. ergaben keine damit gleichlaufenden Werte. Auch bei der Absorptionsmeth. (Farbstoffe, Ammoniak, Wasserdampf), deren Ergebnisse mehr von den Kristallstrukturen als von der Teilchengröße abhängig sind, war dies nicht der Fall. Weiter kommen nicht in Betracht: p<sub>H</sub>-Best., chem. Analyse, Thixotropie, LIESEGANG-Phänomen, Plastizität, Basenaustausch, Elektrophorese, BROWNSche Bewegung, Sedimentation u. physikal. Verh. vor u. nach dem Brand. Vf. stellt fest, daß es keine Kurzmeth. gibt, die der mehrfachen (15-Tage-) Extraktionsmeth. der koll. Substanz vergleichbare Werte ergibt. (J. physic. Colloid Chem. 52. 1373—81. Nov. 1948. Albuquerque, New Mexico.) 487.6220

R. L. Demmerle, R. E. Birch und D. B. Hendryx, *Herstellung basischer feuerfester Steine*. Nach einem entwicklungsmäßigen Rückblick auf die Industrie der feuerfesten Steine wird auf die Bedeutung der synthet. Magnesitproduktion (Forsterit) in USA verwiesen, u. das im Jahre 1947 in dieser Branche in Betrieb genommene bisher leistungsfähigste Werk, HARBISON-WALKER, Baltimore, Md., in seiner Einrichtung u. verfahrensmäßigen Arbeitsweise beschrieben. — 5 Tabellen, 6 Bilder. (Ind. Engng. Chem. 40. 1762 bis 1772. Okt. 1948. Pittsburgh, Pa.) 354.6222

People of the United States of America, übert. von: Woldemar A. Weyl und Helen S. Williams, State College, Pa., V. St. A., *Verbesserte Glaswarengegenstände aus Natron-Kalk-Glas mit dealkalisierter Oberfläche*. Durch Elektrodialyse gereinigter Ton wird mit

genügend W. zur Formung einer Paste gemischt. Damit wird ein Teil der Oberfläche eines Natron-Kalk-Glasgegenstandes (Mikroskopobjektträger) bestrichen u. die Paste wird getrocknet. Der Gegenstand wird dann 8 Stdn. bei 250° erhitzt. Nach Abkühlung wird der Ton durch Abwaschen entfernt. Bei dieser Behandlung werden vermittels der H-Ionen des Tons u. des W. die Alkali-Ionen der Glasoberfläche entzogen, es entsteht ein Wasserstoffglas von verbesserter Oberflächenreaktivität. Zum Nachw. für die Wechselreaktion der H- u. Alkali-Ionen behandelt man die Gesamtglasoberfläche mit Kupferchlorid. Der Glasgegenstand wird in einem verschließbaren Behälter zusammen mit einer geringen Menge Kupferchlorid untergebracht u. in geschlossenem Zustande des Behälters 8 Stdn. bei 450—500° erhitzt. Die H-Ionen der mit Ton behandelten Glasoberfläche werden durch Cu-Ionen ersetzt. Der Glasgegenstand wird dann in einer H-Atmosphäre bei 400° für ½ Stde. reduziert. Die Glasoberfläche nimmt eine rote Färbung an. Die Rotfärbung der mit Ton behandelten Fläche ist bedeutend intensiver als die der unbehandelten Flächen. Die Glasoberfläche nach der Tonbehandlung ist also wesentlich reaktiver. (A. P. 2 455 719 vom 1/6. 1945, ausg. 7/12. 1948.) 800.6211

Whitehead-Craft Co., Washington, übert. von: Edward D. F. Whitehead, Chevy Chase, Md., V. St. A., *Oxychlorid-Zementmörtel*. Die M. besteht aus einer Art von Sorelzement (zusammengesetzt aus feinem Sand u. einem Magnesiumoxychloridzement als Bindemittel), der wasserunlös. u. wasserundurchdringlich ist. Der Mörtel besteht aus etwa 26—28,2 (Mol.-%) SiO<sub>2</sub> (feinem Sand), 13,0—23,3 MgO, 1,7—3,0 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,7 bis 1,2 CuSO<sub>4</sub>·5 H<sub>2</sub>O, 2,0—3,6 MgCl<sub>2</sub>·6 H<sub>2</sub>O u. 24,4—43,5 Wasser. Zunächst wird eine trockene Mischung aus Sand, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. CuSO<sub>4</sub>·5 H<sub>2</sub>O hergestellt. Es wird sodann eine Magnesiumchlorid-Lsg. zugefügt. Diese Lsg. wird zubereitet durch Lsg. von 18,5 g Magnesiumsulfat in 1 Liter W. (Leitungswasser). Man fügt 925 g Magnesiumchlorid hinzu, so daß man eine Lsg. mit einer D. von 1,21—1,24 erhält. Die Lsg. bleibt wenigstens 24 Stdn. stehen. Die ausgefallenen Verunreinigungen setzen sich am Boden ab. Die reine Lsg. wird abfiltriert u. kann in verschlossenen Gefäßen unbeschränkt ohne Zers. aufbewahrt werden. Der durch Vermischen des trockenen Gemenges mit der Magnesiumchlorid-Lsg. entstandene Mörtel kann in Formen gegossen oder mit der Kelle aufgetragen werden. Man kann Körper aller Art in dazugehörigen Formen auch durch Stampfen, Pressen oder Schlagen verdichten. (A. P. 2 462 030 vom 20/10. 1947, ausg. 15/2. 1949.) 800.6235

Erich Probst, Bauchemie-Fibel. Ein stummer Lehrmeister für junge und alte Fachleute. 4., verb. Aufl. Halle: Marhold. 1949. (107 S.) 8° DM 3,—.

G. Wieland und K. Stöcke, Merkbuch für den Straßenbau. 4., verb. Aufl. Berlin: Ernst & Sohn, 1949. (VIII + 144 S. m. 130 Textabb. m. 12 Taf. u. Anh.) 8° DM 7,50.

## VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung.

H. L. Thompson, Philip Miller, F. H. Dole und Abraham Kaplan, *Eigenschaften von Diammonphosphatdüngern. Hergestellt nach einem Sättigungsverfahren*. Diammonphosphat, das in einer Versuchsanlage aus wasserfreiem Ammoniak (I) u. aus im elektr. Ofen gewonnener Phosphorsäure (II) hergestellt wurde, besteht aus einer M. von dünnen tafelförmigen Krystallen, die durch einen Überzug von feinen Krystallen miteinander verbunden sind. Die Herst. geschah derart, daß I u. II im Molverhältnis 2 : 1 in eine gesätt. Lsg. mit einem Molverhältnis 1 : 6 u. einem pH-Wert von ungefähr 6,0 bei 60° eingeleitet wurden. Das Diammonphosphat kryst. dann aus der Lsg. u. wurde von dieser durch Absetzen, Zentrifugieren u. Waschen getrennt. Das so erhaltene Prod. enthielt 0—5% Monophosphat, war aber andererseits frei von Verunreinigungen. Labor-Verss. zeigten, daß das Prod. genügend widerstandsfähig ist, weiter unhygroskop. u. maschinell streubar, wie genügend stabil in bezug auf I. Verluste unter normalen Bedingungen von Temp. u. Feuchtigkeit. Labor- u. Feldverss. unter Anwendung von Diammonphosphat in Düngemittelgemischen zeigten, daß ein Diammonphosphat-KCl-Gemisch in allen geprüften Verhältnissen verträglich war mit Ammonsulfat, Natronsalpeter u. n. wie konz. Superphosphat. Mischungen, die Ammonnitrat enthielten, zeigten ein übermäßiges Zusammenbacken u. jene, die Calciumcyanamid oder einen hohen %-Satz an Ammonnitrat oder Harnstoff enthielten, erlitten deutliche I-Verluste. (Ind. Engng. Chem. 41. 485—94. März 1949.) 444.6282

M. El Hineidy und F. Allam, *Baumwollernte in Beziehung zur Anwendung von Dünger*. Düngung mit genügend P-, K-, u. N-Verbb. erhöhte die Baumwollausbeute. Auf dem Prüfungsfeld (Agypten) war die Anwendung von N-Salzen (am besten (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) wichtiger als die von P u. K. (Nature [London] 163. 362. 5/3. 1949. Giza, Fouad Univ., Faculty of Agricult.) 273.6300

**R. Riemschneider, Kontaktinsekticide auf Halogenkohlenwasserstoffbasis.** II. Mitt. (I. vgl. C. 1947. 1403) Zur Herst. von Dichlordiphenyltrichlormethylmethan (I) dienen der Schwefelsäure-Oleum- u. der neuere Chlorsulfonsäureprozeß. Während beim ersten Chloral bzw. Chloralalkohol u. Chlorbenzol in Ggw. von überschüssiger  $H_2SO_4$  (II) kondensiert werden, setzt man beim letzteren Chloralhydrat u. Chlorbenzol mit der berechneten Menge II um. Zur Aufarbeitung kommen 3 Methoden in Frage: Direkte Filtration des Reaktionsgemisches, Filtration des Reaktionsgemisches nach Wasserbehandlung, Extrahieren des Reaktionsgemisches mit organ. Lösungsmitteln. Die Zus. des techn. DDT ist auf direktem u. indirektem Wege ermittelt worden (15 Nebenprodukte). Das  $\gamma$ -Isomere des 1.2.3.4.5.6-Hexachlorcyclohexans (*Gammexan*) (III) ist das wirksame Prinzip einer großen Anzahl von insektiziden Mitteln (666-Präpp., HCH-Präpp. [Bucolin, Doragyl, Védénite], Hexa 941, Lexon 50, Nexen, Nexit, Viton, HCC u. a.). Bisher sind 5 isomere 1.2.3.4.5.6-Hexachlorcyclohexane isoliert worden ( $\alpha, \beta, \gamma, \delta, \epsilon$ ). Die Anwendung von HCH-Präpp. ist mit Einschränkungen verbunden, da das bei der Chlorierung im Bzl. anfallende Rohprod. einen penetranten Modergeruch besitzt. Desodorierung läßt sich durch Behandlung der Lsg. des Rohprod. in organ. Lösungsmitteln mit absorbierten Stoffen erreichen. Oktachlor-endomethylen-tetrahydrohydrinden (M410-Wirkstoff) (IV) ist ein neuer Verbindungstyp der Halogen-KW-stoffklasse (vgl. C. 1948. II. 344). IV gehört wie I zu den langsam wirkenden, III u. DFDT zu den rasch wirkenden Insektiziden. I besitzt eine größere Dauerwrkg. als IV u. III u. vor allem DFDT. Sämtliche genannten Kontakt-Insekticide der Halogen-KW-stoffklasse spalten bei Einw. von Alkali Halogenwasserstoff ab, wobei wenig bzw. unwirksame Verbb. entstehen. (Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 87. 132—34. Mai 1948. Berlin, Univ., Physiol.-Chem. Inst.)

246.6312

**George John Bouyoucos, Elektrisches Nylon-Widerstandsgerät zur kontinuierlichen Messung der Bodenfeuchtigkeit im Freien.** Das Gerät arbeitet nach dem gleichen Prinzip wie der Gipsblock. Die perforierten Ni- oder Monel-Elektroden sind durch Nylon-Wicklungen getrennt u. im Ni-Gefäß eingeschlossen. Messung der Bodenfeuchtigkeit von Sättigung bis fast Lufttrockenheit (Abb.). Meßgenauigkeit auch bei hohen Wassergehalten. Sättigungspunkt liegt bei ca. 150, Feldkapazität bei 2500, u. Welk-% bei 30000 Ohm. (Soil Sci. 67. 319—30. April 1949. Michigan Agric. Expt. Sta.)

253.6324

**Imperial Chemical Industries Ltd. und Ronald Mead Pearson, England, Herstellung von granulierten, langsam wirkenden Phosphatdüngemitteln.** Man behandelt Ca-Phosphatmaterial mit einer lösl. Ca-Phosphate ergebenden Substanz, granuliert das Prod. gegebenenfalls unter Wasserzusatz, u. erhitzt es solange auf 200—600°, bis eine M. entsteht, in der das  $P_2O_5$  nur langsam zugänglich wird u. die im Augenblick ihrer Ausstreuung auf den Boden nur eine geringe Löslichkeit in W. u. Citronensäure hat. Als Aufschlußmittel verwendet man  $H_2SO_4$  oder  $H_3PO_4$  usw. in geringem Überschuß über die für die Umwandlung von  $Ca_3(PO_4)_2$  in  $CaHPO_4$  theoret. erforderliche Menge. Eine bes. gute Entfluorierung wird durch gleichmäßige Verteilung der Säure durch die ganze M. erzielt. Weitere Säure kann für die Umsetzung der im Rohmaterial vorhandenen Verunreinigungen zugefügt werden; der Überschuß läßt sich mit Kalk u. dgl. neutralisieren. — Beispiel. (F. P. 930 212 vom 4/7. 1946, ausg. 20/1. 1948. E. Prior. 4/7. 1945.)

832.6283

A. Jacob, Der Boden. Kurzes Lehrbuch der Bodenkunde. 2. Aufl. Berlin: Akademie-Verl. 1949. (241 S. m. 1 Bl. Abb.) 8° DM 6,50.

F. Schwerdtfeger, Kampf dem Kiefernspinner. Einf. in die Lebensweise u. Bekämpfung des Kiefernspinners (*Dendrolimus pini* L.). Radebeul u. Berlin: Neumann. 1949. (40 S.) 8° DM 1,60.

## VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

**Ernst Meier-Cortés, Carburierungsversuche mit Steinkohlenstaub im Koksofengas-beheizten Siemens-Martin-Ofen.** Die Carburierungsanlage einschließlich der Kohlenstaubmühle im Siemens-Martin-Werk werden beschrieben. Die bisherigen Verss. haben gezeigt, daß es möglich ist, an Stelle von Braunkohlenstaub bei entsprechender Auswahl der Kohle Steinkohlenstaub als Carburierungsmittel zu verwenden. Bei Kohlenstaubzusätzen von durchschnittlich 12 kg/t Rohstahl ergeben sich weder metallurg. Schwierigkeiten noch besteht Gefahr für die Gitterung der Ofenkammern. (Stahl u. Eisen 69. 476—86. 7/7. 1949. Peine.)

112.6370

**E. Rogers, Überwachungseinrichtungen für den Siemens-Martin-Ofen.** (J. Iron Steel Inst. 160. 57—72. Sept. 1948. Res. Association, Steelmaking Div.)

112.6370

**Ernst Karwat, Planung großtechnischer Sauerstoffanlagen.** Nach Erörterung der für chem. Zwecke u. für Brenngase erforderlichen Reinheit des  $O_2$  werden Anhaltswahlen

des  $O_2$ -Bedarfs für die Anreicherung des Windes von Hoch- u. Niederschachtöfen, Thoma-maskenverttern u. Siemens-Martin-Öfen mitgeteilt. Die Grundlagen für die Errichtung u. den Betrieb einer  $O_2$ -Anlage werden besprochen. In der Diskussion werden von A. MUND Ausführungen gemacht über die Verwendung von  $O_2$  in amerikan., kanad. u. engl. Stahlwerken. (Stahl u. Eisen 68. 453—65. 2/12. 1948. Pullach b. München.) 112.6372

**W. C. Wick, Verbesserung des Kupolofenbetriebs durch Sauerstoffzusatz.** Bei einem  $O_2$ -Zusatz von 10% zu der üblichen Windmenge stieg bei einem Kokssatz von 12,5% die Schmelzleistung um 20%. Die Temp. des Rinneneisens lag  $40^\circ$  höher, die höheren Temp. im Ofen ergaben heißere Schlacke, u. Hängen des Ofens wurde vermieden. Durch Änderung von Windmenge u.  $O_2$ -Geh. kann bei bestimmtem Kokssatz Schmelzleistung u. Eisentemp. nach Bedarf eingestellt werden. Schmelzföhrung u. Temp. des Rinneneisens liegen gleich, wenn man mit 20% Kokssatz schm. oder dem Wind 8—9%  $O_2$  zusetzt, dafür jedoch den Kokssatz auf 8,5% herabsetzt. Schmelzleistung u. Temp. des Rinneneisens liegen höher, wenn  $O_2$  zur vollen Windmenge u. nicht zu einer entsprechend red. Menge zugesetzt wird. Intermittierender Zusatz gibt sofort heißeres Eisen. Stockungen im Ofengang können durch Zusatz von Flaschen- $O_2$  behoben werden. Vgl. des Verbrauchs an Flickmaterial zeigt, daß  $O_2$ -Zusatz nicht mit erhöhtem Futterschleiß parallel geht. Der Si-Abbrand liegt nicht bei den sonst üblichen 10%, sondern es ist eher ein Zubrand festzustellen. Bei zu hohem  $O_2$ -Zusatz brannte ab 13,8% das Koksbedt schneller ab, als der Schmelzvorgang ablaufen konnte. (Amer. Foundryman 13. Nr. 5. 64—74. Mai 1948. Chicago, Armour Res. Foundation.) 466.6402

**Gabriel Joly, Eigenschaften und Herstellung von hochwertigem Gußeisen.** Vf. behandelt Grundmasse u. verschied. Arten der Graphitausbildg.; perlit. Grundmasse u. feinlamellar Graphit vom Typ A gibt bei Föhlen von Phosphideutektikum die besten Eigenschaften. Einfl. von C, Si, P,  $O_2$  u.  $H_2$  bei unlegiertem, Ni, Cr, Mo, Ti, u. V bei legiertem Gußeisen wird kurz erwähnt. Für Mo-, Ni-Mo-, Ni-Cr- u. Ni-Cr-Mo-legiertes Gußeisen werden die Gehh. an Legierungselementen sowie C u. Si für verschied. Wandstärken (5—50 mm) angegeben, auf die ausgezeichneten Eigv. von sphärolith. Gußeisen wird hingewiesen: 55—70 kg/mm<sup>2</sup> Zugfestigkeit, 5—10% Dehnung, bei  $900^\circ$  geglüht 10—20% Dehnung. Beim Schmelzen im Kupolofen soll Roheisen mit feiner Graphitausbildg. ohne Graphitester, jedoch nicht mehr als 30% der Gattierung gesetzt werden; weißes, niedrigsilicierteres Roheisen kann auch benutzt werden, wenn nicht das weiße Bruchgefüge auf unbekannte Anteile an Legierungselementen bzw. hohen S- bei niedrigem Mn-Geh. oder übermäßige Oxydation des Eisens zurückzuführen ist. Eine typ. Gattierung besteht aus 25(%) Stahlschrott, 25 Hämatit, 25 hochwertigem, niedriggekohltem Bruch, 25 Eigenbruch u. Trichter. Schmelzföhrung, Einstellen von Koksbedthöhe, Satzkokanteil u. Windmenge werden eingehend behandelt u. die Nachteile falscher Abstimmung von Windmenge u. Satzkoks beschrieben. Bei mit 0—0,5% Fe-Si bzw. Ca-Si geimpftem Gußeisen liegt die Festigkeit für 2,8—3% C bei 40—45 kg/mm<sup>2</sup>, für 3,1—3,3% C bei 35—40 kg/mm<sup>2</sup>. Wandstärkenangabe fehlt. Schrifttum. Diskussionsbeitrag von R. CHAVY: Schwierigkeiten bei der Ni-Mg-Behandlung von Schmelzen zeigten sich darin, daß die Zugfestigkeit nicht höher lag als bei hochwertigem Gußeisen mit üblichen Pfannenzusätzen. Die Entw. wird hinauslaufen auf 1) hochfestes Gußeisen, mit Spezialelementen legiert, in der Pfanne geimpft u. nicht im Kupolofen erschmolzen. 2) Gußeisen mit gewisser Dehnung, sei es im Gußzustand oder warm behandelt. Der Hinweis, daß Stähle mit 0,8—0,9% C im Gußzustand kaum Dehnungen zeigen, läßt die Dehnungen sphärolith. Gußeisensorten im Gußzustand mit 2—4% hoch erscheinen. (Fonderie 1949. 1649—63. Juli.) 466.6404

**E. Kurzinsky, Das Entgasen von Nichteisenmetallen.** Durch Gase verursachte Schäden, Möglichkeiten der Gasaufnahme u. Entgasung werden behandelt. Im einzelnen werden zur Verminderung der Gasporosität besprochen: Erstarrenlassen der Schmelze u. erneutes kurzes Hochheizen auf Gießtemp., Wrkg. fester u. fl. Reinigungsmittel, Einfl. von Legierungselementen, Vakuumschmelzen, gasförmige Reinigungsmittel. Für Al u. Al-Legierungen wird die Wrkg. gasförmiger Reinigungsmittel untersucht. Trockener  $N_2$  wird aus der Druckflasche durch ein Graphitrohr mit porösem Kopf in die Schmelze eingeleitet. Bei abgestellter Feuerung wird bereits kurz unterhalb des F. das Ansteigen auf Schmelztemp. abgewartet. Für einen 75 kg-Tiegel werden ca. 10 Liter pro Min. eingefleitet. Die D. stieg z. B. von 2,75 auf 2,85, die Zugfestigkeit um 15%. Im allg. wird für Mg-haltige Legierungen kein  $N_2$ , sondern  $Cl_2$  verwendet. Ein Vgl. von  $Cl_2$  u.  $N_2$  stellt heraus, daß bei  $Cl_2$  Vorsichtsmaßnahmen erforderlich sind u. das Korn vergrößert wird. was für  $N_2$  nicht zutrifft. Kornfeinende Elemente, z. B. B, Ti, u. Zr, heben diese Wrkg. des  $Cl_2$  auf.  $Cl_2$  treibt auf mechan. u. chem. Wege Verunreinigungen aus,  $N_2$  nur mechan., daher wird  $N_2$  mit Flußmitteln kombiniert.  $N_2$  bildet Nitride, die jedoch nicht eingele-

geschlossen werden, sondern aufsteigen.  $\text{Cl}_2$ -Verbb. sind flüchtig.  $\text{Cl}_2$  entfernt Na u. Ca,  $\text{N}_2$  kann dies nur in Verb. mit einem Flußmittel. Als Flußmittel ist z. B. Na-Silicofluorid genannt. Das Pulver bleibt auf der Oberfläche. Bei guter Überwachung des Prozesses kann man auch ohne Flußmittel mit  $\text{N}_2$  entgasen. Es wird ein Verf. erwähnt, wobei durch einen Trichter Na-Silicofluoridstaub in  $\text{N}_2$  eingeführt wird, der dann in üblicher Weise eingeblasen wird. (Foundry 76. 72—73. 142—54. Dez. 1948.) 466.6420

Erich Gebhardt, *Gleichgewichtsuntersuchungen in den Systemen Zink-Aluminium und Zink-Aluminium-Kupfer*. Zur Gewinnung genauer Angaben hinsichtlich Temp. u. Konz. bei bekanntem grundsätzlichem Verlauf der Schmelzgleichgewichte im Dreistoffsystem. Zn-Al-Cu werden die Schmelzgleichgewichte auf Temperatur-Konzentrations-Schnitten mit jeweils gleichbleibenden Cu-Gehh. von 1,2 u. 3% untersucht. Das Cu-arme Konzentrationsgebiet wird bevorzugt, da genaue Angaben über diese Gleichgewichte für die Wärmebehandlung in diesem Bereich liegender techn. brauchbarer, aushärtungsfähiger Legierungen erforderlich sind. Die Liquidus-Tempp. wurden auf dem Wege therm. Analyse, die Solidus-Tempp. mkr. an homogenisierten Proben mit Hilfe des Schmelztröpfchenverf. ermittelt. Die Schmelzgleichgewichte des bin. Syst. Zn-Al werden ebenfalls untersucht. Dicht gelegte tern. Schnitte vermitteln eine genaue Vorstellung der Gestalt der Liquidus- u. Solidusfläche des untersuchten Konzentrationsbereiches. Im Temperatur-Konzentrations-Schnitt bei 3% Cu wurde neben Schmelzgleichgewichten auch der Verlauf von Phasengrenzen des festen Zustandes ausgearbeitet. Im Konzentrationsbereich einer stark temperaturabhängigen Löslichkeitskurve der homogenen Al-Mischkristalle wurden verschiedenartige Wärmebehandlungen zur Unters. der Möglichkeit einer Aushärtung durchgeführt. Es wurden dabei nur geringe Härtesteigerungen erzielt. (Z. Metallkunde 40. 136—40. April 1949. Stuttgart, Max-Planck-Inst. f. Met.-Forschung.) 517.6426

M. M. Hallet, *Korrosionsbeständige Gusslegierungen*. Die von der amerikan. HAYNES STELLITE CO. entwickelten, *Hastelloy A, B, C, D* genannten Legierungen wurden von einer engl. Firma unter dem Namen *Corrosist B, C, D* weiterentwickelt. *Hastelloy* umfaßt eine Ni-Mo-Reihe, teils mit Cr-Zusatz, u. eine Ni-Si-Reihe, wovon Ni mit 30% Mo für HCl jeder Konz. u. Temp. sowie für  $\text{H}_2\text{SO}_4$  geeignet ist, ausgenommen konz., kochende  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , für die Ni mit 10% Si verwendet wird. Eine allg. verwendbare Legierung besteht aus Ni mit 18 Mo u. 15% Cr, welche gegen verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  u. HCl in einem großen Temperaturbereich beständig ist, außerdem aber guten Widerstand gegen  $\text{HNO}_3$  u. korrodierende Metallsalze mit hoher Konz. von Cl-Ionen leistet. Die mechan. Eigg. der Ni-Mo-Legierung sind gut; sie ist ohne allzu große Schwierigkeit zu bearbeiten. Die Ni-Si-Legierungen sind spröde u. gelten als unbearbeitbar, haben jedoch bessere Festigkeitseigg. als Fe mit 14% Si. Es wird zum Vgl. eine Legierung *Corrosist D* des Ni-Si-Typs ohne Angabe der Analyse genannt, die für kochende konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  verwendet wird. Die Legierung konnte durch Drehen bearbeitet werden. *Corrosist B u. C* sind vom Ni-Mo-Typ. *Corrosist* wird im Hochfrequenzofen erschmolzen. (Foundry Trade J. 86. 29—31. 13/1. 1949. Sheepbridge Stokes Centrifugal Casting Co. Ltd.) 466.6434

Raymond de Fleury, *Beitrag zur Frage harter Stellen in Leichtmetalllegierungen*. Das Einbringen von Sb aus Lagermetallen, aus Sb-haltigem Cu usw. hat, wie Verss. zeigten, die Bldg. harter Stellen in Al-Legierungen zur Folge. Dies ist auf das Auftreten der Verb. AlSb (F. = 1060°) zurückzuführen. (Fonderie 1949. 1702. Aug.) 466.6442

A. Schofield und L. M. Wyatt, *Material für Leichtmetallkolben*. Es werden behandelt die chem. Zus., die Herst., Wärmebehandlung, das Gefüge, die mechan. u. physikal. Eigg. verschied. Leichtmetalle für die Herst. von Kolben für Verbrennungskraftmaschinen. Keine Legierung wird allen Ansprüchen für diesen Verwendungszweck gerecht. (Metallurgie [Manchester] 37. 187—94. Febr. 1948.) 501.6442

—, *Die Produktion von Titanmetall in Amerika*. Ti, bisher industriell nicht hergestellt, da kein techn. anwendbares Verf. bekannt war, wird mit 45 kg/Tag von der DU PONT CO., Wilmington, Del., in Form von Schwammmetall produziert. Reinheitsgrad 95,5%. Ti mit Festigkeiten von hochlegierten, rostfreien Stählen, jedoch etwa halber D., ausgezeichnetem Korrosionsverh., analog rostfreiem Stahl, wird für entsprechende Verwendung untersucht. (Amer. Foundryman 14. Nr. 5. 47. Nov. 1948.) 466.6448

L. G. Carpenter und F. R. Reavell, *Einige Untersuchungen über die Reaktion von Titan mit Sauerstoff und Stickstoff*. Es werden Verss. beschrieben, die den Einfl. von  $\text{O}_2$  u.  $\text{N}_2$  bei 700 u. 1000° auf Ti feststellen sollten. Der Oxydüberzug bei 700° war außerordentlich dünn, bei 1000° blätterte er leicht ab. Die Behandlung mit  $\text{N}_2$  hatte nur eine sehr geringe Veränderung der Oberfläche zur Folge. Wurde die Oberfläche des Ti bearbeitet, so war der Einfl. des  $\text{O}_2$  gegenüber dem gesinterten Zustand wesentlich größer.

(Metallurgia [Manchester] 39. 63—65. Dez. 1948. Farnborough, Hants, Royal Aircraft Establishment.) 501.6448

C. A. H. Jahn, *Die Metalle der Platingruppe*. Es werden Angaben über die Gewinnung u. Eig. der Metalle Pt, Ir, Os, Rh, Ru u. Pd gemacht. Ihre bes. Eig. lassen sie als Edelmetalle erscheinen. (Metallurgia [Manchester] 37. 307—10. April 1948.) 501.6466

Hans Wiemer und Wilhelm Anton Fischer, *Sinterkörper aus Eisen und Kohlenstoff*. Für eine Reihe von Sinterwerkstoffen aus Fe u. C wird die Abhängigkeit der physikal. u. mechan. Eig. von der Sinter-temp., der Sinterzeit, der Sinteratmosphäre, der Eigenart der Fe-Pulver u. der C-Zusätze an Laboratoriumsvers. mit Proportional-FlachzerreiBstäben ermittelt. Die je nach den Sinterbedingungen verschiedenartigen Gefügeausbildungen werden beschrieben. Durch Sintern im Vakuum ist es möglich, Sinterkörper ferrit.-graphit., ferrit.-graphit.-perlit. u. perlit. Gefügeaufbaues herzustellen. Die erreichten Festigkeiten liegen je nach Höhe u. Art des C-Geh. der Sinter-temp. u. je nach Sinterzeit zwischen 1—2 u. 50—60 kg/mm<sup>2</sup>. Die Sinteratmosphäre übt keinen merklichen Einfl. auf die mechan. Eig. aus, dagegen sind die Reduktionspulver, bes. beim Sintern ferrit.-graphit. Sinterkörper, den Kompaktpulvern hinsichtlich der erreichbaren mechan. Eig. überlegen. Die Beziehungen zwischen Zugfestigkeit, Härte u. Dehnung zum C-Geh. in den Grenzen von 0,3—1% C werden schaubildlich dargestellt. Vergütungsvers. mit C-haltigen Sinterproben ergaben Festigkeiten von über 100 kg/mm<sup>2</sup>; diese Proben sind jedoch sehr spröde. Bezogen auf die gleiche Festigkeit bewirkt eine Vergütungsbehandlung keine weitere Verbesserung der mechan. Eig. gesinterter Fe-C-Preßlinge. (Arch. Eisenhüttenwes. 19. 125—35. 1948. KWI für Eisenforschung.) 112.6474

Karl Daeves, *Großzahlforschung und Häufigkeits-Analyse*. Übersicht über die Entw. der Großzahl-Methodik. Schriftumsangaben. (Z. Ver. dtsh. Ing. 91. 65—70. 1/2. 1949. Düsseldorf.) 112.6480

H. Wahl, *Praktische Verschleißprüfung*. Eingehender Vgl. von Betriebsversuch mit dem Modellvers., Besprechung des Einfl. von Prüfmaschine u. einzelner Versuchsbedingungen, Schwierigkeiten der Reproduzierbarkeit, der Differenzierung u. der Betriebs-treue von Modellversuchen. (Arch. Metallkunde 3. 121—28. April 1940. [MPA-Stuttgart].) 305.6480

D. J. McAdam, G. W. Geil und Frances Jane Cromwell, *Fließen, Bruch und Zähigkeit von Metallen*. Ausgeführt wurden Zugvers. an Cu, Monel-Metall u. unlegierten weichen Stählen mit 0,02 u. 0,12% C im kaltgezogenen u. vergüteten Zustand über das Fließen von ungebogenen u. mit Kerbwinkeln von 50—165° gekerbten Proben. Hierbei wurde der Einfl. des Spannungssyst. u. der Gesamtverformung auf die Bruchspannung ermittelt. Der Einfl. einer bildsamen Verformung auf die Bruchspannung kann durch eine Kurve dargestellt werden, welche ansteigt u. die Fließspannungskurve mit einem kleinen Winkel kreuzt. Die Bruchspannungskurve ist die Resultante der beiden Wrkgg. einer bildsamen Verformung, nämlich der verfestigenden Wrkg. u. einer schädlichen Wrkg., die durch die Art des Bruches bedingt ist. Bei Anstieg der Kurve zwischen Streckung u. Bruch ist die verfestigende Wrkg. vorherrschend u. kann durch eine Kurve ungefähr parallel zu der Fließspannungskurve dargestellt werden. Die schädliche Wrkg. wird durch die Konvergenz der Bruchspannungskurve zu der Fließspannungskurve dargestellt. Schriftumsangaben. (Metals Technol. 15. Nr. 1. Amer. Inst. min. metallurg. Engr., techn. Publ. Nr. 2296. 1—30. Jan. 1948. Washington, D. C., National Bureau of Standards.) 310.6480

Marguerite M. Rogers, *Alterungseffekt bei der Beanspruchung von weichem Stahl durch Biegung*. Es wurden Proben von weichem Stahl bei 120° F (50° C) zerbrochen, wobei verschied. lange Zeiten zwischen dem Bruchbeginn u. den folgenden Stufen des Bruches gefunden wurden (Zeitintervalle von 10 Min. bis zu 3 Tagen). Die Arbeit, welche für die Probe in der duktilen Phase, als Funktion von der Kerbtiefe, erforderlich war, nahm sehr stark ab bei wachsender Alterungszeit, obwohl der Torsionswert bei Vertiefung der Kerbe in gewöhnlicher Weise zunahm. Voraussichtlich wird die Grenze für die Alterungshärtung der Dauerbruch sein, der keiner Absorption von Energie entspricht, aber dies würde sehr langes Altern erfordern. (Physic. Rev. [2] 74. 122. 1/7. 1948. Univ. of North Carolina.) 417.6480

M. W. Jakutowitsch und F. P. Rybalko, *Die Plastizität von Stahl bei der Deformation durch Zug und Torsion*. Die Scherfestigkeit ist bei den beiden untersuchten Stahlorten E 10 (0,4% C, 0,3% Si, 1,4% Cr, 2,87% Ni) u. Chromansil bei Zugbeanspruchung größer als bei Torsionsbeanspruchung (bei Anlaßtemp. unterhalb 350° etwa um das 2—4fache). (Vgl. Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 60. [1948.] 227) (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 61. 279—80. 11/7. 1948. Sverdlowsk, Inst. für Metallphysik der Ural-Zweigstelle der Akad. der Wiss. der UdSSR.) 421.6480

—, *Neues Instrument zur Prüfung von Metalloberflächen*. Von der GENERAL ELECTRIC CO. ist ein Strahlenbeugungsinstrument entwickelt worden, dessen Elektronen nicht tiefer als  $\frac{1}{10}$  millionstel mm eindringen. Dadurch kann die Struktur der Moll. u. Korrosion der Metalloberflächen festgestellt werden. Die von einem glühenden W-Draht ausgesendeten Elektronenstrahlen dringen durch die dünne Metallschicht u. erzeugen ein Bild auf einem Fluoreszenzschirm oder einem lichtempfindlichen Film. Das Bild besteht aus einer Anzahl konzentrischer Kreise, die je nach der Art der Krystallstruktur untereinander verschieden sind. (Metalloberfläche 3, 87. April 1949.) 382.6482

W. Betteridge und R. S. Sharpe, *Untersuchung von Seigerungen und Einschlüssen im Stahl durch Mikro-Radiographie*. Diskussion zu der C. 1949. II. 583 referierten Arbeit. (J. Iron Steel Inst. 160, 29—36. Sept. 1948.) 112.6484

J. G. Wistreich, *Drahtziehen mit Rückzug*. Krit. Rückblick über das Schrittm. (J. Iron Steel Inst. 157, 417—28. Nov. 1947.; Wire. Ind. 15, 177—80. März 253 bis 255. April 1948. British Iron and Steel Res. Association.) 112.6490

M. E. Holmberg, *Die Schweißung hochhitzebeständiger Stähle*. Die bes. Bedingungen, die Öle u. Gase bei den hohen Temp. der Ölindustrie verursachen, werden beschrieben, die auftretenden Schäden durch Schweißrisse, Spannungskorrosion, Aufkohlung usw. u. ihre Abhilfe durch geeignete Werkstoffwahl u. Schweißung an Beispielen erläutert. (Weld. J. 28, 141—48. Febr. 1949. Bartlesville, Okla., Phillips Petroleum Co.) 393.6506

P.-A. Jacquet, *Die Struktur elektrolytisch polierter Oberflächen*. Bei Elektronenbrechungsunterss. sind infolge einer chem. Veränderung der elektrolyt. polierten Oberfläche, bes. bei Cu, Angaben über Probenreinheit, Arbeitsweise des elektrolyt. Polierens, Zeit zwischen Ende des elektrolyt. Polierens u. weiteren Probenunterss. u. vgl. chem. angegriffener Oberflächen nach elektrolyt. Polieren zum Erhalten einwandfreier vergleichbarer Ergebnisse notwendig. (Métaux et Corros. 23, (24.) 12—13. Jan. 1948. Laboratoire de Physique des Métaux de S.T.C.A.N.) 479.6514

J. G. M. Bremner, *Nickelneiderschläge durch chemische Reduktion*. Bericht über das von A. BRENNER u. G. E. RIDDELL (vgl. C. 1948. I. 506 u. 1948. II. 249) entwickelte Verfahren. (Nature [London] 162, 183—84. 31/7. 1948. Billingham, Imperial Chemical Industries, Ltd.) 118.6520

Robert M. Gibson, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Windfrischverfahren*. In eine mit Roheisen gefüllte Pfanne wird von oben eine Röhre eingelassen, die mit der Gebläsewindleitung verbunden ist. Der O<sub>2</sub> der Luft verbindet sich zunächst mit dem Si u. dann mit dem Mn u. C des Bades unter Bldg. einer SiO<sub>2</sub>-haltigen Schlacke, die bei weiterem Senken der Röhre aus der Pfanne überläuft. Ist das Frischen genügend weit fortgeschritten, so wird unter Zuführung von Dolomit oder Kalk die Röhre aus dem Bad zurückgezogen. Auf dem gefrischten Metallbad sammelt sich die P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-haltige Schlacke. Die dem Angriff des fl. Metalls ausgesetzte Röhre für die Zuführung des Gebläsewinds besteht aus einer Anzahl übereinander angeordneter Ringe, die aus feuerfesten Steinsegmenten zusammengesetzt sind. — Zeichnungen. (A. P. 2 472 416 vom 28/8. 1944, ausg. 7/6. 1949.) 802.6409

Chapman Valve Manufacturing Co., übert. von: Vincent T. Malcolm, Indian Orchard, Mass., V. St. A. *Herstellung von niedriggekohten rostsicheren austenitischen Stählen*. In einem bas. Lichtbogenofen werden vorzugsweise 1300 lbs. Schrott mit 0,07% C, höchstens 10 Ni, 22 Cr, 2 Si, 1 Mn, 0,05 P u. S u. 1600 lbs. Schrott mit nicht mehr als 0,1 C sowie 250 (lbs.) Mn-Erz u. 270 Ni u. 150 Kalk als Schlackenbildner unter oxydierenden Bedingungen niedergeschmolzen. Nach Entfernung der Schlacke wird auf das fl. Metall Kalk aufgebracht u. ca. 850 lbs. Ferrochrom mit < 0,1 C zugesetzt. Als Flußmittel wird Flußspat beigefügt. Die Temp. wird auf ca. 2800° F (1540° C) erhöht u. Ferrosilicium zugesetzt. Der erforderliche Mn-Geh. wird durch niedriggekohtes Ferromangan erreicht. Zur Desoxydation in der Gießpfanne werden etwa 4 lbs. Calciumsilicid benötigt. Die Dauer der Charge beträgt etwa 2 Stunden. Der fertige Stahl enthält: 0,05 C, 0,7 Mn, 1,4 Si, 0,02 P, 0,007 S, 1,8 Ni, 21,6 Cr u. Rest Fe. (A. P. 2 465 383 vom 23/12. 1946, ausg. 29/8. 1949.) 802.6411

National Smelting Co. Ltd., London, übert. von: Stanley Robson, Clifton, Bristol, und Leslie Jack Derham, Severn Beach, England, *Gewinnung von Zink aus Erzen durch Schmelzen im Schachtoven*. Die heißen, den Ofen verlassenden Gase, die aus einer Mischung aus Zn-Dampf, N<sub>2</sub>, CO u. CO<sub>2</sub> bestehen (Beispiel: 5% Zn, 63 N<sub>2</sub>, 27 CO, 5 CO<sub>2</sub>) werden in einem Kondensationsraum mittels fl. Pb auf eine 500° nicht übersteigende Temp. abgeschreckt, bei der eine Reoxydation des Zn durch den CO<sub>2</sub>-Geh. der Gas-mischung nicht mehr zu befürchten ist. Das Zn wird von dem überhitzten Pb aufgenommen

(Zn-Geh. ca. 1,5%) u. aus ihm durch Abkühlen auf ca. 340° abgeschieden (Zn-Geh. des abgekühlten Pb ca. 1%). Zweckmäßig arbeitet man in einem senkrechten zylindr. Gefäß mit Bodenkühlung. Das ausgeschiedene Zn steigt an die Oberfläche, wo es wieder schm. u. entfernt wird. Zum Abschrecken der Gase u. zur Aufnahme des Zn kann man die Zn-Dampfhaltigen Gase in einem Koksbedt dem fl. Pb entgegenführen oder sie unmittelbar in eine Pb-Schmelze einleiten. Man kann sie aber auch in eine Kammer einführen, die durch ein schnell umlaufendes Schaufelrad mit einem Sprühregen von fl. Pb erfüllt ist. — Zeichnungen. (A. P. 2 464 262 vom 12/5. 1944, ausg. 15/3. 1949. E. Prior. 13/3. 1943.) 818.6427

**Soc. d'Electro-Chimie, d'Electro-Metallurgie et des Acieries Electriques d'Ugine**, Paris, übert. von: André Greffe, La Bathie, Frankreich. *Herstellung von eisenarmem Chrom oder Mangan* (mit < 1% Fe) aus oxyd. Erzen. Das geschmolzene Erz wird mit Ferrochrom bzw. Ferromangan versetzt, wobei ein Teil des Fe im Erz auf Kosten des Cr bzw. Mn in der Ferrolegierung red. wird. Die vom Metall getrennte Schlacke wird mit einem Teil des in der Endstufe des Verf. erhaltenen nahezu reinen Cr bzw. Mn behandelt. Der Fe-Geh. in der Schlacke wird dabei so weit gesenkt, daß man bei der Red. der Schlacke ein Metall mit < 1% Fe erhält. Beispiel: 250 kg Mn-Erz mit 66,4(%)  $Mn_3O_4$  u. 14  $Fe_2O_3$  wurden mit 210 kg Kalk u. 20 kg  $CaF_2$  geschmolzen u. die Schmelze mit 125 kg gemahlenem Ferromangan mit 91,5 Mn versetzt. Man erhielt 65 kg Ferromangan mit 51 Mn u. 485 kg Schlacke mit 50,94 MnO u. 1,96 FeO, die nach dem Schmelzen mit 120 kg Ferromangan mit 96,8 Mn eine neue Schlacke mit 54,3 MnO u. 0,77 FeO ergab. Aus dieser Schlacke erhielt man durch Red. ein Ferromangan mit nur 0,96 Fe. (A. P. 2 458 469 vom 4/7. 1945, ausg. 4/1. 1949. F. Prior. 13/12. 1943.) 818.6437

**Mathieson Chemical Corp.**, übert. von: Alfred C. Loonam, New York, N. Y., *Magnesiumlegierung* besteht aus 3,6—12(%) Li, < 0,1 Na u. Mg als Rest. Außerdem kann die Legierung 2—11 Zn, 1—18 Al sowie Cd u. Ag enthalten. In jedem Fall beträgt der Mg-Geh. > 70%. Durch die Verminderung des Na-Geh. werden die Dehnungseigg. der zum mindesten teilweise aus einem Bestandteil mit kub. raumzentriertem Gitter ( $\beta$ -Phase) bestehenden Legierung erheblich gesteigert, was tabellar. gezeigt wird. Die Geringhaltung des Na kann durch Verwendung Na-freier Legierungsbestandteile u. durch Behandlung mit geeigneten Flußmitteln erreicht werden. Es kommen bes. Mischungen aus LiCl u. LiF oder KF in Betracht, z. B. mit 75 LiCl u. 25 LiF. Während der Flußmittelbehandlung kann man ein Gas, wie  $N_2$  u.  $NH_3$ , durch die Schmelze blasen. (A. P. 2 453 444 vom 28/6. 1945, ausg. 9/11. 1948.) 818.6445

**General Electric Co.**, übert. von: Wasil W. Dyrkacz, Schenectady, N. Y., V. St. A., *Harlot* mit 86(%) Ag, 13 Cu, 1 P. Das Lot eignet sich bes. zur vakuumdichten Verb. von Teilen aus Cu mit solchen aus Fe-Ni-Legierungen mit ca. 30(%) Ni, 16 Co, Rest Fe. Die Legierungen mit einem F. zwischen 750 u. 900° sind sehr dünnfl. u. benetzen die zu lötenen Metallflächen leicht. Im Gegensatz zu den üblichen Ag-Loten neigen sie nicht zur Bldg. interkristalliner Risse. Sie sind zu dünnen Bändern u. Drähten walz- bzw. ziehbar u. lassen sich in  $H_2$  ohne Flußmittel u. an der Luft mit Flußmitteln verarbeiten. (A. P. 2 456 933 vom 25/11. 1943, ausg. 21/12. 1948.) 818.6461

**Commerce Pattern Foundry & Machine Co.**, Detroit, übert. von: Richard C. Upton, Mount Clemens, Mich., V. St. A., *Mit Wechselstrom betriebener elektrischer Salzbadglühofen*. Um eine elektrolyt. Korrosion der aus Eisen bestehenden, in die Ofenschale eingebauten Stromzuführungselektroden zu verhüten, werden die von der neutralen auf 700—1260° erhitzten Salzschmelze ( $BaCl_2$ ) aufgenommenen Metalloxyde (Fe-Oxyde) ständig reduziert. Zu diesem Zweck bringt man über jeder Elektrode in dem Schmelzbad einen Stab aus gepreßter Kohle an, an dem die Oxyde red. werden. Infolge der C-Aufnahme schm. das Metall u. tropft auf die Elektrode, wo es durch Umsetzung mit dem Oxydgeh. des Bades entkohlt wird u. wieder erstarrt. Die allmählich aufgezehrten Kohlestäbe werden wieder ergänzt. (A. P. 2 464 008 vom 10/10. 1945, ausg. 8/3. 1949.) 818.6493

\* **Canadian Westinghouse Co., Ltd.**, übert. von: Dennis R. Turner, *Elektrolytisches Polieren von Silber*. Versilberte Gegenstände werden in einen Elektrolyten gebracht, der im Liter 2—100 g Alkalicyanid u. 5—100 g eines anderen stark ionisierten, nicht sauer reagierenden Salzes enthält, z. B. in eine solche aus 32 g KCN u. 10 g  $NH_4Cl$  u. 5—30 Sek. lang mit einem Wechselstrom 60 Perioden u. einer Stärke von 800—5000 Amp. bei mindestens 100 Amp./sq.ft. (10,8 Amp./dm<sup>2</sup>) Stromdichte behandelt. (Can. P. 451 204, ausg. 14/9. 1948.) 805.6515

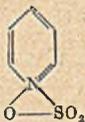
Bernhard Osann, Kurzgefäße Eisenhüttenkunde in leichtverständlicher Darstellung. Neu beart. von Bernhard Osann Jr. Hannover: Wiss. Verl.-Anst. 1949. (VIII + 231 S. m. 117 Bild.) 8° = Bücher der Techn. DM 8,50.

D. M. Tchishikow, Die Metallurgie der schweren Buntmetalle. Ausg. der Akad. der Wiss. der UdSSR. 1948. (1056 S.) Rbl. 74,— [in russ. Sprache].

## IX. Organische Industrie.

—, *Chemikalien und Wachs aus Sisal. Vielversprechender Bericht von Produktionsversuchen.* Aus den Blättern der Sisalpflanze (*Agave sisalana*) lassen sich mittels Kalt-Extraktion, in 3 aufeinanderfolgenden Stufen, 4 Hauptgruppen von Prodd. gewinnen: 1) Wss. Extrakt: Apfel-, Bernstein-, Citronensäure, Glucoside, Zucker u. Saponine. (Der Extrakt beträgt etwa 20% der Sisalabfälle). — 2) Chem. Extrakt (wahrscheinlich mit verd. Säure): Pektinstoffe (etwa 15%). — 3) Lösungsmittel-Extrakt: Wachs, Chlorophyll, Xanthophyll u. Carotine. Von Bedeutung erscheint das Sisal-Wachs (etwa 5–6%), F. 82°. — 4) Aus dem Rückstand (etwa 50% der Abfälle) können neben Essig-, Buttersäure, Zucker, Lignin u. plast. Massen noch Oxalsäure, Vanillin u. Phenole gewonnen werden. (Chem. Age 60, 7–8. 1/1. 1949.) 384.6600

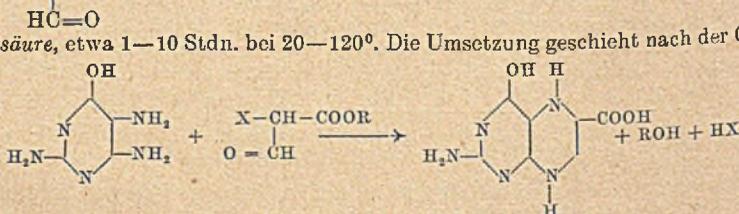
\* **Pyridium Corp., Sulfonieren heterocyclischer Verbindungen.** Pyridinsulfonsäure kann durch Umlagerung von **Pyridiniumsulfonsäure** (I) in Ggw. von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. Katalysatoren, wie Al-, Mg- oder Hg-Sulfat erhalten werden. I erhält man durch Einleiten von SO<sub>3</sub> in C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>N bis die theoret. Menge SO<sub>3</sub> absorbiert worden ist. 100 (Teile) I werden dann mit 10 konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> angefeuchtet u. mit 1,5 Hg versetzt, das Gemisch wird erhitzt bis das Hg gelöst ist, das Erhitzen 10 Stdn. bei 180–200° fortgesetzt u. nach dem Abkühlen auf 100° erst 5 W. u. dann 200 CH<sub>3</sub>OH zugegeben. Die Ausbeute an **3-Pyridinsulfonsäure** beträgt 40% der Theorie. Erhitzt man nicht 10, sondern 20 Stdn., so erhöht sich die Ausbeute auf 63%. Versetzt man 4 **3-Picolin** mit 3,7 65% ig. Oleum, so wird **3-Picoliniumsulfonsäure** (II), F. 136–140°, erhalten. Erhitzt man 160 II mit 19 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. 3 Hg 12 Stdn. bei 195–200°, so erhält man nach dem Umkrystallisieren in 21% ig. Ausbeute **3-Picolin-5-sulfonsäure**, F. 310–312°. (E. P. 602 882, ausg. 4/6. 1948.) 813.3324



**Allied Chemical & Dye Corp., New York, übert. von: Max B. Mueller, Demarest, N. J., V. St. A., Katalytische Oxydation von kondensierten heterocyclischen Stickstoffverbindungen,** wie **Chinolin**, **Isochinolin** oder **3-Picolin**, mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in Ggw. von geringen Mengen einer Selenverb. bei 295–315°. Geeignete Selenkatalysatoren sind z. B. Selen, Selenoxychlorid, Selenoxybromid, Selenulfosyd, Selenäure u. Salze davon, selenige Säure u. Salze davon, Selendioxyd. Die Oxydation geschieht in 95% ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. — Reines **Chinolin** liefert dabei **Nicotinsäure**, welche als Cu-Salz isoliert wird. — **3-Picolin** u. **2,3-Lutidin** werden ebenfalls zu **Nicotinsäure** oxydiert.; ebenso liefert **8-Oxychinolin** bei der Oxydation **Nicotinsäure**. — **2-Picolin** gibt **Picolinsäure**, **4-Picolin** gibt **Isonicotinsäure** u. **Isochinolin** die **Cinchomeronsäure**. (A. P. 2436660 vom 9/10. 1942, ausg. 24/2. 1948.) 808.3345

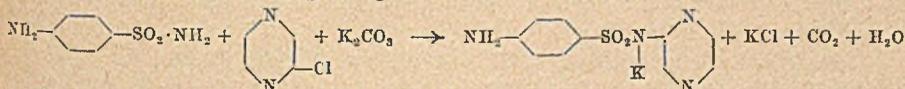
**General Aniline & Film Corp., New York, übert. von: Alfred Guenther, Riegelsville, Pa., und Jack F. Morgan, Phillipsburg, N. J., V. St. A., Herstellung von substituierten 4-Chinazolonen** aus einem Gemisch von N-Acyl-o-aminocarbonsäuren der arom. u. heterocycl. Reihe durch Erhitzen mit einem prim. Amin in Ggw. von PCl<sub>3</sub> oder POCl<sub>3</sub> u. eines inerten organ. Lösungsmittels. — 12,75 (Teile) **p-Chloranilin**, 17,9 **N-Acetylanthranilsäure** u. 160 Toluol werden langsam tropfenweise mit 4,6 PCl<sub>3</sub> in 20 Toluol verrührt. Die erhaltene weiße Suspension wird 1–2 Stdn. unter Rückfluß erhitzt u. danach wird nach Zusatz von 200 einer 10% ig. Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lsg. das Toluol mit Wasserdampf abdestilliert. Es scheidet sich ein weißes Prod. ab, welches abfiltriert, mit W. gewaschen u. getrocknet wird. Man erhält das **2-Methyl-3-p-chlorphenyl-4-chinazolon**. F. 157–158°. — Beim Ersatz der N-Acetylanthranilsäure durch **N-Acetyl-o-aminonaphthoesäure** erhält man **2-Methyl-3-p-chlorphenyl-6,7-benzochinazolon**. (A. P. 2439386 vom 7/4. 1945, ausg. 13/4. 1948.) 808.3509

**American Cyanamid Co., New York, übert. von: John H. Mowat und James H. Boothe, Pearl River, N. Y., V. St. A., Herstellung von 2-Amino-4-oxo-6-carboxypyrimido-[1,5-b]pyrazin** aus 2,4,5-Triamino-6-oxypyrimidin (I) durch Erhitzen mit einem Ester der allg. Formel X—CH—COOR, worin X = Halogen u. R = Alkylrest ist, z. B. mit 3-Oxo-2-chlorpropionsäure, etwa 1–10 Stdn. bei 20–120°. Die Umsetzung geschieht nach der Gleichung



— Ein Gemisch aus 28,4 (g) 3,3-Diäthoxy-2-brompropionsäureäthylester, 14,8 I u. 16,8 Ag<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> werden mit 444 cm<sup>3</sup> absol. A. in einer Stickstoffatmosphäre 5 Stdn. unter Rückfluß gekocht. Danach wird der A. unter Vakuum abdest. u. nach Zusatz von 740 cm<sup>3</sup> einer 4 n HCl 1 Std. unter Rückfluß gekocht, filtriert u. das W. im Vakuum abdestilliert. Der Rückstand wird mit 750 cm<sup>3</sup> heißem W. angerührt u. mit 25 g kryst. Jod etwa 30 bis 40 Min. lang bei 90° erhitzt. Dabei tritt teilweise Lsg. ein u. durch Zugabe von 5 n NaOH bis zu pH = 6 findet vollständige Lsg. statt. Danach wird durch Zugabe von 5 n HCl-Lsg. auf pH = 3—4 die Pyrazinverb. ausgeschieden, filtriert u. mit W. gewaschen. Man erhält dabei das 2-Amino-4-oxo-6-carboxypyrimido-[4,5-b]-pyrazin. Davon werden 400 mg in 200 cm<sup>3</sup> einer n/1 absol. alkoh. HCl durch Erwärmen gelöst u. filtriert. Beim Abkühlen u. mehrstündigen Stehen nach Zusatz von Saatkristallen kryst. das 2-Amino-4-oxo-6-carbomethoxypyrimido-[4,5-b]-pyrazin aus. (A. P. 2 436 074 vom 20/11. 1945, ausg. 17/2. 1948.) 808.3564

American Cyanamid Co., New York, übert. von: Elmore H. Northey, Bound Brook, und John S. Webb, Plainfield, N. J., V. St. A., Herstellung von 2-Sulfanilamidopyrazin aus einem Gemisch von Sulfanilamid, Chlorpyrazin u. Alkalicarbonat durch Erhitzen auf 125—175°. Die Umsetzung erfolgt nach dem Formelbild:



114 (Gewichtsteile) Chlorpyrazin, 344 Sulfanilamid u. 210 K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> werden unter Rückfluß bei 130° verrührt. Dabei wird N<sub>2</sub> oder ein anderes inertes Gas über die M. geleitet, um eine Oxydation des Sulfanilamids zu vermeiden. Die Temp. wird dabei 5 Stdn. auf 145—150° gesteigert. Danach wird die entstandene Paste auf 100° abgekühlt u. mit W. verdünnt. Das unveränderte Chlorpyrazin wird mit Wasserdampf abdest. u. wiedergewonnen. Die restliche M. wird durch Zusatz von Säure auf pH = 8,0—9,5 eingestellt u. auf 10° abgekühlt. Dabei kryst. das überschüssige Sulfanilamid aus u. wird abfiltriert. In dem Filtrat ist das leicht lösl. K-Salz des 2-Sulfanilamidpyrazins. Die Lsg. wird auf 75° erwärmt u. durch Zusatz von Mineralsäure auf pH = 5 gebracht. Dadurch wird das Sulfanilamidopyrazin gefällt. (A. P. 2 444 012 vom 16/5. 1944, ausg. 22/6. 1948.) 808.3564

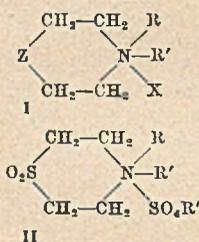
American Cyanamid Co., New York, übert. von: Harry Fred Pfann, Greenwich, und James Kenneth Dixon, Riverside, Conn., V. St. A., Herstellung von Piperazinverbindungen durch katalyt. Entaminierung von Alkylpolyaminen, bes. von Alkylendiaminen u. Dialkylentriaminen. Als Katalysatoren dienen z. B. die Oxyde von Al, Si, Th, Ti u. Zr oder Gemische davon. Reaktionstemp. 400—500°. — Diäthylentriamin wird bei 260 bis 300° verdampft u. die Dämpfe werden mit H<sub>2</sub> oder N<sub>2</sub> gemischt u. bei 440—460° über einen Katalysator aus akt. Tonerde geleitet. Das den Katalysatorraum verlassende Reaktions-Gemisch wird in einen Kondensator geleitet u. das Kondensat fraktioniert destilliert. Zunächst wird eine Rohfraktion vom Kp. 130—170° abgetrennt u. daraus eine Endfraktion vom Kp. 142—150° gewonnen. — Die erhaltenen Piperazine dienen als Zwischenprodd. bei der Herst. von Farbstoffen u. pharmazeut. Produkten. (A. P. 2454 404 vom 3/10. 1942, ausg. 23/11. 1948.) 808.3568

Dow Chemical Co., übert. von: Edgar C. Britton, Midland, Mich., und John E. Livak, Clemons, S. C., V. St. A., Herstellung von 3,6-Bis-(β-oxyläthyl)-2,5-diketopiperazin aus α-Amino-γ-butyrolacton-hydrobromid (I) durch Erhitzen mit einer K-Acetatlg. in einem nicht wss. Medium, z. B. in einer alkoh. Lsg. bei 50—150°. — α-Brom-γ-butyrolacton wird mit NH<sub>3</sub> übergeführt in I. Davon werden 23 g in eine Lsg. von 9,8 g K-Acetat u. 150 cm<sup>3</sup> absol. A. eingetragen u. 10 Min. auf 75° erwärmt. Nach dem Abkühlen auf 50° wird filtriert u. das Filtrat 4 Stdn. auf dem Dampfbade erhitzt. B im Abkühlen auf 10° kryst. das 3,6-Bis-(β-oxyläthyl)-2,5-diketopiperazin. F. 187—189°. (A. P. 2 436 739 vom 7/11. 1946, ausg. 24/2. 1948.) 808.3568

Burroughs Wellcome & Co., Inc., New York, übert. von: Richard Baltzly, New York, und Emil Lorz, Yonkers, N. Y., V. St. A., Herstellung von N-monosubstituierten und N,N'-unsymmetrisch-disubstituierten Piperazinen durch Umsetzung von Piperazin mit einem Säureanhydrid, -halogenid, -sulfohalogenid in Ggw. einer verd. wss. Lsg. von Alkohol, Dioxan, Aceton u. Eisessig. — 1/2 Mol. (43 g) wasserfreies Piperazin wird in 300 cm<sup>3</sup> Eisessig gelöst u. dann werden innerhalb 15 Min. 51 g (0,5 Mol.) Essigsäureanhydrid bei 48—54° zugegeben. Es wird 1/2 Stde. nachgerührt u. über Nacht stehen gelassen. Dann werden 50 cm<sup>3</sup> konz. HCl zugegeben u. die Lsg. im Vakuum eingedampft. Der zurückbleibende rotbraune Sirup wird mit 300 cm<sup>3</sup> heißem Bzl. extrahiert, wobei

das gebildete *Diacylpiperazin* aufgenommen wird. Der benzolunlös. Anteil wird mit absol. A. behandelt, wobei das Piperazindihydrochlorid zurückbleibt. Beim Verdünnen der alkoh. Lsg. mit Ae. u. beim Stehen kryst. das *Mono-N-acetylpiperazinhydrochlorid* aus. —  $\frac{1}{2}$  Mol. *Piperazinherahydrat* wird in 300 cm<sup>3</sup> Dioxan gelöst, worauf 0,5 Mol. *Benzoylchlorid* bei 40—50° eingerührt werden. Man rührt eine Stde. nach, macht mit HCl stark sauer u. dampft unter Vakuum ein. Der Rückstand wird mit heißem Bzn. extrahiert. Es bleibt salzsaures Piperazin (II) u. *Monobenzoylpiperazin* (I) zurück. Diese werden mit absol. A. extrahiert, wobei I aufgenommen wird u. II ungelöst bleibt. Die Verb. I wird aus der alkoh. Lsg. durch Zusatz von Ae. krystallisiert. — In gleicher Weise wird mit *Buttersäurechlorid* in wss. Acetonlsg. das *Monobutrylpiperazinhydrochlorid* gebildet. Mit *p-Toluolsulfonsäurechlorid* entsteht das *Mono-p-toluolsulfonylpiperazinhydrochlorid* u. mit *p-Acetamidobenzolsulfonylchlorid* das *Mono-N-p-acetamidobenzolsulfonylpiperazinhydrochlorid*. — Die unsymm. disubstituierten Piperazine werden aus den mono-substituierten Verb. durch Umsetzung mit einem Alkylhalogenid, einem Phenacylhalogenid oder einem substituierten Phenacylhalogenid, mit Nitroharstoff, einem Isocyanat, einem Salz der Thiocyanäure, Isothiocyanäure, einem Salz des S-alkyl-isothioharstoffes oder mit einem Mittel, welches einen Acyl- oder einen Sulfonylrest enthält, welcher verschied. ist von dem Rest der monosubstituierten Verbindung. (A. P. 2436 685 vom 6/1. 1944, ausg. 24/2. 1948.) 808.3568

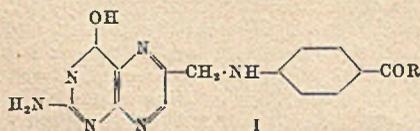
Joseph B. Niederl, Brooklyn, N. Y., und William F. Hart, Easton, Pa., V. St. A., Herstellung von *N-Alkylthiamorpholin* und *Derivaten* davon von der allg. Formel I, worin



Z = S, SO oder SO<sub>2</sub> ist. R ist ein Alkylrest mit 12—18 C-Atomen; R' ist ein Seitenalkylrest mit kurzer Kohlenstoffkette. X ist ein Anion. Solche Verb. ist z. B. die Verb. II. — In ein Gemisch von 76 g *Cetylamin*, 120 cm<sup>3</sup> absol. A. u. 34 wasserfreiem Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> werden 50 g *Di-(β-chloräthyl)-sulfid* (Senfgas) eingetragen u. 8 Stdn. unter Rückfluß gekocht. Die warme Lsg. wird filtriert, u. aus dem Filtrat wird der A. abdestilliert. Der Rückstand wird mit trockenem Äther aufgenommen u. mit trockenem HCl gesättigt. Das ausgeschiedene Hydrochlorid wird abfiltriert u. mit trockenem Ae. u. Aceton gewaschen. Mit KOH-Lsg. wird die freie Base daraus abgetrennt, mit Ae. aufgenommen u. daraus entfernt u. aus Aceton krystallisiert.

Man erhält das *N-Cetylthiamorpholin*. — Ebenso wird das *N-Dodecyl*, *N-Tetradecyl*, *N-Hexadecyl*- u. *N-Octadecyl-thiamorpholin* hergestellt. — Aus *Cetylamin* u. *Di-(β-chloräthyl)-sulfoxyd* wird das *N-Cetylthiamorpholin-1-oxyd* hergestellt. Geht man vom *Di-(β-chloräthyl)-sulfon* aus, so erhält man das *N-Cetylthiamorpholin-1-dioxyd*. Ebenso das *N-Dodecylthiamorpholin-1-dioxyd*, *N-Tetradecylthiamorpholin-1-dioxyd*, *N-Hexadecylthiamorpholin-1-dioxyd*, *N-Octadecylthiamorpholin-1-dioxyd*. — 0,1 Mol. *N-Alkylthiamorpholin* oder *N-Alkylthiamorpholin-1-oxyd* oder *N-Alkylthiamorpholin-1-dioxyd* werden in der gleichen Volumen-Menge trockenem Bzl. gelöst u. dazu werden 0,1 Mol. frisch dest. Dialkylsulfat, z. B. Dimethyl- oder Diäthylsulfat, gegeben. Es wird 2 Stdn. bei 120° unter Rückfluß gekocht; darauf wird das Bzl. abdest. u. der Rückstand in Methanol aufgenommen. Das nicht umgesetzte überschüssige Dialkylsulfat wird durch Zusatz von etwas festem BaCO<sub>3</sub> zersetzt. Danach wird die Lsg. filtriert u. das Methanol im Vakuum abdestilliert. Der Rückstand wird aus einer heißen konz. wss. Lsg. kryst. danach das Krystallprod. mit Aceton gewaschen u. getrocknet. Man erhält dabei das quaternäre *Ammoniumsulfat*, z. B. in Form des *N-Cetyl-N-methyl-thiamorpholinium-methosulfat*, *N-Cetyl-N-methyl-thiamorpholinium-1-oxyd-methosulfat*, *N-Cetyl-N-methyl-thiamorpholinium-1-dioxyd-methosulfat*, *N-Cetyl-N-äthyl-thiamorpholiniumäthosulfat*. Die erhaltenen Thiamorpholinverb. haben kapillarakt. Eigg. u. dienen als Netz-, Reinigungs-, Flotations- u. Antioxydationsmittel, ferner als bactericide, fungicide u. antisept. Mittel. (A. P. 2439 749 vom 3/5. 1945, ausg. 13/4. 1948.) 808.3603

American Cyanamid Co., New York, übert. von: Donna Bernice Cosulich, Bound Brook, N. J., V. St. A., Herstellung von *Pterinverbindungen* der allg. Formel I durch



Umsetzung von *2,4,5-Triamino-6-oxypyrimidin* (I) u. *3-Chlor-2-isonitrosopropionaldehyd* in Ggw. eines Aminosäureamids der *p-Aminobenzoesäure*, z. B. *p-Aminobenzoylglutaminsäure* (II) oder *p-Aminobenzoyldiglutamylglutaminsäure*, bei einem p<sub>H</sub> = 3—5 u. einer Temp. zwischen 30 u. 50°. — 2,8 (g) *Acrolein* werden unter Kühlung in ein gekühltes Gemisch aus 11,7 *Amylnitrit* u. 10 cm<sup>3</sup> HCl langsam eingetragen. Die Lsg., welche *3-Chlor-2-isonitrosopropionaldehyd* enthält, wird langsam in eine Lsg. von 10,7 g I (als Dihydrochlorid) u. 14 II in

350 cm<sup>3</sup> W. bei 43° u. p<sub>H</sub> = 3—4 eingetragen. Letzterer wird durch Zusatz von NaOH während der Rk. eingehalten. Das dabei entstandene feste Prod. wird abfiltriert, mit W., A. oder Aceton gewaschen u. getrocknet. Die biol. Unters. ergibt, daß das Rohprod. eine wesentliche Menge *Pteroylglutaminsäure* enthält. (A. P. 2 444 005 vom 31/12. 1946, ausg. 22/6. 1948.) 808.3660

Horary Advisory Council for Scientific and Industrial Research, Ottawa, Canada, und George F. Wright, Henry H. Richmond und Douglas C. Downing, Toronto, Canada, *Nitrierung von Hexamethylenetetramin*. Hexametylenetetramin (I) wird bei 10—90°, vorzugsweise bei 60—90° mit konz. HNO<sub>3</sub> in Ggw. eines NH<sub>3</sub> abgebenden Mittels, z. B. Ammonnitrat u. eines Fettsäureanhydrids, z. B. Essigsäureanhydrid (II) behandelt. Dabei entsteht ein nicht einheitliches, *Cyclonit* genanntes Nitrierungsprod. nach der Gleichung  $I + 4HNO_3 + 2NH_4NO_3 + (CH_3CO)_2O \rightarrow 2 \text{ Cyclonit} + 12CH_3COOH$ . Man verwendet HNO<sub>3</sub> u. NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> in etwas größeren Mengen als dieser Gleichung entspricht u. stellt daraus eine Lsg. getrennt von einer solchen aus I in II her, die man dann beide portionsweise mischt. Man erwärmt z. B. 1,7 Mol II auf 25° u. gibt dann in 30 Portionen gleichzeitig Lsgg. von 0,48 Mol Ammonnitrat in 1,11 Mol 97%ig. HNO<sub>3</sub> u. 0,24 Mol I in 160 Mol II zu. Unter dauerndem Rühren steigt die Reaktions-Temp. zunächst auf 90°, um dann langsam zu sinken, sie wird nach beendeter Zugabe noch 15—20 Min. auf 65° gehalten, dann 650 cm<sup>3</sup> W. zugesetzt u. auf 2° abgekühlt. Nach 4 Stdn. kryst. Cyclonit mit einem F. von 160—198° je nach dem Nitrierungsgrad aus. Durch Umkryst. aus kochender 50—70%ig. HNO<sub>3</sub> kann man ein Prod. mit dem F. 200° erhalten. (A. P. 2 434 879 vom 16/7. 1943, ausg. 20/1. 1948.) 805.3684

## X. Färberei. Organische Farbstoffe.

R. Wizinger, *Zum Vortrag von E. Krähenbühl: Kupferhaltige Färbungen und Farbstoffe*. (Vgl. C. 1949. II. 1023) Histor. Einzelheiten über die Arbeiten an Metallacken der Beizenfarbstoffe. Verwendung organ. Metallkomplexe in der Biologie, Analyse u. Wasserenthärtung. (Textil-Rdsch. [St. Gallen] 4. 216—19. Juni 1949. Basel.) 285.7020

Jackel, *Chromate und Bichromate in der Textilindustrie*. Kurze Beschreibung der Verwendungsmöglichkeiten der Chromsalze in der Färberei u. Druckerei. (Textil-Praxis 4. 400. Aug. 1949. Leverkusen, Farbenfabriken Bayer.) 104.7020

O. Hohmuth, *Echte Halbwollfärbungen mit Schwefel- und Metachromfarbstoffen*. Nach kurzen Ausführungen über den Begriff Halbwolle im neuzeitlichen Sinne kommt Vf. auf ein neues Färbeverf. der Farbenfabrik WOLFEN zu sprechen, nach dem es nunmehr möglich ist, mit Schwefel- u. Metachromfarbstoffen echte Färbungen auf Halbwolle ohne Schädigung des Wollanteils herzustellen. Der cellulosehaltige Anteil wird gemäß dieses Verf. mit Schwefelfarbstoffen in Verb. mit NaHSO<sub>3</sub> vorgefärbt u. die Wolle mit Metachromfarbstoffen nachgedeckt. Die Mitverwendung von NaHSO<sub>3</sub> (38° Bé) u. *Protektol W* schließt eine Schädigung des Wollanteils durch Alkali aus. Es werden eine Reihe von Färbeverss. durchgeführt u. das Färbegut einer technolog. Prüfung unterworfen. Eine Faserschädigung konnte in keinem Fall beobachtet werden. — 1 Abb. 3 Färbemuster. (Kunstseide u. Zellwolle 27. 247—50. Juli 1949.) 104.7020

W. Je. Rosstowzew und Ss. A. Plakssin, *Über den Sorptionsvorgang beim Färben mit Schwefelfarbstoffen*. Das Färben mit Schwefelfarbstoffen auf kontinuierlich arbeitenden Färbeapp. bringt bedeutende Farbstoffverluste, ungenügendes Durchfärben u. verringerte Farbechtheit durch zu hohe Konz. der Farbflotte u. Ablagerung des Farbstoffs auf der Gewebeerfläche mit sich. Nach Verss. der Vff. kann die Färbedauer abgekürzt, der Farbstoffverbrauch verringert, Farbechtheit u. Durchfärben verbessert werden, wenn mit geringerer Konz. der Farbstofflg. gearbeitet u. durch mechan. Vorrichtungen für energ. u. schnellen Wechsel der Farbflotte an der Gewebeerfläche gesorgt wird. Der günstigste Effekt wird mit einer Vakuum-Durchsaugung erzielt; 8maliges Abpressen während des Färbens steigert die Farbstoffaufnahme auf das 1½—2fache. (Текстильная Промышленность [Textil-Ind.] 9. Nr. 1. 23—25. Jan. 1949. Iwanowo, wiss. Forschungsinst. für Textilien.) 472.7020

W. Dietrich, *Das Indanthren-Naß-Dampf-Kontinue-Entwicklungs-Verfahren* 1. Mitt. In den USA ging man von der allg. bekannten Klotzung mit dem Pigment-Küpenfarbstoff aus u. suchte auch den Fixierungs- u. Entwicklungsprozeß kontinuierlich zu gestalten. Die zwei in den USA ausgeübten Verff. der „DUPONT-Dampf-Prozeß“ u. das Arbeiten auf „WILLIAMS-UNITS“ werden beschrieben (schemat. Darstellung). In Europa wurde vor dem Kriege mit Estern von Leuko-Küpenfarbstoffen kontinuierlich gearbeitet. Der Einsatz der Küpensäure in die Betriebstechnik wurde von der ehemaligen I. G. FARBEN-

INDUSTRIE entwickelt u. durchgeführt. Der Hauptvorteil der Küpensäureform vor der Pigmentform eines Küpenfarbstoffes liegt darin, daß die Küpensäureform der Überführung in die Na-Leukoverb. u. damit der Fixierung des Küpenfarbstoffes bedeutend geringeren Widerstand entgegensetzt als die Pigmentform. Erwähnt wird auch der Elektrofixierer von BENNO SCHILDE. Einzelheiten hierüber werden behandelt. In seinen weiteren Ausführungen weist Vf. darauf hin, daß aus betriebskalkulator. Gründen die Arbeiten auf eine reine Naß-auf-Naßentwicklung hingehen. Die Arbeitsweise wird beschrieben (schemat. Darstellung). — 3 Abbildungen. (Textil-Praxis 4. 333—35. Juli 1949. Ludwigshafen/Rhein.) 104.7020

W. Dietrich, *Das Indanthren-Naß-Dampf-Kontinue-Entwicklungsvorfahren* 2 Mitt. (I. vgl. vorst. Ref.) An Hand einer schemat. Darst. wird näher auf den Entwicklungs-App. eingegangen u. der Färbeprozess behandelt. Ferner wird eine Arbeitsrezeptur für eine Indanthren-Naß-Dampf-Kontinue-Entwicklung auf Küpensäurebasis gegeben. Eingehend diskutiert werden die Vorteile des Verfahrens. Hingewiesen wird schließlich noch auf die Möglichkeit der Übertragung dieses Kontinue-Verf. auf das kontinuierliche Färben von Webketten. (Textil-Praxis 4. 393—95. August 1949. Ludwigshafen/Rhein.) 104.7020

Gg. Früh, *Das Färben von Perlon*. Nach einleitenden Ausführungen über die Herstellung der Perlonfaser geht Vf. auf die chem., physikal. u. technolog. Eigg. der Faser ein. Recht kurz behandelt wird das Färben. In diesem Zusammenhang wird auf die Vorwäsche u. die Bleiche (in alkal. Permanganatlsg.) hingewiesen. Gefärbt werden kann mit Säure-, Nachchromierungs-, Acetatseiden-, Direkt-, Diazo-, Schwefel-, Anthrasol-, Indanthren-, Naphthol-Farbstoffen u. bas. Farbstoffen. Das Färbeverf. selbst wird kurz besprochen. (Textil-Praxis 4. 404—06. August 1949. Farbenfabrik Wolfen.) 104.7020

Ss. W. Kljutscharew, *Über die chemische Natur und die Eigenschaften der Fixierungsmittel DCU, DCM und DCCu*. Die Farbechtheit substantiver Färbungen läßt sich nicht nur durch Nachbehandlung mit Cu- u. Cr-Salzen, sondern auch durch synthet. Fixierungsmittel verbessern. Vf. hat solche Mittel auf Dicyandiamid-Basis entwickelt. Das Kondensationsprod. des Dicyandiamids mit Formaldehyd, teilweise hydrolysiert, stellt als essigsäures Salz das wasserlösl. Fixierungsmittel DCU dar. DCU fällt alle substantiven, etwas schwerer saure Farbstoffe u. zieht aus seiner Lsg. (2—5 g/Liter bei 85—90°, nach Trocknen u. Auswaschen evtl. nochmalige Behandlung) auf weißes Gewebe schwach, auf gefärbtes vollständig auf. Beim Trocknen bei 50—100° entsteht auf dem Gewebe unter Essigsäure-Abspaltung ein unlösl. Prod., dessen Strukturelemente zur Salzbdg. mit dem Na-Salz des Farbstoffs u. seiner Sulfosäure befähigt sind. Durch die Fixierung des Farbstoffes wird die Wasser-, Schweiß- u. Waschechtheit von substantiven, Schwefel-, Alizarin- u. Eisfarben wesentlich verbessert, in vielen Fällen jedoch die Lichtechtheit infolge red. Wrkg. des beim Belichten freiwerdenden Formaldehyds verringert. — Die Anwendung von Mischungen von DCU u. Cu-Sulfat oder -Acetat bzw. von DCU u. Cr-Acetat hebt die ungünstige Wrkg. des DCU auf die Lichtechtheit auf. Noch günstiger wirken das Präp. DCM, ein Cu-Deriv. des DCU, u. das Präp. DCCu, das entsprechende Cr-Salz des DCU, das durch Kondensation von Dicyandiamid mit Formaldehyd u. reinem Chromacetat gewonnen wird. — Das reine Prod. DCU, wie auch das salzsaure Salz (DCHCl) können zur quantitativen titrimetr. Best. von substantiven u. sauren Farbstoffen verwendet werden. Das Präp. DCM ist auch zur Konservierung von Fischernetzen geeignet (30 Min. bei 75—80° mit 100 g/Liter, Trocknung ohne Spülen bei 80 bis 100°). (Текстильная Промышленность [Textil-Ind.] 8. Nr. 10. 26—28. Okt. 1948; Nr. 11. 27—29. Nov. 1948.) 472.7022

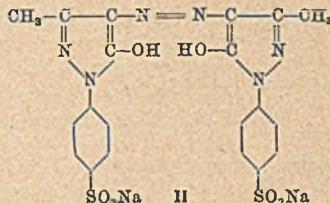
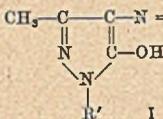
T. I. Kunin, *Die Beständigkeit des Rongalits*. Rongalit (I)-Lsgg. zers. sich bei Temp. über 60°. Die Art der Zerfallsprodd. hängt von der Temp. ab, was schon an der Verringerung des p<sub>H</sub> bei Temp. < 80° u. starker Erhöhung des p<sub>H</sub> bei Temp. > 100° zu erkennen ist. Nach den Unterss. des Verf. verläuft die Zers. der I-Lsgg. wie folgt: bei < 80° —  $6 \text{ NaHSO}_2 \cdot \text{CH}_2\text{O} + 3 \text{ H}_2\text{O} = 4 \text{ NaHSO}_3 + 2 \text{ HCOONa} + 2 \text{ H}_2\text{S} + \text{HCOOH} + 3 \text{ CH}_3\text{OH}$ ; bei etwa > 100° —  $3 \text{ NaHSO}_2 \cdot \text{CH}_2\text{O} = 2 \text{ NaHSO}_3 \cdot \text{CH}_2\text{O} + \text{CH}_3\text{S} + \text{NaOH}$ ; bei > 110° —  $6 \text{ NaHSO}_2 \cdot \text{CH}_2\text{O} = 2 \text{ Na}_2\text{SO}_3 + \text{Na}_2\text{S} + 6 \text{ CH}_2\text{O} + 2 \text{ SO}_2 + \text{H}_2\text{S} + 2 \text{ H}_2\text{O}$ . Die Zersetzungsgeschwindigkeit ist bei 70—80° für verdünntere, bei 100—110° für konz. Lsgg. größer u. bei < 80° umgekehrt proportional, bei > 100° direkt proportional dem p<sub>H</sub>-Wert. Am beständigsten sind I-Lsgg. bei p<sub>H</sub> 6—9. — Lagervers. mit dem sehr hygroskop. Rongalit-Pulver ergaben an feuchter Luft 5 mal stärkere Zers. (im Winter  $\frac{1}{3}$ , im Sommer  $\frac{2}{3}$ ) als in trockenen Räumen oder unter luftdichtem Verschluss; bei kristallwasserhaltigen Prodd. war die Zersetzungsgeschwindigkeit dabei etwas größer als bei wasserfreien. (Текстильная Промышленность [Textil-Ind.] 9. Nr. 2. 27—30. Febr. 1949.) 472.7022

American Cyanamid Co., New York, N. Y., übert. von: George L. Royer, North Plainfield, und Chester A. Amick, Bound Brook, N. J., *Färben nach dem Metachrom-*

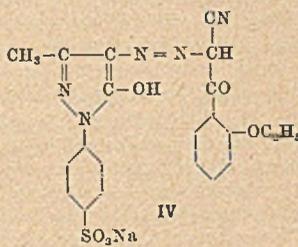
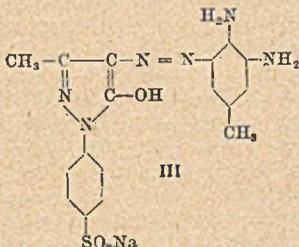
verfahren mit einem in den Kolloidzustand gebrachten kationaktiven Mittel. Es wird ein Metachromfärbeverf. beschrieben, nach welchem man den zu färbenden Stoff der Einw. eines Metachromfärbepulvers unterwirft, das einen chromierbaren Farbstoff, ein kolloidales Gemisch aus einem hydrophilen Kolloid, wie Dextrin, u. einem kationoberflächenakt. Mittel, z. B. einem Kondensationsprod. aus Octadecylguanidincarbonat u. Äthylenoxyd, u. eine Chrombeize enthält u. das im wesentlichen frei von anionoberflächenakt. Mitteln ist. Man erhält kräftige, gleichmäßige Färbungen. Eine Reihe von Ausführungsbeispielen erläutert das Verfahren. (A. P. 2 434 178 vom 27/6. 1944, ausg. 6/1. 1948.) 812.7021

American Cyanamid Co., New York, übert. von: Abby Ware Nies, Bound Brook, N. J., V. St. A., Herstellung von Azofarbstoffen der Pyrazolonreihe von der allg. Formel I,

worin R der Rest einer akt. Methylenkupplungskomponente ist, z. B. von Acylessigsäurearylid, Aroylacetonitrilen u. von an dem 2-N-Atom nicht substituierten 5-Pyrazolonen. R' ist ein sulfonierter Phenylrest.



— 1-(4'-Sulphophenyl)-3-methyl-4-amino-5-pyrazolon wird diazotiert. Dabei entsteht die 4-Diazoverbindung. 28 (Teile) 1-(4'-Sulphophenyl)-3-methyl-5-pyrazolon werden in 200 W. durch Zugabe von 20%ig. NaOH bis zur bas. Rk. gegen Benzoazurin gelöst u. 10,6 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> zugegeben. In diese Lsg. werden 30,2 der vorgenannten trocknen Diazoverb. eingetragen u. bei Raumtemp. unter Rühren gekuppelt. Danach wird mit W. verd. u. mit verd. HCl (20° Bé) neutralisiert. Darauf wird der Farbstoff ausgesalzen, filtriert u. getrocknet. Er hat die Formel II. Der dunkelbraune Farbstoff löst sich in W. mit rot-oranger Farbe. Er ist in 10%ig. Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lsg. mit gelber Farbe lösl., ebenso in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Wolle wird in schwefelsaurer Lsg. rot-orange gefärbt. — 57,8 (Teile) des Farbstoffs werden in 3000 W., welche mit 200 einer bas. Chromacetatlg. mit 7,8 Cr-Geh. versetzt wurden, eingetragen u. mehrere Stdn. gekocht, worauf 240 einer 10%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zugegeben werden. Es wird solange weiter gekocht, bis die Einführung des Metalls beendet ist. Beim Abkühlen scheidet sich der metallhaltige Farbstoff aus. Er wird abfiltriert, mit HClhaltigem W. gewaschen u. getrocknet. Man erhält ein olivgrünes Kristallprodukt. Dieser Farbstoff färbt Wolle in verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Lsg. in gelben Tönen, welche licht- u. wasecht sind. — In der beschriebenen Weise wird der weitere Farbstoff III hergestellt, welcher mit bas. Chromacetat chromiert wird. Der Farbstoff färbt Wolle in braun-orangefarbenen Tönen. — 2-Athoxybenzoylacetonitril wird mit dem Na-Salz des 1-(4'-Sulphophenyl)-3-methyl-4-diazo-5-pyrazolon gekuppelt. Der Farbstoff entspricht der Formel IV. Der chromierte Farbstoff färbt Wolle in rotgelben Tönen. (A. P. 2 447 867 vom 9/9. 1944, ausg. 24/8. 1948.) 808.7053



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

Maurice van Loo, Fünfundzwanzig Jahre Pigmentfarbenprüfung. Der Vf. gibt einen Überblick über die Mitarbeit der Prüfchemiker u. Prüflingenieure an den Fortschritten der Pigmentfarbenindustrie u. der Prüftechnik während der letzten 25 Jahre, wobei das Gebiet der Außenhausfarben als bes. Beispiel herangezogen wird. Es werden dann gewisse Fehlerquellen, wie sie bei den beschleunigten Laboratoriumsvers. zur Best. der Haltbarkeit vorkommen, besprochen u. sodann die Methoden der Außenwetterprüfung unter Verwendung von Probeanstrichbrettern, wie von Hausprobeanstrichen beschrieben, mit einer Diskussion der Abweichungen unter verschied. klimat. Bedingungen. Das Mitgeteilte wird in drei sehr lehrreichen Abbildungen anschaulich zur Darst. gebracht. (Ind. Engng. Chem. 41. 267—71. Febr. 1949.) 444.7090

A. E. Jacobsen, Titandioxyd-Pigmente. Beziehung zwischen photochemischer Reaktionsfähigkeit und Abkreiden. Der Vf. kommt auf Grund eingehender Belichtungsvers. im Labor. als auch im Freien zu dem Ergebnis, daß das Abkreiden von Titanweiß-Anstrichen auf eine im Kreis laufende Oxydations-Red.-Rk. zurückzuführen ist, die sowohl das

TiO<sub>2</sub> (I), als auch das Bindemittel umfaßt. Bei Ggw. eines organ. Bindemittels kommt es bei Tageslicht u. bes. Sonnenlicht sowie bei Belichtung durch ultraviolette Strahlen im Labor. zu einer teilweisen Red. von I, u. zwar sowohl bei Anatas als auch Rutil, infolge einer photochem. Reaktion. Der O<sub>2</sub>, der bei dieser Rk. frei wird, oxydiert das organ. Bindemittel zu einfachen in W. lösl. Säuren u. CO<sub>2</sub>. Das metastabile red. I, welches als Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub> identifiziert wurde, wird durch den Luftsauerstoff wieder in I übergeführt, während die organ. Rk. nicht reversibel ist. Prakt. ist zu erwarten, daß während der Lebensdauer eines Anstriches bei dessen Bewitterung zahllose solcher Kreis-Rkk. stattfinden. Durch diesen Vorgang wird nun der Zusammenhang des Films allmählich zerstört, so daß Feuchtigkeit eintreten kann u. nun die lösl. Bestandteile auslaugt. Das aber gibt nun einen Film mit einer ungeschützten Pigmentoberfläche, welche, wenn sie durch Abreiben entfernt wird, ein Pulver gibt, der Anstrich also „abkreidet“. Das Maß, in welchem dieses Abkreiden eintritt, hängt selbstverständlich ab von der Reaktionsfähigkeit des Titanweiß, der Natur der verwendeten Bindemittel u. der Härte der Bedingungen bei der Belichtung. (Ind. Engng. Chem. 41. 523—26. März 1949.) 444.7092

B. F. H. Scheifele, *Eisenschulz durch Anstrich*. (Vgl. RAGG, Elektrotechn. u. Maschinenbau [Wien] 64. [1943.] 150—60) Die bei der Verfilmung gebildeten Seifen stellen die nötige Verb. zwischen Pigment u. Bindemittel her. Verseifungsvorgang vor allem wichtig durch die Versteifung des Filmgerüsts durch die nadelförmige oder lamellare Struktur der hochmol., unlösl., wasserbeständigen Reaktionsprod. aus den bas. Pigmenten u. den Fettsäureglyceriden. Wichtig für Rostschutzpigmente ist ein geringer Ölbedarf, damit möglichst viel akt. Pigmentteilchen mit der Oberfläche in Berührung kommen. Die rostschützende Wrkg. der Mennige könnte darauf beruhen, daß an den Stellen, wo sich Feuchtigkeit an der Oberfläche befindet, durch Umsetzung mit dem Eisen eine festhaftende rostschützende Schicht von Pb abgeschieden. Die SHIMADZU-Pigmente (Japan) bestehen aus äußerst feinverteiltem, oxydhaltigem Pb. Zn- u. Pb-Chromate üben anscheinend sowohl Bedeckungs- als auch Oxydationspassivierung aus. Betrachtungen über Schiffsbodenfarben. (Farbe u. Lack 55. 157—58. Mai 1949.) 340.7092

R. Charles Bacon, Joseph J. Smith und Frank M. Rugg, *Der elektrische Widerstand als Methode zur Feststellung des Schutzwertes von Überzügen auf Metallen*. Die Messung des elektr. Widerstandes von organ. Überzügen auf Metallen, z. B. Polyvinyl-butylal-Zink-tetraoxychromat-Anstrichen, gestattet, etwas über das zukünftige Verhalten sowie über die voraussichtliche Lebensdauer der Überzüge auszusagen. Es wird dazu nur  $\frac{1}{60}$  der Zeit gebraucht, die nach Anwendung der üblichen Methoden sonst notwendig wäre. Die Ergebnisse stimmen mit der Annahme überein, daß der Schutz, der bei Unterwasserbeanspruchung zu erwarten ist, bestimmt wird durch den Durchgang des angreifenden Mittels oder von Ionen durch den Überzug zu dem Metall, u. daß diese Diffundierbarkeit in Zusammenhang steht mit dem elektr. Widerstand des Überzuges. Als Meßmeth. wurde die Standardmeth. angewendet, die zur Messung des inneren Widerstandes von Batterien üblich ist. (Ind. Engng. Chem. 40. 161—67. 14/1. 1948. Bloomfield, N. J., Bakelite Corp.) 382.7092

E. W. Plowman, *Autolackierung. Ihre Durchführung vom Standpunkte des Lackherstellers*. Vortrag. Wichtigkeit der Oberflächenbehandlung des Stahlbleches, Tendenz zum Übergehen zum Phosphatieren. Ofentrocknende Alkydharz- und lufttrocknende Nitrocelluloselacke; bei ersteren Retuschen schwieriger. Guter Schutz auch der nicht sichtbaren Teile unbedingt notwendig. Tauchen der Untergestelle bürgert sich ein. Prüfung der Lacke u. der Lackierung. Die engl. Lacke halten 4—5 Jahre auf dem Prüfstande, ohne daß sich Zerstörungen zeigen. Wichtigkeit der Pflege der Lackierung; diese geringer bei der Alkydharzlackierung. Die tadellos gepreßten Bleche verleiten zu einer für den notwendigen Korrosionsschutz zu dünnen Lackierung. (Chim. Peintures 11. 102—10. April 1948.) 340.7110

—, *Eisbildung verhindernde Lacke*. Wichtig für den Flugzeuganstrich. Anstrichmittel mit Frostschutzmitteln oder Leitschichtlacke, durch deren Anstriche elektr. Strom geschickt wird. Problem noch nicht befriedigend gelöst. (Lack- u. Farben-Chem. [Zoffingen] 2. 70—71. März 1948.) 340.7116

J. W. Westwater, *Sauerstoffabsorption von gegossenen Filmen aus plastischen Stoffen*. Um das Aufnahmevermögen für Sauerstoff bei verschied. plast. Stoffen zu ermitteln, wurden gegossene Filme aus 89 handelsüblichen plast. Stoffen bei Raumtemp. trockenem O<sub>2</sub> ausgesetzt. Für die Gießmasse wurden verschied. Lösungsm. verwendet. Die Film-

dicke wurde verändert zwischen 0,65 u. 1,94 mm. Als Gießunterlage diente Glas. In regelmäßigen Zeitabständen wurden Gewichtsbestimmungen ausgeführt. Einige Filme nahmen bei einer Dicke von 0,5 mm in 10 Tagen bis zu 6% an Gewicht zu, einige Harze verloren an Gewicht. Die Wrkgg. von Zeit, Lösungsm., Druck u. Filmdicke werden beschrieben. Die Ergebnisse lassen erkennen, daß plast. Filme sowohl orientierte als auch unorientierte Moll. enthalten, deren Menge von der Art des Polymeren, der Filmdicke u. der Wahl des Lösungsm. abhängt. Stark u. wenig orientierte Filme sind nicht in gleichem Maße durch O<sub>2</sub> angreifbar. Es wurden ferner Beobachtungen angestellt über die Menge des zurückgehaltenen Lösungsm., über die Alterung u. den Einfl. des Lichtes. (Ind. Engng. Chem. 40. 1494—500. Aug. 1948. Newark, Del., University of Delaware.) 164.7176

**Maxene Meyer**, *Untersuchung eines für die Photoelastizimetrie brauchbaren Kunststoffes*. Verss. zur Herst. eines Kunststoffes auf Phenol-HCHO-Basis, der möglichst farblos u. von guter Transparenz ist. Die Herst. verschied. Proben u. die Prüfung ihrer Eigg. wird erläutert. Voraussetzung für farblose Prodd. sind absolut Fe-freie Ausgangsstoffe. Es wurde gefunden, daß das Prod. aus BREWSTERsehen Koeff. u. Bruchfestigkeit in kg/qm<sup>2</sup> (C. T) eine gute Beurteilung der Polymerisate erlaubt. (Ind. Plastiques 4. 462—66. Okt. 1948.) 407.7178

**Paul D. Watson**, *Milchsäurepolymerisate als Bestandteile von Kunstharzen und Überzügen*. Durch Selbstveresterung bereits bildet die Milchsäure Polymerisate, die aber sehr spröde sind. Brauchbare Kunstharze entstehen aber als Kondensationsprodd. von Polylactylsäure mit fetten pflanzlichen Ölen, die sich bes. zu Überzügen gut eignen. Eine andere Gruppe von Kunstharzen mit einem Anteil von 94—99% Milchsäure erhält man durch Umsetzung von Polylactylsäure mit lösl. Metallsalzen. Auch diese Harze eignen sich gut für Schutzüberzüge. (Ind. Engng. Chem. 40. 1393—97. Aug. 1948. Washington, Agricultural Research Administration, U.S. Department of Agriculture.) 164.7182

**Alfred Heinemann**, *Sojabohnenöl*. Abtrennung der mehr ungesätt. Anteile durch fraktionierte Extraktion mit Bzl., Propan, Furfurol usw.; Einbau des Sojaöls in Alkydharze; Wasseranlagerung, wodurch ricinusölartige Weichmacher resultieren; Polyamidharze aus Sojafettsäuren u. Aethylendiamin. (Farben, Lacke, Anstrichstoffe 3. 148—49. Mai 1949. Köln.) 253.7182

**R. D. Dunlop und F. E. Reese**, *Kontinuierliche Polymerisation in Deutschland*. Drei wichtige thermoplast. synthet. Polymere werden in Deutschland nach kontinuierlichen Polymerisationsverff. hergestellt, u. zwar Polyvinylchlorid, Polystyrol u. Polyvinylacetat. Hierbei erfolgt die Polymerisation in der M., in Lösung oder in wss. Emulsion. Am wichtigsten sind hierbei die Polymerisation in der M. bei Styrol, Emulsionspolymerisation von Vinylchlorid, Massepolymerisation von Vinylchlorid u. Lösungspolymerisation von Vinylacetat. Die kontinuierlichen Verff. wurden nicht für die gesamte Produktion angewandt, da auch noch alte chargenweise arbeitende Anlagen benutzt wurden. Polystyrol wurde nach zwei verschied. kontinuierlichen Methoden hergestellt, davon 80% nach der Turmmeth. u. der Rest nach einer Vakuum-Trommel-Meth., die beide eingehend beschrieben werden. Auch die kontinuierliche Meth. zur Herst. von Polyvinylchlorid wird genau beschrieben, ebenso die Meth. zur Herst. von Polyvinylacetat, nach der aber nur ein Teil der Produktion erhalten wurde. Schließlich werden die Verff. einer krit. Betrachtung unterzogen. (Ind. Engng. Chem. 40. 654—60. April 1948.) 164.7186

**W. A. Woodcock**, *Verwendung von Weichmachern*. Der Vf. berichtet über die Entw. der Weichmachor-Industrie, bes. was die Weichmacher für Vinylharze anbetrifft. Es wird so die frühere Praxis der Auswahl u. Leistungsbeurteilung besprochen u. gezeigt, daß die Mängel, die sich bei der Anwendung ergaben, eine strengere Auswahl der Grundtypen verlangten. So wurden die Erkenntnisse der Eigg., die bei Weichmachern gewünscht werden, klarer, u. aus dieser Erkenntnis heraus kam der Anreiz zur Auffindung neuer u. besserer Weichmacher u. zur raschen Entw. standardisierter Prüfmethode. An Hand einer kurzen Tabelle werden die Erfolge der letzten 5 Jahre auf dem Gebiet der Weichmacher für Kunstharze (Vinylharze) aufgezeigt. (Ind. Engng. Chem. 41. 663—65. April 1949.) 444.7186

**W. J. Sparks und D. W. Young**, *Weichmacher aus Oxoalkoholen*. Die Vf. berichten über die chem. u. physikal. Eigg. von neuen Octyl- u. Nonylalkoholen, die nach der Oxo-Rk. hergestellt werden, d. h. also bei welcher Oleiine mit H<sub>2</sub>u. CO unter hohen Drucken u. in Ggw. von Co-Katalysatoren zu Aldehyden u. diese dann zu Alkoholen umgewandelt werden. In der vorliegenden Arbeit werden nun diese Alkohole sowohl mit Phthalsäureanhydrid als auch mit Phosphoroxychlorid zur Rk. gebracht, um auf diese Weise Weichmacher herzustellen, die dann auf Reinheit u. weiter in Verb. mit Polyvinylchlorid-, Vinylchlorid-Vinylacetatpolymeren u. endlich mit Buna N auf ihre Eignung geprüft

werden. Um den Einfl. der Struktur dieser Alkohole auf die Weichmacher-Eignung zu zeigen, werden zum Vgl. dieselben Verss. mit 2-Äthylhexylphthalat (DOP), Di-n-octylphthalat (Dinopol) u. Tri-2-äthylhexylphosphat (TOF) durchgeführt. Die Ergebnisse zeigten, daß der Oxooctylalkohol ein direkter Ersatz für 2-Äthylhexanol ist. Werden aus dem Oxooctylalkohol die Phthalat- oder Phosphatester hergestellt, so ist die Wirksamkeit bei synthet. Harzen die gleiche wie bei käuflichen 2-Äthylhexylphthalat oder -Phosphat. Die neuen Oxo-Weichmacher, nach bestimmten Verff. hergestellt, riechen weniger als die aus 2-Äthylhexanol u. n-Octylalkohol hergestellten, u. der Widerstand gegen ultraviolettes Licht ist größer. Knetverss. zeigen, daß Oxooctylphosphat hochmol. Vinylharze bei 167° leichter verflüssigen oder lösen, als das Tri-2-octylhexylphosphat. Laboratoriumverss. zeigten, daß Oxooctyl- u. Oxononylalkohole leichter verestert werden können. Diese neuen Ester sind stabile, leicht gefärbte, hoch sd. Fl., welche synthet. Kautschukarten plast. machen. In den Harzen zeigte Oxooctylalkohol etwas bessere Eigg. als der Oxononylalkohol. Die Versuchsergebnisse sind in 8 übersichtlichen Tabellen zusammengestellt. (Ind. Engng. Chem. 41. 665—70. April 1949.) 444.7186

—, *Prüfung der Lichtechtheit einer Lithopone*. Lithopone-Leinöl-Anreibung wird auf eine Glasplatte gestrichen u. unter W. der Bestrahlung einer Analysenquarzlampe ausgesetzt. Die Dauer der Einw. wird durch das Ausbleichen eines gleichzeitig mitbelichteten mit Methylviolett B angefärbten Papierstreifens bestimmt. (Lack- u. Farben-Chem. [Zofingen] 2. 71. März 1948.) 340.7202

—, *Eine Spezifizierung zur Bewertung von Celluloselack-Harzen*. Die aufgestellte Spezifizierung enthält vor allem eine Meth. zur Ermittlung des optimalen Weichmachergeh. mittels Druck- u. Dornbiegeproben. Geräte zur Messung von Biegeelastizität, Filmhärte u. zum Farbausstrich (Abb.). (Paint Ind. Mag. 63. 118—31. April 1948. Birmingham, England, Club.) 253.7206

Erith T. Clayton, *Anstrich für Stahl*. Gegenstände aus Stahl werden angestrichen mit einer Mischung von 10 lb./gal. 300 Maschen metallischem Zn in Verb. mit einem an der Luft trocknenden, ölhaltigen Harz aus mehrwertigen Alkoholen u. mehrbas. Säuren vom Glyptal-Alkydharztyp. Nach 5 Stdn. Trocknen wird mit der gleichen Mischung, aber mit 200 Maschen Zn nochmals gestrichen. Nach 5 weiteren Stdn. Trocknen wird Nußschalenöl vom Elephantenußbaum, wie es unter dem Handelsnamen „Light viscosity Harvel 816“ bekannt ist, gemischt mit Paraformaldehyd aufgetragen. Das Auftragen erfolgt mit einer Kelle. In 1 Stde. polymerisiert der Überzug u. in 5—10 Tagen wird er bei Raumtemp. hart. Der Überzug hält dicht u. wird durch 50% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, heiße Essigsäure oder konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nicht angegriffen. (A. P. 2 436 420, ausg. 24/2. 1948.) 802.7093

Laszlo Auer, South Orange, N. J., V. St. A., *Wässrige Dispersionen von vulkanisierten fetten Ölen*. Es wird eine Öl-in-Wasser-Dispersion beschrieben, deren disperse Phase ein fettes Öl — mit einer wasserlösl. Seife dispergiert — enthält, wobei das Kation der wasserlösl. Seife ein Alkalimetall, Ammonium oder ein organ. Amin, z. B. Ammoniumhydroxyd oder Natriumhydroxyd, u. das fettes Öl ein heiß behandeltes Öl, z. B. Tungöl, entwässertes Ricinusöl, Leinöl, Sonnenblumenöl, Sojabohnenöl, Rapsöl, Pineöl, Olivenöl oder dgl., in vollständig vulkanisiertem Zustande darstellt; die wasserlösl. Seife stellt man zweckmäßig in situ während der Bereitung des heißbehandelten Öles mit Hilfe von wasserlösl. Verb. her, welche Kationen enthalten, die mit Fettsäuren wasserlösl. Seifen bilden. Die neuen Dispersionen sind mit Kautschukmilch u./oder Kunstkautschuklaties mischbar u. beispielsweise bei der Herst. von Überzügen auf porösen Flächen, wie Wänden oder Fußböden, mit Vorteil verwendbar. Ausführungsbeispiele, die sich auf die Herst. der neuen wss. Dispersionen beziehen, erläutern die Erfindung. (A. P. 2 433 831 vom 4/12. 1942, ausg. 6/1. 1948.) 812.7093

Sun Chemical Corp., übert. von: Gerald L. Wendt, New York, N. Y., V. St. A., *Schnelltrocknende Druckfarben* werden durch Zusatz von *Eleostearin* (I) u. *Ketoelostearin* (II) in Mengen von 20% zu Druckfarben der üblichen Zus. erhalten. I stellt den *Glycerinester der Eleostearinsäure* dar u. ist zu 85—90% im *Tungöl* als Gemisch des  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Isomeren enthalten; II ist der *Glycerinester der Licansäure* u. der Hauptbestandteil des *Oiticicaöls*. I u. II werden durch Licht aus dem Spektralbereich 2450—2600 oder 2800—3500 AE. jedoch nicht durch gleichzeitige Strahlung aus beiden Bereichen getrocknet u. gehärtet. Die praktisch angewandte Strahlung soll mindestens 50% der wirksamen enthalten. (A. P. 2 453 769 vom 27/4. 1944, ausg. 16/11. 1948.) 805.7105

Ciba Products Corp., Hoboken, N. J., V. St. A., übert. von: Gustav Widmer, Basel, und Willi Fisch, Binningen, Schweiz, *Herstellung von Lacken und Firnissen* unter Verwendung von Kondensationsprodd. aus *Formaldehyd* u. einem *Aminotriazin* u. des Mono-

glyceriden der Linolensäure. — 300 (Teile) *Kolophonium* u. 300 *Leinöl* werden in einem N<sub>2</sub>-Strom 1 Stde. mit 150 Glycerin u. 0,9 NaOH auf 250° erhitzt. Nach beendeter Umsetzung wird das überschüssige Glycerin bei verstärktem Stickstoffstrom abdestilliert. Man erhält ein Gemisch von *Mono-* u. *Diglyceriden*. Davon werden 47 Teile in 70 Butanol gelöst u. dazu werden 32 *Hexamethylolmelamin* u. 1,5 *Phthalsäureanhydrid* gegeben. Das erhaltene Gemisch wird auf dem Ölbad etwa 5 Stdn. bei höchstens 130° verrührt, wobei ein Gemisch von Butanol u. W. langsam abdestilliert. Das Butanol wird fortlaufend in das Reaktionsgefäß zurückgeleitet. Danach wird unter Vakuum weitgehend eingedampft u. der Rückstand in einem Lösungsm. gelöst. Man erhält einen Lack, welcher bei 105° klare, harte Überzüge ergibt. Durch Härten bei 150° wird ein stark wasserwiderstandsfähiger Überzug erzeugt. — 460 (Teile) *Leinöl-Standöl* werden mit 65 *Glycerin* u. 1 einer 40%ig. NaOH 1 Stde. auf 250° erhitzt. Dabei entsteht ein Gemisch von *Mono-* u. *Diglyceriden* der *Linolensäure*. Davon werden 47 (Teile) in 67 Butanol gelöst, u. dann werden 5 *Milchsäure* u. 43 *Hexamethylolmelamin* zugesetzt u. auf dem Ölbad bei einer Höchsttemp. von 130° u. mit absteigendem Kühler gerührt. Dabei dest. ein Gemisch von Butanol u. W. über. Das aldest. Butanol wird dabei ersetzt. Nach 5 Stdn. wird das Gemisch im Vakuum weitgehend abdest. u. der verbliebene Rest mit Toluol verd. u. filtriert. Man erhält einen Lack, welcher bei 150° zu einem klaren, elast. u. wasserwiderstandsfähigen Film erhärtet. — 200 (Teile) *Holzöl* werden mit 400 gereinigtem *Leinöl*, 82 *Glycerin* u. 0,7 NaOH 1½ Stdn. bei 245° erhitzt. Man erhält ein Glyceridgemisch, welches freie OH-Gruppen enthält. Davon werden 30 Teile in 70 A. gelöst u. mit 20 *Leinölglyceridgemisch*, erhalten durch Erhitzen von 600 *Leinöl* mit 82 *Glycerin* in Ggw. von 0,7 NaOH, verrührt. Dazu werden 22 *Hexamethylolmelamin* u. 1,5 *Phthalsäureanhydrid* gegeben u. es wird 1 Stde. unter Rückfluß gekocht. Das gebildete Reaktionswasser wird durch Einleiten von Bzl.- oder Toluoldämpfen aus dem Reaktionsgemisch abgeführt. Die erhaltene filtrierte Harzlg. wird teilweise eingedampft u. der Rückstand in einem Lacklösungsm. gelöst. Durch Zusatz von Siccativen wird ein an der Luft trocknender Lack erhalten. — 163 (Teile) *3-Amino-1.2.4-phenotriazin*, 300 einer 30%ig. *Formaldehyd*lg., 100 n HCl-Lsg. u. 1000 W. werden zusammen auf dem Wasserbade erhitzt. Man erhält dabei ein verfestigtes Harz, welches zerkleinert, filtriert, gewaschen u. getrocknet wird. 1 Teil des Harzes wird mit 0,6 *Glykol* u. 50 *Äthyl-2-butanol* 8 Stdn. lang gekocht. Man erhält eine klare Lsg., welche beim Eindampfen u. Abkühlen ein hartes u. klares *Harz* hinterläßt. — 278 (Teile) *2-Amino-4.6-diphenylamino-1.3.5-triazin*, 300 einer 40%ig. *alkoh. Formaldehyd*lg. u. 300 absol. A. werden 1—2 Stdn. gekocht. Dabei entsteht eine klare Lsg., welche beim Trocknen einen klaren *Lacküberzug* gibt. — 146 (Teile) *Adipinsäure* u. 101,2 *Glycerin* werden 1 Stde. bei 155—160° u. danach innerhalb 1½ Stdn. allmählich auf 230° erhitzt, wobei die Gelatinierung ihre Grenze erreicht. Nach dem Abkühlen wird das Prod. in einem Gemisch von je 100 (Teilen) absol. A. u. Bzl. gelöst. Daneben wird eine zweite Lsg. aus 63 *Melamin* u. 225 einer 40%ig. *alkoh. Formaldehyd*lg. durch Kochen hergestellt. Die beiden Lsgg. werden miteinander gemischt u. 12 Stdn. zusammen gekocht. Man erhält eine Lacklg., welche einen klaren Film hinterläßt. (A. P. 2448 338 vom 6/3. 1945, ausg. 31/8. 1948.) 808.7117

Lawrence R. van Allen, Chicago, Ill., V. St. A., *Bleichung von Naturharzen und ähnlichen Stoffen*. Schellack oder Körnerlack werden nach der üblichen Vorreinigung in A. gelöst, der 1—4 Gewichts-% NaClO enthält. Dann wird portionsweise A. zugegeben, der bis zu einem pH-Wert von 3,0 angesäuert ist, bis die Lsg. entfärbt ist. Schließlich wird das nicht verbrauchte Cl<sub>2</sub> mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> oder anderen Peroxyden neutralisiert. (A. P. 2455 199 vom 2/11. 1944, ausg. 30/11. 1948.) 805.7167

Interchemical Corp., New York, N. Y., übert. von: Loy S. Engler, Harrington Park, Edward Sheridan, South Bound Brook und Earl K. Fischer, Long Island City, N. Y., V. St. A., *Dispergierung von Pigmenten in wärmehärtenden Harzen*. Damit während des Einarbeitens des Pigments das Harz nicht teilweise härtet, wird dabei ein Lösungsm. mit einem Kp. zwischen 100 u. 250° zugesetzt u. außerdem soviel einer organ. N-Base, bes. Morpholin, daß ein wss. Auszug aus dem Gemisch neutral oder schwach alkal. reagiert (da die meist angewandten Pigmente stark sauer reagieren). Das Harz wird hierbei in Form einer 60—90%ig. Lsg. in einem aliph. A. mit 4—10 C-Atomen angewandt. Man stellt z. B. eine 60%ig. Lsg. von Harnstoff-Formaldehydharz in einem Gemisch aus gleichen Teilen Hexyl- u. Octylalkohol her, mischt 30 Teile Rußschwarz dazu, neutralisiert mit Morpholin u. mahlt 1 Stde. lang unter guter Kühlung. (A. P. 2454 785 vom 11/6. 1941, ausg. 30/11. 1948.) 805.7181

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Walter E. Mochel, Wilmington, Del., V. St. A., *Polymerisieren von Fluor-2-butadien (1.3) (Fluoropren) (I) allein oder in Mischung mit anderen ungesätt. polymerisierbaren Verbb. (Dienen, Vinylverbb., Acryl-, Fumar-*

Maleinsäurederiv.) in wss. Emulsion in Ggw. von 0,5—5% *Diffleur-2.2-buten* (3) (II), wobei Polymere von verbesserter Plastizität entstehen. II erhält man durch Dampfphasen-Rk. von Monovinylacetylen (III) mit 2 Mol H<sub>2</sub>F<sub>2</sub> oder als Nebenprod. bei der Dampfphasenherst. von I, das also in diesem Falle nicht von II gereinigt zu werden braucht. I soll möglichst frei von Peroxyden u. III sein, doch kann man den ungünstigen Einfl. von III durch entsprechende Anwendung von P-Modifikatoren kompensieren. — Man emulgiert 100 (Gewichtsteile) I u. 2 II in 157 einer wss. Lsg., die 4 Na-Oleat, 0,5 NaOH, 1 Na-HCHO-Naphthalinsulfonatkondensationsprod., 1 K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> u. 0,1 K<sub>2</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> enthält, gibt  $\frac{3}{10}$  Laurylmercaptan zu u. erwärmt 5½ Stdn. im geschlossenen mit Glas ausgekleideten Gefäß unter Bewegungen bei 30°, gibt zu dem Latex ein 2 Phenyl- $\alpha$ -naphthylamindiphenylamin-W-gemisch (55:45) dispergiert. Man koaguliert mit Sole u. CH<sub>3</sub>COOH u. erhält ein kautschukartiges Polymeres, dessen Vulkanisat hohe Kältefestigkeit aufweist. Die Polymeren werden für Vergaser, Brennstoffpumpendiaphragmen, Dichtungen, Motorbefestigungen, Gasolinschläuche, Türdichtungen verwendet. (A. P. 2 446 382 vom 20/5. 1944, ausg. 3/8. 1948.) 811.7186

## XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

Harry L. Fisher, *Elastische Massen*. Vf. beschreibt die Fortschritte, die auf dem Gebiet von natürlichem u. künstlichem Gummi in den USA in den Jahren 1947/48 erreicht wurden. An Hand zahlreicher Literatur wird über theoret. Arbeiten, Arbeiten über Neopren, Silicone, Vulkanisation, Löslichkeit u. Widerstand gegen Korrosion, Verb. von Gummi u. Metall, neue Harze als Mischpolymerisate, Untersuchungsmethoden, neue Prodd. berichtet. (Ind. Engng. Chem. 40. 1788—92. Okt. 1948. New York.) 487.7220

—, *Tagung der Abteilung Kautschukchemie der Amerikanischen Chemischen Gesellschaft*. Fragen der Rußverarbeitung, der Kautschuk- u. Kunstkautschukregenerierung, der Verwendung für Packungen u. öl- u. wärmefeste MM., neuerer Ergebnisse der Polymerisation, bes. des Einbaues von Polymerisationsregulatoren in die Polymerisatketten, der Verwendung von Trialkylphenolverbb. als Antioxydants, von 2-Mercaptothiazol u. seinem Bisulfid als Beschleuniger, der Stabilität von Kautschukmilch u. Kunstkautschuk-latex, der Weichmachung von Kautschuk u. Kunstkautschuk mit o,o'-Dibenzamido-diphenyldisulfid oder 2,2'-Dithiobisbenzanilid werden behandelt. (Gummi u. Asbest 2. 53—56. März 1949.) 134.7224

M. L. Selker, *Schwefelbindung in vulkanisiertem Kautschuk. Reaktion zwischen Methyljodid und Schwefelverbindungen*. (Vgl. C. 1948. I. 178) Die Rkk. zwischen Methyljodid u. n-Butylmethallylsulfid, Allyldisulfid, Allyltetrasulfid, n-Propyltetrasulfid u. Trithian (Thioformaldehyd) wurden untersucht. In 160 Stdn. bei 24° wurden nur sehr geringe Mengen Trimethylsulfoniumjodid durch diese Schwefelverbindungen gebildet. Nur die Sulfidbindung reagiert mit Methyljodid in einem Grade, der der Vulkanisations-Rk. entspricht. Die Acetonextraktion mit Methyljodidverb. umgesetzter Vulkanisate kann sowohl gebundenen S durch Zers. von Sulfoniumsalzen abtrennen als auch durch die Entfernung von Trimethylsulfoniumjodid. (Ind. Engng. Chem. 40. 1467—70. Aug. 1948. Murray Hill, N. Y., Bell Telephone Laboratories.) 164.7226

F. S. Malm, *Hartkautschuk*. Bibliographische Übersicht über die Arbeiten über Hartkautschuk aus den Jahren 1946 u. 1947. (Ind. Engng. Chem. 40. 1809—12. Okt. 1948. Murray Hill, N. Y., Bell Telephone Laboratories.) 164.7228

L. R. Mayo, R. S. Griffin und W. N. Keen, *Künstliche Alterung von Neopren-Mischungen*. Neopren-Mischungen, die Alterungsfestigkeit besitzen, sind beständig gegen Oxydation durch Kupferkatalyse u. werden noch beständiger durch die Anwesenheit eines Schutzmittels gegen Kupfer in der Mischung. Eine Neoprenisolierung, die um einen blanken Kupferleiter gespritzt u. vulkanisiert wurde, altert unter ungünstigen Bedingungen schneller als die gleiche Mischung auf einem verzinnnten Draht. Der Zusatz eines Schutzmittels gegen Kupfer zur Mischung auf dem blanken Cu verbessert jedoch die Alterungsbeständigkeit der Isolierschicht so, daß sie der ursprünglichen Mischung auf dem verzinnnten Draht unter jeglichen Bedingungen gleich ist. Es wurde daraus geschlossen, daß die Verzinnung der Leiter oder die Verwendung eines Schutzmittels gegen Kupfer nur dann erforderlich ist, wenn äußerst ungünstige Alterungsbedingungen vorherrschen. Die Alterungsergebnisse mit Drahtisolierungen stimmen mit denen überein, bei denen Cu in anderer Form, wie z. B. Kupferstearat, angewendet wurde. (Ind. Engng. Chem. 40. 1977—80. Okt. 1948. Wilmington, Del., Rubber Laboratory, E. I. du Pont de Nemours and Company.) 164.7236

—, *Annuaire-Guide du Caoutchouc, des Matières plastiques et des Isolants*. Paris: Ollivier Lesourd. 1948. (310 S.) fr. 800.—.

## XIV. Zucker. Kohlenhydrate. Stärke.

I. M. Krassnoschtsehekow, *Die Beständigkeit der Blüten- und der Holzwurzeln der Zuckerrübe gegen Mietenfäulnis*. Schon durch eine geringe Menge verholzter Rüben kann die Fäulnisbildung in den Zuckerrübenmieten begünstigt werden, wodurch die Lagerfähigkeit des ganzen Mieteninhalts gefährdet wird. (Сахарная Промышленность [Zucker-Ind.] 22 Nr. 6. 41—44. Juni 1948. Uladow-Ljulinetz, Versuchs-Selektionstation, Phytolabor.) 185.7406

M. S. Chelemski, *Die sowjetische Wissenschaft über die langdauernde Einlagerung der Zuckerrübe*. Zusammenfassender Bericht über sowjet. Unterss. zur Zuckerrübenlagerung: Einfl. von Temp. u. Feuchtigkeit auf den Zustand der Zuckerrübe; den Zuckerabbau hemmende Faktoren; Änderungen der physikal.-chem. u. technolog. Eigg. der Zuckerrübe beim Lagern; Einrichtung u. Belüftung von Mieten u. ihre Abdeckung mit Strohmatten; prakt. Erprobung. (Сахарная Промышленность [Zucker-Ind.] 22. Nr. 5. 5—10. Mai 1948.) 185.7408

P. W. Golowin und A. Ss. Ssusechkowa, *Zum Problem der Löslichkeit von Calciumoxyd in Zuckerlösungen*. Die Löslichkeit von  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  in Zuckerlsgg. ist höher, wenn der Zusatz in der Kälte erfolgt u. dann aufgeheizt wird, als wenn  $\text{CaO}$  zur heißen bzw. sd. Lsg. direkt zugegeben wird. Die Alkalität ist im ersteren Falle bis zu 4 mal größer. Ein Einfl. der im Diffusionsaft vorhandenen Nichtzuckerstoffe auf die Löslichkeit des  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ist nicht festzustellen. (Сахарная Промышленность [Zucker-Ind.] 22. Nr. 5. 25—26. Mai 1948. Inst. für organ. Chem. der Akad. der Wiss. der UkrSSR.) 185.7412

A. I. Woronko, *Über die Methodik der Durchführung des Einkochens und Verdampfens*. VI. gibt die Berechnungsgrundlagen für die Dosierung von Soda u.  $\text{HCl}$  bei der Reinigung der Einkoch- u. Verdampfapp. in der Zuckerindustrie. (Сахарная Промышленность [Zucker-Ind.] 22. Nr. 5. 20—22. Mai 1948. Sumy, Zuckerrüben-Trust.) 185.7414

Andrew van Hook, *Die Kinetik der Zucker-Krystallisation*. Vff. wenden den Begriff der Aktivitäten auf die Zuckerkrystallisation aus Rohr- u. Rüben-Sirup an. An Hand einer Formel wird die Krystallisationsgeschwindigkeit der Zucker aus reinen Lsgg. zu der aus verunreinigten natürlichen Sirupen verschied. Herkunft in Beziehung gesetzt. Aus experimentellen Daten der Abhängigkeit der Krystallisationsgeschwindigkeit von der Konz. der Fremdstoffe in der Lsg. wird ein Maß für das Melassierungsverhalten der Sirupe abgeleitet. Danach scheinen Rübensirupe mehr zur Melassierung als Rohrsirupe zu neigen. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Kurven u. Tabellen wiedergegeben. Röntgenaufnahmen synthet. Melassen zeigen, daß es sich dabei um amorphe, komplexe Zucker-Salz-Wasserkristalle handelt. (Ind. Engng. Chem. 40. 85—88. 14/1. 1948. Laramie, Wyo., Univ. of Wyoming, Natural Resources Research Institute.) 471.7416

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

N. I. Melnikow, *Die Farbe des Kornes und die technologischen Eigenschaften des Weizens*. Die Färbung des Kornes ist als beständige, wenig veränderliche Größe ein sehr wichtiges Merkmal zur Beurteilung der technolog. Qualität des Weizens; Vff. gibt an Hand einiger Tabellen Anhaltspunkte zur Bewertung letzterer. (Селекция и Семеноводство [Selekt. u. Samenzucht.] 15. Nr. 1. 29—32. Jan. 1948. Charkow, Staatl. Selektionsstation.) 336.7664

C. Griebel, *Erbsenmehle mit auffallend geformten Stärkekörnern*. VI. berichtet von Erbsenmehlen (I) des Handels mit eigenartig zerklüfteten Stärkekörnern, deren Form nicht einem eingetretenen enzymat. Abbau zuzuschreiben ist, sondern die von Erbsensamen stammen, deren Geh. an Großkörnern ärmer, an Kleinkörnern dagegen reicher ist als in n. Samen. Die botan. Herkunft der Erbsen konnte bislang nicht ermittelt werden. Andere I waren offenbar aus gedämpften u. getrockneten Erbsen hergestellt; sie enthielten neben vereinzelt kleineren uncharakterist. Stärkekörnern größtenteils runde bis ellipt. Koryledonarzellen mit verkleistertem Inhalt. Eine Erkennung als I ist daher nur aus den Schalenbestandteilen möglich. (Z. Lebensmittel-Unters. u. Forsch. 88. 269—72. Juni 1948. Berlin, Inst. f. Lebensmittel-, Arzneimittel- u. gerichtliche Chemie.) 342.7688

C. Griebel, *Gesundheitsschädliche Leguminosensamen (Lathyrus tingitanus L.)*. Nach kurzer Übersicht über giftige Leguminosensamen berichtet Vff. über Samen von *Lathyrus tingitanus L.* (Tangerische Platterbse), deren Form linsenähnlich ist u. deren Genuß zu Gesundheitsschädigungen geführt hat. Der schädigende Stoff ist unbekannt u. nicht ident. mit bekannten Leguminosen-Giftstoffen. Störungen durch Canavalia-Bohnen hingegen beruhen auf durch zu langes Lagern unverdaulich gewordenem Eiweiß. (Z. Lebensmittel-Unters. u. Forsch. 88. 290—93. Juni 1948.) 342.7688

**M. A. Cuénot, Nährmittel aus Milch.** Kurze Beschreibung der techn. Herst. von Kindernährmitteln (I) unter Verwendung von Milch. Die meisten I enthalten 50% Mehl, 25% Vollmilch u. 25% Zucker, als Ergänzung noch Mineralstoffe (Kalk) u. einige Aroma- u. Geschmacksstoffe (Vanille, Malz, Kakao usw.). Angabe einer Umrechnungstabelle für Vollmilch, Rahm, Magermilch, gezuckerte Kondensmilch, Vollmilchpulver u. Magermilchpulver zur Berechnung der in I gewünschten Milchmenge. (Molkerei-Ztg. 3. 46. 15/1. 1949.) 342.7756

**Wilh. Nowak, Filtration mit Hilfe von Kieselgur.** Zur Erleichterung der Filtration von Molken, Molkenkonzentraten, Molkegetränken, Feinsauer usw., deren schleimige Trübstoffe die Filteranlagen schnell verstopfen würden, dient Kieselgur (I), das der zu filtrierenden Fl. ständig in Mengen von 0,1—1,0%, vereinzelt bis zu 3%, der Flüssigkeitsmenge zugesetzt wird. Hierdurch bildet sich auf dem Filtermaterial sofort eine dichte, aber lockere Schicht aus I u. den Schleimstoffen, die bes. wirksam für eine gute Filtration ist. I in Verb. mit Aktiv-Kohle, entweder zusammen oder in der Vor- bzw. Nachfiltration, hat sich gleichfalls gut bewährt. (Molkerei-Ztg. 3. 26. 8/1. 1949.) 342.7756

**A. Sheltakow, Herstellung von Butter bei vermindertem Kälteverbrauch.** Der warme Winter 1947/48 stellte die butterherstellende Industrie vor die Notwendigkeit, mit wenig Kälte arbeiten zu müssen, wobei mit Kältemangel sowohl an Milchempfangsstellen wie auch in den Fabriken zu rechnen war. Vf. empfiehlt Umstellung der Fabrikation auf pasteurisierte Sahne (ungekühlt) u. Herst. von überfetteter gesalzener Sahne u. ihre Verarbeitung unter Kälteanwendung. (Молочная Промышленность [Milchindustrie] 9. Nr. 3. 22—25. März 1948. Allunions-wiss. Forschungs-Inst. d. Milch-Ind.) 315.7758

**W. Bogdanow, Zur Methodik der Abtrennung aromabildender Bakterien.** Geschmack und Aroma der Sauerrahmbutter hängen von der Güte des Säureweckers u. den in ihm enthaltenen aromabildenden Bakterien ab. Diese zur Gruppe der Milchsäurebakterien gehörenden Bakterien finden günstige Wachstumsbedingungen in einem Nährmedium aus 1000 ml (durch Einw. von Pankreatin) hydrolysiertes Milch, der 10 g Na-Citrat u. 50 ml Hefeautolysat zugesetzt wurden. Auf dieses Medium gebrachtes möglichst gutes Bakterienmaterial wird 24 Stdn. bei 14—16° belassen. Vorliegen verschied. langer Ketten bei mikroskop. Prüfung spricht für die Ggw. von aromabildenden Bakterien (nähere Best. durch die Kreatinprobe). Es wird weiter auf Agar (1,5% in hydrolysiertes Milch) geimpft, welchem Medium mit Vorteil 1% Na-Citrat u. 1% Saccharose zugefügt wurden. Die heranwachsenden reinen Kolonien sind von einer Trübung umgeben, unter dem Mikroskop erkennt man zahlreiche Gasbläschen. Nach 72 Stdn. wird in mit Lackmus versetzte Milch übergeführt, die durch typ. aromabildende Bakterien nur leicht rosa gefärbt wird. Die isolierten Rassen werden auf ihre Fähigkeit zur Bldg. flüchtiger Säuren (Best. durch Zugabe von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. A.-Dampfdest.), von Diacetyl (Best. durch langsame Dest. in eine Lsg. von Na-Acetat, salzsaures Hydroxylamin u. Ni-Chlorid) u. Acetyl-methylcarbinol (Best. durch Zugabe von FeCl<sub>3</sub> nach Abtreibung des Diacetyls u. Dest. in das gleiche Gemisch, wie vorst. genannt) geprüft. (Молочная Промышленность [Milchindustrie] 9. Nr. 5. 20—21. Mai 1948.) 146.7758

**Georg Friedel, Die künstliche Färbung von Butter und Käse.** Bericht über die allg. durchgeführte künstliche Färbung von Butter u. Käse als notwendige Maßnahme. Die Färbung mit Annatto-Farbstoff (wahrscheinlich ident. mit Orlean; der Referent.) ist auch heute noch für die Käsefärbung unentbehrlich, da er, in wss.-alkal. Lsg. angewandt, sehr haltbar ist. Nicht bewährt hat er sich bei Frisch-, Sauer- u. Schmelzkäse wegen Zersetzungsercheinungen durch Red.- u. Oxydationsvorgänge. Ausschließliche Verwendung von Carotinen ist wegen der schwierigen u. teuren Herst. aus Karotten, Wildfrüchten z. Zt. noch nicht gegeben; außerdem glaubt Vf., daß Carotin als Provitamin in der natürlichen Bindung bessere Dienste leisten würde. Vf. empfiehlt daher Verwendung synthet. Farbstoffe, wobei er die gesundheitlichen Bedenken (Hinweise auf Krebsgefahr) für übertrieben hält. (Molkerei-Ztg. 2. 607—09. 25/12. 1948. Dresden-Neuostra.) 342.7758

**N. Masochina, Rostowsche Methode zur Herstellung trockenen, gesalzenen Quarks in Brikettform.** Die Meth. unterscheidet sich von den bisherigen hauptsächlich durch kleinere Briketts, verkürzte Salzungszeit u. Lufttrocknung. Diesen Quark kann jede Butterfabrik herstellen. Der analyt. Vgl. ergibt nur geringe Differenzen, u. die Qualität ist bei gebrauchsfertigem Quark noch besser. (Молочная Промышленность [Milchindustrie] 9. Nr. 3. 31—33. März 1948. Allunions-wiss. Forschungs-Inst. d. Milch-Ind.) 315.7760

**Taylor Instruments Co., Rochester, N. Y.,** übert. von: **Raymond E. Olson, Pittsford, N. J., V. St. A., Pasteurierungsverfahren.** Im Wärmeaustauscher des App. wird die pasteurisierte Fl. unter höherem Druck gehalten als die unpasteurisierte Fl., so daß

bei etwaigen Undichtigkeiten sich nicht die pasteurisierte Fl. mit unpasteurisierter mischen kann. — Beschreibung der App., 3 Abbildungen. (A. P. 2 455 605 vom 7/2. 1947, aug. 7/12. 1948.) 805.7635

Swift & Co., übert. von: Leon D. Mink, Chicago, und Walter M. Urbain, Berwyn, Ill., V. St. A., *Behandlung von Eiern* zur Erhöhung ihrer Backeigenschaften. Der von den Schalen befreite Einhalt wird unter Rühren während 10—30 Min. bei Temp. zwischen 55—65° gehalten. Hierdurch tritt eine Erhöhung der Viscosität ein, u. die damit bereiteten Backwaren haben ein 20% größeres Vol. als mit unbehandelten Eiern hergestellte Ware. (A. P. 2 458 449 vom 22/1. 1944, aug. 4/1. 1949.) 823.7755

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

H. I. Waterman, *Die selektive Hydrierung*. Es werden an der Hand von 6 Tabellen u. 21 graph. Darstellungen die Versuchsergebnisse beschrieben, die bei der Hydrierung einer großen Anzahl pflanzlicher u. tier. Fette u. Öle sowie bei Naphthalin erhalten wurden, wobei die Bedingungen (Druck, Temp. u. Katalysatormenge) weitgehend variiert wurden u. auf diese Art vielfach stufenweise hydriert wurde. Es gelang dem Vf. bei dieser Arbeitsweise, daß bei mehreren Ölen die konjugierten Doppelbindungen unangegriffen blieben, wenn er bei niedrigen Temp., dagegen hohen Drucken arbeitete, wovon beispielsweise Gebrauch gemacht werden kann, um Lebertran geruchlos zu machen, ohne die darin enthaltenen Vitamine A und D zu zerstören. Die Verss. haben schließlich zu einer Aufklärung über den Hydrierverlauf u. zu Herstellungsverf. einer Reihe von gesätt. u. ungesätt. Fettsäuren, wie endlich zur Entdeckung einer neuen Säure geführt. (Chim. et Ind. 61. 125—33. Februar 1949.) 444.7880

I. Ss. Taran, *Die ölliefernden Sorten der Sonnenblume*. Vf. gibt eine tabellar. Übersicht über eine Anzahl öreicher Sonnenblumensorten in der UdSSR u. erläutert den Unterschied zwischen absol. u. relativem Ölgehalt. (Селекция и Семеноводство [Selekt. u. Samenzucht] 15. Nr. 12. 44—48. Dez. 1948. Dokutschajew-Inst. für Ackerbau des Zentralen Schwarzerdegebietes.) 336.7894

H. Mannek, *Die Verarbeitung von Kunststoffen in der Seifenindustrie*. Überblick (an Hand von Patentzitate) über die Verwendung von Kunststoffen vor allem als Zusatz zu Seifen. (Seifen-Oele-Fette-Wachse 74. 239—41. 27/10. 259—61. 10/11. 1948.) 355.7906

Ilse Zising, *Seifen, synthetische Waschmittel und Emulsionen. Ein Beitrag zur Theorie der kolloidchemischen Vorgänge bei Waschprozessen*. Der derzeitige Stand der Erkenntnisse bzgl. der Struktur von Seifensgg. wird eingehend an Hand der Forschungsarbeiten der letzten Zeit erläutert (CHWALA, C. 1942. I. 285; STAUFF, C. 1939. I. 2149; LOTTERMOSER, C. 1940. II. 283; KUHN, Kolloidchem. Taschenbuch 1944). Bei Auflösung echter Seifen ergibt sich zunächst ein kleiner Bereich ionaler Löslichkeit. Wird die krit. Konz.  $C_k$  überschritten (bei den in der Praxis vorkommenden Konz. von Seifensgg.), findet Aggregatbildung durch Zusammenschluß der hydrophoben Endgruppen der ionisierten Fettsäuremoll. zu sogenannten ionischen Micellen statt (TYNDALLEFFekt!). Erst bei weiterer Konzentrationserhöhung u. Erreichen der  $C_k$  röntg. bilden sich gröber assoziierte Großmicellen mit kristalliner Struktur (Röntgeninterferenzen). Durch Verb. der durch Dissoziation entstandenen Fettsäurereste mit den H-Ionen des W. werden Fettsäuremoll. gebildet, die sich mit einem hydrophoben Ende an das hydrophobe Ende des Seifenmoll. anlagern, unter Bldg. von „saure Seife“ genannten Aggregaten, die für das Schutzkoll.- u. Schmutztragevermögen sowie die Waschreserve der Seifensgg. verantwortlich sind. Bei den synthet. Waschmitteln, z. B. *Mersolat* ( $R-SO_2Na$ ), *Igepon* ( $R_1COO-R_2SO_3Na$ ) u. *Igepal* (Anlagerungsprod. von 10—20 Moll. Äthylenoxyd an höhermoll. Alkohole), liegt der krit. Sättigungspunkt  $C_k$  höher als bei echten Seifen u. ragt weit in das Gebiet der prakt. verwendeten Waschflotten hinein, d. h. sie sind stärker dissoziiert u. sofort waschakt. wirksam. Die Bldg. von ionischen Micellen ist schwächer als bei Seifensgg., der beobachtete TYNDALLEFFekt vielleicht eine Folge von Verunreinigungen. Ob die synthet. Waschmittel Großmicellen bilden, ist nicht restlos geklärt. Konz. Lsgg. von Igepal zeigen Röntgeninterferenzen, für deren anomales Verh. eine Erklärung gegeben wird. — Aus der Struktur der Seifensgg. wird ihre Wrkg. beim Waschprozeß erklärt. Nach dem GIBBSschen Satz reichern sich die Seifenionen an der Schmutzgrenzfläche an, wobei sich die Micellen mit der Nahtstelle ihrer hydrophoben Gruppen an den hydrophoben Schmutz anlagern. Die Seifenionen richten sich hierbei unter Zerfall der Doppelmoll. auf u. heben Schmutzteilchen bei Bldg. von „Schmutzmicellen“ ab, die in die Lsg. wandern. Infolge Abnahme der Ionenkonz. bilden sich aus den ionischen Micellen neue, waschakt. Ionen (Reserve-Wrkg.). — Die Nachteile der Seifen (Bldg. von Kalkseifen u. schädliche Wrkg. auf Wolle

u. Seide infolge hydrolyt. Spaltung) fehlen bei den synthet. Waschmitteln, die auch in Gesamtsubstanz wegen Fehlens der „sauren“ Assoziat in waschakt. Form vorliegen u. besser benetzen. Die Dispergierwrkg. dieser ist erheblich größer als bei Seifensgg., d. h. der Schmutz wird feiner verteilt u. benötigt zur Emulgierung entsprechend größere Mengen waschakt. Substanz. Wenn mangels „Reserve“ die Waschflotte vorzeitig erschöpft ist, resorbiert die Wäsche den bereits abgelösten, allzu fein verteilten Pigment-schmutz u. vergraut. Die Waschreserve u. das Schmutztragevermögen der Seifensgg. ist also besser. — Um die Nachteile der synthet. Waschmittel auszugleichen, wurden Waschemulsionen entwickelt, die die Micellbdg. nachahmen u. so das Schmutztragevermögen der synthet. Erzeugnisse erhöhen sowie das Wiederaufziehen der Schmutzteilechen auf der Faser verhindern sollen. (Seifen-Öle-Fette-Wachse 74. 193—96. Sept. 217—19. 13/10. 237—39. 27/10. 1948. Nürnberg, Chem.-Techn. Fabr. Josef Faust K. G.) 355.7918

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

Hartien S. Ritter, *Wachs in der Textilverarbeitung*. Die Ausführungen beschäftigen sich einleitend mit dem Unterschied zwischen Fetten u. Wachsen u. behandeln dann den Unterschied zwischen mineral., pflanzlichen u. tier. Wachsen, bes. im Hinblick auf ihre Verwendbarkeit in der Textilindustrie. In einer Tabelle sind die dort gebräuchlichsten Wachse sowie ihre charakteristischsten Eigg. zusammengestellt. Verwendet werden die Wachse zum Schlichten, zum Mattieren kunstseidener Gewebe, zum wasserbeständigen u. mottensicheren Ausrüsten sowie in der Färberei u. Druckerei. Besprochen werden auch maschinelle Vorr. (2 schemat. Darstellungen) zur Aufbringung von Wachs auf Gewebe. Abschließend geht Vf. auf die Verwendung synthet. Wachse in der Textilindustrie ein. — 20 Literaturzitate. (Rayon synthet. Text. 30, Nr. 4. 111—12. April. Nr. 5. 83—86. Mai 1949.) 104.7958

Robert S. Casey und C. S. Grove jr., *Fasern*. Es wird eine Literaturzusammenstellung (273 Zitate) gebracht, die sich u. a. mit den technolog., physikal. u. chem. Eigg. der Textilfasern sowie mit den zur Best. dieser Eigg. erforderlichen App. u. Methoden beschäftigt. (Ind. Engng. Chem. 40. 1793—98. Okt. 1948. Syracuse, N. Y., Syracuse Univ.) 104.7968

A. I. Meoss, M. N. Wischnjakowa, Je. A. Meoss und W. P. Berssenew, *Untersuchungen über Faserstruktur und Fasereigenschaften*. Im Gegensatz zur Theorie der micellaren oder kristallinen Struktur der Faserstoffe vertreten Vf. die Anschauung eines mol. oder amorphen Aufbaus der organ. Textilfasern u. erklären daraus ihr Verh. bei mechan. Deformation. Der Faseraufbau stellt sich danach als Syst. gekrümmter Moll. dar, die durch zwischenmol. Bindungen verschied. Art u. Stärke miteinander verbunden sind. Dieses Molekül-Syst. erfährt bei der Deformation reversible u. irreversible Änderungen des ursprünglichen Zustandes, die mit Hilfe der Kraft-Dehnungs-(KD-)Linie der Faser gedeutet werden. Die anfänglich vollkommen reversible „federnde“ Deformation, die auf Veränderung der mittleren Entfernungen zwischen Moll. u. Atomen zurückgeführt wird, geht im Bereich stärkerer relativer Dehnungszunahme in eine „beschleunigt-elast.“ Deformation über, die durch Streckung der gekrümmten Moll. u. Umgruppierung von zwischenmol. Bindungen zustandekommt, deren schnelle Rückbdg. kurze Relaxationsperioden ergibt. Der weitere, flachere Verlauf der KD-Linie deutet eine energ. Umgruppierung zwischenmol. Bindungen mit längeren Relaxationsperioden an („verlangsamt-elast.“ Deformation). Infolge teilweisen Zerreißens der ursprünglichen strukturellen Bindungen tritt schließlich eine allmählich zunehmende irreversible Dehnung ein („bleibend-elast.“ Deformation), bis der Bruch der Faser erfolgt. Die unterschiedliche Form der KD-Linie verschied. Faserarten wird an Hand von Beispielen mit dem Mengen- u. Kräfteverhältnis zwischen schwachen u. starken zwischenmol. Bindungen erklärt u. das gesamte Verh. der Faser bei der Deformation auf einen elast. Mechanismus zurückgeführt. (Текстильная Промышленность Textil-Ind.] 9. Nr. 1. 8—10. Jan. 1949.) 472.7968

M. Kehren, *Die Feuergefährlichkeit mineralölhaltiger Schmelzmittel*. Unter Feuergefährlichkeit eines Schmelzöles wird die Fähigkeit bestimmter stark ungesätt. Öle bzw. Fettsäuren verstanden, die sich in feiner Verteilung auf der Faser unter Wärmeabgabe oxydieren. Der Reaktionsmechanismus der Autoxydation ist sehr kompliziert, u. man stellt ihn sich in mehreren Stufen verlaufend vor. Zu Beginn der Umsetzungen treten zunächst 2 Moll. O<sub>2</sub> zwischen 2 Moll. Fettsäure u. bilden Peroxyde, so daß in der 1. Phase je 1 O-Atom durch den Übergang in die 4-Wertigkeit an der Doppelbindung eine Brücke zwischen 2 Fettsäuremoll. bildet, während die peroxydartige Bindung des anderen O-Mol. in der 2. Phase erfolgt (Reaktionsschema). In der 3. Reaktionsphase

spaltet sich der peroxyd. gebundene O<sub>2</sub> wieder ab. Es wird weiter auf den Nachw. der Feuergefährlichkeit der Schmelzmittel eingegangen. Kombinationen von mineralöhlhaltigen Schmelzmitteln u. oxydationsfähigen Komponenten werden besprochen. Weiter finden Kombinationen von mineralöhlhaltigen Schmelzmitteln u. katalyt. wirkender Fe-Seife Erwähnung. Abschließend wird bemerkt, daß Mineralöle zwar keine Feuergefährlichkeit besitzen, daß sie aber den Nachteil der absol. Unverseifbarkeit aufweisen, was bei der Entfernung der Mineralölschmelzen zu Schwierigkeiten führt. — 6 Abbildungen. (Textil-Praxis 4. 268—70. Juni 1949. M.-Gladbach, Textilprüfanstalt.) 104.7992

**M. Schulz-Brüggemann, H. Leyendecker und J. Hopmann, Der Einfluß des Verstockens auf die technologischen Eigenschaften des Robuchenholzes.** Unter Buchenstocken oder Verstocken versteht man eine von den Hirnflächen ins Stamminnere vordringende bräunliche Verfärbung. Besprochen wird zuerst die Art der Probeentnahme, u. dann wird auf die Ermittlung der Holzzeigg. näher eingegangen. Bestimmt werden die Schlagbiegefestigkeit (Pendelschlagwerk mit 2 m/kg Arbeitsinhalt), die Zugfestigkeit, die Biegefestigkeit u. die Druckfestigkeit. Weiterhin wird der Einfl. der Verstockung auf die Quell- u. Schwindmaße untersucht. — 3 graph. Darstellungen, mehrere Abbildungen, 21 Literaturzitate. (Holzforschung 3. 65—75. 1949. Hann.-Münden, Inst. für Forstbenutzung der Forstl. Fakultät.) 104.8010

**C. W. Phelps, Verwendung von Kaolin für nichtkeramische Zwecke.** Einige allg. gehaltene Angaben über die Verwendung von Kaolin bei der Herst. von Papier, Anstrichfarben u. Linoleum. (Ceram. Age 53. 11—12. 40. Jan. 1949. Trenton, N. J., V. St. A., United Clay Mines Corp.) 121.8020

**Anton W. Rick, Dach-Unterhaltungs- und Dichtungsstoffe.** Dachpappe besteht aus ungeleimter Rohdachpappe (auch Wollfilzpappe) u. Teer oder Bitumen als Durchtränkung u. Abstreuerung. Als Unterhaltungsmittel dienen bituminöse Stoffe, einschließlich Teer u. Mineralöle; am besten sind mittelharte Bitumina in heißfl. Zustände oder in geeigneten Ölen gelöst. Für Bitumenpappe eignen sich Steinkohlenteeröle zur Regenerierung. Farbige Dachlacke, farbige Abkiesung, Dichtung von Rissen mit Dachspachtelmassen. (Farben, Lacke Anstrichstoffe 3. 146—48. Mai 1949. Bad Godesberg.) 253.8038

**W. G. Panassjuk und L. W. Podobajewa, Untersuchung der Kohlenhydrate der Hüllen der Baumwollsamens durch die Methode der mehrstufigen Hydrolyse.** Die in Ölmühlen als Abfallprod. anfallenden Samenhüllen der Baumwollsamens, enthalten nach Best. der Vff. 68—75% an Kohlenhydraten, von denen 30% zu Furfurol u. Methylfurfurol verarbeitbar sind. Mehrstufige Hydrolyse im Autoklaven durch 0,15n H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei einem Flottenverhältnis von 1:5 ergab bei Temperaturanstieg von 110° auf 187° (jede Stufe 30 Min.), daß die leichter hydrolysierbaren Kohlenhydrate, die Hemicellulosen, bei 120—130° gespalten werden, die Cellulose hingegen hydrolysiert erst bei 170—180°. An leichter hydrolysierbaren Stoffen liegen vor Xylan, Araban, Ramnan u. Polyuronide, an schwerer spaltbaren Mannan u. Cellulose. Erhöhung der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Konz. auf 0,2 n führt zu keiner Änderung der Menge der erhaltbaren reduzierenden Stoffe. Der Verlust an Zuckern bei der Hydrolyse ist ein verschiedener. So erhält man bei den leichter hydrolysierbaren Stoffen 87—97% der theoret. möglichen Menge, bei den anderen 56,3—61,7%. Am meisten geht Glucose verloren. Wie bei anderen pflanzlichen Abfallstoffen überwiegen auch bei den Baumwollsamenhüllen Xylan u. Cellulose; Kohlenhydrate, die bei der Hydrolyse Fructose u. Galaktose ergeben, liegen nicht vor. (Журнал Прикладной Химии [J. angew. Chem.] 22. 145—56. Febr. 1949. Allunions-wiss. Forschungsinstitut der Sulfit-Sprit u. Hydrolysenindustrie.) 146.8044

**A. W. Sohn und P. O. Lenel, Über die Reaktionsprodukte einer schonenden partiellen Holzhydrolyse.** Untersucht wurden die Inhaltsstoffe wss. Extrakte aus Kiefernholz, die durch 1—2std. Wasserdruckkochung bei 150° erhalten wurden. Unterschieden werden hierbei vier Gruppen: Spaltprodd., wie Essigsäure u. Furfurol, Ligninanteile, Kohlenhydrate u. accessor. Harz, die einer experimentellen Unters. unterworfen werden. Diese einzelnen experimentellen Befunde lassen rein theoret. gewisse Rückschlüsse auf die Struktur des Holzes zu u. können somit als Beitrag zum vielumstrittenen Ligninproblem gewertet werden. Die Versuchsergebnisse werden eingehend diskutiert. Vor allem wird auch darauf hingewiesen, daß Ligninbestandteile durch Vorhydrolyse extrahiert werden können. — 45 Literaturzitate. (Papier 3. 109—18. 30. April 1949. Mannheim, Zellstoff-fabrik Waldhof.) 104.8044

**P. M. Chmelnow, Zerkleinerung der Sulfitcellulose in der Konusmühle.** Von Vf. wird bezüglich der Zellstoffindustrie die Anwendung einer kontinuierlich arbeitenden Mühle mit konusförmigem Hauptteil an Stelle der üblichen Walzen empfohlen. Geringere Durchgangsmengen führen zu einem schnellen Anstieg des erzielbaren Zerkleinerungsgrades.

Bei Erhöhung der Konz. der MM. von 2,0 auf 3,4% (auch noch höhere Konz. sind anwendbar) steigt der Zerkleinerungsgrad von 3 auf 12 an. (Бумажная Промышленность [Papierind.] 24. Nr. 1. 36—40. Jan./Febr. 1949.) 146.8044

Wilhelm Wehr, *Zur Kenntnis der Nitrocellulose*. Zur eindeutigen Kennzeichnung einer Nitrocellulose (I) ist stets die Angabe des N-Geh. u. der Viscosität erforderlich. Vf. bringt eine Tafel für die Einteilung der verschied. I-Typen nach N-Geh. u. Löslichkeit. (A-, M-, E- u. S-Wollen). Die Eignung der FIKENTSCHER-Formel zur Auswertung an mäßig konz. Lsgg. von I ist erneut unterstrichen worden. Bei der von STAUDINGER aufgestellten Viscositäts-Molekulargewichtsbest. ist die  $K_m$ -Konstante für jede Nitrierstufe mit einem anderen Wert einzusetzen. Vf. zeigt an dem üblichen Schnelltrocknverfahren u. dem von JONES u. MILES (J. Soc. chem. Ind. 52. [1933.] 252), daß die Filmfestigkeit mit dem k-Wert ansteigt; bei den Filmen nach dem ersten Verf. sind allerdings die Maximalwerte bei der mittelviscosen Wolle E 950 scheinbar erreicht. Bei Wollen mit einem k-Wert unter etwa 50 nehmen die Werte sprunghaft ab, so daß Festigkeitswerte ohne Weichmacherzusatz nicht mehr erhalten werden können. Der Einfl. des Veresterungsgrades auf die Festigkeitswerte ist noch nicht klar. (Farbe u. Lack 55. 112 bis 15. April 1949. Köln-Bickendorf.) 340.8046

G. Fromm, *Prüfung und Verwendung von Kunstseide für die Herstellung von Reifen*. Es wird ein Überblick über die Prüfung, die charakterist. Eig. u. die Verwendung von Baumwolle, bes. aber von Viscoseseide, für die Herst. von Reifencord gegeben. Die stat. Prüfverf. umfassen die Best. des Spannungswertes aus der Hysteresisschlufe, die Best. der Dehnung bei Dauerbelastung sowie die Best. der Dehnung beim Walken. Die dynam. Prüfverf. beschäftigen sich mit der Ermittlung der Walk-, der Knick- u. der Sägeermüdung. Behandelt wird der Einfl. der charakterist. stat. u. dynam. Eig. von Kunstseide auf den Reifen, die Normal- u. Festkunstseide, das Leistungsniveau des Kunstseidenreifens, u. zwar unter bes. Berücksichtigung des Buna-Reifens sowie die Haftfestigkeit Kunstseide/Kautschuk. Es wurde u. a. gefunden, daß Viscose-Festkunstseide der Baumwolle im Reifenbau deutlich überlegen ist. Die Gründe hierfür werden eingehend besprochen. (Kautschuk u. Gummi 2. 113—19. April 1949. Kautschuk-Zentral-Labor. der Farbenfabriken Bayer, Leverkusen.) 104.8048

H. Nuding, *Die elektrostatische Aufladung bei der Verarbeitung von Zellwolle in der Baumwollspinnerei, ihre Ursachen und ihre Wirkungen*. (Textil-Praxis 4. 364—67. August 1949. Siegburg, Phrix Werke: Rhein. Zellwolle A. G.) 104.8048

B. Hahn, *Das Verhalten der Zellwolle in der Walke*. Nach kurzen Ausführungen über die Walke von Wolle-Zellwolle-Mischungen geht Vf. auf die Frage der Walke reinzellwollener Gewebe ein. (Textil-Praxis 4. 401—02. August 1949.) 104.8048

W. A. B. Davidson, *Vicara* — *Die neueste synthetische Zellwolle*. Vicara wird von der VIRGINIA CAROLINA CHEMICAL CORP. aus dem Zein des Kornes hergestellt. Das Zein wird in verd. Natronlauge gelöst u. durch Düsen in ein saures Fällbad eigesponnen. Die Streckung um 400—500% erfolgt während des Spinnprozesses. Hieran schließt sich die Formaldehydbehandlung. Die Faser soll gut beständig gegenüber Säuren u. Alkalien u. die Quellung in W. nur gering sein. Die Trockenfestigkeit wird mit 1,25 g/den. oder 20000 lbs./sq. argegeben. Der  $p_H$ -Wert beträgt etwa 3. (Rayon synthet. Text. 30. Nr. 6. 73—74. Juni 1949.) 104.8048

C. D. Evans und C. B. Croston, *Formaldehyd-Härtung von Zeinfasern*. Zur raschen Härtung von Zeinfasern (I) mit Formaldehyd (II) wurde ein Zweistufen-Verf. entwickelt. In der Vorstufe werden 0,75% II in die Faser eingeführt (Konz. des II im Bad 10,0%, 37°,  $p_H = 2,4$ , 30 Min., 1% Ammonsulfat). Nach dem Strecken der formalisierten I wird hierdurch eine feine Faser mit außergewöhnlicher Festigkeit (bis 1,49 g/den.) u. Elastizität erhalten. Die zweite Stufe besteht in einer energ. Formalisierung, wodurch zusätzlich 3,0% II in die gestreckte I eingebaut werden, um deren Länge zu stabilisieren. Die einzelnen Abhängigkeiten der Formbeständigkeit der I gegen kochendes W. von der Konz. des II,  $p_H$ -Wert, Temp., Zeit, Salzkonz. wurden untersucht. Das Optimum liegt bei Anwendung einer 10%ig. Lsg. von II,  $p_H$ -Werten zwischen 0 u. 2 in Ggw. von Ammonsalzen, einer Temp. von 60° u. einer Härtezeit von 15—30 Min. II wird sowohl aus sauren wie alkal. Bädern gebunden, jedoch tritt eine Verknüpfung der Peptidketten nur bei sauren Behandlungen auf. Auf Grund einer ausführlichen Diskussion der chem. Möglichkeiten der Rk. zwischen II u. Proteinen wird festgestellt, daß sich aus I u. II in erster Stufe Methyleamide bilden, welche in zweiter Stufe unter Wasserabspaltung Methylen- oder Oxymethylenbrücken zwischen den Säureamidgruppen entstehen lassen. — 9 Abb., 5 Tabellen. (Textile Res. 19. 202—11. April 1949. Peoria, Ill., Northern Regional Res. Lab.) 285.8048

—, *Das Bleichen von Nylon*. Nach Ansicht des Vf. soll ein Bleichen von Textilgut aus Nylon tunlichst vermieden werden, falls dies aus irgendwelchen Gründen jedoch nicht zu umgehen ist, hat sich nachstehende Arbeitsweise als zweckmäßig erwiesen: Das Bleichgut wird während 30 Min. in einer Flotte behandelt, die 0,5 lbs. *Textone* (Bleichmittel) u. 0,5 lbs. Eisessig auf 100 Gallonen enthält. *Textone*, das Na-Chlorit als Oxydationsmittel enthält, wird von der MATHIESON CHEMICAL CORP., N. Y., hergestellt. Zur Nachbehandlung geht man in ein Bad ein, das 4 lbs. Seife, 4 lbs. *Dupanol D* Paste u. 4 lbs. Tetranatriumpyrophosphat gleichfalls auf 100 Gallonen enthält. (Rayon synthet. Text. 30. Nr. 5. 69. Mai 1949.) 104.8052

L. Riedel, *Verspinnbare Glasfasern und Glasfäden*. Nach Erörterung der Herstellungs-Verff. durch das Düsen-Zieh-, das Düsen-Blas- u. das Stabzieh-Verf. werden besprochen die Eigg. der Glasfasern (hohe Schmiegsamkeit bzw. Knotbarkeit mit abnehmendem Fadendurchmesser, hohe Zugfestigkeit, ungünstige Zugsprödigkeit) u. ihre Verwendbarkeit, z. B. für Wandbekleidungen u. Vorhänge, als elektr. Isolierstoffe, als Kunstharz-Schichtstoffe, als Wärmeisolierstoffe u. für Filtergewebe. (Z. Ver. dtsh. Ing. 91. 227—33. 15/5. 1949. Ettlingen/Baden.) 112.8054

N. Gralén und B. Olofsson, *Messung der Reibung zwischen Einzelfasern*. I. Mitt. Die Reibung zwischen Einzelfasern hat große Bedeutung für das Filzen der Wolle sowie für das Spinnen von kurzen Fasern. Die bisherigen App. messen die Reibung (I) zwischen einer oder mehreren Fasern u. einem andern Material. Vf. konstruieren einen App., um sowohl die stat. wie die dynam. I zwischen zwei Einzelfasern zu messen. Die beiden Fasern werden in Halter eingespannt; der eine wird an einem horizontalen Rad angebracht, welches sich mit konstanter niedriger Geschwindigkeit bewegt, der zweite Halter hängt an dem Waagebalken einer Torsionswaage. Bei der Belastung der Waage wird die Normalkraft zwischen den Fasern eingestellt. Die Waage befindet sich an einem Klavierdraht, so daß bei horizontaler Bewegung der unteren Faser die obere Faser mitgeht, bis das Torsionsmoment des Klavierdrahtes gerade die stat. I zwischen den Fasern erreicht hat. Bei Wolle ist I in Gegenrichtung zu den Schuppen viel größer als I parallel zu den Schuppen. Nach Einw. von Bromwasser nimmt die Differenz der I ab. Ableitung der Reibungskoeffizienten ( $\mu$ )  $\mu = F/N$ , F = Reibungskraft, N = Normaldruck zwischen den Fasern. — 6 Abbildungen. 21 mathemat. Gleichungen. (Textile Res. 17. 488—96. Sept. 1947. Gotenburg, Schwed., Inst. f. Textilforschung.) 285.8088

L. Lindberg und N. Gralén, *Messung der Reibung zwischen Einzelfasern*. II. Mitt. *Reibung von Wollfasern nach der Faser-Flecht-Methode*. (I. vgl. vorst. Ref.) Die Messungen der Reibung (I) von Wollfasern in dem früher beschriebenen App. (I. Mitt.) zeigen beträchtliche Streuungen bes. für I entgegen der Schuppenrichtung. Um einen App. mit vergrößerter Kontaktfläche zwischen den Fasern zu konstruieren, wurden zwei Fasern einige Male umeinander gedreht (verflochten) u. in Spannung gehalten. Hierdurch werden Kräfte erzeugt, welche n. zu den Faseroberflächen zwischen den Fasern wirken. Durch Vergrößerung der Spannung im oberen Ende der einen u. dem unteren Ende der anderen Faser kann man die Fasern zum Abgleiten bringen. Der stat. Reibungskoeff.

$\mu_s$  wird aus der Kraft erhalten, die zum Gleiten nötig ist:  $\mu_s = \frac{\lg P_2/P_1}{\pi \cdot n \cdot \beta} : P_2 \cdot U_1$  sind die Kräfte an den Faserenden,  $\beta$  = der Winkel zwischen den Fasern, n = Zahl der Drehungen. Zwischen dem Reibungskoeff. von Nylon u. dem Reziprokwert des n. Druckes wurde eine lineare Beziehung gefunden, die auch bei Wolle gilt, jedoch nur bei Reibung in der Schuppenrichtung. Die Reibung zwischen Wollfasern (in u. gegen Schuppenrichtung) nimmt mit steigender Temp. bis 70° ab. Es besteht nur eine sehr schwache  $P_2$ -Abhängigkeit der Reibung. Schließlich wurden chem. Behandlungen geprüft, welche das Filzvermögen der Wolle herabsetzen. Durch Chloren werden die Reibungskoeffizienten in u. gegen Schuppenrichtung erhöht, u. in einigen Fällen nimmt deren Differenz ab. Nach Behandlung mit Melaminharzen oder Benzochinon wurde keine Veränderung der Reibung gefunden. Hier liegt die Ursache für das herabgesetzte Filzvermögen in Änderungen der mechano-elast. Eigg. der Fasern. — 18 Abbildungen. 14 mathemat. Gleichungen. 15 Tabellen. (Textile Res. 18. 287—301. Mai 1948. Gotenburg, Schwed., Inst. für Textilforschung.) 285.8088

J. Lindberg, *Messung der Reibung zwischen Einzelfasern*. III. Mitt. *Einfluß verschiedener Behandlungen auf die Reibung zwischen Wollfasern*. In Fortsetzung der II. Mitt. (vgl. vorst. Ref.) wurde die Temperaturabhängigkeit der Reibungskoeffizienten (I) (mit u. gegen Schuppenrichtung) bei Wolle bis zu 90° untersucht u. eine reversible Abnahme der I gefunden. Folgende Behandlungen wurden an Wolle vorgenommen: 1) Einlagerung des Melaminharz aus 25% ig. Lsg. methylierten Methylolmelamins, Kondensation bei

140° in 10 Min. 2) 1% ig. Benzochinonlsg.  $p_H = 5$ , 48 Stdn. bei 50°. 3) Eintauchen in 7% ig. alkoh. KOH-Lsg. Nach 1,5 Min. Neutralisieren in 7% ig. alkoh.  $H_2SO_4$ . 4) Eintauchen in 0,5% ig.  $KMnO_4$  in 0,5n  $H_2SO_4$ , 15 Sek. Nachbehandlung mit 2% ig.  $Na_2S_2O_5$ , 30 Sek. 5) Alkal. Chloren mit 4% Cl (bezogen auf Wollgewicht) durch Abpufferung von NaOCl mit Borsäure auf  $p_H = 8$ . Nach 60 Min. Nachbehandlung mit 2% ig. Bisulfit-Lsg. 6) wie 5) jedoch 0,5n  $H_2SO_4$  statt Borsäure. Die I wurden bei verschied.  $p_H$ -Werten gemessen. Es wurde keine  $p_H$ -Abhängigkeit gefunden. Die chem. Behandlungen führen zu einer Abnahme der Differenz zwischen den I in bzw. gegen Schuppenrichtung, infolge einer Zunahme der Reibung in Schuppenrichtung. Vf. schließt auf das Vorliegen einer bes. Oberflächenschicht (glatt u. hart), nach deren chem. oder mechan. Entfernung eine rauhe Schicht freigelegt wird. — 5 Tabellen, 3 Abbildungen, 5 mathemat. Gleichungen. (Textile Res. 18. 470—74. August 1948. Gotenburg, Schwed., Inst. für Textilforschung.)

285.8088

J. Lindberg und N. Gralén, *Messung der Reibung zwischen Einzelfasern*. IV. Mitt. *Einfluß verschiedener Oxydations- und Reduktionsmittel auf die Reibungseigenschaften von Wollfasern*. (III. vgl. vorst. Ref.) Zur Messung der Abhängigkeit der Reibung von der Dauer chem. Behandlungen wurde ein Becher konstruiert, in welchem die Behandlungen der Fasern unmittelbar im Faser-Flecht-App. durchgeführt werden können. Der Becher wird mit der betreffenden Lsg. gefüllt u. nach den gewünschten Zeiten geleert. Im Becher wird mit dest. W gespült u. in W gemessen. Der Reibungswiderstand der Schuppen von Wolle ergibt sich aus der Gleichung:  $F_3 = N_2(\mu_2 - \mu_1) = F_2 - F_1$ .  $F_1, F_2 =$  Reibungskräfte in bzw. gegen Schuppenrichtung,  $N_2 =$  Normalkraft bei Messung von  $F_2$ ,  $\mu_1, \mu_2 =$  Reibungskoeffizienten. Da N während der Messungen wenig schwankt, ist  $F_3$  proportional zu  $\mu_2 - \mu_1$ . Behandlungen mit folg. Verb. wurden untersucht: Nasses u. trockenes Chloren, Kaliumpermanganat, Sulfurylchlorid sowie Kombinationen dieser Reagenzien mit Natriumbisulfit. Alkoh. KOH. Polymerisation von Anhydrocarboxyglykokoll auf der Faser, Papainbehandlung (Chlorzym-Prozeß). Die Ergebnisse wurden graph. zusammengestellt: Abhängigkeit von  $\mu_1$  u.  $\mu_2$  sowie  $F_3$  von der Zahl der Messungen u. teilweise vom  $p_H$ -Wert. Chloren der Wolle vergrößert zunächst sowohl  $\mu_1$  als  $\mu_2$ . Nach längerer Zeit, höherer Konz. oder tieferem  $p_H$  werden die Schuppen angegriffen u. durch Abrieb leicht entfernt. Bei sehr milden Einww. von Cl erfolgt erst mit Bisulfit Zunahme der Reibung. Durch trockenes Chloren läßt sich der chem. Angriff auf eine dünne Oberflächenschicht konzentrieren, so daß die Schuppen selbst nicht reagieren.  $KMnO_4$  vergrößerte beide Reibungskoeffizienten, ohne die Schuppensubstanz zu zerstören. Alkoh. KOH greift nur die Faseroberfläche an. Polymerisiertes Anhydrocarboxyglykokoll maskiert die Schuppen. Beim „Chlorzym“-Prozeß werden die Schuppen entfernt. Natriumoleat oder andere anion-akt. Verb. verursachen in alkal. oder neutralen Lsgg. beträchtliche Abnahmen der Reibungskoeffizienten, bes. bei gechlorten Fasern. Zur Deutung der Ergebnisse wird angenommen, daß die Oberfläche der Wollfaser von außen nach innen aus folgenden Bestandteilen aufgebaut wird: 1) eine chem. resistente Membran (100 Å dick), 2) eine Zwischenschicht u. 3) die Schuppenzellen. — 10 Abbildungen (1 elektronenopt.) u. 5 Tabellen. (Textile Res. 19. 183—201. April 1949. Gotenburg, Schwed., Inst. für Textilforschung.)

285.8088

## XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

I. K. Barstein, *Staubverbrennung von hochfeuchten Brennstoffen*. Auf Grund der experimentell-rechner. Unterss. wird in der Arbeit der Einfl. der Feuchtigkeit des zu verbrennenden Brennstoffes (Braunkohle) auf den Verlauf des Feuerungsprozesses u. die Wärmeübergabe in den *Strahlungs-* u. *Konvektionszonen* der Heizoberflächen von Kesselaggregaten untersucht. Es wird die Zweckmäßigkeit des Übergangs auf getrennte Schemata der Staubvorbereitung (Vortrocknung) für große Kesselanlagen bei der Staubverbrennung von Brennstoffen hoher Feuchtigkeit begründet. (Котлоурбостроение [Kessel- u. Turbinenbau] 1948. Nr. 5. 1—8. Sept./Okt. 1948. Zentrales wiss. Polzunow-Forschungsinst. für Kessel- u. Turbinenbau.)

288.8128

R. E. Brewer, D. A. Reynolds, W. A. Steiner und R. D. van Gilder, *Verhalten von Backkohlen bei der Verkokung*. 11 Backkohlen von 9 verschied. Lagerstätten wurden einer gemäßigten Oxydation bei Zimmertemp. u. einer beschleunigten Oxydation bei 99,3° (Kp. des W. in Pittsburgh) unterworfen. C- u. H-Geh., Backfähigkeit, Heizwert, Festigkeit u. Teerausbeute werden hierbei erniedrigt, O-Geh., D., Ammonsulfatausbeute erhöht. Eine einfache Beziehung hinsichtlich Änderung der Figg. des Kokses gemäßigter u. beschleunigter Oxydation unterworfenen Proben wird festgestellt. Als Vergleichsbasis wird die Zahl der Tage genommen, innerhalb welcher eine Verminderung der Festigkeit des Kokses um 15% eintritt, bei der Reaktionstemp. von 99,3°. Bei Zimmertemp.

Lagerung wird diese Zeit auf 5 Jahre geschätzt. (Ind. Engng. Chem. 40. 1243—54. Juli 1948. Pittsburgh 3, Pa., Central Experiment Station, U. S. Bureau of Mines.) 491.8142

**Woldemar Allner**, *Die Gaserzeugung aus Holz nach dem Gleichstrom-Entgasungsverfahren Bubiag-Didier*. Betriebsergebnisse der Gaserzeugung aus Kiefern- u. anderen Weichholzarten. Notwendigkeit einer Vortrockenzone bei jüngeren Brennstoffen zur Ausschaltung des schädlichen Einfl. von W. bei der Gaserzeugung. Die techn. Voraussetzungen zur Erzeugung von Synthesegas aus Holz oder anderen jüngeren Brennstoffen nach dem Gleichstromverf. sind gegeben, doch kommen derartige Rohstoffe nur für kohlenarme u. holzreiche Länder in Betracht. (Gas- u. Wasserfach. 90. 175—76. 30/4. 1949. Hannover.) 252.8150

—, *Forschungsarbeiten der American Gas Association*. Übersicht der im Rahmen eines großen Forschungsprogramms auf gastechn. Gebiet in Arbeit befindlichen Themen: Gaserzeugung, häusliche Gasverwendung, gewerbliche u. industrielle Gasverwendung, allg. techn. Forschungsarbeiten. (Amer. Gas. Assoc. Monthly 31. 12—13. 45. April 1949.) 252.8150

—, *Das Manchester-Verfahren zur Naßentschwefelung von Gasen*. Beschreibung einer Anlage im Rochdale Road Gaswerk. Jüngste Ergebnisse. (Gas J. 257. (101.) 692—93. 30/3. 1949.) 252.8172

**Friedrich Martin**, *Über Fortschritte in der Kohlenwasserstoff-Synthese (Fischer-Tropsch)*. Die Reinigung des Gases von S-Verb., gegen die nur der rein oxyd.  $\text{ThO}_2\text{-ZnO-Al}_2\text{O}_3$ -Kontakt der bei  $> 300$  at,  $400\text{—}450^\circ$  mit  $\text{CO:H}_2 = 1:1$  arbeitenden Isosynth. unempfindlich ist, erfolgt mit alkalisierten  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MM.}$ , gegebenenfalls unter  $\text{O}_2$ -Zusatz, bei  $180\text{—}250^\circ$  oder durch Adsorption. Die Kontaktregeneration wird durch Extraktion u. Hydrierung bei  $200\text{—}220^\circ$  bewirkt; die an sich wirksamere Hydrierung bei  $400\text{—}450^\circ$  scheidet an der geringen mechan. Festigkeit des Kontakts, der mehrfaches Umfüllen nicht verträgt. Der Fe-Kontakt, bes. der  $\text{ThO}_2$ -Isokontakt, verträgt höhere Belastung als der n. Co-Kontakt. Die starke  $\text{CH}_4$ -Bldg. konnte weder durch geringe Belastung noch durch Kreislaufführung, Stufenverf., Inertgaszusatz u. dgl. völlig unterdrückt werden. Günstiger in dieser Beziehung verhält sich die Mitteldrucksynth. bei  $10\text{—}15$  at, oder mit in Öl suspendiertem Kontakt, bes. mit alkalisiertem Fe-Cu auf Erdalkalicarbonaten. Wichtig ist die Formierung der Fe-Kontakte mit  $\text{H}_2$  oder besser CO bei 0,1 at, Ausbeute dann bis  $140\text{—}150$  g/Nm<sup>3</sup>. Der Chemismus der Rkk. ist noch ungeklärt, geschwindigkeitsbestimmend dürften Diffusionsvorgänge sein. Eine größere Rolle spielen neuerdings die O-haltigen Verb., u. zwar sowohl ihre Synth. als Hauptprod. wie auch die Isolierung nebenher gebildeter. Ce- u. V-Oxyd können beim Fe-Kontakt die an sich bereits hohe Ausbeute an Alkoholen bis auf 60% steigern. Bei der Isosynth. entstehen vielleicht prim. Alkohole, die dehydriert u. hydriert werden. Die chem. Weiterverarbeitung der Primärprod. wird kurz gestreift. (Erdöl u. Kohle 1. 26—29. 1948. Mülheim a. d. Ruhr.) 124.8184

**H. Reich**, *Zukunftsaufgaben der Geophysik in Nordwestdeutschland*. Übersicht über die Aufgaben, die für die einzelnen geophysikal. Methoden (Gravimeter-, Drehwaage-, reflexions- u. refraktionsseism., magnet., elektr. Oberflächenmessungen sowie Untert. in Bohrlöchern) lösbar sind. (Erdöl u. Kohle 1. 16—19. 1948. Celle/Göttingen.) 124.8188

**Walter Rühl**, *Bedeutung und Aufgaben sekundärer Erdölausbeutung in Deutschland*. Die prim. Entölung liefert nur  $20\text{—}70$ , meist  $30\text{—}40\%$  des in der Lagerstätte enthaltenen Öls, den Rest zu gewinnen ist Aufgabe der sek. Entölung. Die Methoden dieser sind verschieden: im Vordergrund steht die Erhaltung oder der Neuaufbau des Lagerstätten-drucks durch die verschied. repressuring-Verf. (Einführen von Gasen oder W.), gegebenenfalls Vergrößerung der treibenden Kraft durch Vakuumförderung, dann Erweiterung des Porensyst. durch Torpedieren oder Säuern u. schließlich Änderung der Haftung des Öls am Gestein durch oberflächenakt. Stoffe, Bakterien oder Erwärmung. Als Schlußphase könnte sich bergmänn. Abbau anschließen. — Systematik u. Geschichte der einzelnen Verf. sowie Übersicht über die erzielten Erfolge u. die Ursachen der Mißerfolge. (Erdöl u. Kohle 1. 20—26. 1948. Wietze.) 124.8190

**C. Jungblut**, *Die Rolle des Schwefels in Maschinenölen*. Vf. untersuchte die Schwefelung eines Heizöles u. die eines Gemisches aus Heiz- u. Anthracenöl. Während unterhalb von  $150^\circ$  nur eine geringe Aufslg. des S erfolgt, der sich zum größten Teil in der Kälte wieder ausscheidet, tritt er von  $150^\circ$  an aufwärts unter zunehmender  $\text{H}_2\text{S}$ -Entw. in Rk., wobei ein Teil vom Öl aufgenommen wird u. außerdem Polymerisation u. Cyclisierung stattfindet, die eine Viscositäts-erhöhung bedingen. Bei der prakt. Erprobung der resultierenden Öle zeigte sich, daß nicht der Gesamtschwefel, sondern nur der „akt.“ S für die Eigg. der Öle verantwortlich ist, während die Viscosität nur eine untergeordnete Bedeutung hat. Dieser Teil des S ist entweder koll. gelöst oder nur sehr labil gebunden,

so daß er in die Metalloberfläche eindringen kann, wo er eine Sulfidschicht bildet. Hieran hat der Ölfilm eine größere Haftfestigkeit als an einer Metalloberfläche. Wegen der Wichtigkeit für die Beurteilung der geschwefelten Öle wurde eine Meth. entwickelt, den akt. S mit gefällttem Cu, anschließender Behandlung des letzteren mit konz. HNO<sub>3</sub>, u. Fällung des gebildeten Sulfats mit BaCl<sub>2</sub>, zu bestimmen. Verss., geschwefelten Ölen weitere Mengen S einzuverleiben, gelangen nur sehr bedingt. Beim Lagern u. beim Gebrauch geht der Geh. an akt. S zurück, der sich in elementarer Form abscheidet. Deshalb muß unter Umständen eine nochmalige Behandlung mit S vorgenommen werden. (Rev. Inst. franc. Pétrole Ann. Combustibles liquides 3. 307—12. Nov. 1948. Pont à Mousson.) 175.8220

Wilhelm Otte, *Pyknometrische Ermittlung der Wichte von Steinkohlen*. Es wird ein einfaches vom Vf. entworfenes Meßgerät beschrieben, bei welchem Probenmengen von 10 kg untersucht werden. Aus der Wichte lassen sich Rückschlüsse auf den Geh. der Kohle an mineral. Ballaststoffen ziehen. Die Vorteile gegenüber der Glührückstands-ermittlung werden erörtert. (Z. Ver. dtsh. Ing. 91. 181—82, 15/4. 1949. Essen.) 112.8246

Gustav Lambris und Herbert Haferkorn, *Neue Methode zur exakten Bestimmung der Phenole in Schwelteeren und Teerölen*. Das Verf. beruht im wesentlichen darauf, daß die phenolhaltige Lsg. mit einer genau gewogenen Menge 20% ip. KOH einmal ausgeschüttelt wird. Die Hauptmenge der Phenolatlauge (I) wird dann abgelaassen u. ausgewogen. Der Rest der I wird in einem Scheidetrichter mit W. ausgespült u. ihr Alkaligeh. durch Titration mit etwa 1/2n HCl u. Kongorot (1:100) als Indicator bestimmt. Die genauen Normalitäten der KOH u. HCl brauchen nicht bekannt zu sein, dagegen muß der HCl-Verbrauch, bezogen auf eine bestimmte Menge der KOH, sehr genau ermittelt werden. Ist a = Gewicht der angewandten KOH, b = HCl-Verbrauch für 1 g KOH, c = Gewicht der Hauptmenge der I u. d = HCl-Verbrauch für den Rest I, so ist x = Gewicht der gesuchten Phenole =  $c - a + c \cdot d / a \cdot b - d$ . Genauigkeit des Verf.: ± 1%, bezogen auf 100% Phenole. In wasserhaltigen Teeren oder Teerölen wird das W. vorher durch Xylodest. entfernt. Genaue Arbeitsvorschriften im Original. Das Verf. eignet sich zur Phenolbest. in Schwelteeren aus Cellulose, Lignin, Braun- u. Steinkohle. (Erdöl u. Kohle 2. 238—40. Juni 1949. Aachen, Chem.-techn. Inst. der TH) 241.8248

J. Pearson und R. Toye, *Beitrag zur Bestimmung der Feuchtigkeit im Generatorgas*. Vff. beschreiben einige chem. u. physikal. Methoden. Zur Ermittlung genauer Werte sind die Taupunkts-Meth. u. das Temperatur-Druck-Verf. am geeignetsten. Wenn ein Durchschnittswert über einen Zeitraum vom 10—15 Min. verlangt wird, ist die Absorptions-Meth. mit der FISCHER'schen Lsg. vorzuziehen. (J. Iron Steel Inst. 159. 410 bis 414. August 1948. Swansea, Sketty Hall, B.I.S.R.A. Labor.) 112.8250

Sun Oil Co., Philadelphia, Pa., übert. von: William F. Oxford jr., Beaumont, Tex., V. St. A., *Bohrflüssigkeit* für die Verwendung beim Rotary-Bohren auf Erdöl, bestehend aus einer wss. Dispersion von koll. Ton, wie Kaolin oder Bentonit, oder von organ. Kolloiden, wie Stärke, welche eine geringe Menge eines Silicagels als Zusatzmittel zur Erhöhung der thixotropen Eigg. erhält. Man verwendet ein Silicagel, welches durch Trocknen von Silicahydrogel unter solchen Bedingungen erhalten wird, daß eine Gallone Gel etwa 17 lbs. wiegt, u. zwar wird das Silicagel z. B. in Form eines Gemisches angewandt, welches 81,5—90% SiO<sub>2</sub>, 8,5—9,5 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. 1,0 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> enthält. (A. P. 2 455 188 vom 25/2. 1946, ausg. 30/11. 1948.) 808.8191

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: Prentiss S. Viles und Elza Q. Camp, Goose Creek, Tex., V. St. A., *Herabsetzung der Korrosion an den Eisenrohren und dergleichen in Erdölbohrlöchern*, welche von einer wasser- u. CO<sub>2</sub>-haltigen Fl. durchflossen werden, durch Zusatz einer geringen Menge CS<sub>2</sub> oder Schwefel zu der Flüssigkeit. Die zusätzlichen Mengen betragen 0,01—1%. (A. PP. 2 453 881 u. 2 453 882 vom 24/1. 1946, ausg. 16/11. 1948.) 808.8191

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: John L. Harlan, Houston, Tex., V. St. A., *Brechen von Petroleumemulsionen vom Wasser-in-Öl-Typ* durch Zusatz einer organ. Sulfonsäure, welche mit einer Nitro- oder Aminogruppe substituiert ist. Die Sulfonsäuren werden hergestellt durch Sulfonierung von höhermol. Mineralölen, z. B. von Schmieröldestillat mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Danach werden die erhaltenen Sulfonsäuren mit HNO<sub>3</sub> nitrirt u. gegebenenfalls die Nitroverb. mit H<sub>2</sub> zu den Aminoverbb. reduziert. Wenn diese Red. in einem alkal. Medium vorgenommen wird, dann wird zunächst ein Aminosulfonat gebildet u. danach kondensieren zwei Mol Aminosulfonat unter Abspaltung von NH<sub>3</sub>, so daß eine Disulfonsäureverb. entsteht mit einer NH-Gruppe als Kettenglied. Die erhaltene aliph. Aminodisulfonsäure dient z. B. zum Entemulgieren von Texas-Rohölemulsionen. (A. P. 2 454 382 von 14/9. 1945, ausg. 23/11. 1948.) 808.8191

Universal Oil Products Co., Chicago, übert. von: Jacob Benjamin Heid, Oak Park, Ill., V. St. A., *Raffinieren von Kohlenwasserstoffdestillaten* zwecks Entfernung von Mercaptanen, H<sub>2</sub>S u. Carbonsäuren durch Behandlung mit einem Gemisch von Ba(OH)<sub>2</sub> u. einer KOH von 5—15° Bé, wobei zunächst H<sub>2</sub>S u. Carbonsäuren entfernt werden, u. anschließend mit einer NaOH von 15—35° Bé, welche die Mercaptane aufnimmt. — Nach diesem Verf. wird z. B. ein therm. Spaltprod. von Texasrohöl behandelt, welches 0,025(%) Mercaptanschwefel u. 0,04 Naphthensäuren u. Phenole enthält. — Zeichnung. (A. P. 2 454 383 vom 29/9. 1945, ausg. 23/11. 1948.) 808.8199

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: Lindsay J. Griffin, Baton Rouge, La., und Charles E. Jahnig, Roselle, N. J., V. St. A., *Katalytische Synthese von Kohlenwasserstoffen aus Kohlenoxyd und Wasserstoff* unter Verwendung von metall. Co oder Ni, welche eine geringe Menge ThO<sub>2</sub> enthalten, oder von gesintertem Eisen als Katalysatoren. Während der Synth. belädt sich der Katalysator mit einem wachähnlichen Begleitstoff, welcher mit einem Lösungsm. aus dem Katalysator nach dem Verlassen der Reaktionskammer abgetrennt wird. Hierfür geeignete Lösungsmittel sind verflüssigte Gemische von Propan, Butan u. Pentan oder eine schwerere Naphtha, sowie Bzl. oder Toluol. In das Gemisch von Katalysatoraufschlämmung u. Lösungsm. wird W. gegeben u. eine wss. Katalysatorschicht u. eine Lösungsmittelschicht gebildet. Der mit W. gewaschene Katalysator wird in feuchtem Zustande in die Reaktionszone zurückgeleitet. — Zeichnung. (A. P. 2 436 568 vom 19/9. 1946, ausg. 24/2. 1948.) 808.8201

Texas Co., Delaware, übert. von: Eugene E. Sinsel, William R. Smith und Arthur R. Goldsby, Beacon, N. Y., V. St. A., *Isomerisierung von gesättigten Gasinkohlenwasserstoffen* unter Bldg. von Seitenketten-KW-stoffen mit einem Isomerisierungskatalysator in Ggw. eines alicycl. KW-stoffes in ausreichender Menge, um das Cracken des KW-stoffes u. eine Zerstörung des Katalysators zu vermeiden. Als zusätzliche alicycl. KW-stoffe werden *Naphthen-KW-stoffe*, z. B. *Cyclopentane* u. *Cyclohexane*, verwendet. Dabei kann bei einer höheren Temp. als gewöhnlich isomerisiert werden. Als Ausgangs-KW-stoffe kommen z. B. in Betracht Butan, Pentane, Hexane u. Heptane oder Gasolinfraktionen mit engen Siedegrenzen. Als Katalysator wird z. B. ein AlCl<sub>3</sub>-KW-stoffkomplex verwendet, u. als Beschleuniger wird eine geringe Menge HCl zugesetzt. Reaktions-Temp. 200—210° F. *Pentan* wird in Ggw. von Cyclohexan unter den angegebenen Bedingungen in *Isopentan* übergeführt. — Zeichnung. (A. P. 2 438 421 vom 18/6. 1941, ausg. 23/3. 1948.) 808.8201

Phillips Petroleum Co., Delaware, übert. von: Harold R. Legatski, Bartlesville, Okla., V. St. A., *Isomerisieren von gesättigten normalen Paraffinkohlenwasserstoffen und gesättigten Monocycloparaffinen*, bes. von *Hexan* u. *Methylcyclopentan* oder von Hexanfraktionen, welche 65—80 Gewichts-% n-Hexan u. 20—35% Methylcyclopentan enthalten. Die Hexanfraktion wird nochmals dest. u. dabei ein Hexankonzentrat mit 85—93 Gewichts-% Hexan geh. u. ein Methylcyclopentankonzentrat (I) von wenigstens 40% Geh. erhalten. Die Hexanfraktion wird bei 210—375° F. in Ggw. eines AlCl<sub>3</sub>-KW-stoffkomplexes unter Druck isomerisiert. Das gebildete *Isohexan* wird von dem unveränderten Hexan durch Fraktionieren getrennt. Das Gemisch I wird bei 100—200° F. unter Druck in gleicher Weise isomerisiert u. das Isomerisationsprod. durch Dest. gewonnen. Die unveränderten Anteile werden in die Isomerisierung zurückgenommen. — Zeichnung. (A. P. 2 440 751 vom 5/11. 1945, ausg. 4/5. 1948.) 808.8201

Socoyn-Vacuum Oil Co., Inc., New York, übert. von: John Happel, Brooklyn, und Stephen P. Cauley, Jackson Heights, N. Y., V. St. A., *Herabsetzung des Mercaptanschwefelgehalts in leichten Petroleumfraktionen* durch Behandlung derselben mit einer wss. Lsg. von Alkalihydroxyden, welcher ein Gemisch von isobuttersaurem K u. Tanninsäure zugesetzt wird, wodurch der Verteilungskoeff. der wss. Alkalilsg. u. das Lösungsvermögen derselben für die Mercaptane erhöht wird. Andere Löslichkeitsvermittler sind z. B. Äthylenglykol, Äthanolamin, Propanolamin, Phenylessigsäure, α-Oxyvaleriansäure, Buttersäure, Propionsäure, Isobutylenglykol u. Alkylphenole. An Stelle von Tanninsäure können auch verschied. Tanninrohstoffe, wie Eichenrinde, u. a. Naturstoffe benutzt werden. — Zeichnung. (A. P. 2 453 067 vom 11/6. 1943, ausg. 2/11. 1948.) 808.8201

Pure Oil Co., übert. von: George W. Ayers und Priscilla Lyon, Chicago, Ill., V. St. A., *Entschwefeln von Kohlenwasserstoffölen*, bes. von Petroleumölen u. Fraktionen davon, z. B. von Gasolin, Naphtha, gecracktem Gasolin, Kerosin, Gasöl, Brenöl, Dieselöl u. Schweröl, unter Verwendung einer *Alkalistannilsg.*, z. B. von Na<sub>2</sub>SnO<sub>2</sub>, welche die Polysulfide in Mercaptane überführt, u. durch Nachbehandlung mit einer wss. Alkalilsg. unter Verwendung eines Löslichkeitsvermittlers, z. B. Isobuttersäure, Kresol oder Naphthensäuren, oder durch Nachbehandlung mit einer methylalkoh. Alkalilösung. Die restlichen in dem KW-stofföl enthaltenen Mercaptane können auch in Disulfide übergeführt werden, z. B. durch Behandlung mit O<sub>2</sub> oder Luft in Ggw. von CuCl<sub>2</sub>. —

Die verbrauchte Alkalistannitlsg. wird durch Behandlung mit Mg-Metallpulver regeneriert. (A. P. 2 435 732 vom 18/12. 1944, ausg. 10/2. 1948.) 808.8201

Anglo-Iranian Oil Co. Ltd., London, übert. von: William Arthur Partridge und Harold John Alty, Sunbury-on-Thames, England, *Stabilisieren von Gasolin-Motortreibmitteln*, welche Bleitetraäthyl enthalten, durch Zusatz von weniger als 1% Diäthylsulfat, z. B. Diäthylsulfat. (A. P. 2 452 489 vom 1/2. 1946, ausg. 26/10. 1948. E. Prior. 19/2. 1945.) 808.8201

Morris S. Kharasch, Chicago, Ill., V. St. A., *Entfernung von Bleitetraäthyl aus gebleitem Gasolin* durch Zusatz von überschüssigem SnCl<sub>4</sub>, wodurch das Bleitetraäthyl ausgefällt wird. Danach wird dem Gasolin ein tert. Amin, z. B. Triäthylamin, u. Holzkohle zugesetzt, um das nicht in Rk. getretene SnCl<sub>4</sub> u. das Fällungsprod. daraus zu entfernen. Nach dem Absitzenlassen wird das entbleite Gasolin abgetrennt. — Das Fällungsprod. entsteht nach der Gleichung  $\text{SnCl}_4 + (\text{C}_2\text{H}_5)_4\text{Pb} = (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{SnCl}_2 + (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{PbCl}_2$ . (A. P. 2 453 138 vom 2/5. 1946, ausg. 9/11. 1948.) 808.8201

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: Alan Beerbower, Westfield, und Harold A. Ricards jr., Cranford, N. J., V. St. A., *Verfestigen von Mineralölen*, bes. Brennu. Schmierölen, mittels Seifen in Gelform, welche im Entstehungszustande in den Ölen erzeugt werden. Man geht aus von einem Gemisch von fetten Ölen, welche gesätt. u. ungesätt. Fettsäuren enthalten, u. setzt diesen  $\frac{1}{3}$  bis  $\frac{2}{3}$  an gesätt. freien Fettsäuren zu. Gegebenenfalls wird noch eine geringe Menge eines Harzes zugegeben. Dieses Gemisch wird mit dem Mineralöl vereinigt u. durch Zusatz von Natronlauge die Verseifung bei Raumtemp. durchgeführt. — Ein Gemisch aus 3,5 (Gewichtsteilen) Stearinsäure, 1,75 Kolophonium, 3,0 Ricinusöl u. 3,0 Kerosin wird bei 90° F. zusammengeschm. u. mit 85 Gasolin verrührt. Danach werden bei Raumtemp. 2 Gewichtsteile 40–50% ig. NaOH zugeführt u. 48 Stdn. stehen gelassen. Man erhält eine feste Gelmasse. (A. P. 2 455 649 vom 29/8. 1944, ausg. 7/12. 1948.) 808.8211

Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, übert. von: Edward A. Oberright, Woodbury, N. J., V. St. A., *Verbesserung von Mineralschmierölen* durch Zusatz eines öllösl., schwefelhaltigen Reaktionsprod., welches durch Umsetzung eines Aldehyds, einer aromat. Oxyverb. u. eines Polyamins, welches ein freies H-Atom in der Aminogruppe enthält, erhalten wird. — Zur Herst. des Kondensationsprod. dienen z. B. folgende Aldehyde: Formaldehyd, Acetaldehyd, Aldol ( $\beta$ -Oxybutyraldehyd), Benzaldehyd, Furfurol, sowie die Substitutionsprodd. davon, welche z. B. mit OH-, Cl-, NO<sub>2</sub>-Gruppen substituiert sind. Geeignete Amine sind z. B. Äthylendiamin, Propylendiamin, Diäthylentriamin, Triäthylentetramin, o-, m- u. p-Phenylendiamin, Diaminonaphthaline. Von den Phenolverbb. sind z. B. genannt: Phenol, Resorcin, Hydrochinon, Kresol, Brenzcatechin, Xylenol, Oxydiphenyl, Benzylphenol, Phenyläthylphenol, Phenolharze, Methyloxydiphenyl, Guajacol,  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Naphthol,  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Methylnaphthol, Benzylphenol, Anthranol, Brenzcatechinmonomethyläther, Phenoxyphenol, Chlorphenol, sowie die Substitutionsprodd. davon, welche z. B. mit COOH-, Cl-, NO<sub>2</sub>-Gruppen substituiert sind. — Die Kondensationsprodd. können auch in Form ihrer phosphor- u. schwefelhaltigen Deriv., z. B. der Einwirkungsprodd. von Phosphorhalogeniden oder Phosphorsulfiden, elementarem Schwefel, Schwefelhalogeniden, angewandt werden. Die Schwefelung geschieht z. B. mit Schwefel, Schwefelhalogeniden oder Gemischen davon in Ggw. eines inerten Verdünnungsmittels, z. B. Tetrachloräthan, Bzl., Chlorbenzol oder Mineralölen. — Ein mit höhermol. Paraffinresten substituiertes Phenol wird mit Formaldehyd u. Morpholin in butylalkoh. Lsg.  $2\frac{1}{2}$  Stdn. bei 20–25° u. anschließend bei 110° etwa 8 Stdn. lang kondensiert. Dabei entsteht das mit höhermol. Alkylresten substituierte Oxybenzylmorpholin. Dieses wird mit S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> in Chlorbenzollsg. geschwefelt. (A. PP. 2 459 114, 2 459 115, 2 459 116 vom 6/7. 1945, ausg. 11/1. 1949.) 808.8221

Bruno Riediger, Brennstoffe, Kraftstoffe, Schmierstoffe. Eine Einführung in ihre Chemie und Technologie für Ingenieure. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer. 1949. (XII + 484 S. m. 83 Abb. u. 36 Zahlentaf.) 8° DM 33,—.

Erich Stach, Lehrbuch der Kohlenmikroskopie. Bd. 1. Die kohlenpetrographischen Untersuchungsverfahren und ihre Anwendungsmöglichkeiten. Kettwig: Glückauf. 1949. (285 S. m. 50 Textabb.) 8° DM 19,60.

## XXI. Leder. Gerbstoffe.

P. Chambard und R. Lasserre, *Die Zirkongerbung*. Im Anschluß an eine Übersicht über die Chemie des Zr u. die Entw. der Zr-Gerbung beschreiben Vff. die Herst. des zum Gerben verwendeten Zirkon Zr(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(I) u. führen 3 Gerbversuchsreihen mit Sulfat u. Hautspänen durch: 1) I allein, 2) bei Ggw. von Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. 3) unter Vorschaltung eines H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Pickels. Die eingehenden Unterss. der Ausgangs- u. Restgerbbrühen u. der beim Spülen des Leders anfallenden Waschbrühen auf pH, ZrO<sub>2</sub>-Geh., SO<sub>3</sub>-Geh., Verhältnis ZrO<sub>2</sub>:SO<sub>3</sub> usw. u. die Unters. der erhaltenen Lederspäne der Vff. zu folgenden

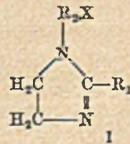
Schlüssen: Unter den eingehaltenen Gerbvhältnissen wird von der Haut ein Zr-Sulfato-Komplex gebunden, der eine Basizität nach SCHORLEMMER von 35% u. ein Molekül-Verhältnis  $ZrO_2:SO_3$  von 0,835 aufweist. — Bei den Waschoperationen des Zirkonleders wurde gefunden, daß nach dem 2. Waschen prakt. kein  $ZrO_2$ , wohl aber erhebliche Mengen  $SO_3$  im Waschwasser festzustellen sind, d. h. der Zr-Sulfato-Komplex hydrolysiert. Aus bes. Waschverss., bei denen das Zirkonleder laufend außerordentlich lange mit großen Wassermengen gewaschen wurde, ist zu schließen, daß bei erschöpfender Wäsche alles  $SO_3$  aus dem Leder ausgewaschen wird. Die ausgewaschenen Späne behalten trotzdem Ledercharakter bei. Das Zirkonleder stellt demnach eine Kollagen-Zirkon-Verb. dar, in der  $SO_3$ -Gruppen nicht notwendig vorliegen müssen. Die Zirkongerbung muß deshalb dem Zr-Ion selbst zugeschrieben werden. — Zur Klärung der Frage, ob der Zr-Sulfato-Komplex von den Amino- oder den sauren Gruppen des Kollagens gebunden wird, wurden in weiteren Verss. die Aminogruppen desaminiert oder durch Formaldehyd abgeschirmt. Die Gerbung derartig vorbehandelter Haut führt nach Angaben der Vff. zu gleichen Ergebnissen wie unbehandelte Haut hinsichtlich Zr-Aufnahme u. des Verhältnisses  $ZrO_2:SO_3$ . Es scheint daher, daß bei der Zirkongerbung die Haut die Rolle des Anions, der Zr-Komplex die Rolle des Kations spielt. (Bull. Assoc. franc. Chimistes Ind. Cuir Doc. sci. techn. Ind. Cuir 11. 1—24. Januar 1949. Lyon, Inst. de Recherches pour les Industries de Cuir.) 210.8336

Ch. Alabouvette, *Die synthetischen Gerbstoffe*. In einer ausführlichen Abhandlung beschreibt Vf., ausgehend von der chem. Konst. der pflanzlichen Gerbstoffe, die Herst. der ersten synthet. Gerbstoffe *Neradol D* u. *DN* von STIASNY u. zeigt weiter den Aufbau der *Tanigane extra B*, *supra DLN*, *extra A* u. des Gerbstoffs *QE*, für die zum Teil Strukturformeln angegeben sind. Die Unterteilung der synthet. Gerbstoffe in Austausch- u. Hilfsgerbstoffe nach STATHER u. HERFELD u. ihre Unters. (Gerbstoffanalyse, Anteilzahl, Aussalzbarkeit, Gerbwert, Bindungswert, Gerbvers., Analyse u. Beurteilung des erhaltenen Leders, chem. Unters. des synthet. Gerbstoffs) sind ausführlich behandelt. Schließlich wird die Verwendung der Austauschgerbstoffe bei der pflanzlichen Gerbung u. die Verwendung der Hilfsgerbstoffe bei der Vorerbung, bei der Schwefelimpregnierung, bei der Gerbung von Großviehhäuten, bei der Auskochung gebrauchter Lohe, bei der Bleiche pflanzlicher Leder u. bei der Chromgerbung dargelegt. (Bull. Assoc. franc. Chimistes Ind. Cuir Doc. sci. techn. Ind. Cuir 10. 97—106. Juli. 183—92. November. 193 bis 210. Dez. 1948.) 210.8346

Karl Werner, *Wandlungen im Einsatz von Weichmachern bei der Herstellung von Kunstleder*. Beschreibung von mit der Entw. der Kunstleder aus Kunststoffen (Nitrocellulose, Polyvinylchlorid, Polyamide anstelle von Ricinusöl u. Leinöl) herausgearbeiteten u. zu verwendenden Weichmachern, insbes. auf Basis der Vorlaufettsäuren u. Vorlauf-fettalkohole mit 4—9 C-Atomen. (Kunststoffe 39. 121—24. Mai 1949. Wolfgang, Kr. Hanau.) 489.8358

Nopco Chemical Company, Harrison, N. J., übert. von: Edwin A. Robinson, Chatham, und Ralph M. Beach, Florham Park, N. J., V. St. A., *Verfahren zum Gerben mit Ligninsulfonsäurechromaten*. Man gerbt Leder, indem man es der Einw. der wss. Lsg. eines Chromates, das durch Umsetzen eines wasserlösl. Dichromates mit einer Ligninsulfonsäure oder ihren Formaldehydkondensationsprodd. erhältlich ist, unterwirft, wobei die verwendete Dichromatmenge höchstens 20%, vorzugsweise 12—14% — auf das Gewicht der festen Bestandteile in der Ligninverb. bezogen —, beträgt. Man kann das Leder mit dieser Gerblig. auch vorbehandeln u. dann mit einer der üblichen pflanzlichen Gerbfll. nachbehandeln. Das Verf. wird an Hand von Ausführungsbeispielen erläutert. (A. P. 2 437 044 vom 21/11. 1941, ausg. 2/3. 1948.) 812.8337

Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, übert. von: Robert M. Koppenhoefer, Jackson Heights, N. Y., V. St. A., *Emulgierbares Öl zur Behandlung von Leder*, bes. zum Fettlickern von mit Alaun gegerbtem Leder, bestehend aus einem tier., pflanzlichen oder Mineralöl, welchem 6—12 (Gewichts-%) eines hydrierten Kolophoniums oder einer Harzsäure, ferner 6—10 eines Hexoxyalkylenderiv. eines Esters einer höhermol. Fettsäure mit einem Hexitalkohol, z. B. *Sorbitmonopalmitinsäureester*, 1—4 eines höhermol. Fettsäureesters reines Hexits, z. B. *Lawrinsäureesorbitesters*, 3—6 einer niedermol. Fettsäure mit weniger als 5 C-Atomen u. 10—18 einer Verb. der allg. Formel I, worin  $R_1$  ein Alkyl- oder Alkenylrest mit 10—18 C-Atomen ist,  $R_2$  ist eine Alkylgruppe mit 1—5 C-Atomen. X ist OH oder  $NH_2$ . Solch eine Verb. ist z. B. *1-Oxyäthyl-2-heptadecylglyoxalidin* u. die entsprechende 1-Aminoäthylverbindung (A. P. 2 456 587 vom 20/9. 1946, ausg. 14/12. 1948.) 808.8341





# UNTERSUCHUNGEN ÜBER DIE FURIERSYNTHESE DER LADUNGSVERTEILUNG IN KRISTALLEN

VON DR.-ING. WILFRIED DE BEAUCLAIR

Das Buch behandelt die für die Kristallstrukturbestimmung wichtige mehrdimensionale Fouriersynthese, die bisher ausschließlich von den Strukturchemikern selbst nach eigenen und meist unveröffentlichten Methoden bearbeitet wurde, als Aufgabe der mathematischen Exekutive, und stellt sich zum Ziel, sie anschaulich und gemeinverständlich darzustellen, sowie die vielfachen Lösungsverfahren zusammenzufassen und so aufzubereiten, daß sie trotz des umfangreichen Zahlenmaterials rationell durchgeführt werden können. Von der geläufigen eindimensionalen Synthese ausgehend und von instruktiven Zeichnungen unterstützt, werden der mathematische Gehalt der zwei- und dreidimensionalen Synthesen, die zur periodischen Flächengestaltung bzw. Raumerfüllung führen, und die rechnerischen und instrumentellen Bearbeitungsmöglichkeiten erläutert. Von den Vorschlägen aus dem sorgfältig gesammelten Schrifttum abgesehen, ergeben sich unter anderem eine Zahlentafel zur einfachsten Berechnung einzelner Synthesewerte, und Verfahren, unter Ausnutzung von Lochkartenmaschinen ein ganzes Feld von Ergebniswerten gleichzeitig zu erhalten, sowie die Konstruktionsgrundlagen für Synthesatoren vom einfachsten Hilfsgerät bis zu vollselbsttätigen Überlagerern, die allein in der Lage wären, die erforderlichen Reihenmessungen schnell genug auszuwerten.

## **Band I: Verfahren und Geräte zur mehrdimensionalen Fouriersynthese**

72 Seiten 38 Abb. · 1 Folttafel · 1949 (Bestell- u. Verlagsnummer: 5012/1) DM 15,-

## **Band II: Phasenfaktorentafel zur kristallographischen zweidimensionalen Fouriersynthese in Punkten eines Achtundvierzigstel-Netzes**

(unter Mitarbeit von Dr. Ulrich Sinogowitz †)

Format DIN A 3 · 94 Blätter (einseitig bedruckt) und 3 Transparent-Deckblätter · 1949 · (Bestell- und Verlagsnummer 5012/2)

DM 38,-

Bestellungen an eine Buchhandlung oder an den Verlag erbeten

**AKADEMIE-VERLAG · BERLIN NW 7**

# AUS DEM INHALT

## Band I

Vorwort / Einleitung (physikalischer Teil, mathematischer Teil)

Genauigkeitsanforderungen

### 1. Eindimensionale Synthese

Berechnungen an einer einzelnen Stützstelle oder längs einer Stützstellenkette

Numerische Verfahren (Rechenmaschinen, Lochkartenmaschinen, Buchungsmaschinen, Messrollen)

Instrumentelle Verfahren (Waageprinzip, elektrische Summation, kapazitives Verfahren)

Kontinuierlich arbeitende Geräte, Überlagerer (mechanische, elektrische, optische Überlagerer, Differenzialgleichungsmaschinen)

### 2. Zweidimensionale Synthese

Numerische Berechnung an einzelnen diskreten Stützstellen (Rechenverfahren mittels doppelter Produktsummenbildung, Lochkartenverfahren, Phasenfaktorentrommel)

Berechnung eines Stützordinatengitters (Messrollengerät, Darstellung der Wellflächen durch Stufenschablonen)

Gewinnung von einzelnen kontinuierlichen Schnittlinien und Schichtlinienbildern (Vorgehensweise, mechanische Überlagerer, Überlagerung mittels elektrischer Frequenzmodulation)

Vollkontinuierliche Synthese (optisches Verfahren, Sandkastenmodell)

### 3. Dreidimensionale Synthese

Berechnung an einer einzelnen Stützstelle oder in einem Stützstellengitter

Numerische Verfahren (selbsttätiger Synthesator)

Bestimmung von Schnittebenen: optisches Verfahren

Räumliche Veranschaulichung

Anhang 1: Phasenfaktorentafel, Gestaltung, Erläuterung, Rechenanweisung

Anhang 2: Dreifache Produktsummenbildung

## Band II

Erläuterung

Rechenanweisung

91 Tafeln der Funktionen  $\cos 2 \pi hx \cos 2 \pi ky$

3 Transparent-Deckblätter

für anorganische und physikalische Chemie der Technischen Hochschule Darmstadt ist diese Tafel seit ihrer Gestaltung mit gutem Erfolg in Benutzung<sup>30)</sup>.

## Erläuterung zur Phasenfaktorentafel

### 1. Zweck

Die Phasenfaktorentafel dient der leichten Berechnung des Ausdruckes

$$\sigma^*(x, y) = \sum_h \sum_k A_{hk} \cos 2\pi hx \cos 2\pi ky$$

für solche Wertepaare der Ortskoordinaten  $(x, y)$ , bei denen  $x$  und  $y$  geradzählige Vielfache von  $\frac{1}{48}$  sind.

Die Indizes  $h$  und  $k$  laufen von 0 bis 20; jedem von ihnen ist ein Eingang der Tafel zugeordnet. Für jeden Punkt der  $xy$ -Ebene, dessen Koordinaten ganze Vielfache von  $\frac{1}{24}$  sind, enthält die vorliegende Tafel ein Blatt; jedes Blatt ist in seiner rechten unteren Ecke mit dem 48fachen der ihm entsprechenden Punktkoordinaten beschriftet.

### 2. Wahl des Blattes

Ist ein beliebiger derartiger Punkt  $(x, y)$  gegeben, so suche man den zu ihm äquivalenten Punkt  $(x^*, y^*)$  des Rechtecks  $0 \leq x \leq \frac{1}{2}$ ,  $0 \leq y \leq \frac{1}{2}$ . Man findet ihn folgendermaßen: Sind  $X$  bzw.  $Y$  die nächsten an  $x$  bzw.  $y$  gelegenen ganzen Zahlen, so ist  $x^* = |X - x|$ ,  $y^* = |Y - y|$ .

Beispiel:

$$x = \frac{86}{48}, y = -\frac{18}{48}. \text{ Dann ist } X = 2, Y = 0, x^* = \frac{10}{48}, y^* = \frac{18}{48}$$

Man suche sodann in der Phasenfaktorentafel dasjenige Blatt, welches die mit 48 multiplizierten Werte von  $x^*$  und  $y^*$  in richtiger oder verkehrter Reihenfolge in der rechten unteren Ecke aufweist.

### 3. Fourierkoeffizienten

Für die Umrechnung der aus der Messung erhaltenen Strukturaktoren  $F_{h0k}$  in Fourierkoeffizienten  $A_{hk}$  gilt:

$$\left. \begin{aligned} A_{00} &= F_{000} \\ A_{h0} &= 2 F_{h00} \\ A_{0k} &= 2 F_{00k} \\ A_{hk} &= 2 (F_{h0k} + F_{h0\bar{k}}) \end{aligned} \right\} \text{ für } h \neq 0, k \neq 0.$$

### 4. Koeffiziententafel

Wenn  $x^* \geq y^*$ , so schreibe man die Größen  $A_{hk}$  so in ein herausgetrenntes Blatt der Koeffiziententafeln oder in ein entsprechend hergerichtetes Transparentblatt, dessen Feldeinteilung mit der der Phasenfaktorenblätter überein-

<sup>30)</sup> Erscheint als Band II des vorliegenden Werkes unter dem Titel: Untersuchungen über die Fouriersynthese der Ladungsverteilung in Kristallen, Bd. II: W. de Beauclair u. U. Sinogowitz, Phasenfaktorentafel zur kristallographischen zweidimensionalen Fouriersynthese. Akademie-Verlag GmbH., Berlin NW 7.

