

Chemisches Zentralblatt

Vollständiges Repertorium für alle Zweige der reinen und angewandten Chemie

Im Auftrage der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin, der Akademie der Wissenschaften zu Göttingen und der Gesellschaft Deutscher Chemiker

herausgegeben von

Prof. Dr. Maximilian Pfäücke

Chefredakteure: Dr. Eugen Klever und Prof. Dr. Maximilian Pfäücke

121. Jahrgang

1950

Akademie-Verlag GmbH., Berlin — Verlag Chemie, GmbH., Weinheim/Bergstr.

Inhalt

Geschichte der Chemie..... 1809	
A. Allgemeine und physikalische Chemie 1810	H. Angewandte Chemie 1890
A ₁ Atombausteine, Atome, Moleküle 1813	I. Allgemeine chemische Technologie. 1890
A ₂ Elektrizität. Magnetism. Elektrochemie 1821	II. Feuerschutz. Rettungswesen..... —
A ₃ Thermodynamik. Thermochemie 1826	III. Elektrotechnik 1891
A ₄ Grenzschichtforschung. Kolloidchemie. 1828	IV. Wasser. Abwasser..... 1893
A ₅ Strukturforschung 1828	V. Anorganische Industrie 1894
B. Anorganische Chemie 1829	VI. Silicatchemie. Baustoffe..... 1896
C. Mineralogische und geologische Chemie .. —	VII. Agrilkulturchemie. Schädlings- bekämpfung 1897
D. Organische Chemie..... 1832	VIII. Metallurgie. Metallographie. Metall- verarbeitung 1899
D ₁ Allgemeine und theoretische organische Chemie 1832	IX. Organische Industrie 1908
D ₂ Präparative organ. Chemie. Naturstoffe 1838	X. Färberei. Organische Papierstoffe.. 1911
Mono- u. Oligosaccharide. Glykoside .. 1849	XI. a) Farben. Anstriche. Lacke. Natur- harze 1913
Alkaloide 1851	b) Polyplaste (Kunstharze, Plast. Massen) 1914
Terpene 1852	XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata .. 1918
Natürl. Farbstoffe —	XIII. Ätherische Öle. Parfümerie. Kosmetik —
Gallensäuren. Sterine 1862	XIV. Zucker. Kohlenhydrate. Stärke.... —
Hormone. Vitamine 1862	XV. Gärungsindustrie 1920
Andere Naturstoffe 1862	XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel 1921
D ₃ Makromolekulare Chemie 1865	XVII. Fette, Seifen. Wasch- und Reinigungs- mittel. Wäsche. Bohnermassen usw. 1924
E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin 1867	XVIII. a) Holz. Cellulose. Zellstoff. Papier. Papierdruck. Celluloid. Linoleum 1925
E ₁ Allgemeine Biologie und Biochemie... 1867	b) Textilfasern..... 1925
E ₂ Enzymologie. Gärung 1869	XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle 1929
E ₃ Mikrobiol. Bakteriolog. Immunolog. 1870	XX. Schieß- und Sprengstoffe. Zündmittel —
E ₄ Pflanzenchemie und -physiologie —	XXI. Leder. Gerbstoffe 1935
E ₅ Tierchemie und -physiologie 1872	XXII. Leim. Klebstoffe usw. —
E ₆ Pharmakologie. Therapie. Toxikologie. Hygiene 1876	XXIII. Tinte. Hektographenmassen u. a. Spezialpräparate —
F. Pharmazie. Desinfektion 1880	XXIV. Photographie —
G. Analytische Laboratorien 1886	
a) Elemente u. anorganische Verbindungen 1888	
b) Organische Verbindungen —	
c) Bestandteile von Pflanzen und Tieren. —	
d) Medizinische und toxikologische Analyse 1889	

Bibliographien: 1810. 1813. 1821. 1826. 1827. 1829. 1831. 1867. 1870. 1872. 1876. 1880. 1890.
1891. 1892. 1894. 1895. 1897. 1899. 1908. 1920. 1929. 1935.

Buchbesprechungen: 1929.

Namenregister

- Abelln 1875. Binkley 1843. Cymerman 1847. Franck 1825. Helbig 1876.
 Abernethy [1867]. Blitjak 1871. Czekalowski 1870. Free 1930. Hell 1889.
 Adamskaja 1874. Bitter 1881. Daton 1814. French 1816. Henckel 1875.
 Advance Solvents Board 1827. Danzel 1897. Fricke 1896. Henry 1841.
 & Chemical Corp. Bockris 1825. 1826. Daudel 1816. Fricke 1827. 1829. Herfeld 1936
 1919. Bogomolow 1930. Davis [1810]. Fried 1862. 1863. Heubal 1824.
 Afanassjew 1828. Bohmstedt 1877. Davison [1880]. Friedheim 1883. Hiller 1893.
 Agster 1927. Bondi 1923. Dawydow 1819. Friedman, M. 1875. Himsu 1933.
 Alrapetowa 1933. Bonetti 1814. Delajande [1920]. Friedman, S. J. Hintzelmann 1876.
 Akt.-Ges. Brown, Booth 1904. Deleo 1834. 1890. Hirsch 1936.
 Boveri & Cie. Borden Co. 1928. Demichowski 1871. Froelich 1892. Hocking 1898.
 1934. Bothmann 1809. Demidowa 1871. Fuller 1921. Hodgson 1832.
 Al-Kindi [1810]. Boutlier 1828. Dempsey 1872. Futscher 1815. Höcker 1821.
 Alchanjan 1814. Bovington 1898. Denbigh 1835. Gad 1893. Höganäs-Billes-
 Allan 1847. Brady 1826. Dickinson 1902. Gaid 1872. holmes Akte-
 Allen 1816. Brant 1925. Dickson 1928. Gainsbury 1900. bolag 1894.
 Allihone 1821. Bremner 1847. Diener 1881. Gantmacher 1866. Hoffber 1880.
 Allied Chemical & Dillworth 1814. Garbisch 1896. Garbisch 1896. Hoffmann-La
 Dye Corp. 1895. Dinerstein 1841. Garden 1887. Roche, F., & Co.
 1809. 1917. British Drug Houses Distillation Pro- Garner, C. S. 1810. Akt.-Ges. 1883.
 ducts, Inc. 1883. Garner, F. H. 1890. 1884.
 Ldt. 1911. British Oxygen Co. Distillers Co. Ldt. Hofmann 1928.
 Ldt. 1891. Brockmann 1862. Dixon [1870]. Gehrung 1830. Hofmeister 1877.
 Brode 1814. Dmtrijewa [1929]. Geigy, I. R., A.-G. Holmeier [1867].
 Broschelt 1839. Dobrjanski 1930. 1882. Holtz 1873.
 Aluminum Co. of America 1907. Dobromysslow 1875. Dolby 1870. Homelaya, Inc.
 1906. Brown 1837. Dorp, van 1874. General Aniline & Hoog 1930.
 Bruker 1893. Du Pont de Nemours, E. I. & Co. Film Corp. 1919. Hoogland [1890].
 American Bemberg Corp. 1928. 1908. 1915. 1916. General Biochemi- cals, Inc. 1924.
 American Cyana- mid Co. 1884. Dupont 1903. General Electric Co. Hopf [1867].
 1886. 1894. Dupuis 1933. George 1815. Hopkins, D. W. 1831.
 Ammareller 1901. Burton 1894. Eastman Kodak Co. 1928. Glimingham 1897. Hoschek 1889.
 Amore, d' 1812. Bychowskaja 1839. Ebert [1813]. Glaublitz 1904. Huber 1817.
 André-Thomas 1872. Byers 1875. Eckert jr. 1894. Goecker 1877. Ignatowicz 1825.
 Andress 1830. Gady 1836. Edwards 1835. Gosswald 1927. Imperial Chemical
 Andrews 1931. California Research Corp. 1917. Ehrhart 1877. Göttner jr. 1933. Industries Ltd.
 Ardizio 1855. 1856. Campbell 1842. Elchler 1878. Goss 1882. 1910. 1911.
 1858. 1859. 1860. Canonica 1842. Elsen 1888. Goldstein 1930. 1925. International Gene-
 Arens 1874. Caronna 1846. Elek 1871. Goldthorpe 1893. Inc. 1905.
 Armo Steel Corp. 1907. Caruthers 1845. Elgin 1890. Goodrich, B. F., Co. Itkina 1831.
 Arndt 1828. Charbonnier 1817. Ells 1823. Gouard [1891]. Jacobsen 1867.
 Ashford [1813]. Charltonow 1814. Enslin 1851. Gourlay 1935. Jacquier 1842.
 Asplund 1897. Charlesworth 1928. Esrochi 1831. Green [1908]. Janistyn 1924.
 Astbury 1926. Cheney 1843. Etablissements Phillips & Pain Japasskurt 1930.
 Atkinson 1871. Cherry-Burrell Corp. 1923. 1895. Gresham 1904. Jason 1815.
 Attewell 1818. Chobert 1894. Grevmeyer 1893. Jatzlmirski 1810.
 Austenal Labora- tories, Inc. 1882. Churchhill 1888. Griebel 1922. Jean 1816.
 Awakjan 1829. Ciba Akt.-Ges. 1898. Grison 1837. Jellinghaus 1902.
 Awerbuch 1925. 1911. 1912. 1913. Skoda (Entre- prise Nationale) 1901. Jesse 1815.
 Babiltsch 1871. 1914. Ettinger 1923. Evans, M. G. 1811. Johannsson, E. H. E.
 Baddeley 1931. 1914. Evans, W. C. 1881. Grönegress 1904. 1907. Johannsson, S. 1817.
 Badger 1845. Ciba Soc. An. 1885. Ettinger 1923. Gros 1873. Johnson 1822.
 Badran 1881. Clark, A. 1931. Evans, M. G. 1811. Großkurth 1822. Johnston, F. 1818.
 Bactge 1897. Clark, G. L. 1894. Facluy 1921. Grubhofer 1862. Johnston, F. L.
 Ballar [1813]. Clegg, G. G. 1926. Fahmy 1881. Gulltrner [1866]. 1915.
 Bailey 1832. Clegg, H. W. 1871. Fairbrother 1835. Gurtlort 1815. Joos 1889.
 Baldinger 1817. Clement 1876. Falk & Co. 1917. Haendler 1841. Jost, J. 1852.
 Baljan 1809. Clouaire 1918. Fan 1823. Hahn 1822. Jost, R. 1813.
 Bandt 1880. Coats 1847. Fearay 1910. Haines 1872. Jost, W. 1826.
 Barrer 1826. Coggeshall 1933. Fedorus 1822. Halszinsky 1810. Kain 1899.
 Barski 1878. Commercial Sol- vents Corp. 1886. Fehr 1809. Halder 1932. Karim 1821.
 Basak 1933. Comp. des Lampes 1892. Feld 1816. Hall, J. A. 1887. Keefe [1829].
 Basterfield 1910. Comp. des Produits Chimiques & Electrometallur- giques Alais, Froges & Camargue 1915. Fendley 1836. Hall, W. H. 1828. Kehren 1926.
 Bastin-Scoffier 1815. Comp. de Produits Chimiques & Electrometallur- giques Alais, Froges & Camargue 1915. Fendley 1836. Hallsworth 1921. Kelghton 1816.
 Bauer, R. 1888. Culling Glass Works 1829. Fill 1887. Hamer 1825. Kelly 1815.
 Bauer, W. 1881. Chimiques & Electrometallur- giques Alais, Froges & Camargue 1915. Firth-Vickers Stain- less Steels Ltd. 1905. Hamill 1810. Kern 1817.
 Bayer 1898. Cook, C. S. 1817. Fischer, E. 1889. Harkins 1827. Kielhöfer 1920.
 Bayerle 1889. Cook, J. W. 1845. Fischer, E. K. 1925. Harris [1876]. Kildischewa 1838.
 Becker, A. 1820. Cool 1814. Fischer, G. 1876. Hartford National Bank & Trust Co. 1908. 1839.
 Becker, M. 1823. Coon 1816. Fischer, I. 1810. Hartmann, F. 1867. Bank & Trust Co. 1908.
 Bederson 1821. Copeland 1818. Fischer, K. 1830. Hartmann, L. 1809. Kleins 1874.
 Begemann 1897. Corning Glass Works 1829. Fischer, W. 1827. [1831]. Hartog, den 1818. Kleins 1887.
 Belenki 1869. Corrin 1827. Fisher 1821. Flemming 1931. Haselbach 1926. Klerum [1831].
 Bell 1812. 1836. Corson 1908. Förch 1933. Fournet 1819. Haupt 1871. Klock 1823.
 Benedek 1921. Crotto 1824. Foss 1829. Fowling 1827. Hausam 1935. Klooa 1880.
 Benjamin 1818. Crulckshank 1828. Fowlter, W. B. 1814. Heintze, S. G. 1897. Kneser 1809.
 Bennett 1887. Curie 1821. Fraiman 1878. Heitler 1813. Knunjan 1838.
 Berblinger 1903. Cullis 1833. Curie 1821. Fraiman 1878. Heitler 1813. Knunjan 1838.
 Bergen 1915. Curie 1821. Fraiman 1878. Heitler 1813. Knunjan 1838.
 Berger 1915. Curie 1821. Fraiman 1878. Heitler 1813. Knunjan 1838.
 Bernal 1867. Curie 1821. Fraiman 1878. Heitler 1813. Knunjan 1838.
 Berninger 1887. Curie 1821. Fraiman 1878. Heitler 1813. Knunjan 1838.
 Bezzl 1866. Curie 1821. Fraiman 1878. Heitler 1813. Knunjan 1838.
 Blitz [1831]. Curie 1821. Fraiman 1878. Heitler 1813. Knunjan 1838.

Chemisches Zentralblatt

1950. I. Halbjahr

Nr. 21 ~~7.52/10~~

24. Mai

Geschichte der Chemie.

Wendell H. Powers, Träger der Nobelpreise für Chemie, Physik, Physiologie und Medizin. Namensliste der Nobelpreisträger bis zum Jahre 1948. (J. chem. Educat. 26. 353—57. Juli 1949. Detroit, Mich., Wayne Univ.) BLUMRICH. 1

K. A. Kotscheschkow, I. F. Lutzenko und O. A. Reutow, Alexander Nikolajewitsch Nessmejanow, Mitglied der Akademie. Gedenkworte aus Anlaß des 50. Geburtstages des am 9. Sept. 1899 in Moskau geborenen Organikers. Übersicht über die wissenschaftlichen Arbeiten, Schilderung seines Entwicklungsganges u. seiner Bedeutung als Forscher u. Lehrer für die UdSSR. (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 18. 497—514. Sept./Okt. 1949. Moskau.) R. KNOBLOCH. 1

R. E. Oesper, John Read. Anlässlich des 65. Geburtstages von JOHN READ (engl. Chemiker u. Historiker, geboren 1884) werden seine Veröffentlichungen, bes. auf dem Gebiete der organ. Chemie gewürdigt. (J. chem. Educat. 26. 172—73. März 1949. Cincinnati, O., Univ.) BLUMRICH. 1

—, Dr.-Ing. eh. Adolf Thau. Zum 70. Geburtstag des am 26. 2. 1879 geborenen Forschers auf dem Gebiet der Kohlenveredlung. (Gas- u. Wasserfach 90. 120. 15/3. 1949.) PANGRITZ. 1

Hans Bothmann, Adolf Beck. Nachruf auf Dr.-Ing. e. h. ADOLF BECK, zuletzt Hauptdirektor der Bitterfelder Werke des Elektrochem. Kombinat, unter Würdigung seiner Verdienste auf dem Gebiete der Magnesiummetallurgie. (Z. Metallkunde 40. 161. Mai 1949.) BARZ. 1

K. Schoenemann, Friedrich Bergius' Lebenswerk. (Brennstoff-Chem. 30. 177—81. 15/6. 1949. Darmstadt, TH.) KLASSKE. 1

A. Fehr und Nanz, Dipl.-Ing. Dr. scient. nat. Willi Fritz zum Gedächtnis. Nachruf auf den Bahnbrecher der kontinuierlichen Butterung. (Süddtsch. Molkerei-Ztg. 70. 301. 31/3. 1949. Stuttgart.) V. KRUEGER. 1

E. Goens, H. O. Kneser, W. Meißner und E. Vogt, Eduard Grüneisen. 26./5. 1877 bis 5./4. 1949. Nachruf auf den am 5./4. 1949 verstorbenen Herausgeber der Annalen der Physik, dessen Hauptarbeitsgebiet die Thermoelektrizität war. (Ann. Physik [6] 5. V—XII. 1949.) KIRSCHSTEIN. 1

Ch. W. Baljan, Juli Sigismundowitsch Salkind. Aus Anlaß des Todes des russ. Organikers SALKIND (14/12. 1875 in Wilna — 23/11. 1948 in Leningrad) gibt Vf. einen Überblick über dessen wichtigste Arbeiten, die u. a. die Mg-organ. Verb., die Synth. von Isomeren der Glykole u. Erythrite der Acetylen- u. Diacetylenreihe u. Verb. mit mehreren doppelten oder dreifachen Bindungen betrafen. — 83 Literaturzitate. (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 18. 365—71. Mai/Juni 1949.) KIRSCHSTEIN. 1

A. Schittenhelm, Wilhelm Trendelenburg in Memoriam. Nachruf auf den am 16./3. 1946 in Tübingen im Alter von 69 Jahren verstorbenen Physiologen (Physiologie des Zentralnervensyst., des Gesichts u. Gehörs, Herzphysiologie). (Z. ges. exp. Med. 115. 1—6. 1949.) SCHLOTTMANN. 1

L. Hartmann, Johann Jakob Balmer. Würdigung der Arbeiten des Schweizer Physikers auf dem Gebiet der Spektroskopie der Wasserstoffserien anlässlich seines 50. Todestages. (Physikal. Bl. 5. 11—14. Jan. 1949. München.) B. REUTER. 1

Ju. I. Ssolowjew, Die Arbeiten von A. P. Borodin über die Kondensation von Aldehyden. Biograph. Abriss über BORODIN (1833—87), worin nachgewiesen wird, daß ihm die Priorität in der Ausarbeitung von Methoden zur Kondensation von Aldehyden vor КЕКУЛЁ gebührt. (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 18. 756—59. Nov./Dez. 1949. Moskau.) KIRSCHSTEIN. 1

A. F. Plate, Das Leben und die wissenschaftliche Tätigkeit von W. W. Markownikow. Die wissenschaftlichen Arbeiten des russ. Organikers MARKOWNIKOW (10/22. 12. 1838 bis 29. 1/11. 2. 1904) waren vor allem der Erforschung der Wechselwrg. der Atome in den Moll. u. der Aufklärung der im Erdöl enthaltenen Stoffe gewidmet. (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 18. 267—77. Mai/Juni 1949. Moskau.) KIRSCHSTEIN. 1

W. W. Rasumowski, Die innermolekulare Wechselwirkung der Atome (80 Jahre Theorie von W. W. Markownikow). Vortrag über die Bedeutung der Arbeiten MARKOWNIKOWS über

das genannte Thema u. über die Arbeiten russ. Forscher, die MARKOWNIKOWs Anschauungen bestätigten u. ergänzten. (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 18. 278—87. Mai/Juni 1949. Leningrad.) KIRSCHSTEIN. 2

K. B. Jatzimirski, *Aus der Geschichte der analytischen Chemie in Rußland*. Eine Skizze der Entw. der analyt. Chemie in Rußland von den Alchimisten u. „Probierern“ der Apotheken des Mittelsalters bis zur Ggw. unter besonderer Hervorhebung des russ. Anteils an der Schöpfung neuer Analysenmethoden. (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 18. 623—28. Sept./Okt. 1949. Iwanowo.) R. KNOBLOCH. 2

P. Schilling, *Kunstemail, Geschichte und Technik*. (Metalloberfläche 4. Ausg. B. 2. 1—3. Jan. 1950.) MARKHOFF. 2

Tenney L. Davis, Chymia. Annual studies in the history of chemistry. Vol. 2. Philadelphia: University of Pennsylvania Press. 1949. (X + 144 S.) \$ 4.—

Yaqūb b. Ishāk al-Kindī, Kitāb Kimiyyā al Itr wat-tasīdāt, Buch über die Chemie des Parfüms und die Destillationen, ein Beitrag zur Geschichte der arabischen Parfümchemie und Drogenkunde aus dem 9. Jahrhundert. Übersetzt von Karl Garbers. Leipzig: F. A. Brockhaus. 1948. (400 + 60 S.) DM 38.—. (Abhandlungen für die Kunde des Morgenlandes, herausgegeben von der Deutschen Morgenländischen Gesellschaft. Bd. 30).

R. L. Smith-Rose, James Clerk Maxwell, F. R. S., 1831—1879. London: Longmans, Green and Co. 1948. (VI + 34 S.)

Frank Sherwood Taylor, A short history of science and scientific thought; with readings from the great scientists from the Babylonians to Einstein. New York: Norton. 1949. (368 S. m. Abb. u. Diagr.) \$ 5.—

A. Allgemeine und physikalische Chemie.

Robert H. Schuler, Russell R. Williams jr. und William H. Hamill, *Laboratoriumsübungen in der Kernchemie*. 3. Mitt. *Darstellung und Eigenschaften einiger aktiver Halogene*. (2. vgl. HAMILL, C. 1950. I. 373.) Durch Einfangen langsamer Neutronen entstehen aus J bzw. Br: ^{128}J (25 Min.), ^{80}Br (4,4 Stdn.), ^{80}Br (18 Min.) u. ^{82}Br (34 Stdn.). Sie lassen sich nach SZILARD anreichern u. zu Aktivitätsmessungen, Austausch-Rkk. usw. benutzen. (J. chem. Educat. 26. 667—70. Dez. 1949. Notre Dame, Ind., Univ.) BLUMRICH. 6

A. A. Shuchowitzki, *Über die Darstellung des zweiten Hauptsatzes der Thermodynamik*. Anschauliche, streng mathemat. Ableitung des zweiten Hauptsatzes für den Unterricht (im wesentlichen in Anlehnung an Gedankengänge von PLANCK). (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 18. 360—64. Mai/Juni 1949. Moskau.) KIRSCHSTEIN. 6

C. A. Coulson und I. Fischer, *Bemerkungen zur Behandlung des Wasserstoffmoleküls nach der Molekularbahnenmethode*. Vff. behandeln die Grundlagen der Molekularbahnenmethode, die auf der linearen Kombination der Atombahnen beruht, u. weisen auf gewisse Grenzen der Anwendbarkeit dieser Meth. hin. (Philos. Mag. [7] 40. 386—93. April 1949. London, King's Coll., Wheatstone Phys. Dep.) KIRSCHSTEIN. 15

Hans E. Suess, *Das Gleichgewicht $\text{H}_2 + \text{HDO} \rightleftharpoons \text{HD} + \text{H}_2\text{O}$ und die weiteren Austauschgleichgewichte im System H_2 , D_2 und H_2O* . Es werden die Verteilungskonstanten von Deuterium zwischen Wasserstoff u. Wasserdampf bei verschied. Deuteriumkonz. im Temperaturbereich von 80—200° gemessen. Übereinstimmend mit spektroskop. Daten wird gefunden, daß die Gleichgewichtskonstanten der Rkk. $\text{H}_2 + \text{HDO} = \text{HD} + \text{H}_2\text{O}$ u. $\text{HD} + \text{D}_2\text{O} = \text{D}_2 + \text{HDO}$ sich um weniger als 3% unterscheiden. Sie lassen sich durch folgende Beziehung wiedergeben: $\lg K = 928/4,57 T - 0,1320$. (Z. Naturforsch. 4a. 328—32. Aug. 1949. Hamburg, Univ., Inst. für phys. Chem.) VIERK. 22

Leon Leventhal und C. S. Garner, *Thermische Austauschversuche mit radioaktivem Zink*. Untersucht wurde die therm. Austausch-Rk. von Zn-Ionen mit Spuren von radioakt. Zn mit einigen komplexen Zn-Verbindungen. Vollkommener Austausch von radioakt. Zn wurde in Pyridin bei 25° zwischen *Dipyridinzinkacetat* u. den komplexen Zn-Verbb. *Zinkacetylaceton* (auch bei 0°), *Zinkacetylacetonäthylendäim*, *Zinkbenzoylacetonammoniakat*, *Zinknicotinylaceton* u. *Dipyridinzinkthiocyanat* gefunden. Method. wurde derart vorgegangen, daß nach der Rk. zu der Pyridinlg. W. + Chlf. umgesetzt u. die Lsg. ausgeschüttelt wurde. In der Chloroform-Pyridinschicht befand sich die Komplexverb., in der Wasser-Pyridinschicht das Acetat. Das Zn wurde aus beiden Lsgg. als Sulfid gefällt, das Sulfid durch Glühen in Oxyd übergeführt u. in den beiden Oxyden die Aktivität mit einem GEIGER-MÜLLER-Zählrohr bestimmt. (J. Amer. chem. Soc. 71. 371. Jan. 1949. Los Angeles, Calif., Univ., Dep. of Chem.) GOTTFRIED. 22

M. Haissinsky und M. Cottin, *Austauschvorgänge zwischen den Metallen und ihren Ionen in Lösung*. 2. Mitt. *Untersuchung über das Quecksilber*. (1. vgl. J. Chim. physique Physico-Chim. biol. 45. [1948.] 212.) Der elementare Austausch zwischen dem metall. Hg-Atom u. seinen Ionen verläuft sehr rasch u. ändert sich wenig mit der Temp. u. dem

Anion. Wenn alle Atome der Tröpfchenoberfläche des Hg ausgetauscht sind, geht der Vorgang im Innern der Metallphase infolge Autodiffusion weiter, wobei die Ionendiffusion in der Lsg. viel rascher vor sich geht. Dieser Vorgang bestimmt als der am langsamsten verlaufende die Gesamtkinetik des Austausches. Die Aktivierungswärme, die durch Vers. ermittelt wird, bezieht sich auf diese Weise auf die Autodiffusion, deren ermittelter Wert sehr verständlich erscheint. Diese Deutung stimmt mit den Schlüssen überein, zu denen die Unters. des Austausches zwischen festen Metallen u. ihren Ionen geführt hat; aber im letzteren Fall sind die Gründe für die Geschwindigkeit des Elementarvorganges mehr mittelbarer Art. (J. Chim. physique Physico-Chim. biol. 46. 476—79. Sept./Okt. 1949. Paris, Inst. du Radium.) WESLY. 22

M. G. Evans und M. Swarc, *Die Größe der Wahrscheinlichkeitsfaktoren bei Radikalreaktionen*. Eine Zusammenstellung experimenteller Daten über Geschwindigkeitskonstanten u. Temperaturkoeff. einfacher Atomaustausch-Rkk. vom Typ $RY + X \rightarrow R + XY$ (X bedeutet ein Atom, Y ein Atom oder Radikal) sowie bimol. Atomassoziationen liefert keinen Hinweis auf abnorm kleine Wahrscheinlichkeitsfaktoren P dieser Rkk., wie sie von STEACIE, DARWENT u. TROST (Trans. Faraday Soc., Discuss. 2. [1947.] 80) u. BAMFORD u. DEWAR (C. 1949. II. 1282) diskutiert wurden. P ist in allen Fällen n., d. h. innerhalb eines Faktors 10 von der Größenordnung 0,1. Auch die theoret. Behandlung bimol. u. unimol. Rkk. nach der Meth. der Übergangszustandes läßt keine Gründe für abnorm kleine P-Werte erkennen. Solche dürften nur bei Rkk. zwischen 2 komplexen Radikalen oder Moll. (z. B. Assoziation von Triphenylmethylradikalen) auftreten, wie dies schon öfter in Termen des Verlustes von 3 Rotationsfreiheitsgraden der reagierenden Zentren im Übergangszustand diskutiert worden ist. Die scheinbaren Diskrepanzen in den experimentellen Daten für die Rkk. von H-Atomen oder Methylradikalen mit höheren Paraffin-KW-stoffen, die der STEACIE'schen Diskussion zugrunde liegen, können, wie gezeigt wird, auch ohne die Annahme niedriger P-Werte beseitigt werden. (Trans. Faraday Soc 45. 940—46. Okt. 1949. Manchester, Univ., Chem. Dep.) REITZ. 28

I. Je. Ssalnikow, *Zur Theorie des periodischen Verlaufs homogener chemischer Reaktionen*. 2. Mitt. *Ein thermokinetisches selbstschwingendes Modell*. (1. vgl. FRANK-KAMENETZKI u. SSALNIKOW, Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 17. [1943.] 79.) Nachdem in der ersten Mitt. ein kinet. Modell für period. chem. Rkk. aufgestellt worden war, das nur die Veränderungen der Konz. berücksichtigte, bezieht Vf. jetzt auch die Temperaturänderungen in seine Rechnungen ein. Für eine aus 2 Etappen $A \rightarrow X$ u. $X \rightarrow B$ bestehende Rk., wobei die Geschwindigkeit W_2 der zweiten stärker temperaturabhängig als die der ersten (W_1) ist u. bei der zweiten mehr Wärme frei wird als bei der ersten, werden die Reaktionsgleichungen u. für die 2. Etappe auch die Wärmebilanz aufgestellt. Für die drei Fälle, daß W_1 von den Konz. von A u. X oder nur von der Konz. von A abhängt bzw. konstant ist, werden die Bedingungen für die Parameter der Ausgangsgleichungen berechnet, unter denen ungedämpfte Schwingungen beständig sein können. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 23. 258—72. März 1949. Moskau, Inst. für chem. Physik der Akad. der Wiss. der UdSSR.) KIRSCHSTEIN. 28

M. Swarc, *Die Dissoziationsenergie der ersten N-H-Bindung in Ammoniak*. Zur experimentellen Best. der Dissoziationsenergie der ersten NH-Bindung in NH_3 wurden drei verschied. Methoden angewandt, u. zwar die therm. Zers. von NH_3 , von Hydrazin u. von Benzylamin. Bei den Vers. mit NH_3 ergab sich, daß die Zers. des NH_3 auch bei 1000° eine heterogene Rk. war, die an den Wänden des Quarzgefäßes stattfand u. N_2 u. H_2 im mol. Verhältnis 1:3 lieferte. — Die therm. Zers. von N_2H_4 ergab indirekt das gewünschte Ergebnis. Da die schwächste Bindung im N_2H_4 die N-N-Bindung ist, wird diese Bindung zuerst bei der Pyrolyse des N_2H_4 gebrochen. Man erhält demnach zunächst bei dieser Pyrolyse die Dissoziationsenergie der N-N-Bindung. Kennt man diese, dann kann man die Bildungswärme des NH_2 -Radikals berechnen u. schließlich die Dissoziationsenergie der ersten N-H-Bindung im NH_3 . Um Wand-Rkk. zu vermeiden, wurde die therm. Zers. von N_2H_4 -Dampf in einem großen Überschuß von Toluol als Trägergas untersucht. Der Vorteil des Toluols ist der, daß die bei der Zers. von N_2H_4 gemäß $N_2H_4 \rightarrow 2NH_2$ (1) gebildeten NH_2 -Radikale schnell durch Toluol entfernt werden gemäß der Gleichung $C_6H_5-CH_3 + NH_2 \rightarrow C_6H_5-CH_2 + NH_3$ (2); die bei der Rk. (2) gebildeten Benzylradikale dimerisieren sich gegebenenfalls unter Blögl. von Dibenzyl. Gefunden wurde, daß die Rk. (2) eine homogene Gas-Rk. erster Ordnung ist. Die Aktivierungsenergie ist 60 ± 3 kcal/Mol, der Frequenzfaktor $4 \cdot 10^{12} \text{ sec}^{-1}$. Setzt man diese Aktivierungsenergie gleich der Dissoziationsenergie der N-N-Bindung, dann erhält man die folgenden Werte: $D(NH_2-NH_2) = 60 \pm 3$ kcal/Mol, Bildungswärme des NH_2 -Radikals 41 kcal/Mol u. $D(NH_2-H) = 104 \pm 2$ kcal/Mol. Die therm. Zers. des Benzylamins lieferte eine Bestätigung der obigen Ergebnisse. Die Dissoziationsenergie der ersten N-H-Bin-

dung in NH_3 ist demnach zu 104 kcal/Mol anzunehmen. (J. chem. Physics 17, 505—07. Mai 1949. Manchester, Univ., Dep. of Chem.)

GOTTFRIED. 28

R. P. Bell und J. E. Prue, *Reaktionskinetische Untersuchungen der unvollständigen Dissoziation von Salzen*. 1. Mitt. *Der Zerfall von Diacetonalkohol in Lösungen von Metallhydroxyden*. Der durch OH^- -Ionen katalysierte Zerfall von Diacetonalkohol wird in Ggw. verschied. Hydroxyde bei 25° dilatometr. verfolgt. Die (mit dekad. Logarithmen berechnete) Katalysatenkonstante $k/[\text{OH}^-]$ hat den Grenzwert $0,218 \text{ min}^{-1}$ bei unendlicher Verd. des Katalysators, welcher Wert mit älteren Literaturdaten verglichen wird. Bei den Alkali-hydroxyden zeigt $k/[\text{OH}^-]$ eine nur geringe Abhängigkeit von der Alkalikonz., die unter Heranziehung der Aktivitätskoeffizienten diskutiert wird, u. zwar bei RbOH eine geringe Zunahme, bei KOH eine geringe Abnahme, die in beiden Fällen in 0,4 n Lsg. erst ca. 0,5% beträgt u. somit kaum die Fehlergrenze übersteigt, während NaOH bei dieser Konz. ein ca. 7% niedrigeres $k/[\text{OH}^-]$ liefert. Bei den Hydroxyden von Ca, Ba u. Tl nimmt $k/[\text{OH}^-]$ mit zunehmender Konz. in nichtlinearer Weise sehr viel stärker ab (z. B. bei $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in 0,04 n Lsg. bereits um 12%). Aus der Konzentrationsabhängigkeit werden die folgenden thermodynam. Dissoziationskonstanten K_d abgeleitet: CaOH^+ 0,051, BaOH^+ 0,23, TlOH 0,38. Während K_d bei CaOH^+ konzentrationsunabhängig ist, zeigt es bei BaOH^+ u. TlOH eine stärkere Konzentrationsabhängigkeit, die auf die Konz. Null extrapoliert wird. Für prakt. Zwecke können im vorliegenden Ionenstärkenbereich die Dissoziationsgrade auch gut durch Konzentrations-Dissoziationskonstanten K_c dargestellt werden, die in der obigen Reihenfolge die Werte 0,11, 0,43 u. 0,60 haben. Ein Vgl. mit Literaturwerten, die nach anderen Methoden gewonnen wurden, zeigt, daß die hier angewandte kinet. Meth. vernünftige Werte für K_d liefert u. somit die ihr zugrundeliegende Voraussetzung rechtfertigt, daß der Übergangszustand bei der betrachteten Rk. sich nicht merklich mit den anwesenden Metallionen assoziiert. Die Bldg. der Ionen CaOH^+ u. BaOH^+ kann, wie gezeigt wird, auf Grund des COULOMBSchen Gesetzes erklärt werden, während bei der Bldg. des undissoziierten TlOH Kovalenzkräfte beteiligt sein müssen. (J. chem. Soc. [London] 1949, 362—69. Febr. Oxford, Univ., Phys. Chem. Labor.)

REITZ. 28

Bruno Ricca und Giovanni d'Amore, *Untersuchungen über den Zerfall von Alkalicyanid in wässriger Lösung*. Es werden bei den Rkk. $\text{CN}^- + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{HCN} + \text{OH}^-$ u. $\text{NaCN} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{HCOONa} + \text{NH}_3$ die beiden Vorgänge der hydrolyt. Spaltung u. der Verseifung bei 30, 50 u. 80° untersucht. Die gasförmigen Prodd. HCN u. NH_3 werden mittels eines inerten Gases abgetrennt u. bestimmt. Die Versuchsdauer wurde bis zu 160 Stdn. ausgedehnt, nach je 8 Stdn. wurden die Gase u. der zurückgebliebene NaCN -Geh. bestimmt. Es wurde festgestellt, daß nach dieser Meth. bei Temp. unter 15° kein HCN frei wird, während bei 80° in 160 Stdn. 17,66% NaCN als HCN entweichen. Bei der Verseifung beträgt die Minderung in 160 Stdn. bei 30° 7,02%, bei 50° 19,03% u. bei 80° 79,06%. Die Geschwindigkeitskonstante wurde für 30° zu $K_{30} = 0,123 \cdot 10^{-6}$, bei 50° zu $K_{50} = 0,366 \cdot 10^{-6}$ u. für 80° zu $K_{80} = 2,72 \cdot 10^{-6}$, der Temperaturkoeff. zu $\beta = 0,064$ errechnet. (Gazz. chim. ital. 79, 308—17. Mai 1949. Messina, Univ., Ist. di Chim. generale.)

ENDRASS. 28

Bruno Ricca und Giovanni d'Amore, *Einfluß von Natriumchlorid auf den Zerfall von Natriumcyanid in wässriger Lösung*. Die Verss. einer früheren Arbeit (vgl. vorst. Ref.) werden dahingehend erweitert, daß den NaCN -Lsgg. NaCl zugegeben wird. NaCl fördert bei niedrigen Temp. die Hydrolyse u. das Entstehen freier HCN , während es im gleichen Temperaturbereich die Verseifung u. damit die NH_3 -Bldg. bremsst. (Gazz. chim. ital. 79, 318—22. Mai 1949.)

ENDRASS. 28

W. J. Kramers und L. A. Moignard, *Die Kinetik der photochemischen Umsetzung von Wasserstoff mit Chlor*. Zur Messung der Geschwindigkeit der photochem. Umsetzung von geringem H_2 u. Cl_2 in Abhängigkeit von der Lichtintensität J wurde ein hinreichend großes Aktinometer verwandt, um den Wandinfl. möglichst klein zu halten. Durch Verwendung von Licht mit kleinem Extinktionskoeff. wurde dafür gesorgt, daß J im ganzen Aktinometer gleichförmig ist. Die angewandten H_2 -Drucke sind niedrig (ca. 0,1 mm), so daß exakte Proportionalität mit p_{H_2} besteht. Das Cl_2 wird durch Fraktionierung, stille Entladung in Ggw. von O_2 oder H_2 , Erhitzen mit O_2 u. längeres Belichten mit einer W-Lampe hoher Lichtintensität unter wechselnder Reihenfolge der einzelnen Teiloperationen gereinigt, wobei Proben mit konstanter maximaler Empfindlichkeit erhalten werden. Es ergibt sich Proportionalität der photochem. Umsetzung mit $J^{1/2}$ in Übereinstimmung mit der NERNSTschen Forderung, sofern J u. p_{Cl_2} nicht zu niedrig sind. Bei $p_{\text{Cl}_2} > 200$ mm ist die Geschwindigkeit unabhängig von p_{Cl_2} , vorausgesetzt, daß J nicht zu niedrig ist. Bei niedrigerem J u. $p_{\text{Cl}_2} < 200$ mm wird die Geschwindigkeit proportional J u. proportional p_{Cl_2} . Es wird (z. B. durch Verss. mit CO_2 -Zusatz) gezeigt, daß dieser Wechsel im funktionellen Zusammenhang unter den vorliegenden Bedingungen

nicht durch Entfernung der Kettenträger an den Wänden des Reaktionsgefäßes verursacht wird; er scheint vielmehr von der Ggw. irgendeiner hemmenden Verunreinigung herzuführen, die durch Licht nicht vollständig zerstört u. daher bei der Reinigung des Cl₂ nicht entfernt wird; als Quelle für die Verunreinigung wird die zum Schmieren der Hähne verwendete Phosphorsäure vermutet. Die NERNSTsche Annahme der Rekombination von Kettenträgern scheint ein Sonderfall einer allgemeineren Theorie zu sein, die den Beobachtungen befriedigend Rechnung trägt u. die fordert, daß die Kettenträger durch Inhibitoren entfernt werden, welche letztere durch Licht nicht völlig zerstört werden. Die Diskussion der Verss. wird auf den Fall beschränkt, daß hauptsächlich Cl-Atome entfernt werden, wobei versuchsweise die folgenden Rkk. mit einem Inhibitormol. A angenommen werden: $\text{Cl} + \text{A} \rightarrow \text{ACl}$; $\text{ACl} \rightarrow \text{A} + \text{Cl}$; $\text{Cl} + \text{ACl} \rightarrow \text{A} + \text{Cl}_2$. Wenn $\text{A} = \text{Cl}_2$, das Cl₂-Mol. also selbst eine Art Inhibitor darstellt, u. wenn Cl₂ sehr instabil ist, führt die Theorie zu dem gefundenen kinet. Ausdruck, in dem $d[\text{HCl}]/dt$ proportional $J^{1/2}$ u. unabhängig von p_{Cl_2} ist. Falls ein anderer Inhibitor, der eine verhältnismäßig stabile Verb. ACl bildet, im Cl₂ in einer Menge anwesend ist, die sich nicht mit p_{Cl_2} ändert (z. B. die angenommene Verunreinigung aus der Phosphorsäure), kann gezeigt werden, daß der Kettenabbruch durch letzteren Inhibitor mit abnehmendem p_{Cl_2} oder abnehmendem J den Kettenabbruch durch Cl₂ überwiegt u. zu einem kinet. Ausdruck $d[\text{HCl}]/dt$ proportional $J[\text{Cl}_2]$ führt. (Trans. Faraday Soc. 45. 903—15. Okt. 1949. Oxford, Jesus Coll.)

REITZ. 30

Je. W. Stupotschenko, *Die Reaktion der SO₂-Oxydation durch Stöße langsamer Elektronen*. Vf. stellte durch Messung der Druckabnahme in einem Reaktionsgefäß die Geschwindigkeit v der Rk. $\text{SO}_2 + \frac{1}{2}\text{O}_2 \rightarrow \text{SO}_3$ fest u. untersuchte die Änderung von v , die eintrat, wenn ein mit der Spannung U beschleunigter Elektronenstrahl durch das Reaktionsgefäß geschickt wurde. Bei $U \leq 10\text{ V}$ änderte v sich nicht; für $12\text{ V} \leq U \leq 16\text{ V}$ hatte v einen (konstanten) erhöhten Wert v_1 , für $18\text{ V} \leq U \leq 20\text{ V}$ war $v = v_2 > v_1$, u. für $22\text{ V} \leq U \leq 40\text{ V}$ $v = v_3 > v_2$. Die sprunghafte Änderung von v bei 12, 18 u. 22 V ist nach Ansicht des Vf. nicht allein durch die Ionisation der O₂- u. der SO₂-Moll. zu erklären. Über die Art des vermuteten „neuen“ Mechanismus, nach dem aktivierte Zentren entstehen sollen, werden keine Angaben gemacht. Es wird jedoch angenommen, daß die durch Elektronenstöße verursachte Dissoziation von SO_3 in SO_2 u. O₂ eine Rolle spielt. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 23. 273—77. März 1949. Moskau, Univ., Inst. für Physik u. Allunions-Wärmetechn. Dsershinski-Inst.)

KIRSCHSTEIN. 30

Gerhard Schmid, *Die erste Ultraschalltagung in Erlangen vom 2.—4. Mai 1949*. A. Allgemeiner Teil. (Vgl. 1950. I. 1876.) Überblick über die auf Tagung besprochenen Fragen der Chemie, Physik u. Biologie der Ultraschallwellen. (Naturwiss. 37. 14—18. 1950. Stuttgart, TH, Labor. für physikal. Chem. u. Elektrochem.)

KLEVER. 60

Cyril Ashford, *Practical physics. A collection of experiments for upper forms of schools and colleges together with the relevant theory*. London: Cambridge U. Pr. 1950. (173 S.) 10s. 6d.

Hopkins and Ballar, *Essentials of general chemistry. A beginning chemistry for colleges*. Boston, New York, Chicago, Atlanta, San Francisco, Dallas, London: D. C. Heath & Comp. 1948. (525 S.) \$ 4,25.

W. Radmaacher und W. Ebert, *Einführung in die Chemie*. Bd. 12. Essen: W. Girardet. 1940. (238 S.; S. 239—547.) 8° = Fachbücher für Ingenieure. Bd. 2. DM 25,60.

A₁. Atombausteine. Atome. Moleküle.

W. Heitler und S. T. Ma, *Quantentheorie der Strahlungsdämpfung für diskrete Energiezustände*. (Vgl. C. 1946. I. 834.) Die gegenwärtige Form der Quantenelektrodynamik erklärt die Strahlungsdämpfung innerhalb der klass. LORENTZ-Kraft. Bei der Behandlung der Zusammenstöße zwischen freien Teilchen, wobei alle Anfangs- u. Endzustände zum kontinuierlichen Spektr. gehören, kann scharf zwischen Zuständen mit Energien gleich der Energie der freien Teilchen vor dem Zusammenstoß u. Zuständen mit verschied. Energien unterschieden werden. Die von Vf. angeführte Meth. gründet sich nur auf allg. Prinzipien der Quantenmechanik u. ist unabhängig von irgendeiner speziellen Form der Quantenelektrodynamik. Die bei Anwendung dieser Meth. erhaltenen unterschiedlichen Ergebnisse können durch eine einfache Verallgemeinerung ausgeschaltet werden. Die Theorie der Vf. wird auf die Probleme der Fortpflanzung des Lichtes angewandt. (Proc. Roy. Irish Acad., Sect. A 52. 109—25. Febr. 1949. Dublin, Inst. for Advanced Studies.)

G. SCHMIDT. 80

Res Jost und J. M. Luttringer, *Strahlentheoretische Korrekturen zur Paarerzeugung und zur Bremsstrahlung*. Die neuere Quantenelektrodynamik gestattet es, die Divergenzschwierigkeiten, die der älteren Form anhafteten, zu umgehen u. so Berichtigungen zu den störungstheoret. berechneten Wirkungen zu bestimmen. Die Ausrechnung der

Berichtigungen für Paarerzeugung u. Bremsstrahlung wird angekündigt. (Helv. physica Acta 22. 391—92. 15/8. 1949. Zürich, ETH.) WESLY. 80

Robert B. Brode, *Masse der Höhenstrahlungsmesonen*. FRETTER (Physic. Rev. [2] 70. [1946.] 625) Reichweite maß (durch Absorption in Pb-Platten) u. Impuls (Krümmung im Magnetfeld) von 26 Mesonen u. berechnete daraus die M zu $202 \pm 5 m_e$; der wahrscheinliche Fehler der Einzelmessung lag bei 15%. Vf. nimmt eine andere Fehlerabschätzung vor u. erhält mit dieser korrekteren Meth. aus FRETTERS Messungen für die Mesonenmasse den Mittelwert $212 \pm 5 m_e$. (Physic. Rev. [2] 75. 904—05. 1/3. 1949. Berkeley, Calif., Univ., Dep. of Phys.) E. REUBER. 85

A. I. Alichanjan, A. A. Konstantinow, W. M. Charitonow und M. I. Daion, *Über die Existenz leichter Varitronen*. Messungen des Impulses (Ablenkung in einem Magnetfeld) u. der Reichweite (Absorption in Al-Filtern) an Teilchen der weichen Komponente der Höhenstrahlung ergaben, daß in dieser Komponente Varitronen von 80 ± 10 , 100 ± 15 , 155 ± 20 u. wahrscheinlich auch von 50 Elektronenmassen vorkommen. Die Versuchssapp. sowie ihre Fehlermöglichkeiten werden ausführlich beschrieben. (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 19. 857—67. Okt. 1949. Physikal. Inst. der Akad. der Wiss. der Armen. SSR u. Inst. für physikal. Probleme der Akad. der Wiss. der UdSSR.) KIRSCHSTEIN. 85

A. Bonetti und C. Dilworth, *Schwere Bruchstücke in Höhenstrahlensternen*. In 2 aufeinanderliegenden 300 μ -Emulsionen wurde ein Stern mit 20 Spuren entdeckt, von denen 2 durch schwere Spaltprodd. verursacht sind (Länge 286 bzw. 330 μ). Die Bruchstücke sind mit Energien von 260 bzw. 90 MeV herausgeschleudert. Die zur Zertrümmerung insgesamt notwendige Energie wird auf 1000 MeV geschätzt. (Philos. Mag. [7] 40. 585—87. Mai 1949. Brüssel, Centre de Phys. Nucleaire.) KIRSCHSTEIN. 85

R. L. Cool, E. C. Fowler, J. C. Street, W. B. Fowler und R. D. Sard, *Nebelkammeruntersuchung der Mesonenbremsung in Aluminiumfolien*. Mittels einer großen atomat. WILSON-Kammer wird in einer Höhe von 3410 m die Mesonenbremsung in 0,02 cm Al-Folien untersucht. Ein über den Zähler angebrachter 10 cm Pb-Filter red. die von der Elektronenkomponente ausgelösten Expansionen. Auf 12100 Aufnahmen werden 10 Fälle von Mesonenbremsung in Al-Folien festgestellt. Durch die über der Kammer angebrachte 1,1 Pb-Platte kann zwischen π - u. μ -Mesonen einerseits u. Protonen andererseits entschieden werden. Die Empfindlichkeit der Meth. reicht nicht aus, um die π -Mesonen von den μ -Mesonen zu trennen. In einem Fall kann der Ursprung eines schweren Teilchens an der Bremsstelle des Mesons beobachtet werden. In den Fällen, in denen ein Meson in den Al-Folien gebremst u. kein ionisierendes Teilchen beobachtet wird, ist die Beobachtungswahrscheinlichkeit, daß ein Proton mit der Energie von 7,8 MeV austritt, 0,75; von 5,2 MeV Energie 0,5 u. von 3,5 MeV Energie 0,25. Aus den insgesamt 6 Fällen dieser Art geht hervor, daß bei der Emission eines ionisierenden Teilchens durch Einfang eines negativen μ -Mesons durch einen Kern dieses Meson sehr geringe Energie besitzt. Bei der Emission eines schweren Teilchens, wahrscheinlich eines Protons, kann es sich entweder um den Einfang eines negativen μ - oder eines π -Mesons handeln. (Physic. Rev. [2] 75. 1275—76. 15/4. 1949. Cambridge, Mass., Harvard Univ., St. Louis, Miss., Washington Univ.!) G. SCHMIDT. 85

Martin A. Pomerantz, *Die Absorption von Teilchen kosmischer Strahlen in sehr großen Höhen*. Die Arbeit enthält Absorptionskurven kosm. Strahlenteilchen in Pb bei sehr großen Höhen. Diese geben Aufschluß über die Natur der Veränderung der Intensität der sogenannten weichen Komponente mit der Höhe. Nach Auffassung des Vf. besteht dieser Anteil aus Elektronen u. langsamen Mesonen. Einem progressiven Anwachsen der relativen Intensität der Teilchen folgte ein schnelles Absinken augenscheinlich bis auf Null im Gipfel der Atmosphäre. Der Absorptionskoeff. variiert nicht merklich mit der Höhe. Ein Vgl. des relativen Bremsvermögens von C u. Pb besagt, daß die Absorption in 17 g/cm^2 bei C gleich ist der in $8,8 \text{ g/cm}^2$ von Pb bei 250 mm Hg. Das Pb-Äquivalent sinkt bis auf $0,1 \text{ g/cm}^2$ bei 100 mm Hg u. steigt dann wieder mit der Höhe an ($13,9 \text{ g/cm}^2$ bei 50 mm Hg). (Physic. Rev. [2] 73. 1253. 15/5. 1948. Bartol Res. Found.) LIERMANN. 85

Martin A. Pomerantz, *Eigenschaften der Höhenstrahlung in der unteren Atmosphäre*. (Vgl. C. 1949. I. 858 u. vorst. Ref.) Die durch Freiballonaufstiege erhaltenen Messungen in der oberen Atmosphäre wurden mit der gleichen App. u. einer zusätzlichen 2. Zählrohr-Koinzidenzapp. in geringeren Höhen (7,5 u. 9 km) wiederholt. Mit den gleichen Instrumenten wurden auch Messungen auf dem Mt. Evans (Colorado) gemacht. Die Meßergebnisse sind in einer Tabelle zusammengestellt u. werden im einzelnen diskutiert. Die Zusammenhänge zwischen den Intensitäten in verschied. Höhen u. der Absorberdicke (bis zu 18 cm Pb) sind in Kurven wiedergegeben. Meßpunkte von den Freiballonaufstiegen u. von anderen Autoren fügen sich gut ein. Ferner wurde die Absorption in Pb u. C ver-

glichen. Es wird eine Umrechnung der gemessenen Intensitätswerte in absol. Intensitäten durchgeführt; bei 52° N beträgt die absol. Höhenstrahlintensität an der oberen Grenze der Atmosphäre $10,1 \pm 0,20$ Teilchen/Min./cm²/Raumwinkleinheit. Wegen des mit der Höhe zunehmenden Absorptionskoeff. für geringe Dicken (Zählrohrwandung) können beim Vgl. verschied. Messungen der Gesamtintensität Fehler auftreten. (Physic Rev. [2] 75. 1721—28. 1/6. 1949. Swarthmore, Pa., Bartol Res. Found. of the Franklin Inst.)

E. REUBER. 85

E. P. George und A. C. Jason, *Kernspaltungen in photographischen Platten, die unter Bleiabsorbern der Höhenstrahlung ausgesetzt worden sind*. ILFORD C₂-Platten wurden unter verschied. bis 28 cm dicken Pb-Platten auf dem Jungfraujoch (3457 m) exponiert. Die Intensität der Sterne u. deren Änderung mit der Zahl der sie bildenden Spuren wurde für jede Absorberdicke gemessen. Die Absorptionskurve für die Intensität der Sterne ergibt für die die Sterne erzeugende Strahlung in Pb einen Wert von 310 ± 20 g/cm². Bei allen Absorbern ist die Form der Verteilung dieselbe. Bei in Meereshöhe exponierten Platten ist die Verteilungskurve die gleiche, jedoch beträgt die Reichweite in Luft 150 ± 7 g/cm². Diese Ergebnisse scheinen zu beweisen, daß die Mehrzahl der Sterne durch Neutronen verursacht wird. (Proc. phys. Soc., Sect. A 62. 243—52. 1/4. 1949. London, Birkbeck Coll.)

STEIL. 85

Klaus Futscher, *Elementarteilchen*. Übersicht über die Elementarteilchen u. ihre einfachsten Kombinationen auf Grund neuerer Erkenntnisse. Das Bild ist jedoch unvollständig, da manche Teilchen nur vermutet werden, u. der Begriff des Elementarteilchens gegenwärtig überhaupt nicht mehr so prägnant erscheint wie einst. In den Tabellen sind nur diejenigen Teilchen aufgenommen, für deren Existenz physikal. einwandfreie u. eindeutige Anzeichen vorliegen. In den Tabellen sind die Massenwerte (Ruhmassen) in kernphysikal. Masseneinheiten oder in Elektronenmassen, die magnet. Momente in BOHR'schen bzw. Kernmagnetonen, die Spinwerte mit zugehöriger Statistik, bezogen auf die Einheit $h/2\pi$, die Ladung, die Halbwertszeiten u. ein Schema des zugehörigen Zerfalls angeführt. Eine Reihe mehr oder weniger hypothet. Teilchen werden beiläufig erwähnt. (Physikal. Bl. 5. 258—67. 1949.)

G. SCHMIDT. 90

V. G. Telegdi und M. Verde, *(γ, α)-Reaktion des ¹²C und das α -Teilchenmodell leichter Kerne*. Für leichte Kerne, bes. für solche, die auf Grund ihrer Zus. aus α -Teilchen bestehen, sind „Molekül“-Modelle vorgeschlagen worden, bei denen die α -Teilchen die Rolle der Atome spielen. Diese Gebilde können sowohl zu Vibrationen als auch zu Rotationen angeregt werden; es ergibt sich daraus die Möglichkeit, nach den in der Molekularphysik geläufigen Verff. die Energien der tieferen Anregungszustände der betrachteten Kerne zu ermitteln. Es wird untersucht, ob die auf dieser Grundlage berechneten tiefsten Terme von ¹⁶O für die Beurteilung des α -Teilchenmodells nur qualitativen Wert besitzen u. ob sie einer quantitativen Prüfung standhalten. Sie besteht in der Feststellung, ob eine mit α -Modell-Wellenfunktionen ausgeführte Rechnung der im einzelnen erörterten Erfahrungstatsachen gerecht wird. Es zeigt sich, daß ein unmittelbarer Photoeffekt die Verhältnisse bei der Rk. ¹²C (γ, α) ⁸Be* qualitativ befriedigend darstellt. Eine Entscheidung für oder gegen die Compoundkern-Hypothese kann noch nicht gefällt werden. (Helv. physica Acta 22. 380—85. 15/8. 1949. Zürich, ETH.)

WESLY. 90

E. L. Kelly, *Experimentelle Bestimmungen des Bremsvermögens unter Benutzung von α -Teilchen von 15—37 MeV*. Gemessen wurde das Bremsvermögen relativ zu Al für Cu, Ag, Ta, Bi u. Th unter Benutzung von α -Teilchen in den Energiebereichen von 15—28 MeV u. 28—37 MeV. Für α -Teilchen von 37 MeV ergaben sich die folgenden relativen Werte des Bremsvermögens: Cu 0,799₀, Ag 0,671₅, Ta 0,546₅, Bi 0,520 u. Th 0,503. Reduziert man diese Werte des Massenbremsvermögens auf das Bremsvermögen pro Elektron u. trägt die Werte graph. gegen log Z auf, so fallen die Zahlen für jeden einzelnen Energiebereich angenähert auf eine gerade Linie. (Physic Rev. [2] 75. 1006—07. 1/4. 1949. Berkeley, Calif., Univ., Dep. of Phys. Radiation Labor.)

GOTTFRIED. 90

Salomon Rosenblum, Marcel Guillot und Geneviève Bastin-Scoffier, *Neue Bestimmung des α -Feinstrukturpektrums von Radium*. Mit sehr schwachen Quellen u. Expositionszeiten von 1—5 Tagen wurde das α -Spektr. neu bestimmt. Die gemessene Intensität $\alpha_1/\alpha_0 = 6,9\%$ ist etwas größer als die nach der GAMOW'schen Theorie erwartete. Die neuen Messungen stimmen gut im Intervall $\alpha_0 - \alpha_1 = 184,5$ keV mit kürzlich gemachten überein. Bei 600 keV wurde eine Gruppe mit einer Intensität von 2% gefunden. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 229. 191—93. 18/7. 1949.)

STEIL. 100

William P. Jesse und John Sadauskis, *α -Teilchenionisation in Argon und in Luft und die Reichweite-Energiekurven*. Vff. verglichen die relative Ionisation für Sm- u. Po- α -Teilchen in Ar u. in Luft. Sie fanden, daß die Ionisation für Sm relativ zu Po in Luft 5%

geringer ist als in Ar. Aus diesen Messungen ergibt sich, daß, was schon länger vermutet wurde, in H₂ u. in den Edelgasen die totale α -Ionisation ziemlich genau proportional der Teilchenenergie ist, sich Luft in dieser Beziehung anomal verhält. Wenn sich Luft tatsächlich so anomal verhält, dann wäre ein Einfl. eines solchen Verh. auf die bekannten α -Reichweite-Energiekurven offensichtlich. Es dürfte infolgedessen notwendig sein, an den schon bekannten Kurven Korrekturen anzubringen. Vff. brachten solche Korrekturen an an Kurven, die HOLLOWAY u. LIVINGSTON (Physic. Rev. [2] 54. [1933.] 18) auf Grund sorgfältiger Messungen erhalten hatten, u. zwar in dem Gebiet von 1—3 MeV. Hierbei ergaben sich für die gefundenen Energiewerte in diesem Bereich Erhöhungen, die zwischen 60 u. 130 keV lagen. Die größte Korrektur lag bei ca. 1,5 MeV. Es werden noch einige Beispiele angeführt, bei denen die Vff. an in der Literatur bekannte Unterss. ihre Korrekturen anbrachten. (Physic. Rev. [2] 75. 1110—11. 1/4. 1949. Chicago, Ill., Argonne National Labor.)

GOTTFRIED. 100

Raymond Daudel und Maurice Jean, *Die Rolle des Elektronengefolges bei radioaktiven Erscheinungen*. Zunächst werden die verschied. Fälle der β - u. β^+ -Zertrümmerung betrachtet. In gewissen Fällen der Wiederordnung des Gefolges treten Erscheinungen auf, bes. die gleichzeitige Emission zweier Neutrinos, die der Rückkehr des angeregten Kerns im Kernfeld entsprechen. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 229. 354—56. 1/8. 1949.)

STEIL. 100

E. Bretscher und A. P. French, *Der Wirkungsquerschnitt bei kleiner Energie der (D-T)-Reaktion und die Winkelverteilung der emittierten α -Teilchen*. (Vgl. C. 1949. I. 1201.) Im Gebiet von 15—125 keV wurden die Ausbeute der Rk. $^3\text{H} + ^2\text{H} \rightarrow \alpha + ^1\text{n} + 17,6 \text{ MeV}$ durch Beschießen einer dicken Schicht aus schwerem Eis u. die Winkelverteilung der α -Teilchen gemessen. Innerhalb der gemessenen Verteilung herrscht isotrope Verteilung. Das Verhältnis der Wirkungsquerschnitte der Rk. $^3\text{H} (^3\text{H}, \text{n}) \alpha$ u. $^3\text{H} (^3\text{H} ^3\text{H}) \text{p}$ zwischen ca. 30 u. 125 keV steigt von ca. 120 auf ca. 220 an. Der Wirkungsquerschnitt scheint mit der Energie schneller als nach einer einfachen GAMOW-Funktion zu wachsen. (Physic. Rev. [2] 75. 1154—60. 15/4. 1949. Los Alamos, New Mexico, Los Alamos Sci. Labor.)

STEIL. 103

J. H. Coon und R. A. Nobles, *Die Zertrümmerung von ^3He und ^{14}N mittels thermischer Neutronen*. Mittels eines Proportionalzählers wurden die Wirkungsquerschnitte therm. Neutronen bei den Rk. $^3\text{He} (\text{n}, \text{p}) ^3\text{H}$ u. $^{14}\text{N} (\text{n}, \text{p}) ^{14}\text{C}$ zu 5040 ± 200 bzw. $1,76 \pm 0,05$ barns bestimmt. (Physic. Rev. [2] 75. 1358—61. 1/5. 1949. Los Alamos, New Mexico, Los Alamos Sci. Labor.)

STEIL. 103

James S. Allen, H. R. Paneth und A. H. Morrish, *Über die Winkelbeziehung zwischen Elektron und Neutrino beim β -Zerfall von ^6He* . Vff. untersuchten die beim β -Zerfall auftretenden Winkelbeziehungen zwischen Elektron u. Neutrino sowie die Spektren der Rückstoßionen. Sie verwendeten das ^6He -Isotop aus der Kern-Rk. $^8\text{Be} (\text{n}, \alpha) ^6\text{He}$ mit Neutronenenergien von ca. 0,6 MeV. Das Isotop zerfällt zu ^6Li unter Aussendung von Elektronen u. Neutrinos mit einem einfachen β -Spektr. einer Maximalenergie von 3,5 MeV. Das Rückstoßspektr. bestand aus ^6Li -Ionen von ca. 1410 eV. Letztere wurden mittels eines Elektronenvervielfachers, die β -Strahlen mit Hilfe eines Zählrohres registriert. Das Energiespektr. der Rückstoßteilchen wurde gewonnen durch Beobachtung der Koinzidenzen beider Registriervorrichtungen in Abhängigkeit von einem nachträglich korr. retardierten Potential innerhalb eines Gittersyst. in der Flugbahn der Ionen. Koinzidenzen wurden beobachtet bei den Winkeln 180 u. 162° zwischen der β -Strahlrichtung u. der Richtung der Rückstoßionen. Das bedeutet Übereinstimmung mit den von obigen Autoren genannten Elektron-Neutrino-Winkelbeziehungen bis auf einen Faktor. Die Resultate scheinen die Existenz des Neutrinos endgültig zu sichern u. werden am besten durch Anwendung der GAMOW-TELLERschen Auswahlregel erklärt. (Physic. Rev. [2] 75. 570—77. 15/2. 1949. Chicago, Ill., Univ., Inst. for Nuclear Studies.)

SPEER. 103

Bernard T. Feld, *Winkelbeziehungen in aufeinanderfolgender α, γ -Kernemission und der angeregte Zustand von ^7Li* . Da der mit 480 keV angeregte Zustand von ^7Li in verschied. Kern-Rk. beobachtet wird, die Zuordnung jedoch schwierig erscheint, werden Messungen der Winkelverteilung bei der Rk. $^{10}\text{B} (\text{n}, \alpha) ^7\text{Li}^*$ ausgeführt. (Physic. Rev. [2] 75. 1618—19. 15/5. 1949. Cambridge, Mass., Inst. of Technol., Phys. Dep. u. Labor. of Nuclear Sci. and Eng.)

STEIL. 103

C. E. Mandeville, Y. H. Woo, M. V. Scherb, W. B. Keighton und E. Shapiro, *Strahlung von ^{71}Ge und ^{71}Ge* . Die 12 Stdn.- ^{71}Ge -Aktivität emittiert β -Strahlen von 1,74 MeV u. γ -Strahlen von 0,5 MeV. β - γ -Koinzidenzen wurden gemessen. Die 40 Stdn.-Positronenemission wird nicht durch langsame Neutronen erzeugt. Das 11 Tage- ^{71}Ge zerfällt unter Röntgenstrahlungsemission, die dem Elektroneneinfang folgt. (Physic. Rev. [2] 75. 1528—31. 15/5. 1949. Swarthmore, Pa., Franklin Inst., Bartol Res. Inst.)

STEIL. 103

Kai Siegbahn, Evani Kondaiah und Stig Johansson, *Zerfall von ^{109}Pd* . Es wurde das beim Beschießen von Pd mit langsamen Neutronen entstehende 13 h-Isotop untersucht. Außer einem kontinuierlichen β -Spektr. mit der oberen Energiegrenze von 0,95 MeV wurden zwei Linien gefunden, die aus der inneren Konversion (K- u. L-Linie) einer 87 keV- γ -Strahlung herrühren. Der Koeff. der inneren Konversion liegt wahrscheinlich über 92%. Der Zerfall von ^{109}Pd erfolgt über einen angeregten Zustand von ^{109}Ag (87 keV), der auch durch K-Einfang aus ^{109}Cd entsteht. (Nature [London] 164, 405—06. 3/9. 1949. Stockholm, Nobel-Inst. für Physik.)

KIRSCHSTEIN. 103

A. R. Brosi, T. W. DeWitt und H. Zeides, *Zerfall des 8 Tage- ^{131}J zu einem metastabilen ^{131}X* . Bei der Neutronenbestrahlung von Te zwecks Erzeugung von ^{131}J wurde ein radioakt. Edelgas mit der Halbwertszeit von 12 Tagen gefunden. Aus Pb- u. Ta-Absorptionsmessungen wurde ein γ -Strahl mit 165 keV u. eine weiche Röntgenstrahlung ermittelt, die der K-Strahlung von X entspricht. Die Elektronen koinzidieren mit der Röntgenstrahlung, aber nicht mit der γ -Strahlung. Etwa 1% des ^{131}J zerfällt zu dem angeregten ^{131}X . (Physic. Rev. [2] 75. 1615—16. 15/5. 1949. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge Nat. Labor.)

STEIL. 103

Daniel J. Zaffarano, Allan C. G. Mitchell und Bernard D. Kern, *Der Zerfall von $\text{Jod } 131$* . Die β - u. γ -Strahlung von ^{131}J wurde mit einem Magnetlinsenspektrometer untersucht. Es werden γ -Strahlen mit Energien von 80, 163, 282, 363 u. 637 keV gefunden, die alle, mit Ausnahme der letzten, innerer Umwandlung (Austausch) unterworfen sind. Der β -Endpunkt liegt bei 605 keV. (Physic. Rev. [2] 75. 1632. 15/5. 1949. Indiana Univ.)

O. ECKERT. 103

David Moe, George E. Owen und C. Sharp Cook, *Über die γ -Strahlung von ^{131}J* . Von anderen Autoren wurde die von Vff. festgestellte 163 keV- γ -Strahlung nicht erwähnt, während erstere eine γ -Strahlung von 638 keV angeben. Eine nochmalige Unters. der γ -Strahlung von ^{131}J liefert eindeutig das bisher mitgeteilte γ -Spektr. plus einer 638 keV- γ -Strahlung. (Physic. Rev. [2] 75. 1270—71. 15/4. 1949. St. Louis, Miss., Washington Univ., Dep. of Phys.)

O. ECKERT. 103

E. Baldinger und P. Huber, *Bestimmung der α -Energie von ^{235}U und der Halbwertszeit von ^{234}U* . Mit Hilfe von Ionisationskammer, Verstärker u. Impulsspektrograph wird die Energie der α -Teilchen des ^{235}U im Verhältnis zu den α -Energien von ^{238}U u. ^{234}U bestimmt. Die Auswertung der Vers. ergibt: $(E_{235} - E_{238}) : (E_{234} - E_{238}) = 0,365 \pm 0,015$. Daraus ergibt sich die Energie der α -Teilchen des ^{235}U zu $E_{235} = 4,393 \pm 0,01$ MeV; dieser Wert stimmt gut mit dem von anderen Autoren ermittelten Wert überein. Durch Messung der Zahl der α -Teilchen lassen sich die verschied. Halbwertszeiten miteinander vergleichen. Es ist: Zahl der Zerfälle von ^{238}U : Zahl der Zerfälle von $^{234}\text{U} = 1,013 \pm 0,03$. Die Halbwertszeiten von ^{234}U u. ^{235}U werden zu $(2,33 \pm 0,1) \cdot 10^8$ Jahre bzw. $(8 \pm 1,5) \cdot 10^8$ Jahre ermittelt. (Helv. physica Acta 22. 365—68. 15/8. 1949.)

WESLY. 104

G. Charbonnier, P. Scherrer und H. Wäffler, *Wirkungsquerschnitt für den Spaltungsprozeß an ^{238}U mit der Lithium- γ -Strahlung ($h\nu = 17,5$ MeV)*. Der Wirkungsquerschnitt wird unter Verwendung des photograph. Verf. bestimmt. Photograph. Platten mit 100 μ Emulsionsdicke werden in einer U-Lsg. bis zur Sättigung getränkt, getrocknet u. anschließend mehrere Std. in bestimmter Geometrie der Li- γ -Strahlung exponiert. Der U-Geh. der Emulsion beträgt $2,8 \cdot 10^{18}$ U-Kerne je cm^2 Plattenoberfläche u. wird durch Auszählen der in der Schicht gebildeten Uran- α -Spuren u. durch Vgl. mit der im Zählrohr gemessenen β -Aktivität der getränkten Emulsion mit der Aktivität eines U_3O_8 -Präp. bestimmt. In beiden Fällen ergibt sich innerhalb einer Abweichung von 5% der gleiche Wert. Unter Benutzung der bereits (Helv. physica Acta 21. [1948.] 200) bestimmten Absolutintensität der Li- γ -Strahlung wird für den Wirkungsquerschnitt der Photospaltung des ^{238}U -Kernes der Wert von $4,6 \pm 1,5 \cdot 10^{-26}$ cm^2 erhalten. (Helv. physica Acta 22. 385—86. 15/8. 1949. Zürich, ETH.)

WESLY. 104

L. A. Ohlinger, *Technische Gesichtspunkte der Kernreaktoren*. Beschreibung der Größe u. Form von Meilern sowie deren verschied. Typen. Auf die Füllung des Meilers sowie auf die verschied. Arten von Moderatoren zur Bremsung der Neutronen wird eingegangen. (Nucleonics 5. Nr. 6. 38—49. Dez. 1949. Hawthorne, Calif., Northrop Field.)

G. SCHMIDT. 104

Charles L. Goridon, *Kernreaktionen*. Literaturübersicht 1946—48 über die analyt. Nutzbarmachung von Kern-Rkk., bes. über die Verwendung instabiler Atome zu chem. Rkk. (tracer-Methoden), über die hierbei angewendeten Meßmethoden, über die Herst. der instabilen Atome u. über die beim Umgang mit ihnen bestehenden Unfallgefahren. — 120 Zitate. (Analytic. Chem. 21. 96—101. Jan. 1949. Washington, D. C., Nat. Bur. of Standards.)

GERHARD GÜNTHER. 112

J. A. Teegan, *Eine neue photographische Technik in der Kernphysik*. Gegenüberstellung der photograph. Emulsionsmeth. mit der Wilsonkammermethode. Die Anwendun-

dungsmöglichkeiten der ersten Meth. bei Kernprozessen sowie bei Höhenstrahlen- u. Mesonenbahnen werden angeführt. (Beama J. Brit. electr. Ind. 56, 31—37. Jan. 1949.)

G. SCHMIDT. 112

T. I. Taylor und W. W. Havens jr., *Neutronenspektroskopie für die chemische Analyse*. 1. Mitt. Im Zusammenhang mit den Problemen der Wechselwirkungen u. der Geschwindigkeitsauswahl von Neutronen wird eine Übersicht über die Resonanzabsorption, die langsame Änderung des Wirkungsquerschnittes mit der Neutronenenergie sowie über die Umwandlung, Absorption u. Beugung von Neutronen gegeben. Auf die Bedeutung dieser Wechselwirkungen von Neutronen für die chem. Analyse wird eingegangen. Zur Best. der Umwandlung der zu untersuchenden Probe bei der gewünschten Neutronengeschwindigkeit werden die Charakteristica des mechan. u. Kristallspektrometers sowie des modulierten Cyclotrons angegeben. Mit Hilfe des letzteren ist es möglich, die Resonanzenergie, die Umwandlung bei Resonanz u. die Änderung des Wirkungsquerschnittes mit der Neutronengeschwindigkeit zu bestimmen. (Nucleonics 5, Nr. 6. 4—18. Dez. 1949. New York, Columbia Univ., Chem. Dep., Phys. Dep.)

G. SCHMIDT. 112

Ronald M. Payne, *Der Rosenblum-Funkenzähler: Ein neuer Zähler für schnelle ionisierende Teilchen*. Der ROSENBLUM-Funkenzähler besteht aus einer ebenen Metallfläche u. einem in geringem Abstand über ihr ausgespannten dünnen Draht, an dessen Oberfläche durch eine Spannung von ca. 5 kV eine Glimmentladung aufrechterhalten wird. Die Gesamtanordnung befindet sich in Luft von Atmosphärendruck. Die Eigg. dieser Anordnung als Zähler für α -Teilchen, Protonen u. β -Teilchen werden diskutiert; hierbei wird sowohl auf den Einfl. der Betriebsspannung als auch auf die Richtwrg. der Zähl-anordnung eingegangen. Als Zähler für Protonen u. β -Teilchen wird die Anordnung unter erhöhtem Druck verwendet. Auf die Wrkg. von CO₂ im umgebenden Gas wird eingegangen. (J. sci. Instruments 26, 321—24. Okt. 1949. Aldermaston, Berks, Assoc. Electrical Ind. Ltd.)

E. REUBER. 112

R. W. Pidd und Leon Madansky, *Einige Eigenschaften des Parallel-Platten-Funkenzählers*. 1. Mitt. (Vgl. C. 1949. II. 176.) Es wurde ein Funkenzähler mit parallelen Platten zur Anzeige ionisierender Strahlung konstruiert, um eine gleichmäßige Empfindlichkeit zu erreichen. Der Zähler liefert einen Impuls von mehreren 100 V innerhalb 3 · 10⁻⁹ Sek. ohne zusätzliche Verstärkung. Die Erholungszeit ist stark vom Kathodenmaterial abhängig u. beträgt für einige Substanzen bis zu einigen Sekunden. Mittels Pb- u. Sn-Kathoden konnte eine Erholungszeit in der Größenordnung von 10⁻³ Sek. erreicht werden. Die Probleme bei hoher Aufslg. u. Verringerung der Erholungszeit werden diskutiert. (Physic. Rev. [2] 75, 1175—80. 15/4. 1949. Baltimore, Md., John Hopkins Univ., Dep. of Phys.)

STEIL. 112

T. H. D. Attewell, *Ionisation in Gasen. Die Ionisationskammer und der Geiger-Zähler*. Die physikal. Erscheinungen in der Ionisationskammer u. dem GEIGER-Zählrohr werden beschrieben. Prakt. Konstruktionshinweise werden gegeben. (Electronic Engng. 21, 450—56. Dez. 1949.)

O. ECKERT. 112

D. Eugene Copeland und Emanuel W. Benjamin, *Lochkamera für γ -Strahlenquellen*. Die von Vff. beschriebene Nagellochkamera arbeitet nach dem Prinzip der selektiven Interferenz, da γ -Strahlen nicht auf gewöhnliche Art fokussiert u. photographiert werden können. Anordnung u. Anwendungsmöglichkeit der Kamera werden beschrieben. (Nucleonics 5, Nr. 2. 44—49. Aug. 1949. Providence, Rhode Island, Brown Univ.; Pawtucket, Rhode Island, Memorial Hosp.)

G. SCHMIDT. 112

Francis Johnston und John E. Willard, *Einfluß der Absorberstellung auf die Zählrohr-anzeige gerichteter und nicht gerichteter β - und γ -Strahlung*. Der Einfl. der Absorberstellung auf die Zählrohranzeige ist verschieden für Strahlung aus Präpp., die ohne Bleiabschirmung aufgestellt werden u. für Strahlung, die von Proben kommt, die auf dem Boden eines Bleihohlzylinders liegen (ungerichtete u. gerichtete Strahlung). Der Grund für dieses verschied. Verh. liegt in der Streustrahlung, die im Absorber entsteht. Die Verss. wurden mit β -Strahlung von 1,69 MeV Maximalenergie u. γ -Strahlung von 1,1 u. 1,3 MeV ausgeführt. Als Absorbersubstanz dienten Al u. Pb. (Science [New York] 109, 11—12. 7/1. 1949. Univ. of Wisconsin, Dep. of Chem.)

RÜDIGER. 112

Hendrik den Hartog, *Operationsgeschwindigkeit der Geiger-Müller-Zähler*. Bei der Entladung im GEIGER-Zähler rufen die Wanderung der Sekundärelektronen, die Ausblgd. von Ionenstößen, die Auslöschung der Entladung sowie die Erholung des äußeren Stromkreises Verzögerungen hervor, die die Anwendbarkeit der GEIGER-Zähler beeinflussen. Das vom Vf. erzielte große Auflösungsvermögen für den GEIGER-Zähler übertrifft bei weitem die nach anderen Methoden arbeitenden Zähleranordnungen. (Nucleonics 5, Nr. 3. 33—47. Sept. 1949. Amsterdam, Univ., Physikal. Labor.)

G. SCHMIDT. 112

S. J. Wyard, *Eine Zeitnehmereinrichtung zum Gebrauch mit Geiger-Müller-Zählrohren.* Zur Vereinfachung der über eine bestimmte Zeit vorzunehmenden Zählungen mit dem GEIGER-MÜLLER-Zählrohr wird die Konstruktion einer Kontrolleinrichtung angegeben, die den Zählvorgang nach einer vorzugebenden Zeit unterbricht. (J. sci. Instruments 26. 308—09. Sept. 1949. London, Univ. Coll. Hosp.) O. ECKERT. 112

H. Siedentopf, *Zur Entstehung des Mögel-Dellinger-Effekts.* Der MÖGEL-DELLINGER-Effekt, das plötzliche Aussetzen der Ionosphärenreflexion, wird auf einen Anstieg der Ionisation unterhalb der E-Schicht der Ionosphäre zurückgeführt, wo die Dichten bereits so groß sind, daß eine starke Absorption einfallender elektromagnet. Wellen auftritt. Keine der bisherigen Hypothesen: 1. Ionisation von O-Atomen durch α -Strahlung 1215,7 Å, 2. Ionisation von O₂ durch 12,5 V-Strahlung, 3. Ionisation von O₃ u. 4. Ionisation von Na-Atomen oder anderen leicht ionisierbaren Atomen meteor. Ursprungs, die in diesen Höhen angereichert sind, kann indessen voll befriedigen. Es wird darauf hingewiesen, daß eher eine durch die Sonneneruption in der Chromosphäre oder Korona ausgelöste Röntgenstrahlung im Wellenlängengebiet unter 10 Å für den MÖGEL-DELLINGER-Effekt verantwortlich gemacht werden kann. Röntgenstrahlung mit Wellenlängen um 1—2 Å hat die für diesen Effekt erforderliche Eig., in Höhen um 60—70 km ionisierend zu wirken u. die höheren Schichten im wesentlichen unbeeinflusst zu lassen. (Naturwiss. 35. 283. 1948 ausg. Febr. 1949. Heidenheim.) G. SCHMIDT. 113

Gérard Fournet, *Anwendung der Theorie von Born und Green auf die Berechnung der Streuintensität von Röntgenstrahlen in Gasen und Flüssigkeiten.* Die in einer früheren Mitt. (vgl. C. 1950. I. 1574) mit Hilfe der kinet. Theorie der Fl. von BORN u. GREEN aufgestellte Formel für die Intensitätsabnahme von Röntgenstrahlen durch Streuung an einer Gruppe sphär. Teilchen ist zunächst nur für Gase gültig u. findet in vorliegender Arbeit ihre Erweiterung, so daß die gewonnenen Formeln die Berechnung der Streukurven in jedem Aggregatzustand gestatten. Auch hierbei geht Vf. von der ursprünglichen Potentialfunktion aus, ohne die klass. Verteilungsfunktion von ZERNICKE u. PRINS anzuwenden. Dies bedeutet eine große Vereinfachung, wobei die Genauigkeitsgrenze noch unterhalb 3 kT bleibt. Es wird speziell der Unterschied zwischen Gas u. Fl. am Kp. experimentell untersucht u. als abhängig von der gewählten Approximation der theoret. Formel gefunden. Auch die Theorie zeigt einen Unterschied zwischen Gas u. Fl. der gleichen D., da die Strömungen im Gas infolge der viel wahrscheinlicheren Zusammenballung von Atomen wesentlich stärker sind. Vf. erwartet eine fruchtbarere Anwendung der Theorie auch auf andere Gase u. Fl. betreffende Erscheinungen, z. B. beim Studium koll. Teilchen u. gewisser Lsgg. fester Metalle. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 228. 1801—03. 8/6. 1949.) SPEER. 116

E. Wicke, *Zur Dissoziationsenergie des Fluors.* Aus dem vorliegenden Wert für die Dissoziationsenergie des ClF-Mol. aus dem Bandenspektr. u. calorimetr. Bestimmungen der thermochem. Bildungswärme des ClF ergibt sich die Dissoziationsenergie des F₂-Mol. zu 33,4 bzw. 40,2 kcal/Mol. Es wird gezeigt, daß diese niedrigen Werte mit der Elektronenaffinität des F u. mit den Gitterenergien der Alkalifluoride nicht vereinbar sind. Messungen der Wärmeleitfähigkeit des F bis 1000° lassen keine Dissoziation des Mol. erkennen. Auch stößt die obige Deutung des ClF-Bandenspektr. bzgl. des FRANCK-CONDON-Prinzips auf Schwierigkeiten. Der bisher vorwiegend benutzte Wert $D_0(\text{F}_2) \approx 63$ kcal/Mol ist daher nach wie vor als der wahrscheinlichste anzusehen. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 53. 212—16. Aug. 1949. Göttingen, Univ., Inst. für physikal. Chem.)

SCHOENECK. 118

A. Ss. Dawydow, *Theorie der Dispersion von Molekülkristallen im infraroten Gebiet.* Für den Fall eines eindimensionalen Modells eines Molekülkristalls wird gezeigt, daß eine elektromagnet. Welle nicht nur eine innermol. Schwingung von der Frequenz ω erregt, sondern auch Schwingungen höherer Frequenz, die den Kombinationen der innermol. mit den akust. Gitterschwingungen entsprechen; daher tritt eine zusätzliche Absorption auf, deren Maximum bei einer Frequenz $\omega_m > \omega$ liegt. (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 19. 930—36. Okt. 1949. Inst. für Physik der Akad. der Wiss. der UdSSR.) KIRSCHSTEIN. 120

Ph. Olmer, *Dispersion und Frequenzen der akustischen Wellen in Aluminium.* Die Röntgenstrahlenstreuung außerhalb der selektiven BRAGGSchen Reflexionen wird zum Teil durch die therm. Bewegung im Kristall verursacht u. stellt zur Zeit das einzige Phänomen dar, aus dem direkt Geschwindigkeit u. Frequenz der longitudinalen u. transversalen Wellen der therm. Bewegung abgeleitet werden kann, u. zwar von unendlichen Wellenlängen bis zu einer durch die Dimension der Elementarzelle definierten Grenzfrequenz. Es werden Unterss. an Einkristallen von Reinst-Al durchgeführt, in denen die zusätzlichen Streuungen durch Unvollkommenheiten des Gitters u. Verunreinigungen zu vernachlässigen sind. Die Absolutintensität der Streustrahlung wird mit Hilfe einer

Ionisationskammer von 1 Photon/sec Empfindlichkeit mit einer mittleren Genauigkeit von 5—6% gemessen; ein Bruchteil von 10^{-5} der einfallenden Strahlung kann auf diese Weise noch erfaßt werden. Aus den Messungen wird die Dispersion für die Richtungen der quaternären Achsen unter Verwendung der dynam. Theorie der Kristalle von BORN sowie der LAVALSchen Theorie der Streuung durch die Wärmebewegung abgeleitet. Der Beitrag der COMPTON-Streuung sowie von der Photonenwechselwrkg. herrührender Streuprozesse höherer Ordnung wird berücksichtigt. Für unendliche Wellenlängen schließen sich die Messungen an die aus mechan. Messungen abgeleitete Werte an. Für die Transversalwellen ist das Dispersionsgesetz quasisinusförmig, für die Longitudinalwellen jedoch stark davon abweichend. Die Kurvenform erlaubt gewisse Charakteristiken der Wechselwrkg. zwischen den Atomen im Kristall abzuleiten. Unter der Annahme, daß die Dispersionsgesetze für alle Richtungen des Kristalls die gleichen sind, wird das Spektr. der Eigenfrequenzen des Kristalls abgeleitet. Es zeigt einen deutlichen Häufungspunkt im Bereich mittlerer Frequenzen. Die Berechnung der spezif. Wärme aus diesem Spektr. steht in guter Übereinstimmung mit dem experimentellen Wert. Messungen der Streuung bei tiefer Temp. könnten daher wertvolle Aussagen über Kompressibilitäts- u. Ausdehnungskoeffizienten sowie über den von den freien Metallelektronen herrührenden Anteil der spezif. Wärme liefern. (J. Chim. physique Physico-Chim. biol. 46. 20—25. Jan./Febr. 1949. Paris, Sorbonne, Labor. de Min.) REITZ. 120

M. W. P. Strandberg, C. S. Pearsall und M. T. Weiss, *Über das elektrische Dipolmoment und Schwingungszustände des $H_3^{10}BCO$* . Die $0 \rightarrow 1$ -Rotationslinie des $H_3^{10}BCO$ wurde im Grundzustand u. 2 angeregten Schwingungszuständen (v_1 u. v_2) gemessen: $B_0 = 8980,36 \pm 0,025$ MHz, $B_0 v_1 = 9002,66$, $B_0 v_2 = 8985,80$. STARK-Effektmessungen ergaben für das elektr. Dipolmoment im Grundzustand $\mu_0 = 1,795 \pm 0,01$ Debye, im angeregten v_1 -Zustand $\mu v_1 = 1,770 \pm 0,01$. Es folgt eine kurze Beschreibung des hierbei benutzten Spektroskops, mit dem ein kleinster Absorptionskoeff. von $\alpha_{\min} = 5 \cdot 10^{-6}$ nachzuweisen ist. (J. chem. Physics 17. 429. April 1949. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technol., Res. Labor. of Electronics.) W. MAIER. 120

Roger Servant, *Über die Änderung der molekularen, optischen Anisotropie mit der Wellenlänge*. Die Deutung der durch opt. Anisotropie hervorgerufenen Dispersion ist schwierig u. bisher nicht widerspruchsfrei. Vf. zeigt hier, daß die Ergebnisse über elektr. u. magnet. Doppelbrechung an Fl. u. einachsigen Kristallen zur Deutung der erwähnten Dispersion herangezogen werden können. Ausgehend von der Theorie von LANGEVIN-BORN u. den Beobachtungen des KERR- u. COTTON-MOUTON-Effektes zeigt Vf. für Einkristalle u. fl. KW-stoffe, daß die Dispersion aus der opt. Anisotropie im Vgl. zu der an der Doppelbrechung schwach bleibt, δ , die opt. Anisotropie, ändert sich proportional mit $(n^2 - 1)$. Es wird rechner. nachgewiesen, daß der Gebrauch eines mittleren δ gerechtfertigt ist. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 228. 1797—99. 8/6. 1949.) SPEER. 122

A. Becker, *Über die Phosphoreszenztilgung*. 1. Mitt. Fortsetzung der Unterss. über den von GOOS (C. 1940. I. 2610) beschriebenen Effekt, nach dem die Phosphoreszenzzerstörung durch α -Strahlen außerdem eine große Erhöhung der langwelligen Tilgung verursacht. Bei einem regulären ZnS-Cu-, einem hexagonalen ZnS-Cu- u. einem hexagonalen ZnS-CdS-Cu-Phosphor steigt die relative Tilgung I_t/I_e (I_e Intensität des Mitteleuchters bei Erregung mit langwelligem UV, I_t dasselbe bei zusätzlicher Bestrahlung mit kurzwelligem Ultrarot) bei gleichbleibender Intensität des erregenden Lichtes linear mit der α -Bestrahlungsstärke, unabhängig von der Bestrahlungszeit. Ist diese konstant, so nimmt I_t/I_e mit wachsendem I_e ab. Die Wirksamkeit der α -Bestrahlung ist von Präp. zu Präp. verschied., nicht aber der Gang der Tilgung mit I_e . Die Anklingsgeschwindigkeit ist von der Tilgbarkeit unabhängig, die Abklingsgeschwindigkeit wächst mit ihr. Die Tilgung hat eine Nachwirkung. Sie erstreckt sich spektral von Rot bis $1,8 \mu$ mit einem unwirksamen Zwischengebiet bei 1μ . Zur Sichtbarmachung des Effektes genügen Ultrarotstrahlleistungsdichten von 10^{-6} W/cm². (Z. Physik 125. 475—86. 1/3. 1949. Heidelberg, Univ., Physikal. Inst.) BRAUER. 125

A. Becker und Fritz Becker, *Über die Phosphoreszenztilgung*. 3. Mitt. *Quantitatives*. (Vgl. vorst. Ref.) Vf. untersucht an durch α -Strahlen zerstörten ZnS/CdS-Cu-Phosphoren die gegenseitige Abhängigkeit von erregter Intensität I_e , Intensität I_t des tilgenden Lichtes u. der relativen Tilgung I_t/I_e sowie der erregten Intensität $I_t^0 = I_e - I_t$ des getilgten Phosphors. Die Meßresultate sind unabhängig von der Meth. der Lichtschwächung (rotierender Sektor, Drahtnetze usw.), der spektralen Verteilung des tilgenden Lichtes u. des zur Messung benutzten Spektralgebietes des emittierten Lichtes. Den Messungen wird stückweise ein Zusammenhang der Form $I_t^0/I_e = c \cdot \sqrt{I_t/I_e}$ gerecht. Weitere Rechnungen berücksichtigen den Einfl. der Schichtdicke. (Z. Physik 125. 694—706. 15/3. 1949.) BRAUER. 125

Daniel Curie, *Über die Verteilung der Elektronenfallen in den Sulfiden des Zinks und des Calciums*. Für die Zahl der Elektronenfallen wird eine Gleichung abgeleitet. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 229. 193—95. 18/7. 1949.)
WESLY. 125

H. A. Kramers, *De bouw der atomen en moleculen naar: De bouw der atomen*. Amsterdam: D. B. Centen's uitgevers Mij. 1949. (191 S. m. 32 Fig.) fl. 7,50.

P. B. Moon, *Artificial radioactivity*. New York: Cambridge Univ. Press. 1949. (102 S. m. Diagr.) \$ 2,50.

A₂. Elektrizität. Magnetismus. Elektrochemie.

G. L. Natansson, *Elektrische Aufladung von Tropfen bei der Zerstäubung von Flüssigkeiten als Folge der Schwankungen in der Ionenverteilung*. Nach einer statist. Berechnung der Wahrscheinlichkeit, daß beim Zerstäuben einer Ionen enthaltenden Fl. geladene Tröpfchen entstehen, wird über Veress. mit Transformatorenöl ($D. = 0,89$; $\eta_{20} = 0,23$ P; Leitfähigkeit $2,55 \cdot 10^{-13}$; DE. 2,4) u. mit Gemischen aus diesem Öl u. verschied. Zusätzen von Triäthanolaminoleat ($5,88 \cdot 10^{-3}$ bis $8,60 \cdot 10^{-3}$ Mol/Liter) berichtet; die Ionenkonz. betrug dabei $1 \cdot 10^{-11}$ bis $3 \cdot 10^{-9}$ Mol/Liter. Die Ergebnisse bestätigen die Annahme, daß die Ladung der Tröpfchen durch die Schwankungen in der Ionenverteilung in der Fl. bedingt ist. Die angewandte Meth., bei der die Bahnen der sich in einem Wechselfeld bewegenden Tröpfchen photographiert werden, gestattet auch eine Best. der Ionenbeweglichkeit; sie beträgt für das Transformatorenöl 0,26. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 23. 304—14. März 1949. Moskau, Physikal.-chem. Karpov-Inst., Labor. für Aerosole.)
KIRSCHSTEIN. 130

T. E. Allibone, *Phänomene bei Blitzen und Funken*. (Vgl. C. 1949. I. 467.) Experimentaltvortrag über Ähnlichkeiten u. Verschiedenheiten zwischen natürlichen u. künstlichen Blitzen. Grundsätzlich kommt ein Blitz dadurch zustande, daß ein Vorentladungskanal von der Wolke aus mit 10^7 cm/sec vorwächst; ist durch ihn der Pfad Erde/Wolke hinreichend ionisiert, so wächst die Hauptentladung mit ca. 10^9 cm/sec von der Erde aus zur Wolke. (Proc. Roy. Instn. Great Britain 34. 196—201. 1949. Assoc. Electr. Ind. Ltd., Res. Labor.)
PIEPLow. 133

Lu. H. Fisher und B. Bederson, *Untersuchungen über den Übergang von der Strömungs- in die Townsend-Entladungsform beim Funken in Luft*. Vff. untersuchten die Verzögerungserscheinungen bei der Entladung einer Funkenstrecke in Luft (planparallele Platten, Abstand 1 cm, Bestrahlung der Kathode mit UV-Licht) in Abhängigkeit vom Druck (20—760 mm Hg). Hierbei wurde zunächst an die Elektroden eine Spannung gelegt, die nur wenig unterhalb der stat. Überschlagsspannung lag; die Entladung wurde durch einen zusätzlichen Spannungsstoß (Überspannung $\Delta V = 0,2-1\%$) ausgelöst. Beträgt ΔV 0,2%, so beträgt die Entladungsverzögerung Δt 2 μ Sek. bei $p = 20$, 11 μ Sek. bei $p = 480$ (Maximum) u. 8 μ Sek. bei $p = 760$. Bei zunehmendem ΔV nimmt Δt stark ab. Die vorliegenden Ergebnisse können die Frage der Trennung zwischen Strömungs- u. TOWNSEND-Entladungsform noch nicht beantworten. (Physic. Rev. [2] 75. 1615. 15/5. 1949. New York, Univ.)
FUCHS. 133

R. Parshad und S. Karim, *Abnahme der elektrischen Entladung durch äußere Bestrahlung*. Vff. berichten über die folgende Beobachtung: Eine H-förmige Entladungsröhre mit Al-Elektroden, die Luft enthielt u. in deren Ansätzen sich P_2O_5 u. NaOH befanden, wurde mit Wechselstrom betrieben, u. zwar mit einer solchen Spannung, daß sich die Entladung in ihren Anfangsstadien befand, die aus diskontinuierlichen Anregungsentladungen bestand, denen ruhige Perioden folgten. Es wurde nun Licht aus einer Glühlampe in Form eines Fleckes von 5 mm Radius auf eine Stelle dicht oberhalb einer der Elektroden geworfen. Der Luftdruck in der Entladungsröhre betrug 0,7 mm Hg. Es wurde gefunden, daß bei dieser äußeren Bestrahlung die Intensität jeder Entladung sowie die Häufigkeit der Entladungen abnahm. Am empfindlichsten gegenüber dieser äußeren Bestrahlung war der Teil dicht oberhalb der Elektrode. Die Entladung konnte durch die Bestrahlung auch vollständig verhindert werden; sie erschien jedoch sofort wieder, wenn die Bestrahlung unterbrochen wurde. (J. chem. Physics 17. 667—68. Juli 1949. Cambridge, Mass., Inst. of Technol., Res. Labor. of Electronics.)
GOTTFRIED. 133

Karl-Heinz Höcker und Paul Schulz, *Über die Wärmeleitung in der Hochstrombogensäule*. Bei den hohen Temp. in der Hochstrombogensäule wird die zugeführte elektr. Energie im wesentlichen durch ambipolare Diffusion der Ionen u. Elektronen sowie durch Wärmeleitung der leichten Elektronen u. in geringerem Maße durch Wärmeleitung der Atome (klass. Wärmeleitung) abgeführt. Alle drei Anteile werden durch Einführung eines totalen Wärmeleitungscoeff. berücksichtigt, der sich aus einem atomaren Wärmeleitungscoeff., einem Elektronenwärmeleitungscoeff. u. einem Wärmeleitungscoeff., der durch die Ionisation der Atome im Inneren der Säule u. ihre Rekombination in den Rand-

gebieten zustande kommt, zusammensetzt. Der Elektronenwärmeleitungskoeff. wird überwiegend durch die Wechselwrkg. der Elektronen mit den Ionen des Plasmas bestimmt. Aus den Daten des Lichtbogens werden die Ionenquerschnitte hergeleitet u. mit verschied. berechneten Werten verglichen, wobei nur die Werte nach DRUYVESTEYN zu guter Übereinstimmung mit dem experimentellen Befund von FINKELNBURG (vgl. C. 1940. II. 3002) führen. Die Elektronenwärmeleitung wirkt im Hochstrombogen zu ca. 30% an der radialen Wärmefuhr mit. (Z. Naturforsch. 4a. 266—70. Juli 1949. Stuttgart, TH, u. Berlin, Univ.) SCHOENECK. 133

Alfred Winter, *Lichtbogen mit Elektrolytkathode bei Atmosphärendruck*. Der bisher als Bogenentladung bezeichnete Stromübergang zwischen metall. Anode u. wss. Lsg. als Kathode bei Atmosphärendruck wird durch ausführliche Verss. als Glimmentladung identifiziert. Sie kann durch Vergrößerung der Stromstärke gelöscht werden. Die Bedingungen für die Löschstromstärke (Bogenlänge, Gasdruck, Konz. u. Art des Elektrolyten usw.) werden untersucht, der Kathodenfall wird bei verschied. Drucken bestimmt (bei 1 at ca. 540 V) u. in Übereinstimmung mit den von GÜNTHERSCHULZE bei geringem Druck gemessenen Werten gefunden. Die bei Vergrößerung des Glimmstromes u. Umschlagen in eine Lichtbogenentladung auftretenden Kathodentemp. genügen zur Erzeugung eines Dampfstrahles, der die Entladung löscht. Für die Abhängigkeit des Löschstromes i vom Druck p wird die Hyperbel $i, x(p - a) = \text{const}$ mit a als von der Elektrolytart [z. B. H_2SO_4 , NaOH oder $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$] abhängiger Konstanten nachgewiesen. (Z. Physik 126. 281—88. 1949. Dresden, TH, Inst. für allg. Elektrotechnik.) MICHELSEN. 133

V. A. Johnson, *Theorie des Widerstandes und des Hall-Effektes in halbleitenden anisotropen Kristallen*. Nach BRONSTEIN (C. 1933. II. 189) überträgt sich der tensorielle Charakter der M . eines Elektrons oder eines Defektelektrons in einem anisotropen Kristall auch auf den Widerstand, was neuerdings durch BOTTOM (Bull. Amer. phys. Soc. 24. Jan. 1949) experimentell bestätigt wurde. Diese Vorstellungen wurden nunmehr sowohl auf den Eigenhalbleiter als auch den Störstellenhalbleiter übertragen. In letzterem Fall ist der tensorielle Charakter sowohl der M . als auch der DE . zu berücksichtigen. Bei Ggw. von Stromträgern nur eines Vorzeichens ist der HALL-Koeff. unabhängig von der Orientierung des anisotropen Kristalls zum Magnetfeld. Dagegen ist dies bei gleichzeitigem Auftreten von Elektronen u. Defektelektronen u. einer Richtungsabhängigkeit der effektiven M . derselben nicht der Fall. (Physic. Rev. [2] 75. 1631. 15/5. 1949. Purdue Univ.)

SACHSE. 135

E. E. Hahn, B. R. Russel und P. H. Miller, *Leitfähigkeit von gesinterten monokristallinen Zinkoxydhalbleitern*. Aus der Messung der Leitfähigkeit u. der HALL-Konstante bei Zimmertemp. ergab sich bei ZnO -Einkristallen eine Beweglichkeit der Stromträger von $100\text{--}200 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ sec}^{-1}$, in Sinterproben dagegen nur $5\text{--}60 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ sec}^{-1}$. Die niedrige Leitfähigkeit der schwach gesinterten Proben u. ihre Frequenzabhängigkeit bei 10^7 Hz weisen auf das Vorhandensein schlecht leitender Schichten zwischen den einzelnen ZnO -Mikrokristallen hin. Die gemessene HALL-Konstante wird dadurch nicht beeinträchtigt u. ist vermutlich für Makro- u. Mikrokristalle die gleiche. Die scheinbar abweichende Beweglichkeit der Stromträger im gesinterten ZnO ist demnach auf die durch schlechtleitende Frequenzschichten verursachte geringere Leitfähigkeit zurückzuführen. (Physic. Rev. [2] 75. 1631. 15/5. 1949. Univ. of Pennsylvania.)

SACHSE. 135

Karl Großkurth, *Photozellen, Photoelemente und Photowiderstände*. Kurze Darst. der physikal. Grundlagen des inneren u. äußeren, sowie des selektiven u. des n. Photoeffektes, bes. an Alkalimetallen. (Elektron Wiss. Techn. 3. 473—76. Dez. 1949. Goslar/Harz.)

SPEER. 135

W. Je. Laschkarew, *Die Kinetik der Photoleitfähigkeit von Halbleitern*. Vf. diskutiert die verschied. Möglichkeiten, daß in der Gleichung für den Photostrom $J_d / J_d t + q J = a L$, wobei L die Beleuchtungsstärke bedeutet, a u. q von J oder L abhängig sind. Neben dem linearen Fall ($J = a L/q$) wird ausführlich der nichtlineare behandelt. Die Vorstellungen von der Bewegung der Elektronen u. Löcher führen zu Bedingungen für a u. q , die experimentell prüfbar sind u. damit Rückschlüsse auf den vorliegenden Mechanismus zulassen; hierbei wird bes. der Fall erörtert, daß in einem Halbleiter vom Löchertyp die Haftniveaus Acceptor-niveaus sind, die beim absol. Nullpunkt frei sind. (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 19. 876—86. Okt. 1949. Kiew, Univ. u. Inst. für Physik der Akad. der Wiss. der UkrSSR.)

KIRSCHSTEIN. 135

W. Je. Laschkarew, I. P. Potapenko und G. A. Fedoruss, *Die nichtlineare Photoleitfähigkeit von PbS-Photowiderständen*. (Vgl. vorst. Ref.) PbS -Photowiderstände wurden zwischen -100 u. $+20^\circ$ bei verschied. Beleuchtungsstärken nach verschied. Methoden (u. a. mit kurzzeitigen Lichtimpulsen) untersucht, um a u. q als Funktionen von Temp. u. Belichtung zu bestimmen. Die Wahrscheinlichkeit für die Wiedervereinigung von

Elektronen u. Löchern besteht aus zwei Anteilen, von denen nur einer temperaturabhängig ist u. von einem Mechanismus herrührt, der eine Aktivierungsenergie von 0,4 eV erfordert. Die Haftniveaus der PbS-Photoelektronen sind Acceptor-niveaus, deren Höhe 0,19 eV beträgt. (Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики [J. exp. theoret. Physik] 19. 887—98. Okt. 1949. Inst. für Physik der Akad. der Wiss. der UkrSSR.)

KIRSCHSTEIN. 135

Clifford C. Klick und James H. Schulman, *Fehlen von Photoleitfähigkeit in Wolframphosphoren*. Von $\text{CaWO}_4(\text{I})$ - u. $\text{CdWO}_4(\text{II})$ -Kristallen wurde zwischen 2200 u. 4000 Å die Photoleitfähigkeit gemessen. Zur Vermeidung von Photoströmen zwischen den Kristallen u. den Elektroden (Verwendung von Kohlelektroden, da bei Metallelektroden die Photoemission stärker ist) muß eine Bestrahlung der Elektroden weitestgehend vermieden werden. Bei einer Spannung von 225 V zwischen den Elektroden konnte so in I u. II kein Photostrom (Empfindlichkeit der Messung $5 \cdot 10^{-16}$ Amp.) festgestellt werden; diese Ergebnisse stehen im Widerspruch zu jenen anderer Autoren (vgl. z. B. RANDALL u. WILKINS, Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A 184. [1945.] 347). Die Unterschiede sind wahrscheinlich auf die Anwesenheit von Verunreinigungen, bes. von Pb (I enthielt weniger als 0,008 Mol-% Pb), sowie auf das Auftreten von Photoströmen zwischen den Kristallen u. den Elektroden zurückzuführen. Das Anregungsspekt. von I hat ein Maximum bei 2600 Å u. eine langwellige Grenze bei 2850 Å, entsprechend II bei 3100 bzw. 3350 Å. Das Absorptionsspekt. von II liegt zwischen den Grenzen 2720 u. 2800 Å. (Physic. Rev. [2] 75. 1606—07. 15/5. 1949. Washington, D. C., Naval Res. Labor.) FUCHS. 135

M. Becker und H. Y. Fan, *Photospannungen der durch Beschießung von überschußleitendem Ge mit α -Teilchen oder Deuteronen erzeugten Sperrschichten zwischen defekt- und überschußleitenden Bezirken*. Durch Beschießung eines Teils seiner Oberfläche mit α -Teilchen oder Deuteronen können in überschußleitendem Ge Sperrschichten zu defektleitenden Bezirken hergestellt werden, deren Photospannung ermittelt wurde. Das Licht einer WESTERN UNION-Bogenlampe wurde mittels einer rotierenden Schlitzblende in Impulse von einer Millisek. zerlegt, parallel gemacht u. durch ein Blendensyst. ein Lichtfleck von 1 mm Durchmesser erzeugt. Die entstehende Photowechselspannung wurde nach Verstärkung im Kathodenstrahloscillographen gemessen. Der wirksame Spektralbereich lag im Infrarot. Im Intensitätsbereich von 1—1024 u. im Photospannungsbereich von 1—104 gehorchten alle untersuchten Sperrschichten der Beziehung $\alpha \cdot I = e \cdot V / kT - 1$ (α = Konstante, I = Lichtintensität, V = Photo-EMK.) (Physic. Rev. [2] 75. 1631. 15/5. 1949. Purdue Univ.) SACHSE. 135

H. H. Scholefield, *Neuere Entwicklung von weichem magnetischem Material*. Aus dem Gebiet der Ni-Fe-Legierungen wird das neue, HCR genannte, magnet. Material beschrieben, das bes. für magnet. Verstärker, mechan. Gleichrichter für starke Ströme u. ähnliche Zwecke Anwendung finden kann. Es weist eine nahezu rechteckige Hysteresis-schleife auf. Seine wichtigsten magnet. Eigg. sind: Anfangspermeabilität 1000, maximale Permeabilität 60000 bei $H = 0,2$ Oerstedt, Koerzitivkraft 0,2 Oerstedt für $B_{\text{max}} = 15500$ Gauß, Remanenz 14700 Gauß für $B_{\text{max}} = 15500$ Gauß, Sättigungsinduktion 16000 Gauß, CURIE-Punkt 500° , $D_c = 8,25$. Das Material enthält neben annähernd gleichen Teilen Fe u. Ni 0,2% Mn, 0,05% Si u. weniger als je 0,01% C u. S. Wesentlich für die Erreichung der angegebenen magnet. Eigg. ist die abschließende Wärmebehandlung, die in einer H_2 -Atmosphäre stattfindet. (J. sci. Instruments 26. 207—09. Juni 1949. Greenwich, Telegraph Construction and Maintenance Co., Ltd.) GADAMER. 137

J. H. van Santen, *Das magnetische Verhalten von nichtmetallischen festen Stoffen*. Zusammenfassender Vortrag über das magnet. Verh. nichtmetall. fester Stoffe (Ursache des atomaren Dia- u. Paramagnetismus, CURIE-WEISS'sches Gesetz, Bahn- u. Spinmoment des Einzelatoms, gegenseitige Beeinflussung der Atome, Austauschkräfte als Ursache des Ferro- u. Antiferromagnetismus). Behandelte Stoffe: Ionen der seltenen Erden, Ionen der Elemente der Eisengruppe (Übereinstimmung nicht so gut, gemessene Magnetonezahl spricht mehr für Elektronenspin allein), $\text{K}_2\text{Mn}^{\text{III}}(\text{CN})_6$, $\text{K}_3\text{Fe}^{\text{III}}(\text{CN})_6$ (gute Übereinstimmung), $\text{K}_2\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6$, $\text{K}_2\text{Co}^{\text{III}}(\text{CN})_6$, $\text{K}_2\text{Ni}^{\text{II}}(\text{CN})_6$ (Moment 0); $\text{Fe}^{\text{II}}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_2$, $\text{Fe}^{\text{III}}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_3$, $\text{Co}^{\text{II}}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_2$, $\text{Co}^{\text{III}}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_3$; K_3CoF_6 ; $\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{F}_3$ (diamagnet.); CrCl_3 , MnCl_2 , FeCl_2 , FeCl_3 ; Cr_2O_3 (Moment in Übereinstimmung mit dem Wert für Elektronenspin allein), MnO (desgl.), Mn_2O_3 , FeO , CoO , NiO (antiferromagnet.), Fe_3O_4 (ferromagnet.), TiO_2 , CrO_3 ; MnS (antiferromagnet.), Systeme Cr-S u. Fe-S (ferromagnet. in den Intervallen $\text{CrS}_{1,10-1,18}$, $\text{FeS}_{1,09-1,14}$). Auf die Bedeutung magnet. Messungen für die Erkenntnis des Baus chem. Verb. wird an Hand von $\text{K}_2\text{B}_2\text{H}_8$, $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_4$ u. Hg_2Cl_2 hingewiesen. (Chem. Weekbl. 45. 745—55. 19/11. 1949. Eindhoven, Naturkundig Labor. der N. V. Phillips Gloeilampenfabrieken.) V. HARLEM. 137

P. W. Selwood, Marylind Ellis und Kathryn Wethington, *Eisenoxyde auf Unterlagen*. Als 6. Ergebnisbericht (5. vgl. C. 1950. I. 671) einer längeren Untersuchungsreihe über

die Temperaturabhängigkeit der Suszeptibilität paramagnet. Oxyde, die in γ -Al₂O₃ oder in Rutil imprägniert worden sind, wird hier über die Ergebnisse an Eisenoxyden berichtet. Die Imprägnierung erfolgt mit Fe(NO₃)₃-Lsg. u. wird bei 200° getrocknet. Aus einem Vgl. der gemessenen Suszeptibilitäts-Temperaturkurven, aus denen mit der CURIE-Konstanten das magnet. Ionenmoment errechnet wird, u. den theoret. zu erwartenden Ionenmomenten kann auf den Oxydationszustand u. die Wertigkeit geschlossen werden. Bei niedrigen Konz. sollte danach die Auftragung von Eisenoxyd auf Rutil dem wertigeren Fe zustreben. (J. Amer. chem. Soc. 71. 2181—84. Juni 1949. Evanston, Ill., Northwestern Univ., Chem. Labor.)

FAHLENBRACH. 137

Evan C. Noonan, Die Aktivität von Cadmiumjodid in Deuteriumoxyd. Die EMK. der Kette Cd-Hg (zweiphasig)/CdJ₂ (m' in H₂O · D₂O)/AgJ-Ag wird bei 25° in Abhängigkeit von der CdJ₂-Konz. m' (in Mol pro 55,507 Mol H₂O + D₂O) bestimmt. Mit Hilfe der entsprechenden experimentellen Werte mit leichtem W. kann der mittlere Aktivitätskoeff. γ_D' berechnet werden. Dieser ist durch die Gleichung $m_H \gamma_H = m_D' \gamma_D'$ (m_H bzw. m_D' die Salzkonz. in H₂O bzw. D₂O) definiert u. wird bei unendlicher Verdünnung zwar nicht gleich 1 wie γ_H , liefert aber trotzdem noch gute Vgl. für die verschied. mittleren Ionenaktivitäten von CdJ₂ in den beiden Lösungsmitteln. Bei 0,1 m' ist die EMK. annähernd linear vom Geh. des schweren W. abhängig. (J. Amer. chem. Soc. 71. 102—04. Jan. 1949. Knoxville, Tenn., Harvard Univ., Mallinckrodt Labor.)

G. WOLFF. 139

Josef Heubal, Die Fällung einiger schwerer Kationen durch Natronlauge. Arten der Ausführung. Entwicklungsabschnitte. Übergangserscheinungen. Bemerkungen über einen Versuch zur Systematik. Zu den Unterr. werden hauptsächlich konduktometr. Verff. angewandt. Es ergeben sich nachst. Fälle: 1. Es entsteht kein bas. Salz. Nur das Hydroxyd des Kations wird gefällt. Der Knick der Widerstandskurve befindet sich im theoret. Punkt. Hierzu gehört Mg. 2. Ein bas. Salz der Form 2MeSO₄, Me(OH)₂ fällt aus; es ist im Gleichgewicht mit dem Neutralsalz u. dem Hydroxyd; da dieses Gleichgewicht für das bas. Salz ungünstig ist, kann man es nur unter bestimmten Bedingungen reiner halten. Das Hydroxyd ist deutlich löslicher als das bas. Salz, das durch NaOH nur langsam zers. wird. Dieses Verh. zeigen Mn(II) u. Fe(II). 3. Ein einziges bas. Salz wird gefällt. Es ist gegen W. wenig, gegen NaOH sehr beständig. Das Salz enthält 4 Moll. Hydroxyd auf 1 Mol. Sulfat im Falle des Ni u. ist 5fach bas. im Falle von Co. 4. Ein einziges bas. Salz wird gefällt, das gegen W. beständig ist u. von NaOH leicht zum Hydroxyd zers. wird. Es entsteht durch unmittelbare Fällung oder durch Sekundärbildg. aus dem Hydroxyd. Hierzu gehören Cu(II), das ein 3fach bas., u. Zn, das ein 4fach bas. Sulfat bildet. 5. Pb(II) bildet ein 5-, 2- u. 1fach bas. Nitrat; ersteres liegt in 2 Hydratisierungsstufen vor. Durch Zugabe von NaOH zu einer konz. Nitratlsg. entstehen nacheinander die Salze in der Reihenfolge: 1-, 2-, 5fach bas. Salz ($\frac{5}{3}$ H₂O). Das Monohydrat des 5fach bas. Salzes ist beständiger u. unlöslicher als das Hydrat mit $\frac{5}{3}$ H₂O, bildet sich schwerer u. kann durch Altern des letzteren erhalten werden. Aus dem Hydroxyd entsteht durch Einw. des NaNO₃ über das 5fach bas. Salz schließlich unter Freiwerden von NaOH das 2fach bas. Salz. Diese das Pb kennzeichnende Rk. erklärt die Schwierigkeiten der Darst. des Hydroxyds aus Pb(NO₃)₂ u. NaOH in allen Mischungsverhältnissen. Der n. Übergang zwischen dem 1-, 2- u. 5fach bas. Nitrat u. dem Hydroxyd ist reversibel, aber nur bis zum 2fach bas. Salz. Das 2fach bas. Salz entsteht aus dem Hydroxyd, dem 5fach bas. Salz oder dem 2fach bas. Salz durch Versetzen mit genügend Pb(NO₃)₂. Plumbite entstehen nicht. — Im allg. entsteht durch Zugabe eines neutralen Salzes zu einem NaOH-Überschuß in verd. Lsg. das Hydroxyd. Zur Fällung eines bas. Salzes empfiehlt es sich, die alkal. Base zum schweren Salz zu geben u. nicht umgekehrt, weil das bas. Salz im allg. mit dem Alkali unter Bldg. des Hydroxyds reagiert. Das durch W. verd. bas. Salz kann in gewissem Maße durch eine konz. Lsg. eines schweren Salzes stabilisiert werden. (Ann. Chimie [12] 4. 699—744. Sept./Okt. 1949. Paris, Labor. Prof. Chrétien.)

WESLY. 139

Ugo Croatto und Costanza Bruno, Elektromotorische Kräfte bei Elementen mit festen Elektrolyten. 2. Mitt. Diskussion des allgemeinen Falles der Elektrolyte mit gemischter Stromleitung. (1. vgl. Gazz. chim. ital. 78. [1948.] 881.) Für Elemente mit festen Elektrolyten mit Halbleitercharakter werden die EMKK. nicht nur zwischen den Zonen, wo sich das Elektrodenmaterial befindet, sondern auch zwischen 2 Punkten innerhalb des Elektrolyten berechnet. Es werden 2 Formeln abgeleitet, mit deren Hilfe es möglich ist, diese EMK. als Funktion des chem. Potentials des Elektrodenmaterials, der Stellung der indifferenten Hilfelektroden u. als Funktion elektrochem. Größen des Elektrolyten auszudrücken. Es werden 8 Grenzfälle der möglichen Störungen der netzartigen Anordnung des Halbleiterelektrolyten unterschieden. Für jeden werden die Änderungen des chem. Potentials des Elektrolytenmaterials im Elektrolyten u. die Überführungszahlen der Ionen bestimmt. (Gazz. chim. ital. 79. 379—94. Juni/Juli 1949. Padova, Univ., Ist. di Chim. generale.)

ENDRASS. 140

Walter J. Hamer und John P. Schrodt, *Über Untersuchungen an galvanischen Zellen mit festen und geschmolzenen Elektrolyten*. Es werden Daten für die Zelle Mg/fester oder geschmolzener Elektrolyt/MnO₂/C gegeben, u. zwar über einen Temperaturbereich von Zimmertemp. bis zum F. des festen Elektrolyten u. darüber hinaus. Es wurden mehrere Elektrolyte untersucht, dabei diente NaOH als Bezugssubstanz. Die Spannung der Zelle bei offenem Stromkreis ist eine positive Funktion der Temperatur. Dabei erträgt die Zelle keine Spannung, bevor der F. des Elektrolyten erreicht u. überschritten ist. Solche Zellen werden durch Erhitzen aktiviert. Bei Temp., die beträchtlich über dem F. liegen, wird die Differenz zwischen den Spannungen bei offenem u. bei geschlossenem Stromkreis vernachlässigbar klein. Für NaOH als Elektrolyt wird ein Reaktionsschema vorgeschlagen, das durch Röntgeninterferenzunters. gestützt ist. (J. Amer. chem. Soc. 71. 2347—52. Juli 1949. Washington, D. C., National Bureau of Standards.) NIEMITZ. 140

W. W. Michailow, *Die Elektrokristallisation von Metallen*. Übersicht über die Faktoren, die die Größe, die Form u. die Textur der Kristalle bei der elektrolyt. Abscheidung beeinflussen. — 53 Literaturangaben. (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 18. 724—36. Nov./Dez. 1949. Moskau.) KIRSCHSTEIN. 141

Ulrich Frohwalt Franck, *Über das anodische Verhalten des Eisens in Schwefelsäure. Ein Beitrag zur Kenntnis des Ostwald-Lillieschen Nervenmodells*. Es werden die elektrochem. Vorgänge der anod. Passivierung u. der Aktivierung von Eisen in Schwefelsäure untersucht. Mit Hilfe einer genau beschriebenen App. wird die Passivierungszeit in Abhängigkeit von der Stromdichte u. der Elektrolytströmung gemessen. Auf Grund der Ergebnisse wird ein ausführlich beschriebenes Bild des Passivierungsvorganges entworfen. Für die Aktivierung werden 3 Möglichkeiten aufgezeigt: Die Ausschaltaktivierung, die für die Dauer der Aktivierungszeit wenig reproduzierbare Werte gibt, die kathod. Aktivierung, deren Abhängigkeit von der kathod. Stromdichte aufgezeigt wird, u. die Berührungaktivierung, bei der für eine gegebene anod. Polarisierung die krit. Fläche ermittelt wird, die erforderlich ist, damit die Aktivierung eintritt. Es wird die Abhängigkeit der krit. Fläche von der anod. Polarisationsdichte dargestellt. Das Aktivierungspotential stellt die untere Grenze dar, bis zu der das Eisen noch als Sauerstoffelektrode — der Passivzustand ist, wie Vff. vermuten, durch eine Sauerstoff- oder Oxydebelegung bedingt — angesehen werden kann. Das Aktivierungspotential ist linear p_H -abhängig gemäß der Gleichung: $E_a = E_a^0 = 0,058 \cdot p_H$, worin E_a^0 das Aktivierungspotential für $p_H = 0$ ist. Durch Unters. der Beziehung Aktivierungszeit u. kathod. Stromdichte wird Ähnlichkeit mit dem Zusammenhang zwischen Reizezeit u. der erregenden Spannung (bzw. Stromstärke) beim lebenden Nerven aufgezeigt. Der aus der Reizphysiologie bekannte Begriff „Rheobase“ ist im Fall Eisenaktivierung in H₂SO₄ durch die kathod. Stromdichte dargestellt, die die anod. Polarisierung soweit kompensiert, daß nur noch ein Strom fließt, der den Passivzustand nicht mehr dauernd aufrechterhalten kann. Im Gegensatz zu dem OSTWALD-LILLIESCHEN Nervenmodell gibt es beim Syst. Eisen in H₂SO₄ prakt. keine Akkommodation, d. h., man kann mit kathod. Strömen, die unter der Rheobase liegen, nur eine zeitweilige Verringerung der anod. Vorpolarisierung feststellen. Bei den anod. Polarisationsströmen von 0,1—300 mA/cm² tritt nach erfolgter Aktivierung keine Repassivierung u. damit auch keine Regenerierung zu erneuter Erregbarkeit ein. (Z. Naturforsch. 4a. 378—91. Aug. 1949. Göttingen, Max Planck-Inst. für Physikal. Chem.) ENDRASS. 142

J. O'M. Bockris und S. Ignatowicz, *Untersuchungen über elektrolytische Polarisation*. 4 Mitt. *Der Einfluß des Lösungsmittels auf die Überspannung des Wasserstoffs*. 2. Mitt. In Fortsetzung früherer Unters. (C. 1949. I. 470) wurde die Überspannung des H₂ in Mischungen von wss. HCl, bzw. wasserfreier HCl mit CH₃OH (Cu-Kathode), mit C₂H₅OH (Sn-Kathode) u. mit Dioxan (Sn-Kathode) im Stromdichtenbereich von 10⁻³ bis 5 · 10⁻¹ A/cm² gemessen. In allen untersuchten Systemen ist die Überspannung in den wasserfreien Lsgg. erniedrigt, bei Anwendung von Sn-Kathoden durchläuft sie ein Maximum bei mittleren Mischungsverhältnissen. Die Änderungen der Überspannung über lange Zeit nach dem Ein- u. Ausschalten des polarisierenden Stromes werden beschrieben. Sie stützen die Auffassung, daß mindestens ein Teil der Gesamtüberspannung nicht, wie allg. angenommen, durch den langsamen Entladungsmechanismus erklärt werden kann. Der Einfl. des Lösungsm. wird diskutiert im Hinblick auf ein Modell der arbeitenden Elektrode, dessen wesentliches Kennzeichen in der Annahme besteht, daß eine an der Elektrodenoberfläche adsorbierte Lösungsmittelschicht die Geschwindigkeit der strombestimmenden Rk., die während der H₂-Entw. an der Kathode stattfindet, beeinflusst. Entsprechend der Natur der Kathodenoberfläche u. den elektr. u. chem. Eigg. der Lösungsmittelmoll. wird die Schicht vorwiegend durch COULOMBSche oder VAN DER WAALSsche Kräfte festgehalten. Die wesentlichen Versuchsergebnisse dieser u. der früheren Arbeit stimmen mit der entwickelten Theorie überein. (Trans. Faraday Soc. 44. 519—27. Juli 1948. London, Imp. Coll., Dep. of Inorg. and Phys. Chem.) NIEMITZ. 143

J. O'M. Bockris und Roger Parsons, *Untersuchungen über elektrolytische Polarisation*. 5. Mitt. *Wasserstoffüberspannung in methanolischer Lösung*. (4. vgl. vorst. Ref.) Vff. bestimmten die Überspannung des H₂ in wss. u. methanol. Lsg. von HCl im Stromdichtenbereich von 10⁻¹ bis 10⁻³ A/cm² an folgenden Elementen: Bi, Tl, Ag, Ta, C (als Faden u. als Stab), W, Mo, Au, Pt u. Pd. Die Gleichung von TAFEL wurde als allg. anwendbar erkannt mit Ausnahme von Tl u. Ag in wss. Lsg., was auf Vergiftungserscheinungen zurückgeführt wird. Der Übergang vom CH₃OH zum W. als Lösungsm. wirkt sich beim Pt, Pd u. etwas weniger beim Au u. Ni in der Weise aus, daß sich entweder a oder b in der Gleichung von TAFEL etwas ändert, beim C, Mo, Ta u. W wird a größer, während b leicht erniedrigt wird; beim Ag, Bi, Pt (blank), Tl, Pb u. Cu werden a u. b kleiner. Wenn die Adsorptionsenergie eines Metalls von kleiner Überspannung in methanol. Lsg. kleiner als in wss. ist, lassen sich die Resultate am besten mit der Annahme vereinbaren, daß für die Metalle mit höherer Überspannung der zu langsame Entladungsmechanismus ausschlaggebend ist, während für Metalle mit niedrigerer Überspannung der zu langsame Vereinigungsmechanismus maßgebend ist, wenn man die Annahme macht, daß die adsorbierten Lösungsmittelmol. die Kombinationsgeschwindigkeit der H-Atome beeinflussen. (Trans. Faraday Soc. 44, 860—72. Nov. 1948. London, Imp. Coll.) NIEMITZ 143

J. O'M. Bockris und Roger Parsons, *Die Kinetik der Wasserstoffentwicklungsreaktion an Quecksilberkathoden. Der Einfluß von Temperatur, p_H und Druck auf die Wasserstoffüberspannung in wäßrigen, gemischten und methanolischen Lösungen*. (Vgl. vorst. Ref.) H₂-Überspannungsmessungen werden an einer stationären Hg-Elektrode u. einer Hg-Tropfelektrode in Methanol-W.-Mischungen unter sorgfältiger Entfernung von Verunreinigungsspuren (z. B. durch Vorelektrolyse) durchgeführt. Bei 20° ergeben sich in wss., 0,1n HCl-Lsg. die Konstanten der TAFELschen Gleichung $\eta = a - b \cdot \log i$ zu $a = -1,395 \pm 0,002$ u. $b = 0,113 \pm 0,001$ in guter Übereinstimmung mit Meßwerten von FRUMKIN (Acta physicochim. URSS 18. [1943.] 23). Der Parameter $\alpha = 2,30RT/(bF)$ u. damit auch die Aktivierungswärme ändern sich mit der Temperatur. Die Überspannung η bei konstanter Stromdichte nimmt mit steigendem Methanolgeh. der Lsg. kontinuierlich ab. Die mittlere Aktivierungswärme im Bereich von 0—40° steigt von 21,1 ± 0,3 kcal/Mol in reinem W. auf 23,6 ± 0,5 in einer Mischung mit 36 Mol-% Methanol u. fällt dann wieder auf 19,7 ± 0,2 in reinen methanol. Lösungen. Der p_H-Einfl. auf η an der Hg-Elektrode ist in Methanol stärker als in W., insofern als der Bereich, in dem $\delta\eta/\delta(p_H)$ konstant ist, sich in Methanol nur bis zu 0,1n HCl erstreckt. Das Kathodenpotential der arbeitenden H₂-Elektrode ist unabhängig vom Teildruck des H₂ über der Lösung. $\delta\eta/\delta(p_H)$ ergibt sich an der stationären u. der Tropfelektrode identisch. Die Ergebnisse können auf Grund der bisherigen Theorien der Kinetik der H₂-Entw. nicht im Detail beschrieben werden, jedoch stützen sie qualitativ die Annahme, daß die Entladung des solvatisierten Protons den geschwindigkeitsbestimmenden Schritt darstellt. Die Messungen werden mit Überspannungsmessungen anderer Autoren verglichen. (Trans. Faraday Soc. 45. 916—28. Okt. 1949. London, Imp. Coll. of Sci., Dep. of Inorgan. and Phys. Chem.) REITZ 143

F. G. Spreadbury, *Permanent Magnets*. London: Pitman & Sons. 1949. (280 S.) s 35,-.

A₄. Grenzschiehtforschung. Kolloidchemie.

R. M. Barrer und W. Jost, *Eine Bemerkung über Lückendiffusion*. Zur Beschreibung der zeolith. Diffusion bei beliebigen Konz. muß das Diffusionsgesetz in der allgemeinsten Form geschrieben werden, indem an Stelle des Diffusionskoeff. D₀ der FICKschen Gleichung der Ausdruck D' d ln a/d ln c eingeführt wird, worin a die Aktivität der diffundierenden Substanz bedeutet u. D' selbst noch von der Konz. abhängen kann, aber keine Faktoren mehr enthält, die mit den Abweichungen vom idealen Verh. bei höheren Konz. zusammenhängen. Frühere Unters. (C. 1942. II. 2884; 1945. I. 1344; 1949. II. 1274) hatten gezeigt, daß der obige Ausdruck wenigstens im Bereich niedriger Konz. in einigen Zeolithen abnimmt, wenn die Konz. c der diffundierten Substanz ansteigt. Diese Konzentrationsabhängigkeit kann unter der Annahme erklärt werden, daß bei dem Diffusionsprozeß als Elementarakte nicht nur einfache Sprünge von einer Sorptionslage in die benachbarte, sondern daneben auch n-fache Sprünge über mehrere Elementarabstände in den Poren (interstitial channels) des Zeoliths vorkommen können, bevor das Sorbatmol. wieder desaktiviert wird. Es ergibt sich dann, daß die Diffusion bei niedrigen Konz. mit der verallgemeinerten Gleichung beginnen u. sich mit Annäherung an die Sättigungskonz. dem FICKschen Gesetz nähern muß. (Trans. Faraday Soc. 45. 928—30. Okt. 1949. Aberdeen, Marischall Coll., Chem. Dep., u. Marburg. Univ., Physikal.-Chem. Inst.) REITZ 171

H. Braidy, *Eigentümlichkeiten und Anwendungen von porösen Materialien*. 3. Mitt. (2. vgl. C. 1949. II. 1114.) Es werden besprochen die Erscheinungen an Oberflächen, die

mol. Orientierung u. Adsorption, die heterogene Katalyse sowie die Elektrolyse u. andere elektr. Erscheinungen. (Ind. chim. Phosphate réunis 36. 69—74. April 1949.) BOYE. 176

R. Fricke, *Über die Beeinflussung der Emaniermethode Otto Hahns durch Adsorption und Capillarkondensation*. Das Emaniervermögen durchläuft in Abhängigkeit von der Wasserbeladung ein Maximum, welches um so eher erreicht wird, je höher das betreffende Pulver gepreßt ist u. je enger die betreffenden Capillaren sind. Verss. mit *Bayerit*, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-FeOOH}$ u. ZnO zeigen, daß das Emaniervermögen von mit RdTh indizierten feinteiligen Präpp. mit steigender Wasseradsorption u. Capillarkondensation zunächst zunimmt, weiterhin aber wieder abfällt. Der Abfall kommt um so früher, je stärker das Präp. komprimiert ist, d. h. je enger die betreffenden Capillaren sind. Bei sehr stark komprimierten Präpp. macht sich bei der Beladung mit W. sehr schnell ein Abfall des Emaniervermögens bemerkbar. (Z. anorg. Chem. 259. 299—302. Sept. 1949. Neckarhausen, Labor. für anorgan. Chemie der TH Stuttgart.) G. SCHMIDT. 176

M. L. Corrin, E. L. Lind, Adelle Roginsky und William D. Harkins, *Adsorption langkettiger Elektrolyte aus wäßriger Lösung an Graphit bekannter spezifischer Oberfläche sowie an Polystyrol*. Es wird die Adsorptionsisotherme für *Natriumdodecylsulfat* (I) bei 30° u. für *Kaliummyristat* (II) bei 35° an aschefreiem Graphit aufgenommen, dessen spezif. Oberfläche aus Adsorptionsmessungen mit N_2 bei tiefen Temp. bestimmt wurde. Die Berechnungen werden unter den beiden extremen Annahmen, daß a) die Konz. des W. an der Grenzfläche gleich 0 ist, u. b) die Konz. des W. an der Grenzfläche gleich der Konz. des W. an der Oberfläche bei Adsorption aus gesätt. Wasserdampf ist, durchgeführt. Man erhält so Werte für die spezif. Adsorption, die bei Berücksichtigung der Beobachtungsfehler mit den experimentellen Werten übereinstimmen. Die Isotherme für I zeigt bei der krit. Konz. der Micellenbildg. einen Knick, während ein solcher für II nicht deutlich feststellbar ist. Beide Isothermen zeigen ein Maximum bei Gleichgewichtskonz. oberhalb der krit. Konzentration. Die spezif. Oberfläche von einer Probe Polystyrol konnte nicht mit genügender Genauigkeit bestimmt werden; daher wurde die Adsorption von I an diesem Adsorbens nur in einem engen Konzentrationsbereich verfolgt; auch diese Isotherme zeigt ein Maximum bei ungefähr der gleichen Konz., wie sie bei den entsprechenden Unters. an Graphit beobachtet wurde. Es wird der Flächenbedarf pro adsorbiertes Mol. für die beiden Kolloidelektrolyte an Graphit als Funktion der Gleichgewichtskonz. berechnet; dabei ergibt sich als Mindestfläche für I $51,0 \text{ \AA}^2$ u. für II $36,6 \text{ \AA}^2$. (J. Colloid Sci. 4. 485—95. Okt. 1949. Chicago, Ill., Univ.) HENTSCHEL. 176

Edward R. Tompkins, *Laboratoriumsanwendungen von Ionenaustauschverfahren*. I. VI. behandelt Wirkungsweise u. Entw. der Ionenaustauscher, Eigg. der käßlichen Austauscherharze, bes. Amerlite (auch Duolite, Dcwex- u. Permutitharz, jedoch keine anorgan. Austauscher), ihre Vorbehandlung, Standardisierung, Analyse u. Best. ihrer Kapazität, D., Säulendichte, Austauschgeschwindigkeit u. Stabilität. — II. Für Laboratoriumsunters. werden Apparate u. ihre Handhabung beschrieben u. Hilfsmittel, wie radioakt. Isotope, p_{H} -Meter, Photometer u. GEIGER-Zähler erwähnt. Für die Best. von relativen Bindungsfestigkeiten, Hydratationsradien, Gleichgewichtskonstanten, Komplexstrukturen u. Aktivitätskoeff. werden Bedingungen angegeben. Abschließend werden Formen der Durchbruchs- u. Eluierungskurven, Theorien für die Säulenvorgänge, bes. beim Eluieren (theoret. Böden nach MARTIN u. SYNGE, C. 1942. II. 2368), Wirkungsfaktoren u. Aussichten für die weitere Entw. der Austauscher diskutiert. (J. chem. Educat. 26. 32—38. 49. Jan. 92—100. Febr. 1949. Oak Ridge, Tenn., U. S. Atomic Energy Com., Isotopes Div.) BLUMRICH. 176

Werner Fischer und Achim Kulling, *Zur „Chromatographie“ von Elektrolyten an Aluminiumoxyd*. Durch Verss. über die chromatograph. Adsorption von CuCl_2 -Lsgg. an Na-haltigen u. Na-freien $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Präpp. wird gezeigt, daß bei Na-haltigem Al_2O_3 ein Austausch der Na-Ionen gegen die gelösten Cu-Kationen in äquivalentem Mengenverhältnis stattfindet, während die Anionen an dem Vorgang nicht teilnehmen. Die gebundenen Cu-Ionen lassen sich mit W. nicht wieder eluieren. Neben dieser bloßen Kationenadsorption adsorbiert sowohl Na-haltiges wie Na-freies Al_2O_3 zugleich Kationen u. Anionen ineinander äquivalenten Mengen, die sich mit W. wieder auswaschen lassen. Bei der Elution gibt stark adsorptionsakt. Na-freies Al_2O_3 häufig wesentlich mehr Cl als Cu ab. Vermutlich findet während des Auswaschens eine Hydrolyse des adsorbierten Salzes statt. Es ist daher zweifelhaft, ob die bisher vertretene Annahme, daß ein Na-Geh. des Al_2O_3 für die Adsorption erforderlich ist, tatsächlich richtig ist. (Naturwiss. 35. 283—84. 1948. avgf. Febr. 1949. Hannover, TH, Inst. für anorgan. Chemie.) FORCHE. 177

A₅. Strukturforschung.

W. Kossel, *Zur Lenkung von Strahlenbündeln innerhalb atomistischer Dimensionen*. Anknüpfend an Betrachtungen über die Analogie von Interferenz- u. Resonanzerscheinungen stellt Vf. durch Hinweis auf elementar bekannte Erscheinungen eine Aussage der VON LAUESchen dynam. Theorie der Kristallgitterinterferenzen elementar dar. Es wird gezeigt, daß bei Reflexion an zwei parallelen Spiegeln in einem Abstand, der durch die BRAGG-Bedingung gegeben ist, die Energie innerhalb des Spiegelbereiches längs äquidistanten Bahnen fortschreitet, nach Verlassen der Spiegelkanten jedoch in zwei Bewegungen auseinanderläuft, dem Bild der KIKUCHI-Bandkanten entsprechend. Ersetzt man die Spiegel durch eine Reihe leicht reflektierender Netzebenen, so sagt die dynam. Theorie VON LAUES aus, daß auf der einen Seite des BRAGG-Reflexes die Knoten, auf der anderen die Bäuche der Energiebahnen in die Netzebenen fallen. Die Änderung des Einfallswinkels entspricht einer Frequenzänderung, die Lagenänderung der stehenden Bewegung entspricht der Phasenänderung beim Durchgang durch die Resonanz. Es handelt sich also um eine Auswirkung der Analogie zwischen Interferenz- u. Resonanzerscheinungen. Das Zusammenarbeiten der Mikrofelder des Kristallgitters bedeutet ein Zielen auf Netzebenen. Ein Elektronenstrahl, der die BRAGG-Reflexion passiert, erzeugt auf der einen Seite eine gesteigerte, auf der anderen Seite eine abnorm geringe Röntgenintensität im Kristall. Das Atomgitter schafft so die Möglichkeit der Lenkung von Strahlenbündeln in atomist. Dimension. Dies ist von Bedeutung für die Frage, ob man mittels Elektronenmikroskopen Atome abbilden kann. (Ann. Physik [6] 6. 97—104. 1949. Tübingen, Univ., Phys. Inst.) SPEER. 181

D. W. J. Cruickshank, *Die Genauigkeit der nach der Methode der kleinsten Quadrate oder nach Fourier-Methoden hergeleiteten Atomkoordinaten*. Eine Unters. über die Genauigkeit der Best. von Atomkoordinaten mit Hilfe von FOURIER-Synth. oder nach der Meth. der letzten Quadrate führte zu dem Ergebnis, daß, ausgenommen den Fall, daß die Atommaxima nicht aufgelöst sind, nach beiden Methoden dieselben Koordinaten u. geschätzten Fehler erhalten werden. (Acta crystallograph. [London] 2. 154—57. Juni 1949. Cambridge, St. John's Coll.) GOTTFRIED. 181

G. S. Parry und G. J. Pitt, *Die Ableitung von Atomkoordinaten durch planare und lineare Fourier-Synthesen*. Diskutiert wird die Auswahl von Ebenen u. Linien zur Berechnung von FOURIER-Synthesen mit dem Ziel, die Anzahl der Rechnungen zu vermindern, durch die alle Atome in einem ebenen Mol. lokalisiert werden können. Es werden Formeln zur Festlegung der Atomkoordinaten aus den Punkten der maximalen Elektronendichte in solchen allg. Schnitten u. Linien abgeleitet. (Acta crystallogr. [London] 2. 145—47. Juni 1949. London, Univ., Birkbeck Coll., Res. Labor.) GOTTFRIED. 181

A. J. C. Wilson, *Die Wahrscheinlichkeitsverteilung der Röntgenintensitäten*. Die vorliegende Arbeit ist eine theoret. Bestätigung der Arbeit von HUGHES (C. 1949. II. 622) über das obige Problem. (Acta crystallogr. [London] 2. 318—21. Okt. 1949. Cardiff, Univ. Coll., Viriamu Jones Labor.) GOTTFRIED. 181

W. H. Hall, U. W. Arndt und R. A. Smith, *Ein Geiger-Zähler-Spektrometer für die Messung der Formen von Debye-Scherrer-Linien*. Beschrieben wird ein Spektrometer für die Messung der Intensitäten u. den Verlauf der Linien für Röntgenstrahl-Pulveraufnahmen. Bei den Verss. wird monochromat. Strahlung benutzt. Die Intensität des gebrochenen Strahles wird mit einem GEIGER-Zähler bestimmt. Die Fehler, die durch die Schwankung der Intensität der Röntgenstrahlquelle entstehen können, werden automat. kompensiert. An einigen typ. Versuchsergebnissen (Al-Brechungslinien 4, 11 u. 24) werden die Genauigkeit u. das Auflösungsvermögen demonstriert. (Proc. phys. Soc., Sect. A 62. 631—38. 1/10. 1949. Birmingham, Univ., Dep. of Metallurgy.) LIERMANN. 181

Léon Bouttier, *Apparat zur Herstellung und Überführung von Einkristallen bei tiefer Temperatur. Anwendung auf die Salpetersäure, ihre Hydrate und ihre Röntgenogramme*. Es wird eine App. beschrieben, die es erlaubt, Einkristalle von einigen Millimetern bei Temp. bis -100° herzustellen u. die so erhaltenen Kristalle in ein WEISSENBURG'Sches Röntgengoniometer zu überführen. In weniger als 100 Stdn. konnten alle Einkristalldiagramme von HNO_3 , $HNO_3 \cdot 1H_2O$ u. $HNO_3 \cdot 3H_2O$ erhalten werden. Die ersten Diagramme sowie die opt. Unters. zeigen, daß es sich in allen drei Fällen um orthorhomb. Kristalle handelt. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 228. 1419—21. 2/5. 1949.) FAESSLER. 181

P. B. Afanassjew, Ja. B. Seldowitsch und O. M. Todess, *Über die räumliche Verteilung der Niederschläge bei der Kristallisation von reziprok diffundierenden Substanzen*. Vf. schlagen eine Meth. der flachen Capillare mit völligem Ausschluß der Konvektion u. prakt. eindimensionaler Diffusion vor. Bei gleichzeitiger Ggw. der beiden Lsgg. in der ca. 0,2 mm hohen u. 5—10 mm breiten Capillare (Fall A) erfolgt die gegenseitige Diffusion beiderseitig der

ursprünglichen Berührung, einseitig dagegen bei Ggw. der zweiten Lsg. in einem an einem Ende an die Capillare angeschlossenen großen Gefäß (Fall B). Es werden die Gesetze der Ausbreitung der Nd.-Zonen ohne Übersättigung bei Momentankristallisation in Abhängigkeit von den Anfangskonz. der reagierenden Komponenten, ihrer Diffusionskoeff. u. der Löslichkeit der Reaktionsprodd. entwickelt. Da bei den gemachten Annahmen die bestimmende Dimension u. der bestimmende Zeitmaßstab fehlen, sind alle veränderlichen Werte nur vom Parameter x/\sqrt{Dt} abhängig (x, t = Abstand u. Zeit von der ursprünglichen Berührung, D = Diffusionskoeffizient). Der Nd. ist in der Capillare gleichmäßig verteilt. Für völlig unlösl. u. wenig lösl. Ndd. werden für A u. B die Konzentrationsverteilungen der reagierenden Komponenten u. „Geschwindigkeit“ u. Bewegungsrichtung der Fällgrenze ermittelt. Für alle Beziehungen wird eine ausführliche mathem. Begründung gegeben. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 23. 156—79. Febr. 1949.)

LEBTAG. 190

SS. W. Awakjan und N. F. Laschko, *Von der eutektischen Kristallisation in Gegenwart oberflächenaktiver Stoffe*. Vf. untersuchten die durch Diffusion verursachte ungleichmäßige Kristallisation eines bin. Syst., in dem durch vorzeitiges Auskristallisieren einer Phase (gegebenenfalls durch Unterkühlung gefördert) im angrenzenden Gebiet die andere Phase angereichert war, so daß in der Kristallstruktur Inhomogenitäten auftraten. Als Beispiel diente die wss. Lsg. von $K_2Cr_2O_7$ u. KCl mit Zusätzen von Agar-Agar bzw. von Nekal, Na-Taurocholat u. Aerosol IB. Diese Zusätze veränderten nicht nur die Kristallform, sondern auch die Temp. des Eutektikums. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 64. 827—30. 21/2. 1949.) KIRSCHSTEIN. 190

Heinz Pick, *Herstellung spiegelnder Niederschläge durch chemische Reaktionen*. Bei der Herst. von PbS-Spiegeln durch Fällung aus Pb-Acetat mit Thioharnstoff haben sich folgende Bedingungen als günstig erwiesen: 1. Kleine Reaktionsgeschwindigkeit, erreicht durch Verwendung von verd. Lsgg. u. von Rkk., die über komplexe Zwischenstufen mit merklicher Lebensdauer verlaufen. 2. Gleichmäßige Verteilung von Kristallisationskeimen auf der Fläche, die durch bestimmte Zusätze hervorgerufen werden kann. Günstig wirken Metallionen, die eine schwerer lösl. Verb. mit kleinerer Bildungswärme ergeben als das zur Spiegelbildg. benutzte Ion. (Z. Physik 126. 12—19. 1949.) SAREY. 190

R. Fricke und A. Seitz, *Über die unmittelbare Messung unregelmäßiger Gitterstörungen mit dem Geiger-Zählrohr*. 100. Mitt. über aktive feste Stoffe. (Vgl. C. 1950. I. 1439.) Mit Hilfe eines für Intensitätsmessungen von Röntgeninterferenzen geeigneten Zählrohrsgeräts von BERTHOLD wurden die Linienintensitäten verschied. Präpp. mit unregelmäßigen Gitterstörungen im Vgl. zu denen ungestörter Präpp. gemessen u. daraus die mittleren Störampplituden $\sqrt{u^2}$ bestimmt u. mit den früher auf photograph. Wege erhaltenen Werten (im folgenden in Klammern angegeben) verglichen. Es ergab sich für ZnO, hergestellt durch Entwässerung von ϵ -Zn(OH)₂ bei 100°: 0,13 (0,12) Å; für α -Fe₂O₃, hergestellt aus α -FeOOH: 0,14 (0,21) Å; für metall. Ni, hergestellt durch Red. von Ni(OH)₂ bei 170°: 0,06 Å; für metall. Mo, hergestellt aus gefälltem MoO₃ auf K₂SO₄ durch Red. mit H₂ bei 530°: 0,06 (0,07) Å. (Naturwiss. 36. 156. 1949 ausg. Juli.) KOCHENDORFER. 195

Herman A. Liebhafsky, *Die Liquiduskurve für Aluminium in Quecksilber*. Es wird die Löslichkeit von 99% ig. Al in reinem Hg im Temperaturbereich 70—312° bestimmt. Die Verss. werden in einer genau beschriebenen u. skizzierten App. unter H₂-Atmosphäre durchgeführt. Bei jedem Temperaturpunkt werden nach 1—3std. Gleichgewichtseinstellung genau abgemessene Proben entnommen u. analysiert. Die durch Zers. der Proben unter 2nHCl entwickelten H₂-Voll. sind ein Maß für die jeweils gelösten Mengen Al. Im untersuchten Temperaturgebiet lassen sich die Mengen Al nach der Gleichung $\log_{10} s = 1,240 - (1132/T)$ berechnen. Sie stimmen mit den gemessenen Werten gut überein. Aus den gefundenen Daten lassen sich die scheinbaren Schmelzwärmen für verschied. Al-Hg-Mischungen berechnen. Sie durchschreiten ein Maximum mit steigendem Al-Gehalt. In der Nähe von 100% ig. Al stimmt der berechnete Wert von 2,547 kcal für 90—100% ig. Al sehr gut mit dem von KELLEY angegebenen von 2,550 kcal überein. (J. Amer. chem. Soc. 71. 1468—70. April 1949. Schenectady, N. Y., General Electric Co., Res. Labor.)

LINK. 197

Hermann Kefer, *Bestimmung der Oberflächeneigenschaften von Oxyden und Hydroxyden des Aluminiums und Magnesiums*. (38 gez. Bl. m. eingekl. Abb.) 4° (Maschinenschr.). Stuttgart, TH, Diss. v. 14/9. 1948.

B. Anorganische Chemie.

Olay Foss, *Arbeiten über Selen-Schwefelverbindungen*. 2. Mitt. *Die Beziehungen zwischen Monoselenopolythionaten*. (1. vgl. C. 1948. II. 1290.) Vf. beschreiben die Reindarst. von Na- u. K-Selenopentathionat sowie des Selenbisdiäthylthiocarbamats u. K-Selenotrithionats. Während Tetra-, Penta- u. Hexathionat mit SO₃²⁻ zu Trithionat u. Thio-

sulfat reagieren, besteht bei den Selenopolythionaten ein Gleichgewicht: $\text{Se}(\text{SO}_3)_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{--} \rightleftharpoons \text{Se}(\text{S}_2\text{O}_3)_2 + 2\text{SO}_3^{--}$. In Ggw. von Formaldehyd in gepufferten Acetat-lsgg. liegt das Gleichgewicht ganz auf der Seite des Selenopentathionats. SO_3^{--} ist einfach durch $\text{S}_2\text{O}_3^{--}$ ersetzt. SO_3^{--} kann auch durch den Diäthylthiocarbamatrest ersetzt werden. Die Gleichgewichtslage zwischen Selenotri- u. -pentathionat ermöglicht die jodometr. Best. des ersteren. Die Salze sind gut lösl. in W. u. Methanol, kaum lösl. in A.-Äther. Gelblichgrüne Kristalle. Die wss. Lsgg. zers. sich rasch in der Hitze u. bei Zusatz von Alkali unter Abscheidung von rotem Selen. Selenopentathionat ist in Analogie zum (Schwefel)-Pentathionat ein Selendithiosulfat, das Selenotrithionat ein Selendisulfid. — $\text{Na}_2\text{Se}(\text{S}_2\text{O}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. 20 g selenige Säure in 20 cm³ W. gelöst werden tropfenweise innerhalb von 20 Min. unter ständigem Rühren bei Eis-Kochsalzkühlung mit 100 cm³ Eisessig versetzt. Es werden dann 130 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ in 40 cm³ W. bei 0° zugegeben, darauf 150 cm³ A. hinzugefügt u., nachdem die Kristallisation begonnen hat, 50 cm³ Äther. Der gelbgrüne Kristallbrei wird scharf abgesaugt, mit A.-Ac. gewaschen u. im Vakuumexsiccator über H_2SO_4 getrocknet. Das Rohprod. wird in 50 cm³ 0,2nHCl bei 30° gelöst, die Lsg. filtriert u. 100 cm³ Methanol zugegeben. Die Kristallisation erfolgt bei Eis-Kochsalzkühlung. Die ausgefallenen Kristalle sind reines Selenopentathionat. Die Analyse wird bromometr. in stark salzsaurem Medium in Ggw. eines Überschusses von KBr ausgeführt. Selenige Säure wird unter diesen Bedingungen nicht oxydiert. — $\text{K}_2\text{Se}(\text{S}_2\text{O}_3)_2 \cdot 1\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. Es wird aus dem Na-Salz durch Umsetzung mit gepufferter K-Acetat-lsg. in A. gewonnen. Es kann auch aus 20 g seleniger Säure, gelöst in 40 cm³ W., u. 80 cm³ Eisessig, zu dem 100 g wasserfreies K-Thiosulfat in 80 cm³ W. gegeben werden, dargestellt werden. Das Salz fällt direkt aus. Es kann aus 0,2nHCl umkristallisiert werden. — $\text{Se}[\text{S}_2\text{CN}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]_2$. Man erhält es aus dem K-Salz (2,051 g in 50 cm³ W.) u. 50 cm³ einer 0,3 mol. Diäthylthiocarbamatlösung. Die ausfallenden Kristalle werden mit W. gewaschen u. im Vakuumexsiccator über H_2SO_4 getrocknet. Das Rohprod. wird aus CS_2 -Ac. umkristallisiert. F. 116°. — Die gelbgrün gefärbten Lsgg. der Selenopentathionate gehorchen dem BEERSchen Gesetz. — $\text{K}_2\text{Se}(\text{SO}_3)_2$. 8 g Se werden in 20 cm³ KOH (60% ig.) gelöst u. mit einer heißen Lsg. von 72 g KHSO_4 in 100 cm³ W. u. 13 g seleniger Säure in 20 cm³ W. versetzt. Das Salz wird aus W. umkristallisiert. In neutralen u. sauren Lsgg. wird Selenotrithionat durch Jod zu Se u. Sulfat oxydiert. Selenopentathionat wird nicht angegriffen. Die Selenopentathionat-bldg. geht wahrscheinlich über das Selenotetrahionat in Analogie zur entsprechenden S-Verbindung. (Acta chem. scand. 3. 435—44. 1949. Blindern-Oslo, Univ., Kjemiske Inst.) LINK 239

K. R. Andress, W. Gehring und K. Fischer, *Beiträge zur Kenntnis der polymeren Metaphosphate*. 1. Mitt. *Das Natriumtetrametaphosphat* $\text{Na}_4[(\text{PO}_3)_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Vff. beschreiben die Darst. von $\text{Na}_4[(\text{PO}_3)_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (I) nach einem verbesserten Verf. auf zwei Wegen. Erstens wird I durch Umsetzung von $\text{Cu}_3(\text{PO}_3)_4$ (II) mit Na_2S -Lsg. erhalten. Zur Darst. von II wird eine konz. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ -Lsg. in überschüssige (7,5%) H_3PO_4 beliebiger Konz. eingetragen. Die dunkelblaue Lsg. wird eingedampft u. auf 400° erhitzt. Zur Darst. von I wird II feinst gepulvert u. unter Rühren in eine Na_2S -Lsg. eingetragen. Nach Absitzenlassen des CuS wird I durch Zugabe von A., Methanol oder Aceton auskristallisiert. Es bildet nadelförmige Kristalle. Das zweite Darstellungsverf. von I besteht, in einer Umsetzung von $\text{Ba}_2(\text{PO}_3)_4$, das analog II hergestellt wird, mit Na_2SO_4 , doch verläuft diese Rk. äußerst langsam, so daß sie ohne prakt. Bedeutung ist. — Die röntgenograph. Unters. mit Hilfe von Drehkristall- u. WEISSENBERG-Aufnahmen führt zu einer Elementarzelle mit $a = 6,17 \pm 0,02$ Å; $b = 12,33 \pm 0,02$ Å; $c = 9,61 \pm 0,02$ Å; $\beta = 87^\circ 25' \pm 10'$. Aus D.-Bsp. 2,18 \pm 0,03 ergibt sich $Z = 8$ Formeleinheiten $\text{NaPO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ bzw. 2 Formeleinheiten $\text{Na}_4[(\text{PO}_3)_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ u. D.-röntg. 2,20. Die charakterist. Raumgruppe ist $\text{C}_{2h}^{2h} - P2_1/c$. Die Diskussion der Struktur ergibt, daß das Anion tetramer angeordnet ist, u. zwar in Form eines Ringes aus 4 PO_4 -Tetraedern, bei denen 4 O-Atome jeweils 2 P-Atomen gemeinsam sind. (Z. anorg. Chem. 260. 331—36. Dez. 1949. Erlangen, Univ., Chem. Labor.)

B. REUTER 265

A. Perret und J. Riethmann, *Die Reaktion von Kohlenstoff mit Calcium-, Barium- und Magnesiumnitrid und deren Beziehungen zum Gleichgewicht Cyanid-Cyanamid*. Die Umsetzung von Ca_3N_2 mit Graphit im Bereich von 1000° führt zur Bldg. von $\text{Ca}(\text{CN})_2$ u. CaCN_2 in einer Gleichgewichtsreaktion. Die bereits im Syst. CaCN_2 -C beobachtete große Unbeständigkeit des $\text{Ca}(\text{CN})_2$ wird durch vorliegende Unters. bestätigt. Die für den Ablauf der Rk. maßgebenden thermodynam. Faktoren werden diskutiert. Dabei zeigt sich eine unmittelbare Abhängigkeit von der Bldg. einer Mischphase im Sinne von SCHENCK u. Mitarbeitern. — Beim Ba_3N_2 ist der Reaktionsverlauf qualitativ ähnlich. Dank der Beständigkeit des $\text{Ba}(\text{CN})_2$ ist es hier möglich, eine regelmäßige Zunahme seiner Bldg. auf Kosten des Cyanamids bis 1200° zu beobachten. — Mg_3N_2 reagiert dagegen bis 1200° nicht mit Graphit, was auf die Metastabilität des Mg-Carbids zurückzuführen ist.

Setzt man jedoch zur Bldg. einer Mischphase wasserfreies $MgCl_2$ zu, so reagiert Mg_3N_2 mit Graphit zu einem unbeständigen Cyanid, das beim langsamen Abkühlen in Cyanamid zerfällt. (Helv. chim. Acta 32. 1378—90. 1/8. 1949. Neuchatel, Univ.; Mulhouse, Ecole de Chimie.)

B. REUTER. 270

L. Ss. Itkina, Die Löslichkeitsisotherme des Systems Na_2SO_4 - Na_2CO_3 - $NaCl$ - $NaOH$ - H_2O bei 50°. Die Löslichkeit von Na_2SO_4 , Na_2CO_3 u. $NaCl$ in wss. $NaOH$ -Lsgg. (10%, 20% u. 35%) wurde in der Weise bestimmt, daß der Geh. der Lsgg. an SO_4^{2-} u. Cl^- gewichtsanalyt., der OH^- -Geh. durch Titration mit HCl u. der CO_2 -Geh. nach beiden Methoden festgestellt wurde. Die Ergebnisse sind tabellar. u. in Diagrammen wiedergegeben; mit steigender $NaOH$ -Konz. wird eine starke Abnahme der Löslichkeit der Salze beobachtet. Ferner werden die Kristallisationsbereiche der verschied. festen Phasen in Abhängigkeit von der $NaOH$ -Konz. angegeben. (Журнал Прикладной Химии [J. angew. Chem.] 22. 278—89. März 1949. Inst. für allg. u. anorgan. Chemie der Akad. der Wiss. der UdSSR.)

KIRSCHSTEIN. 286

L. L. Esrochi, Auflösungsgeschwindigkeit von Halit und Sylvin in gemischten Lösungen. In 7 Vers. wird die Auflösungsgeschwindigkeit von Halit (I) u. Sylvin (II) in verschied. Mischlsgg. mit insgesamt 20% Chloriden von Na, K u. Mg bei 25° untersucht. Bei derselben Temp. werden die D. der Ausgangs- u. Endlsg. u. die relative Viscosität der Endlsg. bestimmt. Die Endlsg. wird in der thermostat. Kammer (25±0,5°) durch 20std. Mischen mit überschüssigem aufzulösendem Salz u. Filtration erhalten. Die Zus. der gesätt. Endlsg. wird nach SDANOWSKI berechnet. Es ergibt sich die Gültigkeit der SDANOWSKI-Formel $K = a/b + \eta^2$ für die I- u. II-Auflösung im Syst. $NaCl$ - KCl - $MgCl_2$ - H_2O . Die von WILNJANSKI u. MENSCHIKOWA festgestellte Herabsetzung der I-Auflösung mit steigendem $MgCl_2$ -Geh. wird bestätigt u. auch für II festgestellt. Die Herabsetzung der Auflösungsgeschwindigkeit von I u. II durch $MgCl_2$ ist durch von ihm verursachte Viscositätserhöhung der Lsg. bedingt. (Журнал Прикладной Химии [J. angew. Chem.] 22. 24—32. Jan. 1949.)

LEBTAG. 287

J. K. Marsh, Fällungen der Natriumdoppelsulfate von Lanthaniden. Um eine Trennung der leichteren Lanthaniden (Cer-Gruppe) von den schwereren u. Y zu erreichen, gibt man zu einer verd. Lanthanidensalzlsg. in Salzlauge eine ausreichende Menge Na_2SO_4 u. erwärmt die Mischung unter Rühren langsam bis zum Sieden. Dabei fallen die Lanthaniden-Doppelsulfate aus. Die Fällung ist quantitativ u. selektiv. Unter den genannten Bedingungen fällt Na_2SO_4 nicht mit aus. Beim Steigern der Temp. entnimmt man ca. 5—6 Kristallfraktionen, die man über die Chloride u. Hydroxyde wieder in die Doppelsulfate umwandelt. Ein mehrfaches Wiederholen der fraktionierten Kristallisation führt rasch zu den reinen Doppelsulfaten. Die Meth. eignet sich bes. zur Trennung der mittleren u. schweren Lanthaniden. (Nature [London] 163. 998—99. 25/6. 1949. Oxford, Dyson Perrins Labor.)

LINK. 310

R. Piontelli, Untersuchungen über die Reaktionen zwischen Sulfiden und Elektrolytlösungen. 1. Mitt. Bleiglanz. Früher veröffentlichte Arbeiten über die elektr. u. elektrochem. Eig. des Bleiglanzes u. des künstlichen PbS werden erörtert. Die elektrochem. Eig. von natürlichem, von Gangart freiem Bleiglanz, bes. die Potentiale gegen verschied. Lsgg., die anod. u. kathod. Polarisierbarkeit, werden bestimmt. Der Bleiglanz verhält sich ungefähr wie eine Pb-Elektrode, deren Potential im Verhältnis der freien Enthalpie der Pb-S-Bldg. edler wird. Der Verlauf der Rkk. bei der Verdrängung des Ag aus seinen Nitrat-, Perchlorat- u. Sulfatlsgg. entspricht den elektrochem. Erwartungen. Es ist möglich, mit Hilfe dieser Rkk. eine vollständige Auflösung des Pb zu erreichen, das einen Nd. von amorphem S zurückläßt. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. Mises au point D 197—203. März/April 1949. Mailand, Univ., Inst. für physik. Chemie u. Elektrochemie.)

WESLEY. 326

D. W. Hopkins, Eine Reaktion zwischen Festkörpern. Die Bildung von Zinkferrit aus Zinkoxyd und Eisen(III)-oxyd. Vf. untersucht die Bldg. von Zinkferrit aus einer stöchiometr. Mischung von ZnO u. Fe_2O_3 im Bereich von 600—1150°, unter besonderer Berücksichtigung der Herstellungstemp. des Fe_2O_3 . Unter Bedingungen, die denen beim Abrösten nach Entfernung der Hauptmenge Schwefel entsprechen, zeigt sich ein scharfer Abfall der Reaktivität des Fe_2O_3 , wenn dessen Herstellungstemp. 675° überschreitet. Außer dem CURIE-Punkt bei 678° findet in diesem Temperaturbereich keine Veränderung beim Fe_2O_3 statt. Die Rk. wird durch die Diffusion des Fe_2O_3 durch die Ferritschicht kontrolliert. Die Aktivierungsenergie für das bei niedrigen bzw. bei hohen Temp. hergestellte Fe_2O_3 beträgt 110 bzw. 57 kcal/Mol. (J. electrochem. Soc. 96. 195—203. Sept. 1949. Swansea, Wales, Univ. Coll.)

B. REUTER. 362

D. Organische Chemie.

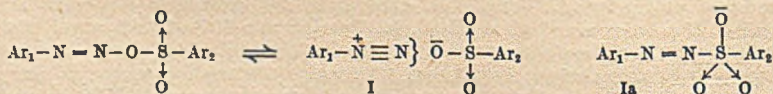
D₁. Allgemeine und theoretische organische Chemie.

Howard K. Zimmerman jr., *Eine geometrische Annäherung an die Theorie der Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindung*. Es wird eine geometr. Meth. zur Konstruktion der Elektronenverteilung bei C—C-Bindungen beschrieben. Es wird postuliert, daß ein Gebiet hoher u. konstanter Elektronendichte zwischen den gebundenen Atomen existiert. Auf diesem Postulat fußende Berechnungen bestätigen dies insofern, als sie zu Abschirmkonstanten stehen, die in guter Übereinstimmung mit den von PAULING angegebenen Werten führen, u. ferner insofern, als graph. Darstellungen der Änderung der Elektronendichte gegen Änderungen in den winkelmäßigen oder radialen Variablen solch ein Gebiet erkennen lassen. Die graph. Darstellungen sind ferner in guter Übereinstimmung mit den bekannten Eigg. der Rotation um eine Einfachbindung u. dem Fehlen einer Rotation um eine Doppelbindung. (J. chem. Physics 17. 595—98. Juli 1949. Eugene, Ore., Univ., Dep. of Chem.) GOTTFRIED. 400

San Ichiro Mizushima, Yonezo Morino und Takehiko Simanouti, *Bemerkung über die Produktenregel für Rotationsisomere*. Vff. nehmen auf eine Arbeit von BERNSTEIN (C. 1950. I. 393) Bezug, in der er die Anwendung der Produktenregel für die Rotationsisomeren von 1,2-Dichloräthan u. 1,2-Dibromäthan vorgeschlagen hatte. Er hatte geschlossen, daß das weniger stabile Isomere nicht die cis-Form sein könnte. Er hatte die Regel jedoch nicht auf die „schiefe“ (gauche)-Form angewandt. Vff. zeigen, daß die Anwendung der Produktenregel auf diese Form möglich ist, denn sie berechneten die 9-Matrix für die allg. Form mit C₂-Symmetrie. (J. chem. Physics 17. 663. Juli 1949. Tokyo, Univ., Fac. of Sci., Chem. Labor.) GOTTFRIED. 400

San-ichiro Mizushima, Yonezo Morino, Itaru Watanabe und Takehiko Simanouti, *Die Energiedifferenz zwischen den Rotationsisomeren von 1,2-Dichloräthan*. In der in vorst. Ref. zitierten Arbeit von BERNSTEIN war auch über die Best. der Energiedifferenz zwischen den Rotationsisomeren von 1,2-Dichloräthan aus den Intensitätsänderungen der Infrarotabsorptionsspektren mit der Temp. berichtet worden. Sie war zu $\Delta E = 1100 \pm 50$ cal/Mol gefunden worden. Auf Grund der gleichen Messungen hatten SIMANOUTI, TSURETA u. MIZUSHIMA (Sci. Pap. Inst. physic. chem. Res., Tokyo 42. [1945.] Chem. 51) $\Delta E = 1030$ bestimmt. Auf Grund der Änderung des scheinbaren Dipolmoments mit der Temp. hatten WATANABE, MIZUSHIMA u. MORINO (J. chem. Physics 39. [1942.] 401) ΔE zu 1210 cal/Mol bestimmt. Elektronenbeugungsunters. an gasförmigen 1,2-Dichloräthan konnten unter der Annahme dieses Wertes der Energiedifferenz befriedigend gedeutet werden. Für die Energiedifferenz der Rotationsisomeren von 1,2-Dibromäthan fanden Vff. aus der Änderung der Intensitäten der Absorptionsfrequenzen 1192 cm^{-1} (trans-Isomeres) u. 1236 cm^{-1} („gauche“-Isomeres) mit der Temp. $\Delta E = 1450$ cal/Mol. Aus der Änderung des scheinbaren Dipolmomentes mit der Temp. ergab sich $\Delta E = 1400$ cal/Mol. (J. chem. Physics 17. 663. Juli 1949.) GOTTFRIED. 400

H. H. Hodgson und D. Bailey, *Die Bedeutung des Fehlens von geometrischen Isomeren bei den Diazoarylsulfonaten, -sulfonaten und -sulfonen für die Deutung der Struktur der Hantzschschen „syn“- und „anti“-Diazosulfonate*. Vff. haben in früheren Arbeiten (vgl. z. B. HODGSON u. MARSDEN, C. 1944. I. 532) bewiesen, daß die von HANTZSCH für syn- u. anti-Formen der *Diazosulfonate* gehaltenen Verb. die Struktur von Diazoarylsulfiten $\text{Ar}\cdot\text{N}=\text{NOSO}_2\text{Me}$ bzw. von Diazoarylsulfonaten $\text{Ar}\cdot\text{N}=\text{NSO}_2\text{Me}$ haben. Sie geben jetzt einen Überblick über die bisher in der Literatur beschriebenen Formen bei *Diazoarylsulfonaten* (I), *Diazoarylsulfonaten* (II) u. *Diazoarylsulfonen* (III). Bei den I erfolgt nach den bisherigen Unters. die Bindung immer über eine O-Brücke, eine Struktur Ia mit N—S-Bindung ist aus theoret. Gründen unmöglich. Während die in festem Zustand gefärbten I kovalente



Bindungen besitzen, also Diazoarylsulfite darstellen, können die farblosen I als Salze, Diazoniumsulfite angesehen werden. Da die N—O-Bindung leicht aufgespalten werden kann, kuppeln die I mit β -Naphthol. — II-Verb. gehen im allg. sehr leicht in III über, analog zum Übergang Diazoarylsulfit \rightarrow Diazoarylsulfonat, bekannt ist allein *o*-Nitrobenzoldiazonium-*o*-nitrobenzolsulfonat, dessen Eigg. auf das Vorliegen eines Gleichgewichts zwischen der ion. u. der kovalenten Form bei dieser Verb. wie bei den I hinweisen. Bei III-Verb. ist keine Isomerie beobachtet worden, hier ist nur N—S-Bindung möglich; ebenso bei *Diazoarylthiosulfaten* $\text{Ar}_1\text{N}=\text{NSO}_2\text{SAr}_2$. Dies Fehlen an Isomeren bei den I, II u. III, bei denen

jeweils eine Bindungsart (N—O oder N—S) ausgeschlossen werden kann, werten Vff. als neuen Beweis für ihre Theorie, daß bei den Diazosulfonaten keine geomet. Isomerie, sondern Bindungsisomerie vorliegt. (J. Soc. Dyers Colourists 65. 231—33. Mai 1949. Huddersfield u. Halifax, Techn. Coll.) KRESSE. 400

W. W. Udowenko und R. P. Airapetowa, *Untersuchung von Systemen mit Ameisensäure*. In Bzl., F. 5,5^o, als kryoskop. Lösungsm. wird das Mol.-Gew. bestimmt u. das Mol.-Gew.-Zus.-Diagramm aufgenommen. Im Syst. HCOOH (I)—C₈H₅NO₂ ist der komplizierte Verlauf der Isokonzentrate wie die Isothermen der Viscosität u. der Leitfähigkeit durch die chem. Rk. der Komponenten bedingt. Bei geringer Konz. überwiegt die chem. Rk. u. die Kurve ist gegen die Zus.-Achse konkav, bei hoher Konz. überwiegt die Dissoziation der assoziierten Säuremoll. u. die Kurve ist konvex, der geradlinige Verlauf zeigt die Kompensation beider Wirkungen. Für I—CH₃COOH sind die Kurven infolge der Überlagerung der auf das scheinbare Mol.-Gew. entgegengesetzt wirkenden Dissoziation der assoziierten Moll. u. der chem. Umsetzung geradlinig. Die Rk. zwischen den Säuren wird durch die Viscositätskurve bestätigt, nicht aber durch das konvexe Leitfähigkeitsdiagramm. Bei I—HCOOC₂H₅ (II) u. I—(C₂H₅)₂O (III) verlaufen alle Kurven über ein nach I sich verschiebes Maximum infolge einer starken Rk. der Komponenten. Bei I—II sind die Viscositätskurven konvex u. nur die Leitfähigkeit u. das Mol.-Gew.-Diagramm zeigen die chem. Rk. an. Bei I—III wird diese nur durch das Maximum der Mol.-Gew.-Kurve u. den positiven Wärmemischeffekt angezeigt. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 19. (81.) 157—64. Jan. 1949. Mittelasiat. Staats-Univ., Labor. für physikal. Chem.) LEBTAG. 400

D. Ss. Konowalow und Je. N. Migotina, *Zur Frage der Pyrolyse von Milchsäurederivaten*. Auf Grund von Literaturangaben werden die therm. Rkk. der α -Acetoxypropionsäureester (Methyl-, Allyl-, Methallyl-, Phenyl- u. o-Tolyester) durch empir. Formeln beschrieben, welche den Reaktionsgleichungen zweiter Ordnung ähnlich sind. Ferner werden die Geschwindigkeitskonstanten der Zers. der Ausgangsester u. der Bldg. der entstehenden Acrylsäureester berechnet. Die abgeleiteten Konstanten ändern sich mit der Temp. entsprechend der Gleichung von ARRHENIUS. Es wird darauf hingewiesen, daß die mögliche Entstehung eines kurzlebigen Acetatradikals in den Zersetzungsprodd. für die Zersetzungsgeschwindigkeit richtunggebend sein kann. (Журнал Прикладной Химии [J. angew. Chem.] 22. 910—13. Aug. 1949.) ТРОФИМОВ. 400

C. F. Cullis und F. J. Stubbs, *Einfluß der Struktur auf die Reaktionsgeschwindigkeit einiger organischer Verbindungen*. 1. Oxydationsgeschwindigkeit von Paraffinen. Die Oxydierbarkeit von n. gesätt. KW-stoffen in der Gasphase wächst mit wachsender Kettenlänge, sie nimmt ab mit zunehmender Verzweigung (Trans. Faraday Soc. 2. [1947.] 111). Die Oxydierbarkeit wird also hauptsächlich durch die Zahl der Methylgruppen u. ihre Nachbarschaft zum Angriffspunkt der Oxydation bestimmt. Die Methylgruppen üben offenbar eine stabilisierende Wrkg. aus. Setzt man die stabilisierende Wrkg. eines CH₃ auf das benachbarte C gleich 1,0, u. nimmt man an, daß diese Wrkg. für jedes C zwischen CH₃ u. dem Angriffspunkt um 1/3 abnimmt, dann kann man für alle paraffin. KW-stoffe einen „Stabilitätsfaktor“ berechnen. Bei CH₃·CH₂·CH₂·CH(CH₃)₂ berechnen sich für die Angriffspunkte a, b, c folgende Stabilitätsfaktoren: a = 1,0 + (1,0 × 1/3 × 1/3) + (1,0 × 1/3 × 1/3) = 1,22; b (entsprechend) = 1,0; c = 2,11. Der Angriffspunkt der Oxydation wird also b sein, daher der Stabilitätsfaktor des Mol. 1,0. — Die so berechneten Stabilitätsfaktoren einer Reihe von KW-stoffen stehen in einem engen Zusammenhang mit der beobachteten Oxydationsgeschwindigkeit (dargestellt in einem Diagramm). — Chlorierte KW-stoffe verhalten sich bei der Oxydation ähnlich wie die KW-stoffe. Aus der gemessenen Oxydationsgeschwindigkeit von 1-Chlorbutan bzw. 2-Chlorbutan berechnen Vff. nun die stabilisierende Wrkg. einer CH₂Cl-Gruppe zu 0,33 (gegenüber 1,0 für CH₃) u. für die einer CHCl-Gruppe zu —0,45. Die mit diesen Werten berechneten Stabilitätsfaktoren einer Reihe chlorierter KW-stoffe fügen sich gut in die Kurve Oxydationsgeschwindigkeit/Stabilitätsfaktoren der KW-stoffe ein. — 2. Die Benzoylierungsgeschwindigkeit substituierter Aniline in Bzl. steht in direktem Zusammenhang mit der Aktivierungswärme E. Der Einfl. eines Substituenten auf die Reaktionsgeschwindigkeit kann also durch E ausgedrückt werden. Bei den Toluidinen u. Chloranilinen ergibt sich ein entgegengesetzter Einfl. von CH₃ u. von Cl auf E: CH₃ vermindert E, Cl erhöht E (nur bei den m- u. p-Verbb.; die o-Verbb. verhalten sich infolge des ortho-Effekts anomal). — Da die Einführung der Substituenten die Elektronendichte am Reaktionsort ändert, muß auch ein Zusammenhang zwischen E u. der Polarität der Verbb. bestehen: die Zusammenstellung der E-Werte mit den Werten für das Dipolmoment bestätigt dies. — Bei den disubstituierten Anilinen läßt sich E aus der Summe der Einzeleffekte der Substituenten in guter Übereinstimmung berechnen. Ferner besteht eine geradlinige Beziehung zwischen

dem Logarithmus der Geschwindigkeitskonstanten der Benzoylierung u. dem der Dissoziationskonstanten verschied. substituierter Aniline. — Die entgegengesetzten Einflüsse von CH₃ u. von Cl wirken sich unter verschied. Bedingungen verschied. aus: Bei der Benzoylierung der Aniline bewirken CH₃-Gruppen als Substituenten im Kern durch ihre Neigung, Elektronen abzugeben, eine Verminderung der Elektronendichte am N des Amins u. erleichtern so die Rk., während die Cl-Atome im Kern infolge der Neigung, Elektronen zu binden, die Elektronendichte am N erhöhen u. damit die Reaktionsgeschwindigkeit vermindern. Bei der Oxydation der Paraffine, deren wichtigster Teilschritt die Öffnung der —O—O—Bindung der intermediären Peroxyde ist, erhöhen die Methylgruppen als Elektronengeber die Stabilität der Peroxyde, während die Cl-Atome die Öffnung der Bindung erleichtern. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. 457—61. Mai/Juni 1949. Oxford, Labor. Prof. Hinshelwood.)

L. LORENZ. 400

T. I. Kunin, *Untersuchungen auf dem Gebiet der Rongalitherstellung*. 2. Mitt. *Geschwindigkeit und Mechanismus der Zersetzung von Rongalilösungen*. (1. vgl. Журнал Прикладной Химии [J. appl. Chem.] 21. [1948.] 685.) Die Zers. von Rongalitlsgg. stellt einen komplizierten Prozeß mit vielen nebeneinander verlaufenden Rkk. dar. Die Endzus. der Zersetzungsprod. ist abhängig von der Zerfallsgeschwindigkeit (A) von Formaldehyd u. von der Zersetzungsgeschwindigkeit (B) von Sulfoxylat (NaHSO₂). Wenn A > B ist, verläuft der Prozeß mit abnehmendem p_H-Wert, im umgekehrten Fall, B > A, mit steigendem p_H-Wert. Bei Temp. von 80° u. darunter ist A > B, bei 100° u. darüber ist B > A, wobei A proportional der Konz. von W. oder umgekehrt proportional der Konz. der Lsg. ist. Bei 120° u. mehr tritt eine intensive Entw. von HCHO u. H₂S ein. In stark saurer Lsg. verläuft der Prozeß unter S-Ausscheidung. Die Geschwindigkeit des Zersetzungsprozesses der Lsgg. wird durch kinet. Gleichungen 2. Ordnung wiedergegeben. (Журнал Прикладной Химии [J. angew. Chem.] 22. 199—206. Febr. 1949. Iwanowo, Chem.-technol. Inst.)

TROFIMOW. 400

C. A. Bunton, *Die Oxydation von α-Diketonen und α-Ketosäuren durch Wasserstoffperoxyd*. Bei der Oxydation von α-Diketonen u. α-Ketosäuren mit H₂O₂ (I) tritt Sprenzung einer C—C-Bindung ein. In Fortsetzung früherer Arbeiten (BUNTON, MINKOFF u. a., Nature [London] 161. [1948.] 172) wird die Kinetik dieser Oxydationen in wss. Lsg. untersucht, wobei eine sehr bemerkenswerte Katalysierung durch Basen zu beobachten war. Es wird angenommen, daß als geschwindigkeitsbestimmende Rk. eine Addition des nucleophilen Hydroperoxytions HOO⁻, das durch die Ionisierung des I gebildet wird, an die CO-Gruppe stattfindet (in Analogie zum CN⁻). Über die Lebensdauer der als Zwischenprod. aufzufassenden Additionsverb. kann nichts ausgesagt werden. Sie zerfallen im Falle der α-Diketone in Carbonsäureion u. Carbonsäure, im Falle der α-Ketosäuren in Carbonsäureion, W. u. CO₂. Die basenkatalysierte I-Oxydation wird beobachtet bei *Diacetyl* u. *brenztraubensaurem Na*, ebenso bei *Benzil* u. *phenylglyoxylsaurem Na*. Da bei den letzten beiden Verb. keine Enolform auftreten kann, ist der Reaktionsmechanismus nur ohne eine solche erklärbar. Das Auftreten freier Radikale ist unter den Versuchsbedingungen auszuschließen, da I in Ggw. schwach saurer Ferro- oder Ferrisalze, eine bekannte Quelle freier Hydroxylradikale (HABER u. WIESS, Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A 147. [1934.] 333) nur sehr schwer Phenylglyoxylsäure decarboxyliert. Brenztraubensäure kann sogar durch Oxydation von Milchsäure mit Ferrosulfat u. I dargestellt werden (FENTON u. JONES, 1900). (Nature [London] 163. 444. 19/3. 1949. London, W. C. 2, Univ. Coll., Sir William Ramsay and Ralph Forster Labor.)

BECKE. 400

Emanuele Oliveri-Mandajà und Erasmo Deleo, *Reaktionen mit Sonnenlicht*. 8. Mitt. *Umwandlung von Isatin in Isatyd*. (7. vgl. Gazz. chim. ital. 78. [1948.] 204.) Setzt man eine alkoh. Lsg. von *Isatin* u. der gleichen Menge *Acenaphthen* 7 Monate dem Sonnenlicht aus, so entsteht statt der erwarteten Anlagerungsverb. an der β-ständigen CO-Gruppe als einziges Prod. *Isatyd*, C₁₆H₁₂O₄N₂, F. 242—243°. Es bildet sich durch Red. auf Kosten des *Acenaphthens*, das dabei zu *Acenaphthylen* (Pikrat, F. 200—202°) dehydriert wird. *Isatin* allein in alkoh. oder Äthylätherlsg. bleibt bei Bestrahlen durch UV oder Sonnenlicht unverändert. (Gazz. chim. ital. 79. 337—39. Mai 1949. Palermo, Univ., Ist. di Chimica Generale.)

V. DECHEND. 400

G. I. Kudrjawzew und Je. A. Schilow, *Katalytische Effekte bei der Cannizzaro-Reaktion*. Vff. untersuchen den katalyt. Effekt von Peroxyden u. Metallen bei der *Cannizzaro-Rk.* (I), da in der Literatur hier sehr widersprechende Ansichten vertreten werden. In der letzten Zeit konnte ALEXANDER (J. Amer. chem. Soc. 69. [1947.] 289) keinen katalyt. Effekt der Peroxyde bei I des *Benzaldehyds* feststellen. Vff. konnten ohne Kenntnis dieser Arbeit feststellen, daß für *Benzaldehyd* in wss.-alkoh. u. dioxan-wss. Lsg. u. für *m-Benzaldehydsulfonat* in wss. Lsg. die I mit meßbarer Geschwindigkeit bei völliger Abwesenheit von Peroxyden u. sogar in Ggw. von Antioxydantien verläuft, wobei die kinet. Konstanten bei sonst gleichen Bedingungen unverändert bleiben u. mit den Konstanten für nicht bes.

gereinigte Aldehyde übereinstimmen. Die Zugabe von Peroxyden (0,04—0,1 Mol-% H₂O₂ oder Benzoylperoxyd) beschleunigt aber sehr merklich die Rk., u. zwar um so stärker, je mehr Peroxyd zugesetzt wird. Die Geschwindigkeitskonstanten nehmen aber mit der Zeit merklich ab u. nähern sich den n. Werten, was durch die Zers. der Peroxyde in Ggw. von Alkali erklärt wird. Die Ggw. von Peroxyden bei I führt zum Auftreten eines neuen zusätzlichen Reaktionsverlaufs; die Grund-Rk. unter dem Einfl. des OH-Ions geht aber unabhängig vom Peroxyd weiter. Der Einfl. von Metallen auf die I wurde am Benzaldehyd u. *Salicylaldehyd* untersucht. Außer Ag wirken auch Co, Ni u. Cu, u. zwar nur im metall. Zustand, katalyt.; die Hydroxyde dieser Elemente, wie auch Hydroxyde vom Fe u. Mn sowie metall. Fe sind unwirksam. Es wird angenommen, daß die katalyt. Wrkg. der Metalle bei der I mit der Fähigkeit der Metalle, die Dehydrierung zu katalysieren, zusammenhängt. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 64. 73—76. 1/1. 1949. Inst. für organ. Chem. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) v. FÜNER. 400

B. G. Edwards, *Ultraviolettenspektren einiger Indolderivate einschließlich des Tryptophans und Gramicidins*. Die Absorptionsspektren des *Tryptophans* (I) sowie einiger diesem verwandten Verbb. u. Derivv. einschließlich des *Gramicidins* (II) wurden gemessen u. verglichen, woraus der Geh. an I in II zu 39,3% berechnet werden konnte. — *Tryptophan* (in W.) $\lambda_{\max} = 2710 \text{ \AA}$ ($10^{-3} \cdot \epsilon_M = 4,6$); 2810 (5,30); 2875 (4,33); (in 25% ig. A.) 2700 (4,60); 2810 (5,30); 2875 (4,33); (in 95% ig. A.) 2750 (5,41); 2800 (5,77); 2905 (4,97). — *Acetyl-I* (in 25% ig. A.) 2650; 2800, 2825 (5,19); 2905 (4,81); (in 95% ig. A.) 2740 (5,09); 2825 (5,60); 2905 (4,89). — *Indol* (alle folgenden in 95% ig. A.) 2725 (6,12); 2775 (6,00); 2875 (4,85). — *Skatol*, 2750 (4,55); 2825 (4,91); 2900 (4,12). — *2,3-Dimethylindol*, 2830 (6,86); 2900 (5,98). — *1,3-Dimethylindol*, 2825, 2920 (5,44). — *Methylskatol*, 2750 (5,26); 2830 (5,48); 2930 (4,48). — *Methylol-2,3-dimethylindol*, 2825 (7,05); 2920 (5,65). — *Methylenbis-[1,3-dimethylindol]*, 2870 (berechnet für I, 6,59); 2950 (6,39). — *Benzoyl-I*, 2750 (6,42); 2810 (6,48); 2900 (5,24). — *3,4,5,6-Tetrahydro-4-carbolin-5-carbonsäure*, 2775 (6,63); 2885 (5,61). — *Gramicidin* (angenommenes Molgewicht 3000 u. 6 Mol I per Mol II), 2750 (berechnet für I, 5,15); 2825 (5,56); 2905 (4,87). — *Methylol-II* (wie bei II), 2750 (5,13); 2825 (5,42); 2950 (4,39). (Arch. Biochemistry 21. 103—08. März 1949. Albany, Calif., Western Regional Res. Labor.) GIBIAN. 400

B. C. Vickery und K. G. Denbigh, *Die Polarisierbarkeit der Bindungen*. 2. Mitt. *Bindungsrefraktionen bei den Alkanen*. (1. vgl. C. 1941. I. 3493.) Die Polarisierbarkeit ist zweifellos wie auch die mit ihr zusammenhängenden Eigenfrequenzen der Moll. eine Bindungsgrö., auch die Anisotropie in der Polarisierbarkeit kann leicht auf Eigentümlichkeiten in den Bindungen zurückgeführt werden. Vff. halten daher auch eine Zus. der Mol.-Refr. organ. Verbb. durch Summierung von Bindungsrefraktionen, die auch rechner. Vorteile bietet, für physikal. sinnvoller als eine Verwendung von Atomkonstanten. Sie prüfen das Verf. an 196 geradkettigen u. verzweigten aliph. KW-stoffen u. erhalten als Mittel für die Bindungsrefraktion [CC] 1,296 cm³/Mol. bzw. [CH] 1,674 cm³/Mol., die mittlere Abweichung der beobachteten Werte von den mit Hilfe dieser Konstanten berechneten beträgt 0,5%. Konstitutionelle Einflüsse machen sich bei dieser Berechnungsart übersichtlich bemerkbar: bei verzweigten KW-stoffen bewirken Methylgruppen, die in 2-Stellung stehen, eine Erhöhung der Mol.-Refr. gegenüber dem berechneten Wert um 0,026 ± 0,011 cm³/Mol., in sämtlichen anderen Stellungen eine Erniedrigung um 0,143 ± 0,016 cm³/Mol. Äthylgruppen u. längere Seitenketten erniedrigen die Mol.-Refr. stets, u. zwar um 0,244 ± 0,026 bzw. 0,307 ± 0,030 cm³/Mol. Eine erweiterte Aufteilung der Bindungsrefraktionen je nach Art der nächsten Nachbarn, die auch diese Besonderheiten erfassen würde, halten Vff. für unnötig u. zu kompliziert. — Bei den höheren Gliedern der n-Alkane tritt eine leichte Exaltation auf, deren Grund noch nicht geklärt ist, vielleicht handelt es sich hierbei um einen Temperatureffekt (Messungen von n bei höheren Temp.) oder um eine allg. auftretende Verunreinigung der Verbb. durch höhermol. Alkane; verzweigte höhere KW-stoffe zeigen diese Eigentümlichkeit nicht. — Statist. sind alle beobachteten konstitutionellen Einflüsse nicht zu erklären. (Trans. Faraday Soc. 45. 61—81. Jan. 1949. Welwyn, Herts., Butterwick Res. Labor., Imp. Chem. Ind. Ltd.) KRESSE. 400

Fred Fairbrother und Bernard Wright, *Die Ionisation des Triphenylmethylbromids durch Zinn-(4)-bromid*. Es werden die Gleichgewichtskonstanten für die Ionisation u. Dissoziation gemäß: $(C_6H_5)_3CBr + SnBr_4 \rightleftharpoons [(C_6H_5)_3C^+ \cdot SnBr_4^-] \rightleftharpoons (C_6H_5)_3C^+ + SnBr_4^-$ auf Grund spektrograph. Extinktionsmessungen in verschied. Lösungsmitteln (Äthylbromid, Äthylbromid, Brombenzol, Chlorbenzol u. Bzl.) bestimmt. Der%-Geh. an dem u. in Lsg. ionisierten — Triphenylmethylbromid-SnBr₄-Komplex schwankt zwischen 0,03% in sehr verd. Benzollsg. bis zu ca. 8% in 5 · 10⁻³ mol. Äthylbromidlösung. In den einzelnen Lösungsmitteln ändert sich der mol. Extinktionskoeff. für den Komplex ungefähr linear mit der Konz. der Lösung. Einige Verss. mit Gemischen aus Triphenylmethylbromid u. Methyltribromzinn in Bzl. zeigten, daß Ersatz eines Br durch CH₃

prakt. die katalyt. Wirksamkeit der Zinnverb. aufhebt. (J. chem. Soc. [London] 1949. 1058—61. Mai. Manchester, Univ.) HENTSCHEL. 400

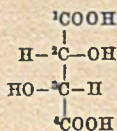
R. P. Bell und J. A. Fendley, *Elektrometrische Messung der freien Bildungsenergie von Naphthalinpicrat*. Nach der von BRÖNSTED (Z. physik. Chem. 77. [1911.] 284) vorgeschlagenen Meth. bestimmten Vff. die freie Bildungsenergie von Naphthalinpicrat (I). Sie verglichen dazu die EMK. von Zellen, deren Elektrolyt einmal gesätt. Pikrinsäurelsg. war, zum anderen eine Lsg., die durch Schütteln von I mit W. entstand. Als Elektroden dienten eine Glaselektrode u. eine mit Hg-Pikrat (II) bedeckte Hg-Elektrode. Für die freie Bildungsenergie von I bei 25° folgt aus den gefundenen Werten in guter Übereinstimmung mit früheren Daten 2050 cal/Mol. — I wurde in gelben Nadeln beim Vermischen der Lsgg. von Na-Pikrat u. HgNO₃ erhalten, es entzündet sich beim Erhitzen, detoniert aber nicht. (Trans. Faraday Soc. 45. 121—22. Jan. 1949. Oxford, Phys. Chem. Labor.) KRESSE. 400

J. Karle, *Verdampfung von Einfachlagen von polaren Kohlenwasserstoffen*. Einfachschichten von Cerotinsäure u. n-Octadecylamin wurden auf Natronglasplatten aus der Schmelze der reinen Prodd. erhalten. Die Verdampfungsgeschwindigkeit dieser Filme wurde aus der Geschwindigkeit der Abnahme der Intensität der gestreuten Elektronen relativ zu der des Substrats festgestellt. Es wurde gefunden, daß während der gesamten Verdampfung die Struktur des Films sich nicht änderte. Hieraus ergibt sich, daß der Film in Form von einzelnen Flecken auf der Oberfläche vorhanden ist u. daß die Verdampfung hauptsächlich von den Kanten dieser Flecken her erfolgt. Der Hauptgrund für die Verdampfungsverss. war, die Verdampfung bei verschied. Temp. zu studieren, um die Aktivierungsenergie zu erhalten u. eine Verb. zwischen dieser Energie u. der Bindungsenergie der Moll. miteinander u. zu der Unterlage herzustellen. Es wurde gefunden, daß, wenn die relative Menge des verdampften Materials klein war, die Verdampfungsgeschwindigkeit der Geschwindigkeitsgleichung einer Rk. erster Ordnung folgte. Die spezif. Reaktionsgeschwindigkeit für eine bestimmte Temp. erhält man aus der Neigung der Kurve des Logarithmus der Streuintensität gegen die Zeit. Aus der Theorie der Reaktionsgeschwindigkeiten erhält man die spezif. Reaktionsgeschwindigkeit K durch die Gleichung $K = A e^{-E/RT}$, wobei E die Aktivierungsenergie u. A den Frequenzfaktor bedeuten, der sich nicht sehr schnell mit der Temp. ändert. Die Aktivierungsenergie für den endothermen Verdampfungsprozeß kann man daher berechnen aus einer Best. von K bei zwei verschied. Temperaturen. Die endotherme Aktivierungsenergie ist zusammengesetzt aus der Aktivierungsenergie für den exothermen Prozeß, die gewöhnlich ein kleiner Teil der gesamten Energie ist, plus der Bindungsenergie der verdampfenden Moleküle. Für Cerotinsäurefilme auf Natronglas wurde für die Aktivierungsenergie der Verdampfung 6 kcal gefunden. (J. chem. Physics 17. 500. Mai 1949. Washington, D. C., U. S. Naval Res. Labor.) GOTTFRIED. 400

Gilson H. Rohrbach und George H. Cady, *Oberflächenspannung und Brechungsindices von Perfluorpentanen*. Die Arbeit ergänzt die bereits aufgestellten Unterss. zur Best. der physikal. Eigg. der Perfluorpentane, von denen D., F., Umwandlungstemp. u. Viscosität bereits gemessen wurden, u. untersucht den Brechungsindex u. die Oberflächenspannung. Die verwendeten Apparaturen werden beschrieben u. die Meßergebnisse in Tabellen bzw. Kurven dargestellt. Die Brechungsindizes wurden in einem großen Wellenbereich bei 15° von n-C₅F₁₂ (n_D¹⁵ = 1,2412), Iso-C₅F₁₂ (n_D¹⁵ = 1,2474), Cyclo-C₅F₁₀ (n_D¹⁵ = 1,2581), n-C₆HF₁₁ (n_D¹⁵ = 1,2525) u. Cyclo-C₆HF₉ (n_D¹⁵ = 1,2723) gemessen u. sowohl die Größenordnung als auch die Streuung sehr klein gefunden. Die Oberflächenspannung der Perfluorpentane u. von n-C₇F₁₆ wurde bei Temp. zwischen 0 u. 40° gemessen u. festgestellt, daß diese bei n-C₅F₁₂ kleiner als alle bisher gefundenen Werte einer bei diesen Temp. normalerweise fl. Verb. ist. (J. Amer. chem. Soc. 71. 1938—40. Juni 1949. Seattle, Wash., Univ., Dep. of Chem. and Chem. Engng.) JÄGER. 400

Jürg Waser, *Die absolute Konfiguration der d-Weinsäure*. Es ist bekanntlich auf Grund röntgenograph. Unters. allein nicht möglich, eine Unterscheidung zwischen den beiden möglichen enantiomorphen Strukturen eines opt.-akt. Kristalls zu treffen. In günstigen Fällen ist jedoch dann eine Unterscheidung möglich, wenn die Flächenentw. der betreffenden Kristalle mit berücksichtigt wird. Die kürzlich von BEEVERS u. STERN (C. 1949. II. 961) durchgeführte Strukturunters. der d-Weinsäure macht nun eine absol. Best. der strukturellen Konfiguration dieser Säure möglich. Der morpholog. Unterschied der beiden Säuren besteht nun darin, daß bei der d-Weinsäure das rechte Sphenoid (0 1 1) [Flächen (0 1 1) u. (0 1 $\bar{1}$)] auftritt, bei der l-Weinsäure das entsprechende linke Sphenoid.

Aus der gefundenen Kristallstruktur geht nun deutlich hervor, daß als Hauptwachstumsflächen nur die Flächen (0 1 1) u. (0 1 $\bar{1}$) in Frage kommen. Die absol. Konfiguration der d-Weinsäure ist daher durch die nebenst. Projektionsformel gegeben mit dem Vorbehalt, daß die Hydroxylgruppen u. die Methylwasserstoffe unter der Ebene liegen, die die C-Atome 2 u. 3 enthalten u. die Carboxylgruppen oberhalb dieser Ebene liegen. Diese Kon-



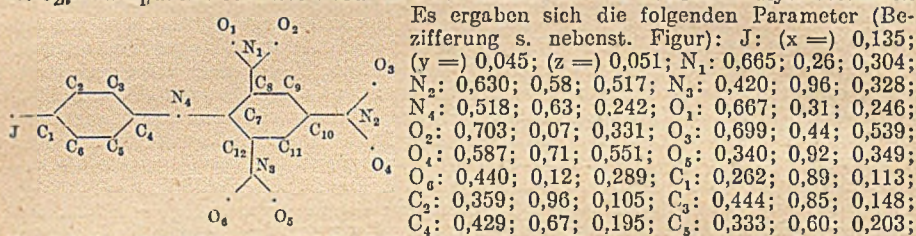
figuration ist gerade entgegengesetzt der von E. FISCHER gegebenen. (J. chem. Physics 17. 498—99. Mai 1949. Houston, Tex., Rice Inst.) GOTTFRIED. 400

V. Vand, T. R. Lomer und A. Lang, *Die Kristallstruktur der Form A von Kaliumcaprinat*. Von den Kaliseifen existieren wenigstens drei wasserfreie Formen A, B u. C sowie drei Formen D, E u. F von wasserhaltigen neutralen u. geradzahligen K-Seifen: Die Form A ist monoklin u. wird erhalten für Seifen mit 4—12 C-Atomen; die Form B ist triklin u. wurde erhalten für Seifen mit 12—18 C-Atomen pro Molekül. C wurde nur bei höheren Temp. beobachtet. D ist wahrscheinlich ein kristallines Hydrat, das nur bei tieferen Temp. stabil ist. E u. F schließlich sind kristallin-fl. u. stabil bei Zimmertemp. innerhalb eines schmalen Bereichs hoher Feuchtigkeiten. Das K-Salz der Caprinsäure wurde erhalten durch Neutralisieren einer alkoh. Lsg. von Caprinsäure mit alkoh. K_2CO_3 , das etwas H_2O enthält. Einkristalle in Form dünner Platten wurden durch sehr langsames Eindunsten der alkoh. Lsg. über $CaCl_2$ erhalten. Drehkristall-, Schwenkaufnahmen u. Aufnahmen mit bewegtem Film ergaben für die monokline Zelle die Elementarkörperdimensionen $a = 8,119 \pm 0,016$ Å, $b = 5,650 \pm 0,011$ Å, $c = 28,907 \pm 0,037$ Å, $\beta = 108^\circ 2' \pm 4'$. In der Zelle sind 4 Moll. $KC_{10}H_{19}O_2$ enthalten; Raumgruppe ist $C_{2h}^2 - P 2_1/a$. Die Struktur wurde mit Hilfe von zwei zweidimensionalen FOURIER-Analysen mit Projektionen auf eine Ebene senkrecht zur b-u. a-Achse ermittelt. Es wurden die folgenden Parameter festgelegt: K: ($x =$) 0,148; ($y =$) 0,250; ($z =$) 0,039; O: 0,425; 0,545; 0,059; O₂: 0,412; 0,960; 0,051; C₁: 0,445; 0,722; 0,073; C₂: 0,442; 0,743; 0,130; C₃: 0,480; 0,490; 0,150; C₄: 0,476; 0,509; 0,211; C₅: 0,510; 0,256; 0,232; C₆: 0,500; 0,277; 0,290; C₇: 0,530; 0,022; 0,312; C₈: 0,540; 0,045; 0,369; C₉: 0,562; 0,790; 0,389; C₁₀: 0,566; 0,811; 0,450. In dem Gitter kreuzen sich die Säureketten u. der mittlere Abstand zwischen zwei benachbarten C-Atomen ist 2,598 Å, also deutlich größer als der sonst angenommene Abstand von 2,522 Å. Die Achse des Säuremol. bildet mit der (0 0 1)-Ebene einen Winkel von $57^\circ 30'$. Aus dem Auftreten einiger diffuser Reflexe — so sind die Reflexionen (1 1 1) u. (3 3 1) diffus, die (2 2 1)-Reflexionen dagegen scharf — muß geschlossen werden, daß sich die period. Struktur des Kristalls in gewissen Richtungen nicht über große Abstände hin erstreckt. Genauere Angaben können jedoch noch nicht gemacht werden; es kann jedoch soviel ausgesagt werden, daß sich die geordnete Struktur nicht über mehr als ca. 10 Schichten gleichzeitig erstrecken kann. (Acta crystallogr. [London] 2. 214—20. Aug. 1949. Port Sunlight, Ceshire, Lever Brothers and Unilever Ltd., Res. Dep.) GOTTFRIED. 400

C. J. Brown, *Die Kristallstruktur von Anilinderhydrochlorid*. Gute Kristalle von Anilinderhydrochlorid wurden aus alkoh. Lsg. erhalten. Die Dimensionen der monoklinen Elementarzelle wurden bestimmt zu $a = 15,84 \pm 0,03$ Å, $b = 5,33 \pm 0,03$ Å, $c = 8,58 \pm 0,03$ Å, $\beta = 101^\circ \pm 30'$. In der Zelle sind 4 Moll. enthalten; Raumgruppe ist Cc. Die Struktur wurde aufgeklärt mit Hilfe von PATTERSON- u. FOURIER-Analysen entlang den drei Hauptachsen. Es wurden die folgenden Parameter bestimmt: C₁: ($x =$) 0,343; ($y =$) 0,232; ($z =$) 0,292; C₂: 0,302; 0,030; 0,210; C₃: 0,212; 0,030; 0,178; C₄: 0,171; 0,232; 0,236; C₅: 0,212; 0,434; 0,320; C₆: 0,302; 0,434; 0,352; N: 0,430; 0,232; 0,324; Cl: 0; 0,768; 0. Die gefundene Struktur ist eine Ionenstruktur. Das Kation bildet der organ. Rest, in welchem die Bindungen von gewöhnlichem kovalentem Typ sind. Die Kristalle selbst sind polar. Der Benzolring ist regulär mit den C—C-Abständen 1,38; 1,40; 1,40; 1,39; 1,40 u. 1,40 Å, im Mittel $1,395 \pm 0,005$ Å. Benachbarte Benzolringe bilden einen Winkel von 64° miteinander. Der Abstand C—N beträgt 1,35 Å, während die Summe der Atomradien von C u. N nach PAULING 1,47 Å ist. Bei Durchsicht der einschlägigen Literatur ergab sich, daß in den Fällen, wo C direkt an N gebunden ist, der Abstand C—N kleiner ist als die obige Summe der Atomradien. Die Cl-Ionen sind von drei N- u. jedes N von je drei Cl-Ionen umgeben mit den Abständen 3,16; 3,16 u. 3,18 Å. Der kürzeste intermol. Abstand zwischen benachbarten Moll. beträgt 3,85 Å. Ganz allg. kann man sich die Struktur aufgebaut denken aus Schichten von Anilin u. Chlor parallel (1 0 0). Die Benzolringe sind so dicht wie möglich gepackt, um den Cl-Ionen die Möglichkeit zu geben, sich in gleichem Abstand mit möglichst viel N-Atomen umgeben zu können, was in dem vorliegenden Fall also nur drei ist. (Acta crystallogr. [London] 2. 228—32. Aug. 1949. Manchester, Imperial Chem. Industries Ltd. [Dyestuffs Div.], Res. Laborr.) GOTTFRIED. 400

Emmanuel Grison, *Kristallstruktur der drei polymorphen Formen von N-Pikryl-p-jodanilin*. N-Pikryl-p-jodanilin tritt in drei polymorphen Formen auf, einer roten (I) mit F. 191° , einer gelben (II) mit F. $185\frac{1}{2}^\circ$ u. einer orangefarbenen (III) mit F. 181° . Erhitzt man Einkristalle von III auf über 145° , so werden sie gelb u. verlieren ihre Durchsichtigkeit. Senkt man die Temp., so werden die Kristalle wieder orangefarben. Durch diese beiden aufeinanderfolgenden Umwandlungen haben die Kristalle jedoch ihren Einkristallcharakter vollkommen verloren u. bilden ein polykristallines Aggregat ohne jede bevorzugte Orientierung. Die gelben Kristalle von II wandeln sich oberhalb $170\text{—}175^\circ$

ebenfalls in I um. Im Gegensatz zu III erhält man beim Abkühlen nicht wieder die Form II, sondern die Form III. Umwandlungen II → III u. III → II wurden nicht beobachtet. — II bildet monokline flache Nadeln mit der zweizähligen Achse parallel der Nadelachse. Die Brechungsindizes (D-Licht) wurden bestimmt zu $n_\alpha = 1,680$ (Nadelachse), $n_\beta = 1,740$, $n_\gamma = 2,02$, $2V = 55\frac{1}{2}^\circ \pm \frac{1}{2}^\circ$. Die Elementarzelle hat die Dimensionen $a = 13,45 \text{ \AA}$, $b = 5,15 \text{ \AA}$, $c = 20,65 \text{ \AA}$, $\beta = 98^\circ 30'$. In der Zelle sind 4 Moll. enthalten; Raumgruppe ist $C_{2h}^2 - P 2_1/a$. Die Struktur wurde mittels PATTERSON- u. FOURIER-Analyse bestimmt.



Es ergeben sich die folgenden Parameter (Bezeichnung s. nebenst. Figur): J: ($x =$) 0,135; ($y =$) 0,045; ($z =$) 0,051; N_1 : 0,665; 0,26; 0,304; N_2 : 0,630; 0,58; 0,517; N_3 : 0,420; 0,96; 0,328; N_4 : 0,518; 0,63; 0,242; O_1 : 0,667; 0,31; 0,246; O_2 : 0,703; 0,07; 0,331; O_3 : 0,699; 0,44; 0,539; O_4 : 0,587; 0,71; 0,551; O_5 : 0,340; 0,92; 0,349; O_6 : 0,440; 0,12; 0,289; C_1 : 0,262; 0,89; 0,113; C_2 : 0,359; 0,96; 0,105; C_3 : 0,444; 0,85; 0,148; C_4 : 0,429; 0,67; 0,195; C_5 : 0,333; 0,60; 0,203; C_6 : 0,249; 0,71; 0,162; C_7 : 0,545; 0,62; 0,312; C_8 : 0,623; 0,46; 0,340; C_9 : 0,650; 0,44; 0,407; C_{10} : 0,600; 0,59; 0,448; C_{11} : 0,524; 0,76; 0,420; C_{12} : 0,494; 0,77; 0,352. Innerhalb des Mol. gelten die folgenden Abstände C—C (im Ring) = 1,40 Å, C—N = 1,40 Å, N—O = 1,23 Å, O—O = 2,20 Å, C—J = 2,1 Å u. C—NH = 1,45 Å. Das J-Atom befindet sich in der Ebene des Benzolrings, an den es gebunden ist. Die Bindung C₄—N₄ liegt nicht in der gleichen Ebene wie der Ring. Die NO₂— sind planar. Die p-NO₂-Gruppe liegt in der gleichen Ebene wie der Benzolring, an den sie gebunden ist. Die beiden anderen NO₂-Gruppen dagegen sind aus dieser Ebene herausgedreht, u. zwar die Gruppe N₁O₁O₂ um 28° u. die Gruppe N₃O₃O₆ um 55°. Außerdem sind die beiden Bindungen C₈N₁ u. C₁₂N₃ nicht in der Ebene der Benzolringe; die Winkel C₇C₈N₁ u. C₇N₁N₃ sind beide gleich 127°. Die Abstände O₁—N₄ u. O₆—N₄ betragen 2,75 bzw. 2,95 Å. Hauptsächlich der erste Abstand ist wesentlich kleiner als der VAN DER WAALSsche Abstand, was auf eine H-Bindung zwischen den beiden Atomen hindeutet. Die beiden Benzolringe selbst bilden einen Winkel von 65°. Der Valenzwinkel schließlich des Aminostickstoffs beträgt 138°. Im Gitter selbst sind die Moll. in zahlreichen Punkten in VAN DER WAALSchem Kontakt. Die J-Atome sind entlang der zweizähligen Achse im Kontakt mit J—J = 4,05 Å. — I ist ebenfalls monoklin. Die Brechungsindizes wurden bestimmt zu (D-Licht) $n_\alpha = 1,620$, $n_\beta = 1,750$ (Nadelachse), $n_\gamma = 1,99$, $2V = 81^\circ$. Die Elementarzelle hat die Dimensionen $a = 14,15 \text{ \AA}$, $b = 5,85 \text{ \AA}$, $c = 18,30 \text{ \AA}$, $\beta = 113^\circ$. Die Zelle enthält 4 Moll.; Raumgruppe ist $C_{2h}^2 - P 1/c$. Die Struktur wurde ebenfalls mittels PATTERSON- u. FOURIER-Analyse aufgeklärt. Die interatomaren Abstände, die Valenzwinkel u. die allg. Form des Mol. sind die gleichen wie in der Struktur von II, jedoch mit kleinen Änderungen, die jedoch außerhalb der Fehlergrenzen liegen. Ein etwas größerer Unterschied gegenüber II besteht in dem Valenzwinkel bei dem Aminostickstoffatom: der Winkel beträgt in diesem Fall nur 134° gegenüber 138° bei II. Ferner bildet die NO₂-Gruppe N₃O₃O₆ mit dem Benzolring einen Winkel von nur 45° gegenüber 55° bei II. Die Anordnung der J-Atome ist dieselbe wie bei II. — III bildet ebenfalls feine, flache, jedoch rhomb. Nadelchen. Opt. Achsen-ebene ist (0 1 0). Die Brechungsindizes sind $n_\alpha = 1,699$, $n_\beta = 1,741$, $n_\gamma = 2,3$, $2V = 38^\circ 50' \pm 30'$. Die rhomb. Elementarzelle hat die Dimensionen $a = 22,6 \text{ \AA}$, $b = 12,4 \text{ \AA}$, $c = 5,15 \text{ \AA}$; sie enthält 4 Moll.; Raumgruppe ist $P 2_1 2_1 - D_2$. Das Mol. von III hat dieselbe Form, dieselben Abstände u. die gleichen Valenzwinkel wie die Form II. Innerhalb des Gitters haben die einzelnen Moll. weniger Kontakt wie im Gitter der Form II. Die Struktur von III ist demnach weniger dicht als die der Form II. (Acta crystallogr. [London] 2, 410—17. Dez. 1949. Paris, Labor. Central des Services Chimiques de l'Etat.)

GOTTFRIED. 400

D₂. Präparative organische Chemie. Naturstoffe.

I. L. Knunjanz, O. W. Kildischewa und I. P. Petrow, *Umsetzungen von aliphatischen Oxyden mit Fluorwasserstoff*. 1. Mitt. Im Gegensatz zu den Feststellungen von SWARTS (Bull. Acad. roy. Méd. Belgique 7. [1914.] 17) stellen Vff. fest, daß aliph. dreigliedrige Oxyde in äther. Lsg. mit wasserfreiem HF reagieren unter Bldg. von Fluorhydrinen der Glykole. Vff. stellten mit guter Ausbeute Äthylenfluorhydrin, Propylenfluorhydrin, 1-Fluor-3-chlorpropanol-(2), 1,3-Difluorpropanol-(2), Isobutylfluorhydrin u. a. her. Diese Anlagerung von HF an organ. Oxyde verläuft analog der anderer Halogenwasserstoffe. Diese Meth. ermöglicht die Herst. weiterer Fluorverb. der aliph. Reihe.

Versuche: 1-Fluoräthanol-(2). In 500 cm³ gekühlten Ac. werden 20 g HF u. 20 g Äthylenoxyd gegossen u. in geschlossenem Kolben 6 Stdn. auf dem Wasserbad erwärmt,

nach Abkühlen mit Na_2CO_3 neutralisiert u. fraktioniert: Fraktion 98—105° ergab reines *Äthylenfluorhydrin*, Kp. 102—104°; $D_{20}^{20} = 1,102$; $n_D^{20} = 1,364$. α -*Naphthylurethan*, $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{NF}$, Nadeln, F. 125—127°. Fraktion 132—135°: *Monoäthylglykoläther*, $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$, $D_{20}^{20} = 0,9588$; $n_D^{20} = 1,4085$. Fraktion 172—174°: β -*Fluoräthyläther von Glykol*, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{F}$; $D_{20}^{20} = 1,1150$; $n_D^{20} = 1,4130$. — *1-Fluorpropanol-(2) (Isopropylfluorhydrin)*, $\text{C}_3\text{H}_7\text{OF}$, Kp. 107—108°, aus 500 cm^3 Ae., 10 g HF u. 25 g Propylenoxyd, 4 Stdn. erhitzt; Ausbeute 56%; $D_{20}^{20} = 1,0214$; $n_D^{20} = 1,3822$. α -*Naphthylurethan*, $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{NF}$, F. 81 bis 83°. — *1,3-Difluorpropanol-(2)*, $\text{C}_3\text{H}_6\text{OF}_2$, Kp. 40 59°, aus 500 cm^3 Ae., 10 g HF u. 20 g Epifluorhydrin, 6 Stdn. erhitzt; Ausbeute 40%; $D_{20}^{20} = 1,2443$; $n_D^{20} = 1,380$. — *1-Fluor-2-methylpropanol-(2) (Isobutylfluorhydrin) (I)*, $\text{C}_4\text{H}_9\text{OF}$, aus 200 cm^3 Ae., 11,0 g HF u. 20 g Isobutylenoxyd, 2 Stdn. erhitzt, Fraktion Kp. 63 50—51° mit W. behandelt u. Öl isoliert; *Tetramethylidioxan*, Kp. 136—137°; $D_{20}^{20} = 0,8906$; $n_D^{20} = 1,4130$. Aus wss. Lsg. I, Kp. 82 58°; $D_{20}^{20} = 0,9610$; $n_D^{20} = 1,3913$. — *Epifluorhydrin*, $\text{C}_3\text{H}_5\text{OF}$. Zu 150 cm^3 Ae. u. 40 g 1-Fluor-3-chlorpropanol-(2) wird KOH unter Rühren zugegeben u. 3 Stdn. erhitzt, Kp. 85—86° 4; $D_{20}^{20} = 1,090$; $n_D^{20} = 1,373$; Ausbeute 75%. — *1-Fluor-3-chlorpropanon*, $\text{C}_3\text{H}_4\text{OCIF}$, 50 g 1-Fluor-3-chlorpropanol-(2) werden in wss. Lsg. von 75 g $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ zugegeben u. in 3 Stdn. mit 90 g konz. H_2SO_4 versetzt, gerührt u. mit Bzl. ausgeschüttelt, Kp. 760 141,5—143,5°; $D_{20}^{20} = 1,296$; $n_D^{20} = 1,4235$. *Semicarbazon*, $\text{C}_4\text{H}_7\text{ON}_3\text{CIF}$, F. 111—112°. — *Glykol- β -fluoräthyläther*, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{F}$. Im Stahlballon werden 40 g Äthylenfluorhydrin in Kältemischung mit 10 g Äthylenoxyd versetzt u. 54 Stdn. auf 170 bis 180° erhitzt, Kp. 172—174°; $D_{20}^{20} = 1,1144$; $n_D^{20} = 1,4130$. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 19 (81.) 95—100. Jan. 1949. Moskau, Inst. für organ. Chem. der Akad. der Wiss. der UdSSR.)

OEHRN. 560

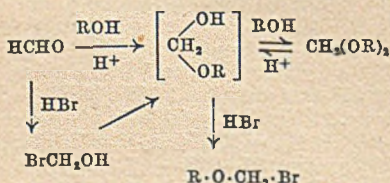
I. L. Knunjanz, O. W. Kildischewa und E. Bychowskaja, *Umsetzungen von aliphatischen Oxyden mit Fluorwasserstoff*. 2. Mitt. (1. vgl. vorst. Ref.) Vff. stellen *Äthylenfluorhydrine* aus den entsprechenden Cl-Verbb. durch Einw. von KF u. Polyfluoriden dar, wobei sich intermediär Äthylenoxyde bilden. KF hat hierbei alkal. Eig. u. spaltet HCl von Chlorhydrinen u. Halogenalkylen ab. Durch Umwandlungen der Fluorhydrine ist es möglich, organ. F-Verb. herzustellen, die früher unzugänglich waren. Mit Hilfe der β -Fluoräthylester von Sulfosäuren kann eine β -Fluoräthylierung von Verbb. mit beweglichen H-Atomen erzielt werden.

Versuche: *Äthylenoxyd*, aus Äthylenchlorhydrin u. KF; 90% (Ausbeute). *Äthylenfluorhydrin (I)*, aus 118 g K-Trifluorid u. 81 g Äthylenchlorhydrin im Stahlballon bei 100—110°, ausgeäthert, Kp. 101—103°; 30%. — *Chlormethyl- β -fluoräthyläther*, $\text{C}_3\text{H}_6\text{OCIF}$, 19,2 g I werden mit 49,0 g Trioxymethylen versetzt u. unter Kühlung mit HCl gesätt., untere Schicht getrocknet (MgSO_4) u. im N_2 -Strom dest., Kp. 60 42—43°, $D_{20}^{20} = 1,190$, $n_D^{20} = 1,4120$; 60%. — β -*Chlor- β' -fluordiäthyläther*, $\text{C}_4\text{H}_8\text{OCIF}$. 20 g β -Fluoräthylglykoläther in Bzl.-Pyridin werden unter Kühlung mit 21,4 g SOCl_2 versetzt, erwärmt, Benzolschicht getrocknet u. fraktioniert, Kp. 142—147°, $D_{20}^{20} = 1,137$, $n_D^{20} = 1,4170$; 24%. — β -*Fluorphenol*, $\text{C}_6\text{H}_5\text{OF}$, 30 cm^3 CH_3OH mit 1,15 g Na versetzt u. unter Kühlung 4,7 g Phenol zugegeben, danach unter Schütteln mit 11 g p-Toluolsulfosäure- β -fluoräthylester versetzt u. 4 Stdn. erhitzt, ausgeäthert; Ausbeute 4 g, F. 36,5°, Kp. 88—90°. — *Methylenglykol- β - β' -difluordiäthyläther*, $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_2\text{F}_2$. 30 g I mit 4,5 g Trioxymethylen versetzt u. unter Kühlung mit HCl gesätt., nach 72 Stdn. neutralisiert u. dest., Kp. 162—164°, $D_{20}^{20} = 1,1302$, $n_D^{20} = 1,3860$; 50%. — *Acetaldehyd- β - β' -difluordiäthylacetal*, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_4\text{F}_2$. Zu 40 g I u. 15,9 g CuSO_4 werden unter Kühlung 14,2 g Acetaldehyd zugegeben u. nach 10 Tagen fraktioniert, Kp. 30 80°, $D_{20}^{20} = 1,0914$, $n_D^{20} = 1,3936$; 20%. — β -*Fluoräthylmitril*, $\text{C}_4\text{H}_7\text{CNF}$. 20 g I u. die gesätt. Lsg. von 22 g NaNO_2 werden bei -5° mit 25 cm^3 HCl ($D = 1,19$) versetzt, obere Schicht mit W. gewaschen, getrocknet, dest., Kp. 65—66°, $D_{20}^{20} = 1,1409$, $n_D^{20} = 1,3572$; 40%. — *Tris- $[\beta$ -fluoräthyl]-phosphit* (gemeinsam mit N. M. Korneitschuk), $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_3\text{F}_3\text{P}$. 32 g I, 43,5 g Pyridin u. 50 cm^3 Ae. werden bei 5—6° mit 22,9 g PCl_3 in 20 cm^3 Ae. versetzt u. nach ca. 2 Stdn. fraktioniert, Kp. 3 114—116°, $D_{20}^{20} = 1,285$, $n_D^{20} = 1,417$. Fl. wirkt lähmend auf Nervensystem. — *Dichlorphosphorsäure- β -fluoräthylester*, $\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2\text{Cl}_2\text{FP}$. Zu 54 g POCl_3 werden 23 g I bei 20—22° zugegeben, 5 Stdn. gerührt u. fraktioniert, Kp. 30 106—107°, $D_{20}^{20} = 1,5367$, $n_D^{20} = 1,4400$; 35,4%. — *Tri- β -fluoräthylphosphat*, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_4\text{F}_3\text{P}$. Zu 29,0 g I, 39,3 g Pyridin u. 40 cm^3 Bzl. werden 23,2 g POCl_3 in 20 cm^3 Bzl. zugegeben u. 1 Stde. auf 55° erwärmt, Kp. 11 169°, $D_{20}^{20} = 1,367$; $n_D^{20} = 1,4043$; 60%. — β -*Fluoräthylchorsulfonat*. 25,0 g Sulfurylchlorid mit 6,4 g I bei 35—40° versetzt u. auf 60° erwärmt, Kp. 18 79—80°, $D_{20}^{20} = 1,4970$, $n_D^{20} = 1,4198$; 62%. Außerdem entsteht β - β' -*Dichloräthylsulfat* (12%), Kp. 2 81—82°. — β - β' -*Difluordiäthylsulfat*, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{F}_2\text{S}$. Äquimol. Mengen von I u. Sulfurylchlorid werden unter Kühlung zusammengegeben, 24 Stdn. auf 60—70° erwärmt u. fraktioniert, Kp. 2 82—84°, $D_{20}^{20} = 1,3191$, $n_D^{20} = 1,4080$. — *p-Toluolsulfosäure- β -fluoräthylester (II)*, $\text{C}_8\text{H}_9\text{O}_2\text{FS}$. 3 Mol I u. 1 Mol p-Toluolsulfosäurechlorid werden bei 6—10° mit 30% ig. NaOH bis

zur alkal. Rk. versetzt u. 5–8 Stdn. gerührt, Kp.₁₀ 174–175°, D₂₀²⁰ = 1,290, n_D²⁰ = 1,5110; 85–95%. — β -Fluortriäthylamin, C₆H₁₄NF. 20 g II werden mit 7,7 g Diäthylamin in geschlossenem Rohr 3 Stdn. bei 100° erhitzt, mit 15 cm³ W. verd., mit NaOH ausgefällt u. ausgeäthert, Kp. 107–113°, D₂₀²⁰ = 0,8775, n_D²⁰ = 1,400. Pikrat, F. 134–136°. — β -Fluoräthylbenzol, C₈H₈F. Zur Lsg. von 15,7 g C₆H₅Br, 2,4 g Mg u. 40 cm³ Ac. wird Lsg. von II zugegeben, nach 24 Stdn. erwärmt, mit H₂SO₄ zers. u. ausgeäthert, Kp.₁₄ 157–160°, D₂₀²⁰ = 1,064, n_D²⁰ = 1,4965; 30%. — β -Fluoräthylchlorcarbonat, C₃H₄O₂ClF. Zu 90 g Phosgen werden bei –5 bis –10° 20 g I zugegeben u. 48 Stdn. bei 0° stehengelassen, Kp. 129–131°, D₂₀²⁰ = 1,362, n_D²⁰ = 1,4020; 8%. — β - β -Difluoräthylcarbonat. 3,2 g I werden mit 6,3 g vorst. Verb. 24 Stdn. auf 140 bis 160° erhitzt u. fraktioniert, Kp.₁₆ 95–98°, D₂₀²⁰ = 1,2552, n_D²⁰ = 1,3940; 45%. — Fluoressigsäure. 15 g I in 50 cm³ W. langsam mit ca. 20 g KMnO₄ u. 10% ig. NaOH-Lsg. (ca. 30 cm³) unter Schütteln versetzt, filtriert u. Filtrat mit verd. H₂SO₄ neutralisiert, im Vakuum eingedampft, das Na-Salz mit H₂SO₄ zers. u. die wss. Lsg. nach Trocknen dest., Kp. 159–163°; 10%. — Fluoracetylchlorid, C₂H₂OClF. 3 Mol fluoressigsaures Na mit 1 Mol PCl₅ auf 140–150° erhitzt, wobei Reaktionsprod. abdest., schleimhautreizende Fl., Kp. 72–75°, D₂₀²⁰ = 1,3813, n_D²⁰ = 1,400; 35%. — β -Fluoräthylfluoracetat, C₄H₈O₂F₂, durch 5std. Erhitzen von 34 g HgF₂, 18 g KF u. 29 g β -Fluoräthyljodacetat auf 135°, Kp.₃₅ 78–80, D₂₀²⁰ = 1,2862; n_D²⁰ = 1,3900; 24,5%. — β -Fluoräthylchloracetat, C₄H₈O₂ClF, aus 6,7 g I u. 10,0 g Chloracetylchlorid, neutrale Lsg. nach Trocknen mit KF dest., Kp.₁₅ 83–85, D₂₀²⁰ = 1,4065, n_D²⁰ = 1,3900; 30%; schleimhautreizende Flüssigkeit. — β -Fluoräthylbromacetat, C₄H₈O₂BrF, analog mit Bromacetylchlorid, Kp.₁₂ 87–90°, D₂₀²⁰ = 1,659, n_D²⁰ = 1,4530; 50%. — β -Fluoräthyljodacetat, C₄H₈O₂JF, analog mit Jodacetylchlorid, tränenreizende Fl., Kp.₁₅ 99–105°, D₂₀²⁰ = 1,991, n_D²⁰ = 1,5080; 40,5%. — β -Fluoräthylacetat, analog mit Acetylchlorid, Kp. 115–116°, D₂₀²⁰ = 1,090, n_D²⁰ = 1,382; 52%. — Fluoressigsäurefluorisopropylester, C₆H₈O₂F₂, aus Jodessigsäurefluorisopropylester, HgF₂ u. KF, 6 Stdn. bei 140° erhitzt, Kp. 166–168, D₂₀²⁰ = 1,202, n_D²⁰ = 1,398; 40%. — Jodessigsäurefluorisopropylester, C₆H₈O₂FJ, aus 20 g Fluorisopropylalkohol u. 51,4 g Jodessigsäurechlorid bei 40–45°, ausgeäthert u. dest., Kp.₁₅ 100–104°, D₂₀²⁰ = 1,7800, n_D²⁰ = 1,4918; 60%; stark schleimhautreizender Geruch. — Fluoressigsäure-1-fluor-2-chlorisopropylester, C₆H₈O₂ClF₂, aus 41 g nachst. Verb. mit 50 g HgF₂ u. 50 g KF bei 100°, ausgeäthert u. dest., Kp.₅ 121°, D₂₀²⁰ = 1,414, n_D²⁰ = 1,4295; 15%. — Jodessigsäure-1-fluor-2-chlorisopropylester, C₆H₈O₂ClJF. 21 g 1-Fluor-3-chlorisopropylalkohol unter Kühlung mit 38,5 g Jodacetylchlorid versetzt u. dann auf 40–50° erwärmt, ausgeäthert, dest., Kp.₅ 113–115°, D₂₀²⁰ = 1,907, n_D²⁰ = 1,518; 80%; Fl. mit schleimhautreizendem Geruch. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 19. (81.) 101–13. Jan. 1949.)

OEHREN. 560

Harold W. Lucien und Clarence T. Mason, Die Darstellung und Eigenschaften einiger Brommethylalkyläther mit verzweigter Kette. Es wurden Brommethyläther von Alkoholen mit verzweigter Kette nach der HENRY-Synth. (Bull. acad. roy. Belg. [3] 25. [1938.] 439), nach der Meth. von WEDEKIND (D. P. 135310; C. 1902. II. 1164) u. zwei neuen Abwandlungen der HENRY-Meth. dargestellt. Bei der HENRY-Synth. wurde in äquimol. Mengen Alkohol u. CH₂O (37–38% ig. Lsg.) 1 Mol HBr eingeleitet, wobei die Temp. nicht über 25° steigen soll. Bei der WEDEKINDSchen Abwandlung wird an Stelle der CH₂O-Lsg. Paraformaldehyd verwendet, wobei bessere Ausbeuten erzielt werden, wenn dem Reaktionsgemisch 1 Mol CaCl₂ zugesetzt wird, um das gebildete W. zu entfernen. Die besten Ausbeuten (87–98%) werden jedoch erhalten, wenn äquimol. Mengen von Brommethanol u. Alkohol miteinander umgesetzt werden, wobei intermediär offenbar Hemiformal gebildet werden, die sich jedoch wegen der leichten Formalbildg. nicht isolieren ließen. Durch Umsetzung eines Formals (Diisobutylformal) mit Paraformaldehyd u. HBr werden ebenfalls der Brommethyläther erhalten. Die beobachteten Rkk. lassen nachst. Mechanismus vermuten (s. untenst. Formel). 1-Brommethoxy-1-methyläthan, Kp.₁₀₅ 75–76°, D₂₅²⁵ = 1,3454, n_D²⁵ = 1,4251; MR (Mol.-Refr.) 30,849 (berechnet 30,080); V_E (Verdampfungswärme in cal/g) 68,7. — 1-Brommethoxy-2-methylpropan, Kp.₃₀ 52–53°, D₂₅²⁵ = 1,2350, n_D²⁵ = 1,4400; MR 35,887 (berechnet 34,698); V_E 60,1. 1-Brommethoxy-3-methylbutan, Kp.₂₄₇ 128–129°, D₂₅²⁵ = 1,2013, n_D²⁵ = 1,4489; MR 40,769; (berechnet 39,316); V_E 56,9. — 1-Brommethoxy-2-methylbutan, Kp.₁₈ 67–68°, D₂₅²⁵ = 1,2241;



n_D²⁵ = 1,4671; MR 40,892 (berechnet 39,316); V_E 64,2. — 1-Brommethoxy-1-methylpropan, Kp.₃₅₇ 106–108°, D₂₅²⁵ = 1,2550, n_D²⁵ = 1,4453; MR 35,799 (berechnet 34,698); V_E 58,1. — 1-Brommethoxy-1-methylhexan, Kp.₄ 68–69°, D₂₅²⁵ = 1,1295, n_D²⁵ = 1,4537;

MR 50,109 (berechnet 48,552); V_E 58,4. — *1-Brommethoxy-1-methylheptan*, Kp.₃ 71—73°, D.₂₅²⁵ = 1,1009, n_D²⁵ = 1,4562; MR 54,894 (berechnet 53,170; V_E 75,4. (J. Amer. chem. Soc. 71. 258—60. Jan. 1949. Alabama, Tuskeyee Inst.)

CORTE 560

Willett F. Whitmore und Irving J. Krems, *Die Darstellung und Eigenschaften aliphatischer Ester vom Erythrol*. Vff. stellen eine Reihe von aliph. Diestern des *Erythrols* her. Die Ester der niedrigen Fettsäuren lassen sich aus Butadienmonoxyd, dem entsprechenden Säureanhydrid u. wasserfreiem FeCl₃ darstellen. Bei den höheren Fettsäuren spaltet man zweckmäßig erst den Oxydring u. verestert anschließend mit dem entsprechenden Säurechlorid in Pyridin.

Versuche: *Erythrol*, C₄H₈O₂. Durch Hydrolyse von *Butadienmonoxyd* (Kp.₇₆₀ 67,6, n_D^{20,5} = 1,4167, D.₂₀²⁰ = 0,8755) mit H₂SO₄, Kp.₂ 57—58°. — *Erythryldiacetat*, C₈H₁₂O₄. Aus Butadienmonoxyd, Essigsäureanhydrid u. wasserfreiem FeCl₃. Farblose, leicht bewegliche Fl. mit typ. Estergeruch. Unbegrenzt mischbar mit Methanol, A., Ae. Essigsäure, Chlf., CCl₄, Bzl. u. PAe., wenig lösl. in Wasser. — *Erythryldipropionat*, Darst. analog, Fl. mit typ. Estergeruch. Löslichkeit wie beim Diacetat. Sehr wenig lösl. in Wasser. — *Erythryldibutyrat*, Darst. wie oben, Fl. mit Estergeruch. Löslichkeit wie oben. — *Erythryldicaprylat*, aus Caprylsäure, Butadienmonoxyd u. wasserfreiem FeCl₃, Öl mit schwachem Estergeruch. Löslichkeit wie oben. — *Erythryldipalmitat*, aus Butadienmonoxyd, Palmitinsäure u. FeCl₃. Anschließend Behandlung mit Palmitinsäurechlorid in Pyridin. Umkristallisierung aus PAe. bei —30°, Aceton bei —25° u. Methanol bei —10°. Leicht cremefarbene Substanz. Lösl. in Methanol, schwer lösl. in A. u. Essigsäure. Gut lösl. in Ae., Chlf., CCl₄, Bzl. u. PAe., unlösl. in Wasser. — *Erythryldivalerat*, aus *Erythrol* u. Valerylchlorid in Pyridin, Fl. mit schwachem Estergeruch, Kp.₇ 146—147°. Löslichkeit wie das Dipropionat. — *Erythryldistearat*. Darst. analog, Kristalle, Löslichkeit wie das Dipalmitat. (J. Amer. chem. Soc. 71. 2427—29. Juli 1949. Brooklyn, Polytechn. Inst., Dep. of Chem.)

MATSCHKE 810

W. J. Zimmerschied, R. A. Dinerstein, A. W. Weitkamp und Robert F. Marschner, *Komplexe des Harnstoffs mit linearen aliphatischen Verbindungen*. Vff. machen auf die von BENGEL gemachte Beobachtung aufmerksam, wonach geradkettige aliph. KW-stoffe mit Harnstoff Komplexb. liefern, die zur Isolierung dienen können. Aus einem Gemisch von 9 Teilen Dekalin u. 1 Teil n-Hexadecan wurde so über den Harnstoffkomplex nach Zers. mit W. n-Hexadecan, n_D²⁰ = 1,4343, prakt. rein erhalten. Die Bldg. des Harnstoff-n-Hexadecan-Komplexes verläuft mit einer Wärmeentw. von 23 cal/Mol n-Hexadecan u. enthält 11 Mol Harnstoff. Halogen-, S- u. O-Deriv. sollen solche Komplexe auch bilden, wenn sie geradkettig sind. Verb. mit einer verzweigten CH₃-Gruppe bilden erst Komplexe, wenn die Kette 20 C enthält. (J. Amer. chem. Soc. 71. 2947. 16/8. 1949. Whitnig, Ind., Res. Dep. Standard Oil Co.)

NEZEL 880

Ronald A. Henry und G. B. L. Smith, *Die Zersetzung von Nitroaminoguanidin in einer Lösung von Ammoniumcarbonat*. Bekanntlich geht Nitroguanidin bei der Behandlung mit heißem wss. (NH₄)₂CO₃ unter Abgabe von N₂O in Guanidincarbonat über (vgl. DAVIS u. ABRAMS, C. 1927. I. 2295). In analoger Weise reagiert N-Alkyl-N'-nitroguanidin, das N₂O, Alkylamin u. Guanidincarbonat liefert (vgl. DAVIS u. ELDERFIELD, C. 1933. I. 2334). Bei der hier beschriebenen Zers. des Nitroaminoguanidins konnten nach verwickelterem Reaktionsverlauf *Hydrazin*, *Guanidin*, *Nitroguanidin*, *Amino-* u. *Diaminoguanidin* isoliert werden.

Versuche: Zers. des Nitroaminoguanidins durch Erwärmen in einer wss. Lsg. von Ammoniumcarbonat bei 60—65°. Gasentw. u. Auftreten einer orangefarbenen Färbung. Beendigung der Rk. durch Steigerung der Temp. auf 75—80°. Nach dem Abkühlen Ansäuern mit konz. HNO₃ u. Einstellen in Eis. Weißer, lockerer Nd. (A) vom F. 170—185° (Zers.). Aus A in verd. Eisessig mit Benzaldehyd das *Benzaldehydnitroguanilylhydrazon*, F. 185—186° (aus A.). Daneben *Nitroguanidin*, F. 232—235° (Zers.). Das Filtrat (B) vom Nd. A mit Benzaldehyd gleichfalls in ein Gemisch von Hydrazonen übergeführt. Darunter *Benzalazin*, F. 92—93° (aus PAe. oder A.), weiteres *Benzaldehydnitroguanilylhydrazon*, *Dibenzaldiaminoguanidin*, F. 180—181° (*Pikrat*, F. 242—243°) u. *Benzalaminoguanidin* in Form des Nitrats, F. 167° (*Pikrat*, F. 253—254° [Zers.]; aus A.). Aus der nach der Abtrennung der Hydrazone verbleibenden Lsg. beim Eindampfen u. Umkristallisieren aus A. *Guanidin*, isoliert als *Nitrat* (*Pikrat*, F. 314—318° [Zers.]). (J. Amer. chem. Soc. 71. 1872 bis 1873. Mai 1949. Inyokern, Calif., P. O. China Lake, Calif., U. S. Naval Ordnance Test Stat., Chem.Div.)

ZOPFF 910

Charles I. Tewksbury und Helmut M. Haendler, *Metallfluoride als Fluorierungsmittel*. Nachdem FOWLER u. Mitarbeiter (C. 1947. 580) die Reaktivität der aktiveren Metallfluoride bestimmt haben, untersuchen Vff. das Fluorierungsvermögen verschied. weniger akt. Metallfluoride an der Umwandlung von Benzotrifluorid in Benzotrifluorid. In einem elektr. geheizten Reaktionsgefäß wird das Fluorid durch Rühren fein verteilt u. bei 225°

ein mit N₂ verd. Strom von Benzotrifluoriddampf eingeleitet. Das abzichende Reaktionsgemisch wird in Cu-Fallen, die mit Eis-Kochsalz bzw. Trockeneis-Trichloräthylen gekühlt sind, kondensiert, mit 10% ig. NaOH behandelt, mit W. gewaschen, getrocknet u. schließlich durch eine 50 Plattenkolonne fraktioniert destilliert. Das anfallende Benzotrifluorid wird durch Kp. 101,5—102,5°, Brechungsindex u. Ultrarotabsorptionsvermögen identifiziert. Es werden für die nachst. angeführten Fluoride folgende Ausbeuten erhalten: Li-, K-, Ca-, Mg-, Al- u. Mn-Fluorid liefern überhaupt kein Benzotrifluorid. Bei NaF, ZnF₂, CdF₂, CoF₂, PbF₂, SbF₃, BiF₃ u. CuF₂ betragen die Ausbeuten 15, 70, 15, 18, 45, 60—65, 29 u. 44%. (J. Amer. chem. Soc. 71. 2336—37. Juli 1949. Durham, N. H., Univ. of New Hampshire, Dep. of Chem.) LINK. 1010

Carlo S. Runti, *Über einige Sulfonamidderivate der α-Aminovaleriansäure (Norvalin)*. Dargestellt werden (Ausbeuten in Klammern): α-[p-Acetylaminobenzolsulfonamido]-valeriansäure, C₁₅H₁₈O₅N₂S, aus α-Aminovaleriansäure u. p-Acetylaminobenzolsulfochlorid in wss. alkal. Lsg., $\frac{3}{4}$ Stde. bei 20°, Kristalle aus W., F. 196,5—197,5°; (66%). — α-[p-Aminobenzolsulfonamido]-valeriansäure, C₁₁H₁₆O₄N₂S, aus vorst. mit 2n HCl in der Wärme, Nadeln aus W., F. 205—206°; (89%). Gibt mit Bromwasser eine Verb. F. 165 bis 166°. *Methylester*, prismat. Nadeln aus W., F. 117—118°; (91%). *Äthylester*, mikrokristallines Pulver, F. 82,5—83,5°; (87,5%). (Gazz. chim. ital. 79. 123—29. Febr./März 1949. Triest, Univ., Inst. di Chim. gen.) K. FABER. 1040

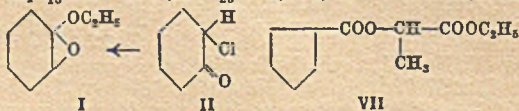
Luigi Canonica, *Kondensationsprodukte aus aromatischen Aldehyden mit Nitroparaffinen*. 1. Mitt. Die durch Kondensation von aromat. Aldehyden mit Nitromethan in Ggw. von Alkalien erhaltenen Alkalisalze von Phenylnitromethylcarbinolen (I) zers. sich in saurer Lsg., wobei neben freiem I ω-Nitrostyrol u. durch Molekülspaltung der angewandte aromat. Aldehyd erhalten wird. Die Verhältnisse werden in Citronensäure-Na₂HPO₄-Puffer genau studiert u. eine p_H-Abhängigkeit der Zersetzungs-Rk. konstatiert.

Versuche: p-Methoxyphenylnitromethylcarbinol („Anisylnitromethylcarbinol“, I), aus Anisaldehyd u. Nitromethan in A., unbeständiges Öl, das leicht in p-Methoxy-ω-nitrostyrol (gelbe Nadeln, F. 87°) übergeht. — p-Methoxyphenylnitromethylketon („Anisylnitromethylketon“), C₉H₉O₂N, aus vorst. mit K₂Cr₂O₇ in verd. H₂SO₄ bei 20° in 5 Tagen, Schuppen aus Eisessig, F. 155°. Spaltet beim Kochen mit W. in Anissäure (F. 184°) u. Nitromethan. — Rk. des Na-Salzes von Phenylnitromethylcarbinol mit HCl, H₂SO₄, Eisessig, Citronensäure führt zu ω-Nitrostyrol (F. 55—56°) neben Phenylnitromethylcarbinol in wechselnden Mengenverhältnissen. Mit CO₂ bildet sich daneben Benzaldehyd. In Pufferlsg. aus Citronensäure u. Na₂HPO₄ werden zwischen p_H 2,2 u. 5,4 87,9—38,9% der Theorie ω-Nitrostyrol erhalten. — Rk. des Na-Salzes von Anisylnitromethylcarbinol in Pufferlsgg. wie vorher gibt bei p_H 3,0—5,2 79,8—55,4% p-Methoxy-ω-nitrostyrol. (Gazz. chim. ital. 79. 192—201. Febr./März 1949. Milano, Univ., Ist. di Chim. indust.) K. FABER. 1060

Tod W. Campbell, *Eine bequeme Synthese von N,N-Dimethyl-p-nitranilin und N,N-Dimethyl-o-nitranilin*. Das alte Verf. zur Darst. von N,N-Dimethylnitranilinen aus Nitrohalogenbenzol u. Dimethylamin (HODGSON u. KERSHAW, C. 1930. I. 3032; SENEAR u. Mitarbeiter, J. org. Chemistry 11. [1946.] 378) wurde verbessert. Die Ausbeuten sind nahezu quantitativ.

Versuche: N,N-Dimethyl-p-nitranilin. Zu 42 g p-Bromnitrobenzol, 300 cm³ Pyridin u. 50 g NaHCO₃ werden 30 g Dimethylaminhydrochlorid, gelöst in 10 cm³ warmem W., zugegeben; das Gemisch wird 10 Stdn. gekocht u. heiß filtriert, der Filterrückstand (anorgan. Salze) mit Aceton gewaschen. Die vereinigten organ. Lsgg. werden gekocht u. bis zur Trübung mit W. versetzt. Gelbe Nadeln, F. 163,5—164° (CH₃OH); Ausbeute 94—97%. — N,N-Dimethyl-o-nitranilin, C₈H₁₀O₂N₂, analog aus o-Nitrochlorbenzol Kp.₂₀ 149°; Ausbeute 85%; n_D²⁵ = 1,6080. (J. Amer. chem. Soc. 71. 740. Febr. 1949. Los Angeles, Calif., Univ. of California.) HILDEGARD BAGANZ. 1210

Max Mousseron und Robert Jacquier, *Eine Untersuchung über die Enthalo-genierung von 2-Chlorcyclohexanon. (Reaktion von Favorsky)*. 1-Äthoxy-1,2-epoxycyclohexan (I), C₈H₁₄O₂, wird bei der Einw. von Na-Alkoholat auf 2-Chlorcyclohexanon (II) als neutraler Anteil des Reaktionsprod. gebildet (vgl. JACKMAN, BERMANN u. ARCHER, C. 1949. I. 685, Kp.₁₅ 105—106°, D.₂₅²⁵ = 1,075, n_D²⁵ = 1,4822; ist mit dem durch Oxydation von 1-Äthoxycyclohexen mit Perbenzoesäure erhaltenen Epoxyd ident. (vgl. ARBUSOW u. MICHAILOWA, C. 1936. II. 1534). I liefert mit Phenylhydrazin ein Osazon vom F. 151—152°, mit NH₃ Bis-tetramethylenpyrazin, F. 107°, durch Hydrolyse Cyclohexan-2-ol-1-on, F. 110° u. durch Addition von HCl 1-Äthoxy-1-chlorcyclohexanol-2, C₈H₁₅O₂Cl, F. 117—118° (Zers.). —



I

II

VII

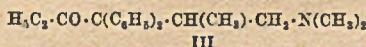
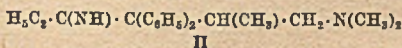
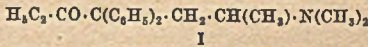
1-Methoxy-1.2-epoxycyclohexan, C₇H₁₂O₂, analog aus I mit Na-Methylat neben *Cyclopentancarbonsäure* (III), Kp.₁₅ 98–100°, D.²⁵₂₅ = 1,070, n_D²⁵ = 1,4634; *1-Methoxy-1-chlorcyclohexanol-2*, C₇H₁₃O₂Cl, F. 175–177°. n-Propylat u. n-Butylat liefern nur wenig Epoxyde, dagegen im wesentlichen Ester der III: *Cyclopentancarbonsäure-n-propylester*, C₉H₁₆O₂, Kp.₁₅ 72°, *Cyclopentancarbonsäure-n-butylester*, C₁₀H₁₈O₂, Kp.₁₅ 95–97°. *1-n-Propoxy-1.2-epoxycyclohexan*, C₉H₁₆O₂, Kp.₁₅ 120–125°. *1-n-Butoxy-1.2-epoxycyclohexan*, C₁₀H₁₈O₂, Kp.₁₅ 135–140°. *1-n-Propoxy-1-chlorcyclohexanol-2*, C₉H₁₇O₂Cl, F. 170 bis 171°. *1-n-Butoxy-1-chlorcyclohexanol-2*, C₁₀H₁₉O₂Cl, F. 165°. Isopropylat u. tert.-Butylat liefern lediglich *Cyclopentancarbonsäureisopropylester*, C₉H₁₆O₂, Kp.₁₅ 75° u. *Cyclopentancarbonsäure-tert.-butylester*, C₁₀H₁₈O₂, Kp.₁₅ 78–80°. — *1-Cyclohexyloxy-1.2-epoxycyclohexan*, C₁₂H₂₀O₂, aus II u. Na-Cyclohexanolat, Kp.₁₅ 80–95°, D.²⁵₂₅ = 1,001, n_D²⁵ = 1,4705. — *1-Cyclohexyloxy-2-cyclohexanol*, C₁₂H₂₂O₂, aus vorst. durch Red. mit Al-Isopropylat, Kp.₁₅ 120°, neben Cyclohexanol, — *Cyclopentancarbonsäure-cyclohexylester*, C₁₂H₂₀O₂, Kp.₁₅ 125–127°, D.²⁵₂₅ = 1,001, n_D²⁵ = 1,4715. — *1-Cyclohexyloxy-1-chlorcyclohexanol*, C₁₂H₂₁O₂Cl, F. 169–171°. — *2-Phenoxycyclohexanon* (IV), C₁₂H₁₄O₂, aus II u. Na-Phenolat, aus PAe., F. 65°; *Semicarbazon*, aus Methanol, F. 155 bis 156°. — *2-Phenoxycyclohexanol*, C₁₂H₁₆O₂, aus 1.2-Epoxycyclohexan (V) mit Phenol in Ggw. von wenig Na, Kp.₅ 150°, aus Methanol, F. 84°, liefert mit Chromschwefelsäure gleichfalls IV vom F. 65°. — *2-Äthylthiocyclohexanon* (VI), C₈H₁₄OS, entsteht fast ausschließlich aus II u. Äthylmercaptan, Kp.₁₅ 115°, D.²⁵₂₅ = 1,083, n_D²⁵ = 1,5034; *Semicarbazon*, aus Bzl., F. 166–167°. — *2-Äthylthiocyclohexanol*, C₈H₁₆OS, aus V u. Äthylmercaptan im Rohr in Ggw. von Aktivkohle; liefert bei der Oxydation mit Chromschwefelsäure ebenfalls VI. — *2-Phenylthiocyclohexanon*, C₁₂H₁₄OS, aus II u. Thiophenol, Kp.₅ 150–153°; *Semicarbazon*, aus A., F. 164°. — *2-Cyclohexylthiocyclohexanon*, C₁₂H₂₀OS, Kp.₅ 140–145°, D.²⁵₂₅ = 1,061, n_D²⁵ = 1,5233; *Semicarbazon*, F. 204–205°. — *Cyclopentancarbonsäurediäthylaminoäthylester*, C₁₂H₂₃O₂N, Kp.₂₀ 145°, D.²⁵₂₅ = 0,950, n_D²⁵ = 1,4561. Ein Prod. der Konst. VII, C₁₁H₁₈O₄, entsteht aus II mit Milchsäureester, Kp.₂₀ 146 bis 147°, D.²⁵₂₅ = 1,062, n_D²⁵ = 1,443. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 229. 374–76. 1/8. 1949.)

GOLD. 1860

M. Martin Maglio, *N,N-Dicyclohexylformamid*. Durch Eintropfen von Dicyclohexylamin in 60% ig. HCOOH von 50° unter Rühren u. anschließende Dest. u. Vakuumdest. wurde *N,N-Dicyclohexylformamid*, C₁₃H₂₃ON, in 90% ig. Ausbeute als weiße, wachsartige Substanz erhalten; aus Isopropylalkohol F. 62,5–63,5°. (J. Amer. chem. Soc. 71. 2949–50. 16/8. 1949. St. Louis, Vestal Labor.)

NEZEL. 2000

L. C. Cheney, R. R. Smith und S. B. Binkley, *Mit Amidon verwandte Ketimine und Acylketimine*. Von den beiden isomeren Nitrilen, die sich bei der Umsetzung von *Diphenylacetonitril* mit *Dimethylamino-2.2-chlorpropan* bilden, liefert bei der GRIGNARD-Rk. das eine *Amidon* (I), das andere *Isoamidonimin* (II). Letzteres erwies sich überraschenderweise als sehr stabil gegenüber Hydrolyse u. mußte zur Überführung in *Isoamidon* (III) 36 Stdn. in sd. HCl erhitzt werden. Auch andere Ketimine der Isoamidonreihe, von denen einige dargestellt wurden, haben sich allg. als bes. stabil erwiesen. Die durch ster. Hinderung weniger geschützten u. deshalb reaktionsfähigeren Vertreter ließen sich in guter Ausbeute gewinnen, wenn zur Zerlegung der GRIGNARD-Verbb. an Stelle von Säuren wss. NH₄Cl-Lsg. verwendet wurde. Man erhielt sie durch Ausäthern u. Vakuumdest. als niedrigschmelzende oder ölige Substanzen, von denen einige sich schon bei Zimmertemp. unter NH₃-Entw. zersetzten. Aus der äther. Lsg. ließen sich durch Einleiten von trockenem HCl die Chloride gewinnen, die bei hohen Temp. unter Zers. schmolzen. Die Darst. der Acylketimine gelang in guter Ausbeute durch Einw. von Säurechloriden entweder auf die isolierten Ketimine in Benzollsg. oder auf die gekühlte Suspension der rohen GRIGNARD-Verbindungen. — Die pharmakol. Prüfung ergab, daß sich die Reihe Keton — Ketimin — Acylketimin aufstellen läßt, wenn man nach steigendem Aktivitätsindex u. fallender Toxizität ordnet.



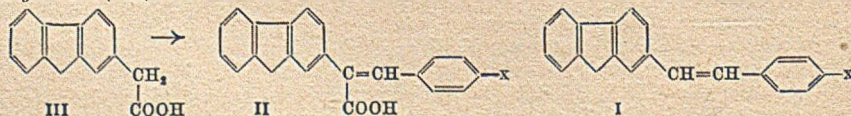
Versuche: *Darst. u. Trennung von 4-Dimethylamino-2.2-diphenylbutyronitril* (IV) u. *4-Dimethylamino-2.2-diphenylacetonitril* (V)

durch Umsetzen von 1,58 Mol LiNH₂ in trockenem Bzl. nacheinander mit 1,44 Mol Diphenylacetonitril u. 1,49 Mol 1-Dimethylamino-2-chlorpropan bei 20–25°, Erhitzen bis zur Beendigung der NH₃-Entw., Füllen mit W., Ausziehen mit HCl, Füllen mit NaOH, Aufnehmen in Ae. u. fraktionierte Kristallisation wobei zuerst V in ca. 47% ig. Ausbeute, dann IV (nach Reinigung über das Chlorid) in ca. 26% ig. Ausbeute erhalten wurde. — *Darst. der Ketimine*: In einer N₂-Atmosphäre läßt man zur gut gerührten Lsg. von Äthyl-MgBr (dargestellt aus 0,544 Mol Mg u. 0,62 Mol Äthylbromid in absol. Ae.) im Laufe von 15 Min.

0,277 Mol des fraglichen Nitrils in Xylol gelöst zulaufen u. unter Rühren 4,5 Stdn. sieden; nach dem Abkühlen, Verdünnen mit Ae., Gießen in Eiswasser, Versetzen mit konz. NH₃, Ausäthern u. Vertreiben des gewaschenen u. getrockneten Ae. wird das erhaltene Prod. durch Vakuumdest. u. Umkristallisieren gereinigt: *6-Morpholinyl-4.4-diphenyl-3-iminoheptan*, C₂₂H₂₈ON₂, Kp., 198—202°. — *6-Morpholinyl-4.4-diphenyl-3-acetyliminoheptan*, C₂₄H₃₀O₂N₂·HCl, aus Aceton F. 202—203°. — *6-Morpholinylamino-4.4-diphenyl-3-propionyliminoheptan*, C₂₆H₃₂O₂N₂·HCl, aus absol. A.—Ae F. 231 bis 232,5°. — *6-Piperidyl-(1')-4.4-diphenyl-3-iminoheptan*, C₂₃H₂₉N₂, Kp., 191—193°. — *6-Piperidyl-(1')-4.4-diphenyl-3-acetyliminoheptan*, C₂₅H₃₂O₂·HCl, aus Dioxan F. 209—210°. — *6-Dimethylamino-5-methyl-4.4-diphenyl-3-iminoheptan* (II), C₂₁H₂₉N₂, durch Umsetzen von IV mit Äthyl-MgBr in ca. 77% ig. Ausbeute, Kp., 148—153°; *Chlorhydrat*, C₂₁H₂₉N₂·HCl, aus Isopropylalkohol, F. 151—152°; *Chlorhydrat-Monohydrat*, C₂₁H₂₉N₂·HCl·H₂O, aus Ae. F. 89—142° (Zers.); *Dichlorhydrat*, C₂₁H₂₉N₂·2HCl, aus Aceton F. 205—206° (Zers.). — *6-Dimethylamino-5-methyl-4.4-diphenyl-3-iminoheptan*, C₂₃H₃₀ON₂·HCl, durch Lösen von II in trockenem Bzl., Versetzen mit einem 20% ig. Überschuss einer 1 mol. Lsg. von Acetylchlorid in Bzl. u. 2std. Siedenlassen (Ausbeute 89%) aus Äthylacetat oder absol. A.—Ae., F. 214—215°. — *6-Dimethylamino-4.4-diphenyl-3-iminoheptan*, C₂₁H₂₈N₂, aus Skellysolve A, F. 54—56°. — *6-Dimethylamino-4.4-diphenyl-3-acetyliminoheptan*, C₂₃H₃₀ON₂, aus Skellysolve B, F. 134—135°; *Chlorhydrat*, C₂₃H₃₀ON₂·HCl, aus Äthylacetat F. 219—220°. — *6-Dimethylamino-4.4-diphenyl-3-propionyliminoheptan*, C₂₄H₃₂ON₂, durch Einw. von Propionylchlorid auf das rohe Umsetzungsprod. von V mit Äthyl-MgBr in Ae., Zerlegen mit NH₄Cl + W. + Eis (1:1:2), Fällen mit NH₄OH, Aufnehmen in Ae. u. Umkristallisieren, aus absol. A. F. 146—147°; *Chlorhydrat*, C₂₄H₃₂ON₂·HCl, durch Lösen in absol. Bzl.—Ae. u. Einleiten von trockenem HCl, aus Äthylacetat F. 202—203°. — *6-Dimethylamino-4.4-diphenyl-5-methyl-3-hexanon* (Isoamidon) (III), C₂₄H₃₂ON, durch 36std. Erhitzen von II in sd. konz. HCl, Fällen mit Alkali, Aufnehmen in Ae., Trocknen der Lsg. u. Versetzen mit absol. alkoh. HCl; *Chlorhydrat-Monohydrat*, C₂₄H₃₂ON·HCl·H₂O, aus verd. HCl, F. 119—122° (nach Umkristallisieren aus Äthylacetat u. Trocknen über P₂O₅ noch wasserhaltig, F. 153—155°. — Die *intraperitoneale letale Dosis für Mäuse* (LD) u. die *subcutane analget. Dosis für Meerschweinchen* (AD) sowie der *Aktivitätsindex* (I/D/AD) aller oben angeführten Verbb. wird mitgeteilt. (J. Amer. chem. Soc. 71. 53—56. Jan. 1949. Syracuse, N. Y., Bristol Labor., Inc.) NAFZIGER. 2260

Philip Weiss, *Das trans-Isomere des 4-Amino-4'-oxy-α'-α'-diäthylstilbens*. Aus dem von RUBIN u. WISHINSKY (C. 1945. II. 661) dargestellten *4-Amino-4'-oxy-α'-α'-diäthylstilben* vom Roh-F. 155—156° erhielt Vf. durch mehrfaches Kristallisieren aus CH₃OH die *trans-Verb.*, C₁₈H₂₁ON, F. 180—183°, was dadurch gesichert wurde, daß die Aminoverb. durch Diazotieren in *trans-4.4'-Dioxy-α'-α'-diäthylstilben*, F. 169,5—170,5°, übergeführt werden konnte. (J. Amer. chem. Soc. 71. 2944—45. 16/8. 1949. Bellville, N. J., Res. Dep. Wallace u. Tiernan Products.) NEZEL. 2400

E. F. M. Stephenson, *Derivate des 2-Styrylfluorens*. Zur Prüfung auf ihre inhibierende Wrkg. auf das Tumorenwachstum wird eine Reihe 2-Styrylfluorene vom Typ I dargestellt. Sie entstehen in ihrer *cis*-Form durch Decarboxylierung der *α*-Fluorenyl-(2)-zimtsäuren (II), die für x = H, NO₂, OCH₃, u. Cl aus *Fluorenyl-(2)-essigsäure* (III) u. den entsprechenden Aldehyden nach FERKIN erhalten werden konnten (vgl. z. B. ZECHMEISTER u. Mitarbeiter, C. 1945. I. 147). Die höher schm. *trans*-I (x = H, NO₂), die durch Isomerisieren der *cis*-I mit J in Bzl. entstehen, konnten nach MEERWEIN, PÜCHNER u. VAN FMSTER (C. 1939. II. 1665) aus Fluoren-2-diazoniumchlorid u. Zimtsäure bzw. p-Nitrozimtsäure vergleichsweise gewonnen werden. *trans-2-p-Nitrostyrylfluoren* (IV) konnte in geringer Ausbeute auch aus p-Nitrophenyl-acetylchlorid u. Fluoren über 2-[p-Nitrophenylacetyl]-fluoren (V) u. durch Dehydratisieren des aus IV mittels Al-Isopropylat erhaltenen Carbinols erhalten werden. *Fluorenylacetylchlorid* (VI) u. Anisol liefern unter den Bedingungen der FRIEDEL-CRAFTS-Rk. *p-Methoxyphenyl-2-fluorenylmethylketon* (VII).

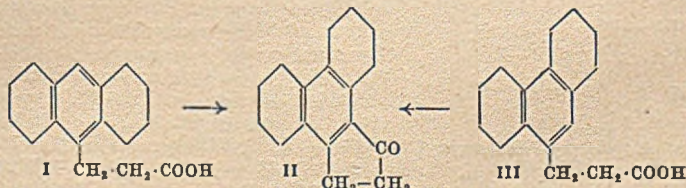


Versuche. *cis-p-Nitro-α-fluorenyl-(2)-zimtsäure* (VIII), C₂₂H₁₅O₂N, aus III u. p-Nitrobenzaldehyd in Essigsäureanhydrid in Ggw. von Triäthylamin bei 90—100° (11—12 Stdn.), aus 90% ig. Essigsäure u. A. gelbe Täfelchen, F. 262—263° (Zers.). — *cis-p-Chlor-α-fluorenyl-(2)-zimtsäure*, C₂₂H₁₅O₂Cl, analog, aus Bzl. u. 90% ig. Essigsäure cremefarbene Nadeln oder Prismen, F. 245—245,5°. — *cis-p-Methoxy-α-fluorenyl-(2)-*

zimsäure, $C_{23}H_{18}O_3$, schwach cremefarbene Nadeln oder Prismen, F. 273—274,5°. — *cis- α -Fluorenyl-(2)-zimsäure*, $C_{22}H_{16}O_2$, aus 90% ig. A. Nadeln, F. 220—222° (Zers.). — *cis-p-Dimethylamino- α -fluorenyl-(2)-zimsäure*, $C_{24}H_{21}O_2N$, aus Xylol gelbe Nadeln, F. 273—274° (Zers.). — *cis-p-Amino- α -fluorenyl-(2)-zimsäure*, $C_{22}H_{17}O_2N$, durch Red. von VIII mit Ferrosulfat u. NH_3 auf dem Wasserbad u. Aussäuern des Filtrats, aus 90% ig. A. gelbe Kristalle, F. 250,5—252° (Zers.). — *cis-2-p-Nitrostyrylfluoren* (IX), $C_{23}H_{15}O_2N$, durch Erhitzen von VIII in Chinolin mit Cu-Pulver oder Cu-Chromit auf 205—215° (10—12 Min.) u. Chromatographieren des gewaschenen Benzinextrakts an Al_2O_3 , aus Bzn. + Bzl., u. A. gelbe Nadeln, F. 134—136°; ein *trans*-Isomeres wurde nicht isoliert. — *cis-2-p-Chlorstyrylfluoren*, $C_{21}H_{15}Cl$, analog aus A. Nadeln, F. 103,5—104°; Ausbeute 54%. — *cis-p-Methoxystyrylfluoren*, $C_{22}H_{18}O$, aus A. Tafeln, F. 91—91,5°; Ausbeute 60%. — *cis-2-Styrylfluoren* (X), $C_{21}H_{16}$, aus A. Tafeln, F. 74,5—75°, Ausbeute 64%. — IV, $C_{21}H_{15}O_2N$, aus IX in sd. Bzl. mit Jod u. Erwärmen des Verdampfungsrückstandes auf 140—150° (10—15 Min.), aus Bzl. + A. (4:1), F. 222—223° (klare Schmelze bei 252 bis 253°). IV ferner durch Umsetzen von diazotiertem 2-Aminofluoren mit p-Nitrozimsäure in Aceton in Ggw. von Na-Acetat u. $CuCl_2$ bei 30—40° (vgl. MEERWEIN, l. c.), F. 221,5 bis 222,5°. IV ferner aus V durch Red. mit Al-Isopropylat in Bzl. u. Dehydrieren des nach dem Zersetzen in gelben Kristallen erhaltenen *Carbinols*, $C_{21}H_{17}O_3N$ (F. 175—176,5°), mit sd. Essigsäureanhydrid, F. 222—223°. — *trans-2-p-Acetylaminostyrylfluoren*, $C_{23}H_{19}ON$, durch Red. von IV mit $ZnCl_2$ u. HCl in Essigsäure auf dem Wasserbad u. Acetylieren des erhaltenenamins mit Essigsäureanhydrid, aus Essigsäure strohgelbe Kristalle, F. 278 bis 280° (Zers.). — *trans-2-p-Chlorstyrylfluoren*, $C_{21}H_{15}Cl$, aus Bzl. + 15% A. Tafeln, F. 224,5 bis 225° (klare Schmelze bei 239—240°). — *trans-p-Methoxystyrylfluoren* (XI), $C_{22}H_{18}O$, aus Bzl. + 10% A. Tafeln, F. 226—227° (klare Schmelze bei 264—265° unter Zers.). — *trans-2-Styrylfluoren*, $C_{21}H_{16}$, durch Isomerisieren von X oder nach MEERWEIN (l. c.), wie für IV beschrieben, aus A. Tafeln, F. 218,5—219,5°. — *trans-2-p-Dimethylaminostyrylfluoren*, $C_{23}H_{21}N$, aus III u. p-Dimethylaminobenzaldehyd in Piperidin bei 130—140° (5,5 Stdn.) u. Extrahieren des sodaalkal. gestellten Reaktionsprod. mit $CHCl_3$, aus Bzl. + A. (4:1) gelbe Kristalle, F. 259—261° (Zers.). — β -p-Aminophenyl- α -fluorenyl-(2)-propionsäure, $C_{22}H_{19}O_2N$, durch katalyt. Hydrierung von VIII in alkoh. Suspension in Ggw. von RANEY-Ni bei 40—60° (20—25 at), aus A. cremefarbene Kristalle, F. 250—251,5° (Zers.). — VII, $C_{22}H_{18}O_2$, durch Umsetzen des aus III mit $SOCl_2$ erhaltenen VI mit Anisol in CS_2 in Ggw. von $AlCl_3$, aus 90% ig. Essigsäure, F. 197,5—199° (Zers.). Das Oxim von VII liefert bei der Red. mit Na-Amalgam in A. in Ggw. von Essigsäure XI. — *1-p-Methoxyphenyl-2-fluorenyl-(2)- α than*, $C_{22}H_{20}O$, durch Hydrieren von XI in Essigsäure in Ggw. von Pd-Kohle (1 at), aus A. Prismen, F. 154—155°. — V, $C_{21}H_{15}O_3N$, aus p-Nitrophenylacetylchlorid (erhalten mit PCl_5 in Bzl.) u. Fluoren in CS_2 mit $AlCl_3$, aus Bzl. u. Essigsäure cremefarbene Tafeln, F. 210,5—211,5°; Ausbeute ca. 50%. — *p-Diacetylaminobenzylfluorenyl-(2)-keton*, $C_{22}H_{21}O_3N$, durch Red. von V mit $SnCl_2$ u. HCl in Eisessig nach PFEIFFER u. SERGIJEWSKAJA (Ber. dtsh. chem. Ges. 44. [1911.] 1110), u. Acetylieren des erhaltenenamins mit Essigsäureanhydrid, aus Bzn. + Bzl. (3:1) Tafeln, F. 201 bis 202,5°. (J. chem. Soc. [London] 1949. 655—59. März. Glasgow, Univ.) GOLD. 2750

G. M. Badger, W. Carruthers, J. W. Cook und R. Schoental, *Isomerisierungsreaktionen*.

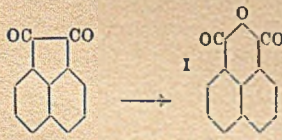
1. Mitt. Die β -[*symm.-Oktahydroanthranyl-(9)-propionsäure* (I) erleidet bei Behandlung mit HF Umlagerung sowie Cyclisierung zum *1'-Keto-9,10-cyclopenteno-symm.-oktahydrophenanthren* (II). Das gleiche Keton erhält man durch Cyclisierung des Chlorides von β -[*symm.-Oktahydrophenanthryl-(1)-propionsäure* (III) mit $AlCl_3$. Da das *symm.-Oktahydroanthracen* u. seine *9-Carbonsäure* unter den gleichen Bedingungen sich nicht wie I umlagern, muß die Cyclisierung als wesentlicher Faktor für den Eintritt der Umlagerung betrachtet werden. Möglicherweise liegt ein Gleichgewicht zwischen I u. III vor, das durch die Bldg. von II zugunsten von III verschoben wird. — Die Strukturen von I, II u. III werden ausführlich bewiesen. — Bei der Chlormethylierung von Phenanthren (IV) wurde neben dem bekannten 9-Chlormethylderiv. das *1-Chlormethylphenanthren* (V) aufgefunden.



Versuche: *9-Chlormethylphenanthren* (VI), durch 12std. Einleiten von HCl-Gas in eine Suspension von IV in konz. HCl u. wss. 40% ig. Formaldehyd, Kp., 190—210°, aus Bzl. + PAe. Nadeln, F. 100°. — *1-Chlormethylphenanthren* (V), $C_{15}H_{11}Cl$, durch Dest.

des aus den Mutterlaugen von VI abgeschiedenen Öles, Kp.₃ 210°, aus Bzl. + PAe. sowie (nach Waschen mit Ac.) aus A., Platten, F. 89—90°. Pikrat, C₁₅H₁₁Cl, C₆H₃O₇N₃, aus A. gelbe Nadeln, F. 110—111°. — Die Red. von V mit H₂ in Ggw. von Pd ergibt *1-Methylphenanthren*, C₁₅H₁₂, vom F. 121° (Pikrat, F. 136°). — β -Phenanthryl-(9)-propionsäure (VII), durch Zugabe von VI zu einer aus Na, Malonester u. A. bereiteten Lsg., nach 2std. Sieden Zusatz von wss. KOH u. weiteres 3std. Kochen, Decarboxylierung bei 190°, Extraktion mit verd. Na₂CO₃-Lsg., aus Bzl. Nadeln, F. 174°. *Methylester*, Nadeln, F. 71 bis 72°. — ω , ω' -Diphenanthryl-(9)-isobuttersäure, C₃₂H₂₄O₂, bei der Darst. von VII aus dem Rückstand der Na₂CO₃-Extraktion, aus Xylol Platten, F. 224°. *Methylester*, C₃₃H₂₆O₂, durch Behandlung der Säure mit Diazomethan in Aceton + Ac., aus Methanol + Essigester Nadeln, F. 165—168°. — β -[*symm.-Oktahydrophenanthryl-(9)-propionsäure* (III), C₁₇H₂₂O₂, durch Hydrierung von VII in Dioxan in Ggw. von Cu-Chromit bei 180—190° u. 170 at, aus Bzl. Nadeln, F. 179°. *Methylester*, C₁₈H₂₄O₂, aus III u. CH₂N₂ in Ae., aus Methanol Nadeln, F. 40—41°. — *9-Chlormethyl-symm.-oktahydroanthracen* (VIII), C₁₅H₁₀Cl, durch Zugabe von *symm.-Oktahydroanthracen* zu der durch Einleiten von HCl in eine Suspension von Paraformaldehyd in Eisessig erhaltenen klaren Lsg., dann weiter 7std. Einleiten von HCl bei 60°, aus Eisessig Nadeln, F. 91—92°. — *9-Methyl-symm.-oktahydroanthracen*, C₁₅H₂₀, durch Hydrierung von VIII in A. in Ggw. von Pd, aus A. Platten, F. 52°. — *9.10-Bis-[chlormethyl]-symm.-oktahydroanthracen*, C₁₆H₂₀Cl₂, durch weitere Chlormethylierung von VIII, aus Essigsäure sowie A. Kristalle, F. 214—215°. — *9.10-Dimethyl-symm.-oktahydroanthracen*, C₁₆H₂₂, durch Hydrierung der vorst. Verb. in Ggw. von Pd in A., Schuppen, F. 145—146°. Die Dehydrierung dieser Verb. durch 3std. Erhitzen mit Pd-Schwarz auf 270—290° unter N₂ ergibt *9.10-Dimethylanthracen*, F. 181—182°. — β -[*symm.-Oktahydroanthranlyl-(9)-propionsäure* (I), C₁₇H₂₂O₂, durch 7std. Kochen von VIII mit Na-Malonester in Bzl., Hydrolyse mit methanol. KOH, Decarboxylierung der substituierten Malonsäure (C₁₈H₂₂O₄, F. 184°, Zers.) bei 180—200°, aus PAe. Nadeln, F. 167—168°. — *Äthyl-bis-[symm.-oktahydroanthranlyl-(9)-methyl]-malonat*, C₂₇H₄₈O₄, nach Einw. von VII auf Na-Malonester in A. Erwärmen mit methanol. KOH (vgl. Darst. von I), dann Benzolextraktion nach Verdünnen mit W., aus Bzl. + P.Ae. Stäbchen, F. 174°. — *1'-Keto-9.10-cyclo-penteno-symm.-oktahydrophenanthren* (II), C₁₇H₂₀O, a) durch 16 std. Stehenlassen von I mit Fluorwasserstoff, Eindampfen, Behandeln mit Na₂CO₃-Lsg. zur Entfernung unveränderter Säure, Reinigung durch Chromatographieren an Al₂O₃ in Benzollsg. sowie Sublimation bei 137°/0,4 mm, aus PAe. Nadeln, F. 197—198°; b) das durch Behandlung von III mit SOCl₂ erhaltene Chlorid wird in Nitrobenzol gelöst u. zu einer eisgekühlten Lsg. von AlCl₃ in Nitrobenzol gegeben, aus A. Nadeln, F. 195°. — *2.4-Dinitrophenylhydrazon*, C₂₃H₂₄O₄N₄, aus Eisessig orange Nadeln, F. 298° (Zers.). — Die Oxydation von II mit verd. HNO₃ im Rohr bei 175—180° ergab *Mellitsäure*, deren *Methylester* (C₁₈H₁₈O₁₂, aus Methanol Prismen, F. 187—188°) isoliert wurde. — *9.10-Cyclopenteno-symm.-oktahydrophenanthren*, C₁₇H₂₂, durch 24std. Kochen von II mit amalgamiertem Zn, Eisessig, Toluol u. konz. HCl, Sublimation bei 170°/14 mm, aus A. Nadeln, F. 156—158°. (J. chem. Soc. [London] 1949. 169—73. Jan. Glasgow, Univ.) HENKEL. 2800

Gaetano Caronna, *Reaktionen mit Stickstoffwasserstoffsäure in schwefelsaurer Lösung*. 6. Mitt. *Wirkung auf Acenaphthenchinon und Derivate*. (Vgl. C. 1942. I. 2396.) Bei der Einw. von N₃H auf Acenaphthenchinon in Ggw. von Schwefelsäure, D. = 1,84 (Eintragen von Na-Azid in kleinen Portionen in die schwefelsaure Lsg. des Chinons) entsteht unter Öffnung des Fünferings zwischen den beiden CO-Gruppen *Naphthalsäureanhydrid* (I), während der Reaktionsverlauf mit anderen Chinonen den Ersatz einer CO durch eine NH-Gruppe oder auch Eintritt einer NH-Gruppe mit Erweiterung des Fünferings erwarten ließ. Die Bldg. von I kann nicht über das Oxim u. Imid verlaufen, da sowohl Acenaphthenchinonmonoxim als auch Naphthalimid unter gleichen Versuchsbedingungen durch N₃H + H₂SO₄ nicht verändert werden. Auch die Bldg. von Dioxim als Zwischenprod. ist auszuschließen. — Analog Acenaphthenchinon



reagieren *5-Brom-acenaphthenchinon* u. *5.6-Dinitroacenaphthenchinon* zu den entsprechenden Anhydriden. Bromnaphthalimid wird durch N₃H + H₂SO₄ nicht angegriffen. (Gazz. chim. ital. 79. 326—31. Mai 1949. Palermo, Univ., Istituto di Chimica Generale.)

v. DECHEND. 2900

Gaetano Caronna, *Reaktionen mit Stickstoffwasserstoffsäure in schwefelsaurer Lösung*. 7. Mitt. *Über das Verhalten des Acenaphthenchinons*. (6. vgl. vorst. Ref.) Um das Prod. der Rk. zwischen Acenaphthenchinon u. N₃H in schwefelsaurer Lsg. unter Ausschluß vollständiger Hydrolyse abzuschneiden, wird die Lsg. statt in W. in Ae. gegossen. Dabei wird ein gelbbrauner Nd. erhalten, der nach Abfiltrieren, Waschen mit Ac., Trocknen u. Umkristallisieren aus A. in der Wärme hellgelbe Nadeln, F. 245°, liefert; diese sind in konz.

H₂SO₄ lösl., die farblose Lsg. zeigt starke blaue Fluorescenz; es handelt sich um das bisher in der Literatur nicht beschriebene *Monoamid der Naphthalsäure* C₁₀H₆(COOH)(CONH₂). Daneben liefert die Rk. das *Anhydrid der Naphthalsäure* u. *Naphthalimid*. — Vf. nimmt an, daß als Zwischenprod. ein Azid entsteht, das unter Verlust des N u. Umwandlung u. Öffnung des Fünfrings zwischen den 2 CO-Gruppen einen ungesätt. Fünfring mit N an der Spitze liefert; hieraus wird durch vollständige Hydrolyse das Anhydrid, durch teilweise Hydrolyse das Monoamid u. durch Umlagerung das cycl. Imid erhalten. — Analog verhält sich auch *5-Bromacnaphthenchinon*. (Gazz. chim. ital. 79. 603—08. Aug. 1949. Palermo, Univ., Inst. für allg. Chemie.) R. K. MÜLLER. 2900

John G. M. Bremner, Robert R. Coats, Alan Robertson und Morag L. Allan, *Tetrahydrofurfur*. 1. Mitt. *Eine neue Darstellungsmethode. Tetrahydrofurfur* (I) kann bequem in 60%ig. Ausbeute durch Oxydation von dampfförmigem *Tetrahydrofurfurylalkohol* (II) mit Luft über Ag-Katalysator dargestellt werden. Der Alkohol (Kp. 177 bis 178°, D₂₀²⁰ = 1,050) wird in einem Durchgang vollständig umgesetzt, wobei als Nebenprod. im wesentlichen nur Oxide des C (ca. je 3% CO u. CO₂) u. W. auftreten. Überschüssige Reaktionswärme wird durch Verd. mit W. abgeführt. Man läßt ein 80%ig. Gemisch von II u. W. aus einem kalibrierten Tropftrichter in ein Schlangenrohr aus Glas tropfen, das auf 250° erhitzt wird u. durch das nötige Luft (30—40 Liter/Mol.) strömt. Das Luft-Dampf-Gemisch wird in einem Verbrennungsrohr über A-Gaze geleitet, wobei Fl.- u. Luftstrom so geregelt werden, daß der Katalysator bei dunkler Rotglut bleibt. Die Verbrennungsprod. gehen durch einen absteigenden Intensivkühler, einen als Vorlage dienenden Rundkolben, eine Kühlfalle u. einen Nebelabscheider in Form eines schwach abwärts geneigten mit Glaswolle gefüllten Rohres. Die erhaltene Fl. wird durch Dest. gereinigt, wobei azeotropes W.-I-Gemisch, das Monohydrat von I u. das wasserfreie I erhalten werden. (J. chem. Soc. [London] Suppl. Nr. 1. 25—27. 1949. Billingham-on-Tees, Imperial Chemical Industries Limited.) NAFZIGER. 3051

J. G. M. Bremner und A. Robertson, *Tetrahydrofurfur*. 2. Mitt. *Der Einfluß von Wasser und Alterung auf seine physikalischen und chemischen Eigenschaften*. (1. vgl. vorst. Ref.) Beim Versetzen mit W., was unter kräftiger Wärmeentw. vor sich geht, nimmt der Brechungsindex des frisch dargestellten *Tetrahydrofurfur*s (I) (n_D²⁰ = 1,4463) zu, um bei etwa 90%ig. Aldehyd, was annähernd der Zus. des *Hemihydrats* entspricht, mit n_D²⁰ = 1,4730 ein Maximum zu erreichen. Die Viscosität nimmt ebenfalls mit steigendem Wassergeh. bis zu einem Maximum zu. — Aus der wss. Lsg. dest. bei der Fraktionierung ein *azeotropes Gemisch* mit 16% I etwas unterhalb 100° ab; im Vakuum geht bei Kp.₁₅ 40—43° ein viscoses Öl von der Zus. des *Monohydrats* über (83—88% I). — Während frisch dest. I mit W. in allen Verhältnissen mischbar ist, vermindert sich die Löslichkeit bei längerem Stehen (auch unter N₂), wobei gleichzeitig die Viscosität, die Dichte (von 1,0874—1,1610) u. der Brechungsexponent (von 1,4473—1,4762) zunehmen u. das Mol.-Gew. sich verdoppelt. Die *Dimerisierung* ist reversibel, da das gealterte Prod. das gleiche 2,4-Dinitrophenylhydrazon liefert wie frisches I, bei der Dest. wieder monomeres I ergibt u. bei der katalyt. Hydrierung nur Tetrahydrofurfurylalkohol liefert. Daß die Alterung als eine Aldolkondensation aufzufassen ist, ergibt sich daraus, daß sie sich durch NaHCO₃ beschleunigen läßt, u. daß sie mit einer Änderung der Infrarotabsorption verbunden ist, die eine Schwächung der CO- u. eine Verstärkung der OH-Banden anzeigt. (J. chem. Soc. [London] Suppl. Nr. 1. 27—29. 1949.) NAFZIGER. 3051

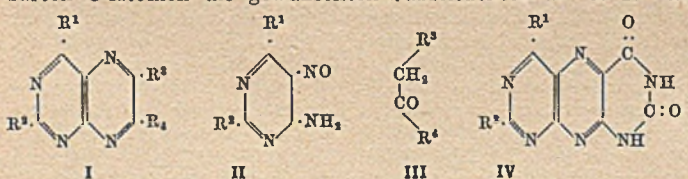
J. Cymerman und J. L. Lowe, *Einige 2-Thienylalkylsulfone*. Im Hinblick auf die baktericiden Eigg. p-substituierter Phenylalkylsulfone wurden als Vorstufen für die Darst. von Thiophenanalogen mit R = NH₂, CH₂NH₂, C(=NH)NH₂ u. R' = Alkyl oder Aralkyl folgende *2-Thienylsulfone* durch Behandeln von Na-Thiophensulfinat (erhalten durch Zers. von Thiophen-2-sulfonylchlorid mit Na₂SO₃ u. Umsetzung mit NaHCO₃) mit Alkylhaliden dargestellt: *Methyl-2-thienylsulfon*, C₆H₄O₂S₂, F. 47°. — *Äthyl-2-thienylsulfon*, C₈H₈O₂S₂, Kp.₂₅ 120°; D.₁₈¹⁸ = 1,297; n_D¹⁸ = 1,5507; Mol.-Refr. 43,39. — *n-Propyl-2-thienylsulfon*, C₇H₁₀O₂S₂, Kp.₂₅ 153—154°; D.₂₀²⁰ = 1,259; n_D²⁰ = 1,5404; Mol.-Refr. 47,33. — *n-Butyl-2-thienylsulfon*, C₈H₁₂O₂S₂, Kp.₃ 163 bis 165°; D.₁₅¹⁵ = 1,199; n_D¹⁵ = 1,5369; Mol.-Refr. 52,98. — *n-Amyl-2-thienylsulfon*, C₉H₁₄O₂S₂, Kp.₂ 162—163°; D.₁₇¹⁷ = 1,181; n_D¹⁷ = 1,5282; Mol.-Refr. 56,80. — *n-Hexyl-2-thienylsulfon*, C₁₀H₁₆O₂S₂, Kp.₂ 160°; D.₁₅¹⁵ = 1,176; n_D¹⁵ = 1,5230. — [4-Nitrobenzyl]-2-thienylsulfon, C₁₁H₉O₄NS₂, F. 177°. — *Di-[2-thienyl]-disulfoxyd*, C₈H₆O₂S₄, durch Zers. einer wss. Lsg. des Na-Sulfinats mit HJ, Nadeln, F. 46—47°. (J. chem. Soc. [London] 1949. 1666. Juni. Nottingham, Nottingham and District Techn. Coll.) SCHULENBURG. 3071

R. O. Clinton, *Einige heterocyclisch-substituierte Hydrazine. N¹-Benzolsulfonyl-N²-[chinolyl-(2)-hydrazinhydrochlorid* (I) wurde dargestellt durch Erhitzen von 2-Chlorchinolin mit 2 Mol Benzolsulfonylhydrazid (II) in A., bessere Ausbeuten (80—90%) gab die Rk. molarer Mengen der Ausgangsstoffe in Ggw. von 1 Mol konz. HCl, I, C₁₅H₁₁O₂N₃Cl,

aus Essigsäure, F. 207—209° (Zers.). Analog wurden gewonnen: *N*¹-Benzolsulfonyl-*N*²-[4-methylchinolyl-(2)]-hydrazinhydrochlorid, *Monohydrat*, C₁₆H₁₈O₃N₃SCI, F. 171 bis 172°; *N*¹-Benzolsulfonyl-*N*²-[5-chlorchinolyl-(4)]-hydrazinhydrochlorid, C₁₅H₁₃O₂N₃SCI₂, F. 219,5—220° (Zers.); *N*¹-Benzolsulfonyl-*N*²-[7-chlor-3-methylchinolyl-(4)]-hydrazinhydrochlorid, C₁₆H₁₆O₂N₃SCI₂·CH₃COOH, F. 196—197° (Zers.); *N*¹-Benzolsulfonyl-*N*²-[7-phenoxychinolyl-(4)]-hydrazinhydrochlorid, C₂₁H₁₈O₃N₃SCI, F. 209—210° (Zers.) u. *N*¹-Benzolsulfonyl-*N*²-[2-aminopyrimidyl-(4)]-hydrazinhydrochlorid, C₁₀H₁₂O₂N₅SCI, F. 237—239° (Zers.). *N*¹-Benzolsulfonyl-*N*²-[7-chlorchinolyl-(4)]-hydrazinhydrochlorid, C₁₅H₁₃O₂N₃SCI₂, wurde synthetisiert aus Benzolsulfochlorid u. 7-Chlor-4-hydrazinochinolin (C₈H₈N₃Cl, aus 4,7-Dichlorchinolin nach KOENIGS u. LOESCH, J. prakt. Chem. 143, [1935.] 59, Nadeln aus A., F. 231—232°; Zers.; korr.) u. besitzt aus Essigsäure F. 203—204° (Zers.). — Analog wurde dargestellt *N*¹-Benzolsulfonyl-*N*²-[5-nitropyridyl-(2)]-hydrazin, C₁₁H₁₀O₂N₄S, F. 196—197° (Zers.); die Verb. konnte durch Rk. von II mit 2-Chlor-5-nitropyridin wie I nicht gewonnen werden. Die synthetisierten Hydrazine zers. sich bei Wasserdampfdest. ihrer Lsg. in Sodalsg. zu den substituierten Heterocyclen. (J. Amer. chem. Soc. 71, 755, Febr. 1949. Rensselaer, N. Y., Sterling-Winthrop Res.-Inst.) KRESSE 3221

W. C. Wooten und R. L. MacKee, *Die Reduktion des Phenanthridins mit Lithium-Aluminiumhydrid*. Mit LiAlH₄ in sd. Ae. wurde Phenanthridin in 5,6-Dihydrophenanthridin, C₁₃H₁₁N, übergeführt; aus PAc., F. 123,5—124,5°. 5-Benzoylderiv., C₂₀H₁₅ON, F. 90,5 bis 92,5°. Die Rk. wurde im SOXHLET-App. unter Rühren während 10 Stdn. durchgeführt. Auch bei größerem Überschuß von LiAlH₄ ging die Red. nicht weiter. (J. Amer. chem. Soc. 71, 2946, 16/8. 1949. North Carolina, Univ., Venable chem. Labor.) NEZEL 3221

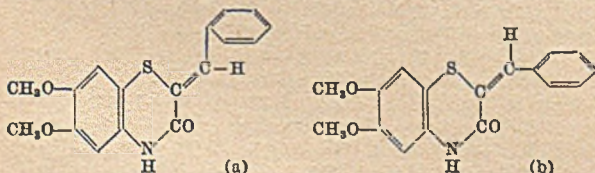
G. M. Timmis, *Eine neue Synthese von Pteridinen*. Vorläufige Mitteilung. Deriv. von Pteridin (I, R¹, R², R³, R⁴ = H), die als Ausgangsmaterial für die Darst. von Deriv. der Folsäure (I, R¹ = OH, R² = NH₂, R³ = H, R⁴ = H, R³ = CH₂·NH·C₆H₄·CO·NH·CH·(CO₂H)·CH₂·CH₂·CO₂H von Bedeutung sind, wurden bisher durch Kondensation von 4,5-Diaminopyrimidinen mit Oxo- oder anderen Verb. gewonnen, die an zwei benachbarten C-Atomen die gewünschten Substituenten R³ u. R⁴ enthalten. Wenn R³ u.



R⁴ verschieden sind, können sich Gemische von Isomeren bilden, was im Hinblick auf die unterschiedliche Wirksamkeit derartiger Verbindungen als Antagonisten unerwünscht ist. Vf. hat nun gefunden, daß sich 5-Nitroso-4-aminopyrimidine (II) u. Ketone (III) oder verwandte Verb. in essigsaurer Lsg. bei 100—160° bequem zu den gewünschten Pteridinderiv. ohne Bldg. von Isomeren kondensieren lassen. Folgende Verb. wurden dargestellt: I (R¹ = R² = NH₂, R³ = R⁴ = C₆H₅), F. 282°. — I (R¹ = R² = NH₂, R³ = C₆H₅, R⁴ = CH₃), F. 330°. — IV (R¹ = R² = NH₂) λ_{max} = 264, 369, log ε = 4,11, 4,34; λ_{min} = 294, log ε = 3,59. — IV (R¹ = R² = OH) λ_{max} = 280,388, log ε = 4,2, 4,3; λ_{min} = 275, 322, log ε = 4,16, 3,4. (Nature [London] 164, 139, 23/7. 1949. Beckenham, Kent, Chem. Div., Wellcome Res. Laborr.) HILLGER 3252

Alexander Mackie, *Die Benzylidenverbindung des 3-Keto-6,7-dimethoxy-2,3-dihydrobenzthiazins-1,4*. (I) (vgl. BALDICK u. LIONS, J. Proc. Roy. Soc. New South Wales 71, [1937/38.] 113) liefert bei Kondensation mit Benzaldehyd ein cis- u. trans-Isomerenmisch (a u. b). Die Infrarot-Absorptionsspektren zeigen ident., jedoch in ihrer Stärke verschiedene Bande; als cis-Form sieht Vf. das gelb gefärbte, höher schm. Prod. an.

Versuche: Benzylidenverb. von I, durch langsames Zuließen von Benzaldehyd u. verd. NaOH zu I in heißem Alkohol. Nach Dunkelrotfärbung des Reaktionsgemisches wird 45 Min. auf dem Wasserbad erwärmt u. der A. bis zur beginnenden Kristallisation abgedampft. Umkristallisation aus ws. A. liefert im Filtrat orange Nadeln (b), F. 196 bis 198°, der Rückstand aus absol. A. umkristallisiert ergibt gelbe, federartige Kristalle (a), F. 222—223°. Mit konz. H₂SO₄ gibt (a) olivgrüne bis braune, (b) rotbraune Färbung. — I kondensiert nicht mit Anisaldehyd, 2,4-Dimethoxybenzaldehyd, p-Oxybenzaldehyd u. p-Dimethylaminobenzaldehyd, (J. chem. Soc. [London] 1949, 1315—16, Mai 1949. Edinburgh, Heriot-Watt College.) KÖHNEL 3272



Versuche: Benzylidenverb. von I, durch langsames Zuließen von Benzaldehyd u. verd. NaOH zu I in heißem Alkohol. Nach Dunkelrotfärbung des Reaktionsgemisches wird 45 Min. auf dem Wasserbad erwärmt u. der A. bis zur beginnenden Kristallisation abgedampft. Umkristallisation aus ws. A. liefert im Filtrat orange Nadeln (b), F. 196 bis 198°, der Rückstand aus absol. A. umkristallisiert ergibt gelbe, federartige Kristalle (a), F. 222—223°. Mit konz. H₂SO₄ gibt (a) olivgrüne bis braune, (b) rotbraune Färbung. — I kondensiert nicht mit Anisaldehyd, 2,4-Dimethoxybenzaldehyd, p-Oxybenzaldehyd u. p-Dimethylaminobenzaldehyd, (J. chem. Soc. [London] 1949, 1315—16, Mai 1949. Edinburgh, Heriot-Watt College.) KÖHNEL 3272

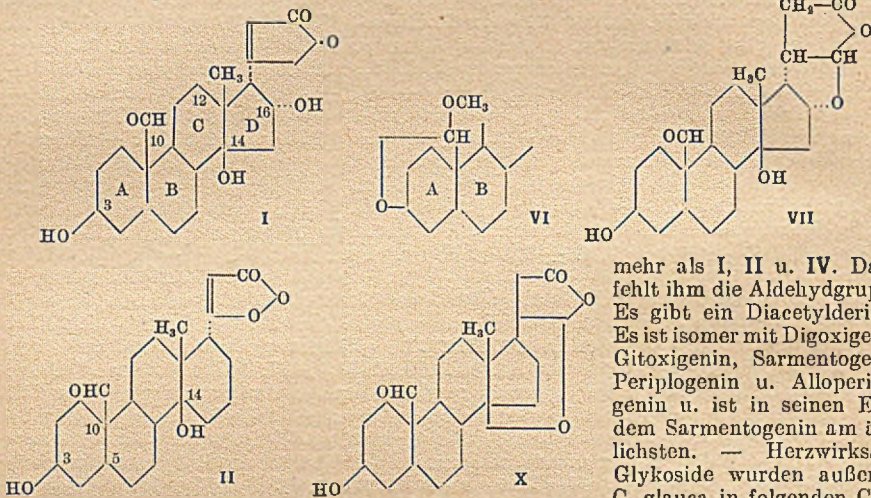
O. Schindler, *Verbesserte Isolierungsmethode der Desoxyribonucleoside*. Die Isolierungsmethode der Desoxyribonucleoside aus den Prodd. der fermentativen Hydrolyse von Thymonucleinsäure mit Kälberdarm-Nucleotidase wurde vereinfacht. Die physikalischen Daten der erhaltenen Nucleoside stimmen z. T. nicht mit den früherer Autoren überein.

Versuche: *Fermentative Hydrolyse der Thymonucleinsäure* mit Nucleotidase aus Kälberdarm nach W. KLEIN (*Z. physiol. Chem.* 207. [1932.] 125; 255. [1938.] 82). Einengen der vorgereinigten Lsg. liefert eine Gallerte. Nach Verreiben mit A. filtrieren, Rückstand hauptsächlich *Guanindesoxyribosid*, C₁₀H₁₃O₄N₅·H₂O, Reinigung durch Verteilung zwischen W. u. Chlf.-A. (2:1), [α]_D¹⁹ = -47,7° ± 3° (c = 0,86 in n. NaOH). — *Hypoxanthindesoxyribosid*, C₁₀H₁₂O₄N₄, scheidet sich beim Einengen des Filtrats der Gallerte ab, F. 218—220°; [α]_D¹⁹ = -22,9° ± 2° (c = 1,174 in n. NaOH). — *Thymindesoxyribosid* (*Thymidin*), aus der Mutterlauge des Vorhergehenden durch Chromatogramm an Al₂O₃ u. Kristallisation aus Methanol-Ae., F. 187°; [α]_D¹⁶ = +32,8° ± 2° (c = 1,04 in n. NaOH). — *Cytosindesoxyribosid*, C₉H₁₃O₄N₃, durch Fällung als Pikrat, mit 2n Schwefelsäure in Freiheit setzen. Umkrist. aus Methanol-Ae., F. 213—215°; [α]_D¹⁹ = +82,4° ± 2° (c = 1,31 ± 0,02°). (*Helv. chim. Acta* 32. 979—84. 2/5. 1949.)

MATSCHKE 3450

A. Stoll, A. Pereira und J. Renz, *Über herzwirksame Glykoside und Aglykone der Samen von Coronilla glauca*. 21. Mitt. über Herzglykoside. (20. vgl. C. 1943. I. 2496.) Vff. haben die Arbeiten von SCHLAGDENHAUFFEN u. REEB wieder aufgenommen (vgl. auch TAURET, C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 198. [1934.] 1637; Bull. Soc. Chim. biol. 16. [1934.] 941; C. 1935. I. 570). Im Gegensatz zu den genannten Autoren gelang es den Vff. nicht, aus den Samen von *Coronilla glauca* einzelne genuine Glykoside in krist. Form zu isolieren, doch konnte in dem amorphen Glykosidgemisch das Vork. von mindestens 4 verschiedenen Glykosiden nachgewiesen werden. Die Ausbeute an Rohglykosidgemisch betrug 0,6—0,7%, Toxizität an der Katze nach HATCHER 0,695 mg/kg. Bei der sauren Hydrolyse entstanden 44% chloroformlösl. Aglykone, daneben nur *Glucose*. Auf 1 Aglykon-Mol. kommen also im Durchschnitt 2 Glucosereste. Aus dem Aglykongemisch konnte nur sehr wenig kristallisiertes Material isoliert werden. Unterwirft man dagegen die entfetteten Samen in wss. Aufschlammung einer Hydrolyse durch die arteigenen Fermente, so erhält man eine beträchtliche chloroformlösl. Aglykonfraktion, aus der sich mit A. die Hauptmenge des *Furcumarins*, über dessen Konst. gesondert berichtet wird, abscheiden. Die in den alkoh. Mutterlauge enthaltenen Aglykone wurden durch Chromatographie ihrer Chlf.-Lsg. an Al₂O₃ u. Elution mit reinem sowie mit methanolhaltigem Chlf. aufgeteilt. So konnten 4 Aglykone isoliert werden (mit den Ausbeuten von g/kg entfetteten Samen): *Alloglaucotoxigenin* (I), C₂₃H₃₂O₈, (1 g), *Corotoxigenin* (II), C₂₃H₃₂O₈, (0,5 g), *Coroglaucigenin* (III), C₂₃H₃₄O₈, (0,03—0,05 g), *Glaucorigenin* (IV), C₂₃H₃₂O₈, (0,05 g). Die Spaltung des genuine Glykosidgemisches gelang dagegen nicht mit α-Glucosidase der Hefe oder mit Emulsin. — Alle Aglykone enthalten einen 5gliedrigen Lactonring, I gibt ein *Diacetyl*deriv. (2 OH-Gruppen) u. ein *Oxim* (= O-Gruppe). Daß die CO-Gruppe in Form einer Aldehydgruppe vorliegt, wurde durch Oxydation des *Diacetyl*deriv. von I mit CrO₃ zu der *Monocarbonsäure* C₂₂H₃₀O₉ (V) bewiesen. I gibt mit methanol. HCl ein *Cyclohalbacetal* VI analog *Strophanthidin*, woraus Vff. schließen, daß die eine OH-Gruppe die 3-Stellung, die Aldehydgruppe die Stellung 10 einnimmt. Beide Gruppen müssen dann in bezug auf Ring A cis-(β)-ständig sein. Mittels Alkali läßt sich I in die Isoverb. (VII) umlagern, die nur noch eine Monoacetylverb. gibt. Da diese Isomerisierung mit einer Veränderung des Lactonringes verknüpft ist, nehmen Vff. an, daß die 2. sek. Carbinolgruppe die Stellung 16 einnimmt, OH u. Lactonring in cis-Stellung in bezug auf Ring D. Da I biol. fast unwirksam ist, das genuine Glykosid, aus dem I entstanden ist, aber stark wirksam sein muß, sind Vff. der Ansicht, daß bei der fermentativen Spaltung der Glykoside gleichzeitig eine Allomerisierung stattgefunden hat, durch die die Lactonreihenketten in I nunmehr eine andere räumliche Lage einnimmt als in den wirksamen Aglykonen, analog der Allomerisierung in der Gruppe der *Strophanthraglykoside*. — Für das 6. Sauerstoffatom in I nehmen Vff. eine tert. OH-Gruppe in Stellung 14 an, die sich zur Lactonreihenkette in trans-Stellung befindet. IV ist mit I isomer u. unterscheidet sich von I besonders durch die hohe Linksdrehung. Es gibt wie I ein *Diacetat* u. ein *Oxim*. Daß I die Alloform von IV darstellt, ist unwahrscheinlich, da *Strophanthidin* u. *Allostrophanthidin* sowie *Periplogenin* u. *Alloperiplogenin* sich in ihren [α]_D-Werten nur wenig unterscheiden. Auch die Unterschiede in der LIEBERMANNschen Farbrk. sprechen gegen eine solche Annahme. Dagegen könnte I die Alloform des *Adonitoxigenins* sein. — II gibt eine Monoacetylverb. u. ein *Oxim*. Das Vorliegen einer Aldehydgruppe wird durch Oxydation des *Acetats* von I zu der *Carbonsäure* VIII, C₂₂H₃₄O₉, bewiesen. Die Bldg. des *Cyclohalbacetals* IX mit methanol. HCl spricht für die gleiche Stellung von OH- u. CHO-Gruppe wie in I. Mit Alkali entsteht die Isoverb. (X), an der die tert. OH-Gruppe beteiligt sein muß. X gibt keine

LEGAL-Rk. mehr. Da II biol. wirksam ist, wird dem Lactonring die normale Stellung zugeschrieben. II unterscheidet sich demnach von Digitoxigenin nur durch die Aldehydgruppe in 10-Stellung an Stelle der CH₃-Gruppe u. vom Strophanthidin nur durch das Fehlen der OH-Gruppe an C₅. — III ist gleichfalls biol. gut wirksam, enthält 2 H-Atome



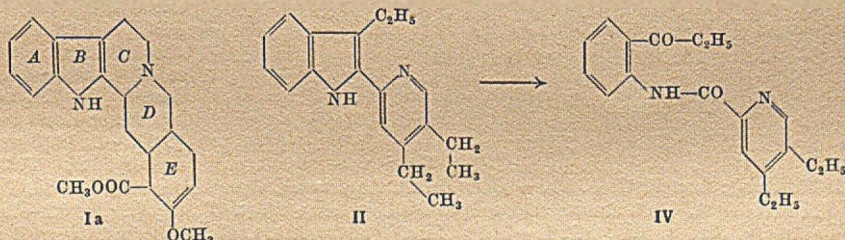
mehr als I, II u. IV. Dafür fehlt ihm die Aldehydgruppe. Es gibt ein Diacetylderivat. Es ist isomer mit Digoxigenin, Gitoxigenin, Sarmetogenin, Periplogenin u. Alloperiplogenin u. ist in seinen Eig. dem Sarmetogenin am ähnlichsten. — Herzwirksame Glykoside wurden außer in *C. glauca* in folgenden Cor-

nillaarten gefunden: *C. cappadocica* Willd., *coronota* L., *cretica* L., *junceae* L., *minima* L., *montana* Scop., *orientalis* Mill., *parviflora* Willd., *repanda* (Poir.) Boiss., *vaginalis* Lam., *valentina* L., *varia* L., *viminalis* Salisb. — Nur die beiden Arten *C. emerus* L. u. *C. emeroide* Boiss. et Sprun. enthalten keine Herzglykoside.

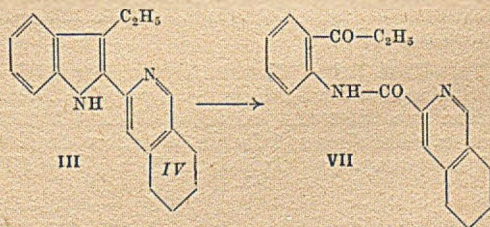
Versuche: Die herzwirksamen Glykoside ließen sich aus dem mit PAc. entfetteten Samenpulver am besten mit wasserfreiem Methanol (auf 1 kg 5 Liter) extrahieren. Ausbeute an Rohextrakt 10–12% des Ausgangsmaterials; Toxizität an der Katze 4,85 mg/kg. Fällung von Verunreinigungen mit W. u. Pb-Acetat, Ausschütteln mit Chlf. nach Abdest. des NH₃OH, wodurch das *Furocumarin*, F. 163° (aus A.) entfernt wird. Aus der resultierenden wss. Lsgg. wurden die Herzglykoside an Kohle adsorbiert u. mit heißem CH₃OH eluiert. Hellgelbes, hygroskop. bitterschmeckendes Pulver, das eine grüne LIEBERMANNsche Rk. gibt. Die Glykoside lassen sich durch chromatograph. Adsorption an Al₂O₃ weiter von Begleitstoffen befreien. In der Säule bleibt unter anderem ein *Glykosid* einer *Furocumarinsäure*, F. 125° (Muttersubstanz des Furocumarins), das mit verd. Essigsäure eluiert wird. Aus dem so gewonnenen Gesamtglykosidgemisch wurden nach Hydrolyse mit 2 n H₂SO₄ (5 Stdn. bei 100°) 44% Aglykone erhalten: $[\alpha]_D^{20} = +30,8^\circ$ (W., c = 1,414). Bei der Spaltung mit methanol. HCl wurde α -Methylglucosid isoliert. — Zur enzymat. Hydrolyse der Herzglykoside wurde das entfettete Samenpulver mit W. unter Toluol 48 Stdn. bei 37° autolytisiert. Extraktion der Aglykone mit CH₃OH, Reinigung mit Pb-Acetat, Ausschütteln der Aglykone mit Chlf., Lösen des Chloroformrückstands in heißem A., aus dem in der Kälte *Furocumarin* auskristallisiert. Der scharf getrocknete Eindampfrückstand der alkoh. Mutterlauge wurde in Chlf. gelöst. Daraus krist. rohes *Alloglaucotoxigenin*. Trennung der Aglykone der Chlf.-Mutterlauge durch Chromatographie an Al₂O₃. Durch Chlf. wird zuerst *Furocumarin* eluiert, mit Chlf. + 0,2% Methanol hauptsächlich *Corotoxigenin* (II), mit Chlf. + 0,5% CH₃OH hauptsächlich *Alloglaucotoxigenin* (I), mit Chlf. + 1% CH₃OH hauptsächlich *Coroglaucigenin* (III), mit Chlf. + 5% CH₃OH *Glaucorigenin* (IV). — I, C₂₃H₃₂O₈, aus 70%ig. A. derbe Spiesse u. Prismen, F. 235° (Zers.), $[\alpha]_D^{20} = +26,9^\circ$ (Methanol; c = 0,4076). LIEBERMANNsche Rk.: schwach rosa-graurosa-gelblichgrün-hellgelb. LEGAL-Rk. rot. Gibt mit Digitonin keine Fällung. *Diacetylderiv.*, C₂₇H₃₆O₈, aus wasserhaltigem CH₃OH, mit ½ Mol H₂O, F. 192–193°, aus reinem Methanol wasserfrei: $[\alpha]_D^{20} = -8,8^\circ$ bis $-9,5^\circ$ (CH₃OH; c ~ 0,8); LIEBERMANNsche Rk.: rosa-violett-hellviolettbraun-bräunlichgrün-gelb-orange. — *Oxim* der *Diacetylverb.* C₂₇H₃₇O₈N, aus Methanol mit W., dann aus Aceton, schließlich aus 6–8 Teilen Methanol flache Prismen, F. 265°, $[\alpha]_D^{20} = -5,9^\circ \pm 1^\circ$ (CH₃OH; c = 0,76) — *Carbonsäure* V, C₂₂H₃₆O₉, aus I durch Oxydation mit CrO₃ in Lsgg. aus CH₃OH oder 50%ig. CH₃OH Prismen, F. 181°, $[\alpha]_D^{20} = +3,0^\circ \pm 2^\circ$ (CH₃OH; c = 0,1676). — *Isoalloglaucotoxigenin* (VII), C₂₃H₃₂O₆, aus I in CH₃OH mit 0,1 n NaOH 2 Tage bei 20°;

aus Dioxan mit W., dann aus 50%ig. CH₃OH Nadeln, F. 257°, $[\alpha]_D^{20} = +1,2^\circ \pm 1^0$ (75%ig. Dioxan; $c = 0,7916$). LEGAL-Rk. negativ. *Acetylderiv.*, C₂₅H₃₃O₇, aus CH₃OH + W. kleine Nadeln, F. 141—142°. — *Cyclohalbacetal VI*, C₂₄H₃₄O₆, aus I mit methanol. HCl; aus Aceton + Hexan Prismen, F. 210°. — *Coroloxigenin (II)*, C₂₃H₃₂O₅, aus 80%ig. CH₃OH dicke Nadeln u. längliche Prismen, aus verdünnterem CH₃OH feine Nadeln, F. 221°, $[\alpha]_D^{20} = +42,95 \pm 0,65^\circ$ (CH₃OH; $c \sim 0,4$). LEGAL-Rk. positiv; LIEBERMANNsche Rk.: rosa-grauviolett-bräunlich-violett-grünlichbraun-braun-gelb-orange. Gibt mit Digitonin keine Fällung. — *Acetylderiv.*, C₂₅H₃₄O₆, aus CH₃OH + W. Prismen, F. 256°, $[\alpha]_D^{20} = +31,8^\circ$ (90%ig. CH₃OH; $c = 0,48$). — *Oxim der Acetylverb.*, C₂₂H₃₅O₆N, aus Methanol kleine Prismen, F. 252°—255° (Zers.). — *Carbonsäure VIII*, C₂₅H₃₄O₇, aus II mit CrO₃ in Eisessig; aus CH₃OH + W. Polyeder, F. 218—220° (Zers.). — *Isocoroloxigenin (X)*, C₂₃H₃₂O₅, aus CH₃OH dünne Blättchen, F. 234—235°, $[\alpha]_D^{20} = +42,0^\circ$ (CH₃OH; $c = 0,7516$). — *Cyclohalbacetal IX*, C₂₄H₃₄O₆, aus Aceton-Ac. + Hexan schräg abgeschnittene Blättchen mit $\frac{1}{2}$ H₂O, das erst bei 120° im Hochvakuum abgeben wird; F. 187° (Zers.). — *Coroglaucigenin (III)*, C₂₃H₃₄O₅, aus 70%ig. Methanol rechteckige, oft einseitig schief abgeschnittene Plättchen, F. 249—250° (Zers.), $[\alpha]_D^{20} = +23,0^\circ$ (CH₃OH; $c = 0,24$) LIEBERMANNsche Rk.: intensiv grasgrün-grüngelb-rot (sehr beständig); LEGAL-Rk. positiv. KELLEB-KILIANische Rk.: wenig charakterist. gelbbrauner Ring. Gibt mit Digitonin keine Fällung. — *Diacylderiv.*, C₂₇H₃₈O₇, aus 50%ig. CH₃OH Blättchen, F. 222 bis 223°. — *Glaucoigenin (IV)*, C₂₂H₃₂O₆, aus 20 Teilen CH₃OH Nadelbüschel, F. 228°, $[\alpha]_D^{20} = -86,3^\circ$ (CH₃OH; $c = 0,556$); LIEBERMANNsche Rk.: rosaviolett-dunkelgrün (sehr beständig)-gelbbraun. LEGAL-Rk. positiv. Gibt keine Fällung mit Digitonin. — *Diacylderiv.*, C₂₇H₃₈O₈, aus Aceton feine Nadeln, F. 295—296°, $[\alpha]_D^{20} = -193^\circ$ (90%ig. CH₃OH; $c = 0,132$); (ist vermutlich ein Gemisch eines Di- u. Triacylderiv.). — *Oxim der Diacylverb.*, C₂₇H₃₇O₈N, aus CH₃OH Nadeln, F. 251°. (Helv. chim. Acta 32. 293—315. 1/2. 1949. Basel, Pharmazent.-chem. Labor. Sandoz.) OHLÉ. 3450

P. Karrer und P. Enslin, Untersuchungen über Corynanthein. Aus Yohimbé-Rindenrückständen werden wie früher (Helv. chim. Acta 9. [1926.] 1059) 0,4—0,5% *Pseudo-yohimbín*, F. 253—254°, u. 8% rohes *Corynantheinhydrochlorid* (F. 205°) isoliert; die aus dem letzteren freigesetzten Basen lassen sich in eine amorphe Fraktion u. *kristallisiertes Corynanthein (I)*, C₂₂H₂₆O₃N₂·2 H₂O, F. 71° (wasserfrei 117°), $[\alpha]_D = +30,15^\circ$ (CH₃OH), *Hydrochlorid*, C₂₂H₂₆O₃N₂·H₂O·HCl, $[\alpha]_D = +41,0^\circ$ (CH₃OH) aufteilen (vgl. JANOT u. GOUTAREL, C. 1938. II. 77). I liefert bei der Dehydrierung mit Selen (300°) eine Base *Corynanthyryn (II)*, C₁₀H₂₂N₂, F. 107—108°; *Hydrochlorid*, F. 205°; *Pikrat*, C₁₀H₂₂N₂·C₆H₃O₇N₃, F. 218° (Zers.), die im Absorptionsspektrum u. im chem. Verhalten große Ähnlichkeit mit dem um 2 H ärmeren Tetrabyrin („Tetrahydrobyrin“, III)

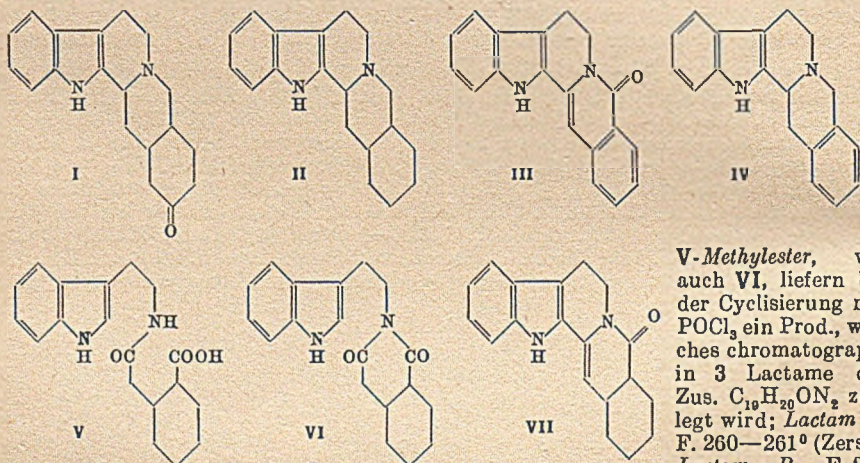


aufweist. Ozon wandelt II in ein krist. *Ozonid*, C₁₉H₂₂O₃N₂, F. 137° (Zers.) um, welches durch 4 n HCl in ein *Keton*, C₁₆H₂₂O₂N₂ (IV), F. 77—79°, übergeführt wird. IV läßt sich durch 10 n H₂SO₄ zu *o*-Amino-propiofenon (V), C₉H₁₁ON, F. 44,5 bis 45°, u. *3,4-Diäthylpyridin-6-carbonsäure (VI)*, C₁₀H₁₃O₂N, F. 142 bis 143°, aufspalten. Die Identifizierung von VI erfolgt durch Decarboxylierung mit Cu-Pulver zu *3,4-Diäthylpyridin*, C₉H₁₃N, Kp.₉ 77—80° (*Pikrat*, F. 139 bis 140°), welches seinerseits aus β -Collidin durch Kondensation mit Formaldehyd u. Red. des Monomethylol- β -collidins synthetisiert wird. Der beschriebene Abbau entspricht dem zuerst von SCHOLZ (C. 1935. II. 2064) durchgeführten Abbau von III zum *Keton*, C₁₀H₂₀O₂N₂, (VII), F. 150—151° u. weiter zu V u. *5.6.7.8-Tetrahydroisochinolin-3-carbon-*



säure (VIII), C₁₀H₁₁O₂N, F. 206°, die durch Decarboxylierung in 5.6.7.8-Tetrahydroisochinolin (Pikrat, C₉H₁₁N C₈H₇O₂N₃, F. 145,5—146,5°) übergeführt wird. Nach diesen Ergebnissen unterscheiden sich II u. IV von III u. VII nur darin, daß in ihnen der Ring IV reduktiv aufgespalten ist; die Verschiedenheit von I u. Yohimbin ist daher wahrscheinlich in der Struktur des Ringes E zu suchen. Die Formel Ia für I würde die leicht erfolgende Aufspaltung dieses Ringes bei der Selen-Dehydrierung (im Gegensatz zum Verh. des Yohimbins) erklären. — *Alstyrin*, das Dehydrierungsprod. des *Alstonins* (vgl. SHARP, C. 1938. II. 3812), ist möglicherweise mit II identisch. — Die Absorptionsspektren von II, III, VI u. VIII sind abgebildet. (Helv. chim. Acta 32. 1390—1402. 1/8. 1949. Zürich, Univ., Chem. Inst.) BoRt. 3500

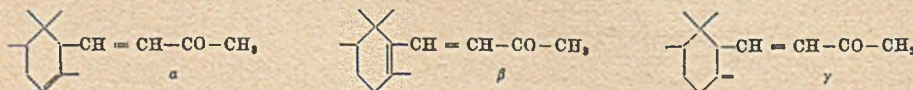
J. Jost, *Über das Ringgerüst des Yohimbins*. 4. Mitt. (3. vgl. SPEITEL u. SCHLITTLER, C. 1950. I. 68). Yohimbin (I) (vgl. WITKOP, C. 1943. II. 904) läßt sich durch WOLFF-KISHNER-Red. in Yohimban (II), C₁₉H₂₄N₂, F. 206° (Zers.), [α]_D = -82° (A.), überführen; Hydrochlorid, C₁₉H₂₄N₂ HCl, F. 267—269° (Zers.); Hydrojodid, F. 298—300° (Zers.). Zwecks Synth. von II durch Red. des Amids VII (vgl. SCHLITTLER u. ALLEMANN, C. 1948. II. 211) wird in einem Vorvers. festgestellt, daß das Amid III (vgl. CLEMO u. SWAN, J. chem. Soc. [London] 1946. 617; SCHLITTLER u. ALLEMANN, l. c.) elektrolyt. zu der Verb. IV, C₁₉H₁₈N₂, F. 191—192° (Hydrochlorid, C₁₉H₁₈N₂ HCl, Zers.-P. 290°), reduzierbar ist, die CLEMO u. SWAN (l. c.) auf anderem Wege synthetisiert haben. Zur Synth. von VII wird trans-Hexahydrohomophthalaldehyd mit Tryptamin zu trans-Hexahydrohomophthaloyltryptamin (V), C₁₉H₂₄O₃N₂, F. 176—178°, kondensiert, wobei unter veränderten Bedingungen der Aufarbeitung an Stelle von V auch trans-Hexahydrohomophthaloyltryptimid (VI), C₁₉H₂₂O₂N₂, F. 242—243°, erhalten werden kann.



V-Methylester, wie auch VI, liefern bei der Cyclisierung mit POCl₃ ein Prod., welches chromatograph. in 3 Lactame der Zus. C₁₉H₂₀ON₂ zerlegt wird; Lactam A, F. 260—261° (Zers.); Lactam B, F. 214

bis 216° (Zers.); Lactam C, F. 304—306° (Zers.). Lactam A, dem wahrscheinlich die Formel VII zukommt, wird durch elektrolyt. Red. in eine Base, C₁₉H₂₄N₂, F. 180—181° [Hydrojodid, C₁₉H₂₄N₂ HJ, F. 299—301° (Zers.)], übergeführt, die in ihrem Absorptionsspekt. mit II übereinstimmt u. möglicherweise mit diesem stereoisomer ist. (Alle FF. auf dem KOFLER-Block.) (Helv. chim. Acta 32. 1297—1305. 15/6. 1949. Basel, Univ., Organ.-chem. Anstalt.) BoRt. 3500

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 62. Mitt. *Über die Konstitution und die Synthese von Ironen*. (61. vgl. C. 1948. II. 85.) Vf. diskutiert die Arbeiten von RUZICKA u. Mitarbeitern (C. 1948. I. 1295, 1297; 1948. II. 51 u. früher) u. seine eigenen früheren Mitt. über die Konst. der Irone. Die *Iriswurzel* enthält die 3 Isomeren α-Iron (I), β-Iron (II) u. γ-Iron (III), von denen I den Hauptbestandteil



bildet. Im allg. stimmen die von Vf. durchgeführten Messungen der RAMAN-Spektren u. die Unters. der Absorptionsspektren im Infrarot von RUZICKA überein, doch schreibt Vf. die Absorption 1670 u. 1690 cm⁻¹ von II u. von β-Iron nicht der endocycl. Doppel-

bindung, sondern dem Carbonyl zu, während die Linien 1172 cm^{-1} u. 1672 cm^{-1} von *Dihydroiron* nicht von einer nicht vorhandenen Ketogruppe herrühren können. Während nach RUZICKA die Infrarotabsorption keine Unterscheidung der exocycl. Doppelbindung von III u. der endocycl. Doppelbindung von I gestattet, ist dies im RAMAN-Spekt. durchaus möglich, u. zwar schreibt Vf. die Linien 1640 cm^{-1} der ersten u. 1670 cm^{-1} der zweiten Art der Lückenbindung zu, in Übereinstimmung mit Messungen an β -Pinen u. *Dipenten* bzw. α -Pinen, α -Terpineol u. *Terpinolen*. Die von RUZICKA vorgenommene Best. des Anteils von III mittels Ozonolyse durch Best. des Formaldehyds mit *Dextropimarsäure* als Vergleichssubstanz erscheint sehr unzuverlässig, da die Menge HCHO von der Geschwindigkeit der Ozonisierung u. von der Ozonisierungsfähigkeit anderer Doppelbindungen des Mol. abhängt. Der F. des 4-Phenylsemicarbazons von synthet. *d.l.-I* ist $174,5\text{--}175,5^\circ$; Prodd. mit niedrigerem F. enthalten Isomere. II läßt sich aus I oder III u. deren Gemischen durch Isomerisierung mit konz. H_2SO_4 darstellen. Dabei gab I aus Iris u. synthet. *d.l.-I* Proben von II, die sich nur in ihrer opt. Aktivität unterschieden, was auf die Stereoisomerie an den C-Atomen 2 u. 6 zurückzuführen ist. In Anwendung der Regel von AUWERS u. SKITA schreibt Vf. dem natürlichen Prod. die *cis*- u. dem synthet. Prod. die *trans*-Form zu. Die UV-Absorptionskurven von I, II u. III werden dargestellt. Einzelheiten der Spektren u. der FF. der Derivv. verschied. Reinheitsgrades vgl. Original.

Versuche (FF. korr.): Die Isolierung der neutralen Fraktionen der *Irisöl* wurde durch Abtrennung der sauren Prodd. mit 40–42% ig. KOH oder mit Li-Acetat zur Entfernung der höheren Fettsäuren als Li-Salze oder durch Isolierung der Ketone mit GIRARD-Reagens P vorgenommen. — Eine Reihe von Ozonisierungen wurde nach der Meth. von DOEUVRE (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 3. [1936.] 616), von RUZICKA (l.c.) u. von CLEMO u. MACDONALD (J. chem. Soc. [London] 1935. 1294) vorgenommen, der gebildete HCHO nach verschied. Methoden bestimmt u. die sehr unterschiedlichen Ergebnisse einander gegenübergestellt; die benutzte App. wird ausführlich beschrieben. — Die Cyclisierung der Mischung von isomeren Pseudoironen mit konz. H_2SO_4 oder H_3PO_4 gab eine Mischung von *d.l.-Ironen*, die viel *d.l.-Iron* (*d.l.I*) enthielt. Es wurden *d.l.-I-Phenylsemicarbazone*, F. $174,5\text{--}175,5^\circ$, *d.l.-I-2,4-Dinitrophenylhydrazon*, orangegelbes Pulver, F. $103\text{--}103,5^\circ$, u. *d.l.-II-2,4-Dinitrophenylhydrazon*, rubinrote Nadeln, F. 135 bis 136° , isoliert. — Reines *d.l.-I* oder die durch Cyclisierung erhaltene Mischung wurde in *d.l.- β -Iron* (*d.l.-II*) umgelagert durch Eintragen in 30–32% ig. H_2SO_4 bei -5 bis 0° unter Rühren u. übliche Aufarbeitung, Reinigung über das *Semicarbazone*, $\text{C}_{15}\text{H}_{25}\text{ON}_3$, F. 163 bis $163,5^\circ$ (A.), daraus *d.l.-II*, $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}$, Kp._{1,6} $108\text{--}103^\circ$; $D_4^{20} = 0,3465$; $n_D^{20} = 1,51831$; Mol.-Refr. $66,04$; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_4\text{N}_4$, rubinrote Nadeln, F. $135\text{--}136^\circ$ (Essigester; CH_3OH); *4-Phenylsemicarbazone*, $\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{ON}_3$, Blättchen, die am Licht gelb wurden, F. $167\text{--}168^\circ$ (CH_3OH). — Die gleiche Behandlung des Gemisches von I u. γ -Iron (*III*) aus *Irisessenz* gab *d.-II*, Reinigung über das *Semicarbazone*, $\text{C}_{15}\text{H}_{25}\text{ON}_3$, F. $167,5\text{--}168^\circ$ (CH_3OH); $[\alpha]_D^{20} = +20,68^\circ$; daraus *d.-II*, $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}$, Kp._{2,8} 114° ; $D_4^{20} = 0,9456$; $n_D^{20} = 1,51800$; $[\alpha]_D^{20} = +20,04^\circ$; Mol.-Refr. $66,07$; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_4\text{N}_4$, rubinrote Nadeln, F. $135\text{--}136^\circ$ (Essigester; CH_3OH); *4-Phenylsemicarbazone*, $\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{ON}_3$, Blättchen, F. $167\text{--}168^\circ$ (CH_3OH). — Durch fraktionierte Kristallisation aus CH_3OH wurden aus 44 g der Phenylsemicarbazone von I u. III aus *Irisöl* 9,7 g *III-Phenylsemicarbazone*, $\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{ON}_3$, Nadeln, F. $178\text{--}179^\circ$; $[\alpha]_D^{20} = +20,5^\circ$ (Chlf., $c = 8$) u. 13,1 g *I-Phenylsemicarbazone*, $\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{ON}_3$, lange Kristalle, F. $162\text{--}163^\circ$; $[\alpha]_D^{20} = -15,10^\circ$, erhalten; *III-2,4-Dinitrophenylhydrazon*, $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_4\text{N}_4$, orangefarbene Kristalle, F. 140 bis 141° (CH_3OH); *I-2,4-Dinitrophenylhydrazon*, $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_4\text{N}_4$, F. $125,5\text{--}126^\circ$. *III*, $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}$, Kp._{1,2} $102\text{--}103^\circ$; $D_4^{20} = 0,9348$; $n_D^{20} = 1,50122$; $[\alpha]_D^{20} = +25,12^\circ$; Mol.-Refr. $65,05$. — 30 g der Mischung von I u. III aus *Irisöl* wurden mit RANEY-Ni in A. bei 20° bis zur Aufnahme von 1 Mol. H_2 hydriert u. durch fraktionierte Kristallisation der Semicarbazone aus A. u. Bzl. 2 g eines in Bzl. u. Chlf. wenig lösl. *Dihydroironsemicarbazons*, $\text{C}_{15}\text{H}_{27}\text{ON}_3$, F. $199,5\text{--}520^\circ$; $[\alpha]_D^{20} = +30,5^\circ$ (CH_3COOH ; $c = 8$), u. ein leichter lösl. erhalten, F. $165\text{--}165,50^\circ$; $[\alpha]_D^{20} = +12,0^\circ$ (CH_3COOH ; $c = 8$); entsprechend die *2,4-Dinitrophenylhydrazone*, $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_4\text{N}_4$, F. $109\text{--}110^\circ$ (CH_3OH), u. F. $130\text{--}131^\circ$. — Die Hydrierung von *d.l.-I* unter denselben Bedingungen gab *Dihydro-d.l.- α -iron*, $\text{C}_{14}\text{H}_{24}\text{O}$, Kp._{2,2} $104,5\text{--}105^\circ$; $D_4^{20} = 0,9259$; $n_D^{20} = 1,48062$; Mol.-Refr. $63,95$; *Semicarbazone*, $\text{C}_{15}\text{H}_{27}\text{ON}_3$, F. $143\text{--}144^\circ$ (CH_3OH); *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_4\text{N}_4$, F. $116\text{--}117^\circ$ (CH_3OH ; Essigester). — *d-Dihydro- α -iron*, $\text{C}_{14}\text{H}_{24}\text{O}$, durch Hydrolyse des Semicarbazons vom F. $165\text{--}165,5^\circ$, Kp._{2,5} $106,5\text{--}107^\circ$; $D_4^{20} = 0,9303$; $n_D^{20} = 1,48280$; $[\alpha]_D^{20} = +11,07^\circ$; Mol.-Refr. $63,94$. — Die UV-Absorptionsspektren wurden in A. aufgenommen, wobei wegen der Empfindlichkeit der Prodd. unter N_2 -Atmosphäre gearbeitet werden mußte. (Helv. chim. Acta 31. 893–914. 30/4. 1948. Vernier-Genf, L. Givaudan & Cie., S. A., Labor. de Recherches.)

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 63. Mitt. Über das ätherische Öl von *Micromeria abyssinica* (Hochst.) Benth., eine Quelle für *d*-Isomenthon. (62. vgl. vorst. Ref.) *Micromeria abyssinica* (Hochst.) Benth aus Tanganjika gab bei der Dest. 1% eines beweglichen, klaren Öles, aus der Vf. 42% *d*-Isomenthon (I) u. 47–48% *d*-Pulegon (II) isolierte, wobei zur Vermeidung von Stereomutationen bei niedriger Temp. u. in einer App. aus neutralem Glas dest. werden mußte. Die verschied. Literaturangaben über die Daten von I werden zusammengestellt u. mit denjenigen der vorliegenden Arbeit sowie mit den Daten von I verglichen, das durch Oxydation von *Isomenthol* (III) dargestellt wurde. I kann nicht durch den F. seines Semicarbazons charakterisiert werden, da dieser je nach Art der Erwärmung u. durch Umkristallisation aus A. wechselt, es findet, bes. in Chloralhydrat als Lösungsm. zur Best. der spezif. Drehung, eine Isomerisierung statt. II ist in dem Öl in der rechtsdrehenden Form enthalten; *Isopulegon* konnte nicht nachgewiesen werden. Die schwereren Fraktionen des Öles gaben durch Erwärmen mit KOH *d*-1-Methylcyclohexanon-(3) durch Spaltung von II; die Sesquiterpenfraktion enthielt wahrscheinlich ein bicycl. linksdrehendes Sesquiterpen.

Versuche (FF. korr.): *Micromeria abyssinica*-Essenz, $D_4^{20} = 0,9175$; $n_D^{20} = 1,47812$; $\alpha_D^{20} = +26,22^\circ$, enthielt Spuren von Phenolen; SZ. 0,28; VZ. 14,1; Ketonanteil 42% durch Oximierung. — 500 g des äther. Öles wurden durch Waschen mit 3% ig. NaOH von den Säuren u. Phenolen befreit, durch Behandlung mit CO₂ wurden 0,35 g *Eugenol* isoliert, *Dinitrophenyläther*, F. 115–115,5°, die in Freiheit gesetzten Säuren hatten einen starken Geruch nach *Caprinsäure*. — Das Öl gab durch wiederholte Fraktionierung *d*-Isomenthon (I), F. —35°; $Kp_{0,8} = 47–47,5^\circ$; $D_4^{20} = 0,9015$; $n_D^{20} = 1,45448$; $[\alpha]_D^{20} = +93,850$; Mol.-Refr. 46,34. Die Rotationsdispersion wird angegeben u. der Einfl. der verschied. Lösungsmittel darauf mit *Menthon* verglichen. — I aus *Isomenthol* (III). III vom F. 82–83°; $[\alpha]_D^{20} = +26,16^\circ$ (A.; c = 4) wurde bei 50–60° mit der schwefelsauren Lsg. von Na₂Cr₂O₇ oxydiert u. das Prod. durch Wasserdampfdest. u. Rektifikation gereinigt, F. —35°; $D_4^{20} = 0,9014$; $n_D^{20} = 1,45443$; $[\alpha]_D^{20} = 93,96^\circ$; Mol.-Refr. 46,35. — *d*-Pulegon (II) wurde durch Rektifikation aus dem Öl erhalten, $Kp_{0,5} = 56–57^\circ$; $D_4^{20} = 0,9365$; $n_D^{20} = 1,48728$; $[\alpha]_D^{20} = +23,40^\circ$; Mol.-Refr. 46,74; *Semicarbazon*, F. 171 bis 172°. — Die Fraktionen nach II wurden mit alkoh. n. KOH verseift u. fraktioniert; es wurden 8,8 g *d*-1-Methylcyclohexanon-(3) erhalten, $Kp_{2,2} = 53,5–54^\circ$; $D_4^{20} = 0,9153$; $n_D^{20} = 1,44403$; $[\alpha]_D^{20} = +12,84^\circ$. Die Sesquiterpenfraktion, C₁₅H₂₄, wurde über Na destilliert, $Kp_{3,5} = 105–106^\circ$; $D_4^{20} = 0,8961$; $n_D^{20} = 1,50925$; $\alpha_D = -141,40^\circ$; Mol.-Refr. 68,06. Die Hydrierung in Ggw. von RANEY-Ni bei 120–130° unter 120 at führte teilweise unter Polymerisation zu einer unlösl. glasartigen Masse. Die fl. Fraktion wurde über Na destilliert u. gab ein homogenes Prod., C₁₅H₂₈, das die Chloroformlg. von Tetranitromethan nicht färbte, $Kp_{2,5} = 98^\circ$; $D_4^{20} = 0,8632$; $n_D^{20} = 1,47252$; $\alpha_D = +0,70$ bis 1,00°; Mol.-Refr. 6,61. (Helv. chim. Acta 31. 932–36. 30/4. 1948.) SPAETH. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 64. Mitt. *Synthese von cis*-(2,6)-*d*-l- α -Iron. (63. vgl. vorst. Ref.) Bei der Cyclisierung der Pseudoirone mit BF₃ als Katalysator nach einem für α -Jonon (II) von KITCHENS ausgearbeiteten Verf. entsteht zu einem wesentlichen Teil *cis*-(2,6)-*d*-l- α -Iron (I). Die Abtrennung von der *trans*-Form gelang am besten durch Red. zu Dihydroironen u. Überführung in die Semicarbazone, die sich durch fraktionierte Kristallisation aus Bzl. trennen ließen. Bei der früher beschriebenen Cyclisierung in Ggw. von H₂SO₄ oder H₃PO₄ entsteht dagegen nur wenig I, sondern hauptsächlich die *trans*-Form, die im Geruch von dem natürlichen Prod., dem Vf. die *cis*-Form zuschreibt, abweicht, während I durchaus den Geruch des Naturprod. hatte. Die Behandlung von *d*-l- β -Iron (III), dem höchstwahrscheinlich die *cis*-(2,3)-Form zukommt, mit NaOC₂H₅ gab ca. 15% I u. 10% der *trans*-Form neben Fraktionen, die nicht näher untersucht wurden.

Versuche (FF. korr.): Cyclisierung von Pseudojononen zu α -Jonon (II). In die Lsg. von techn. Pseudojonon in Bzl. wurde während 45 Min. unter Kühlung BF₃ eingeleitet u. danach während 30 Min. 8% ig. NaOH zugegeben. Die wss. Schicht wurde mit Bzl. extrahiert, der Rückstand der Benzollsg. mit 25% ig. NaOH bei 20–30° während 1 Sde. geschüttelt u. das Prod. in Bzl. aufgenommen. Nach üblicher Aufarbeitung wurden durch Fraktionierung 78,2% techn. Jonon erhalten, das 90% II u. 8% β -Jonon enthielt. — *cis*-(2,6)-*d*-l- α -Iron (I) aus Pseudoironen (unter Mitarbeit von ROLAND C. VOEGELI). Pseudoirone aus der Kondensation von 3-Methylcitralen mit Aceton in Ggw. von Ba(OH)₂ wurden wie oben mit BF₃ behandelt (die Behandlung mit 25% ig. NaOH wurde fortgelassen) u. 82,7% eines Irongemisches erhalten, das 92–95% α -Irone enthielt. Die Anfangs- u. Endfraktionen dieser Mischung wurden in die 4-Phenylsemicarbazone, C₂₁H₂₉ON₃, übergeführt u. durch fraktionierte Kristallisation aus A. *trans*-*d*-l- α -Iron-4-phenylsemicarbazon, F. 174,5–175,5°, als weniger lösl. Prod. erhalten. Die leichter lösl.

Prodd., F. 164,5—165°, gaben ein 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₂₀H₂₆O₄N₄, F. 153,5—154°. Durch Hydrolyse mit sd. wss. Phthalsäurelsg. wurde das Keton, C₁₄H₂₂O, erhalten. Kp._{2,1} 106°; D.₄²⁰ = 0,9368; n_D²⁰ = 1,50188; Mol.-Refr. 64,98; Absorptionsspektr. in A. Maximum 229 mμ (log ε 4,20), 295 mμ (log ε 2,25). — Dihydro-α-irone. 20 g Ironmischung wurden bei 20° in A. mit RANEY-Ni während 35 Min. partiell hydriert u. die isolierten Semicarbazone, C₁₅H₂₇ON₃, aus Bzl. fraktioniert. Es wurden 8 g Semicarbazone, F. 172,5 bis 173°, 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₂₀H₂₆O₄N₄, F. 130—131°, u. 6 g Semicarbazone, F. 143 bis 144°, 2,4-Dinitrophenylhydrazon, F. 116—117° (CH₃OH-Essigester), erhalten. — α-Irone aus d.l.-β-Iron (III). 80 g III wurden mit NaOC₂H₅ in A. 48 Stdn. bei Raumtemp. stehengelassen, nach dem Zufügen von Eis mit CH₃COOH neutralisiert, der A. entfernt, der Rückstand mit W. versetzt u. die Irone mit PAE. extrahiert. 62 g Destillat gaben 45 g III-Semicarbazone, F. 168,5—169°; der Rest wurde nach Reinigung mit Chlf. u. Verseifung mit RANEY-Ni bei 20° in A. hydriert u. die daraus erhaltenen Semicarbazone aus Bzl. fraktioniert; es wurden 1,7 g cis-Dihydro-α-ironsemicarbazone, F. 172—172,5°, 2,4-Dinitrophenylhydrazon, F. 130—131°, u. 1,10 g trans-Dihydro-α-ironsemicarbazone, F. 143—144°, erhalten. (Helv chim. Acta 31. 1103—11. 15/6. 1948.). SPAETH, 3550

Yves-René Naves, Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe. 65. Mitt. Über das von Ukita aus Costuswurzel isolierte Lacton C₁₅H₁₈O₂. (64. vgl. vorst. Ref.) Aus dem Destillat der Benzolextraktion von Costuswurzel wurde von UKITA (C. 1939. II. 1922) ein Lacton I isoliert, welches sich leicht durch Erwärmen isomerisieren läßt, wie aus der Veränderung von n_D hervorgeht. Die Ozonolyse nach DOEUVRE zeigte die Ggw. von 2 Methengruppen. Bei der Red. mit Na u. A. wurde ein Dihydrolacton IV erhalten, das sehr ähnliche Konstanten wie das Costuslacton von SEMMLER u. FELDSTEIN (III) besitzt. Die Hydrierung nach ADAMS gab ein gesätt. Lacton II. Die Dehydrierung von II mit Se gab ein bicycl. Dihydrosesquiterpen u. eine Mischung von Guajazulenen. Da eine solche Red. bei der Dehydrierung mit Se bisher nur bei 1,2-Dicarbonsäureanhydriden beobachtet wurde, könnte I eine tricycl. Struktur mit einem Cyclopropanring besitzen.

Versuche (F. F. korr.): Der Benzolextrakt von Costuswurzel aus Indien wurde unter Zusatz von Glycerin bei 2 mm dest., die erhaltene Menge entsprach 3,6% des Wurzelgewichts. Nach längerem Stehen unter Kühlung wurden aus 5600 g Destillat 420 g Lacton C₁₅H₁₈O₂ (I) erhalten, geruchlose, gelbliche, durchsichtige Kristalle, F. 63,5—64°; D.₄²⁰ = 1,0921; n_D²⁰ = 1,53334; [α]_D = -13,70° (A., c = 5); Mol.-Refr. 65,40. — Thermische Isomerisation. I wurde im Rohr auf 66° erwärmt, wobei n_D während 40 Min. auf 1,5526 anstieg u. dann konstant blieb. Das erhaltene Prod. war glasig, wenig lösl. in den üblichen Lösungsmitteln; [α]_D blieb während der ersten 30 Min. konstant, wegen der Schwerlöslichkeit in CCl₄ konnten weitere Messungen nicht durchgeführt werden. Das Mol.-Gew. blieb konstant. Das Prod. schmolz nicht. — Die Ozonolyse von I nach DOEUVRE (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 3. [1936.] 613) in Essigester u. CH₃COOH gab 1,80—2,12 Mol HCHO; Costuslacton (III) gab unter denselben Bedingungen 0,98—1,26 Mol HCHO. — Dihydrolacton C₁₅H₂₀O₂ (IV). 10 g I wurden beim Kp. mit 15 g Na u. 100 cm³ A. reduziert. Nach Hydrolyse, Neutralisation mit CH₃COOH, Dest. u. Extraktion der neutralen Prodd. wurde mit H₂SO₄ kongosauer gemacht u. das Prod. rektifiziert, Ausbeute 9,6 g, viscose Fl. mit schwachem Geruch, Kp._{1,5} 167—168°; D.₄²⁰ = 1,0984; n_D²⁰ = 1,53142; [α]_D = +38,88°; Mol.-Refr. 65,44. IV wurde auch durch Red. mit Na u. Butanol erhalten. — Hexahydrolacton C₁₅H₂₄O₂ (II). 10 g I wurden in Essigester mit PtO₃ bei 20° hydriert, dickes Öl mit schwachem Geruch, Kp.₃ 173—174°; D.₄²⁰ = 1,0552; n_D²⁰ = 1,50421; [α]_D = +54,44°; Mol.-Refr. 66,30. II färbte die Lsg. von Tetranitromethan in Chlf. nicht u. entfärbte kein Br₂; 5std. Kochen mit 21,5% ig. H₂SO₄ gab keine ungesätt. Säure. — Tetrahydrocostuslacton, C₁₅H₂₄O₂, durch Hydrierung von III wie vorst., Kp._{1,5} 158—159°; D.₄²⁰ = 1,0437; n_D²⁰ = 1,50320; [α]_D²⁰ = +47,04°; Mol.-Refr. 66,92. — Red. u. Dehydrierung von II. 39 g II wurden mit 69 g Se 32 Stdn. in CO₂-Atmosphäre auf 300—340° erhitzt, das Prod. mit PAE. ausgeschüttelt u. bei 30 mm mit Wasserdampf von 120° destilliert. Das dunkelblaue Destillat gab durch Extraktion mit H₃PO₄ (D. = 1,7) 2,2 g Azulene, die durch Chromatographie über Al₂O₃ u. Eluierung mit Cyclohexan gereinigt wurden; das Prod. war wahrscheinlich ein Gemisch von S-Guajazulen u. Se-Guajazulen, Trinitrobenzol, C₂₁H₂₁N₃O₆, F. 150—151°. Die Nichtazulenfraktion, 27 g, wurde über Na rektifiziert, sie bestand aus einem bicycl. Dihydrosesquiterpen C₁₅H₂₆, Kp.₂ 84°; D.₄²⁰ = 0,8766; n_D²⁰ = 1,47749; Mol.-Refr. 66,50. Das Prod. wurde mit Se 30 Stdn. auf 380° erhitzt u. gab dabei kein Azulen, sondern ein arom. Prod., von dem weder ein Pikrat noch ein Trinitrobenzol erhalten werden konnten. (Helv. chim. Acta 31. 1172 bis 1176. 15/6. 1948.) SPAETH, 3550

Yves-René Naves und Pierre Ardizio, Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe. 66. Mitt. Absorption von aliphatischen Terpenen und Sesquiterpenen im mittleren Ultra-

violett. (65. vgl. vorst. Ref.) Die UV-Absorptionsspektren von 2160—3800 Å alkoh. Lsgg. von Geraniol, Citronellol, Farnesol, Linalool, Nerolidol, Citral, Citronellal, Farnesal u. einiger Derivv. dieser Verb. wurden aufgenommen. Die Spektren zeigen, daß die Doppelbindung, die in ϵ - oder ζ -Stellung gegenüber der OH-Gruppe steht, u. die OH-Gruppe ein gemeinsames Chromophorsyst. bilden. Dieses ähnelt einem echten ungesätt. Syst. u. spricht für eine geknäuelte Struktur der Moleküle. (Helv. chim. Acta 31. 1240—46. 2/8. 1948.)

A. REUTER. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*, 67, Mitt. *Über die Trennung und Isolierung der α - und γ -Irone und über ein bisher nicht beschriebenes α -Iron*. (66. vgl. vorst. Ref.) Vf. untersucht die Trennung der bei der Cyclisierung von Pseudoironen erhaltenen Irone. Aus den NaHSO₃-Additionsverb. wurde außer den 4-Phenylsemicarbazonen von *cis-dl- α -Iron* (II) u. *trans- α -Iron* (III) noch das Deriv. eines bisher unbekanntes α -Irons (I) erhalten, das in CH₃OH schwer lösl. war. Das gleiche Prod. ließ sich in größerer Menge aus der Ketonfraktion isolieren, die mit NaHSO₃ keine Additionsverb. gegeben hatte. Das freie Keton ist mit II u. III isomer u. hat sehr ähnliche physikal. Eigg.; es gibt, wahrscheinlich infolge Umlagerung durch Säureeinw., bei der Darst. des 2,4-Dinitrophenylhydrazons das Deriv. von II. Durch partielle Hydrierung wurde *cis-Dihydro- α -iron* erhalten. Von dem bisher bekannten II unterscheidet sich I vermutlich durch die Stellung der Substituenten an der Carbonylgruppe benachbarten Doppelbindung. Wenn man für das bekannte II die Struktur *cis*-(2.6), *cis*-(2¹.2²) annimmt, käme also I die Struktur *cis*-(2.6), *trans*-(2¹.2²) zu. Während sich aus Irissensenz II u. III mit NaHSO₃ isolieren u. ohne Veränderung durch Hydrolyse zurückgewinnen lassen, ist das bei den γ -Irons nicht der Fall; ein Teil davon bildet keine Additionsverb., ein anderer wird verändert. Es scheint, daß sich I aus einem *cis*-(2.6)- γ -Iron bildet; ein solches γ -Iron müßte also auch in dem durch Cyclisierung der Pseudoirone erhaltenen Ketongemisch vorhanden sein; schlüssige Beweise für diese Annahme liegen aber noch nicht vor.

Versuche (FF. korr.): Aus 51,2 g des bei der Cyclisierung der Pseudoirone mit BF₃ erhaltenen Prod. wurden über die Bisulfitverb. 38 g Ketone zurückgewonnen; 5,2 g hatten keine Additionsverb. gegeben. Aus ersteren wurden durch fraktionierte Kristallisation aus CH₃OH 0,7 g *Neo- α -iron-4-phenylsemicarbazone* (IV), C₂₁H₂₉ON₃, F. 181—182°, 8,1 g *trans- α -Iron-4-phenylsemicarbazone* (VI), F. 174,5—175,5°, u. 4,9 g *cis-dl- α -Iron-4-phenylsemicarbazone* (V), F. 165—165,5°, erhalten; die 5,2 g gaben 3,2 g IV, 12,0 g VI u. 1,0 g V. VI u. V wurden in die 2,4-Dinitrophenylhydrazone übergeführt, F. 103—103,5° (CH₃OH), PAe.), bzw. F. 153,5—154° (CH₃OH). Aus V wurde durch Verseifung reines *cis-dl- α -Iron* (II) gewonnen, Kp._{2,7} 109°, D.₄²⁰ = 0,9340; n_D²⁰ = 1,49981; Mol.-Refr. 64,90. IV gab nach Hydrolyse mit 2n HCl das 2,4-Dinitrophenylhydrazon, F. 153,5—154°, ident. mit dem aus V erhaltenen Derivat. Bei der katalyt. Hydrierung des aus IV gewonnenen Ketons bei 20° mit RANEY-Ni in A. wurde *cis-Dihydro- α -iron* erhalten; *Semicarbazone*, C₁₅H₂₇ON₃, F. 173,5—174° (CH₃OH); 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₂₀H₂₈O₄N₄, F. 130—131° (CH₃OH). Aus 14 g IV wurden durch Hydrolyse 8,2 g *Neo- α -iron* (I), C₁₄H₂₂O, gewonnen, Kp._{2,1} 106°, D.₄²⁰ = 0,9349; n_D²⁰ = 1,50088; Mol.-Refr. 64,96. — Bei der Behandlung von reinem II oder III mit NaHSO₃ wurden nach Hydrolyse die Ketone unverändert zurückgewonnen. — 55 g Ketonfraktion der Irissensenz gaben aus der mit NaHSO₃ nicht kombinierten Fraktion 11,3 g γ -Iron-4-phenylsemicarbazone (VII), C₂₁H₂₉ON₃, F. 178—179° (CH₃OH); [α]_D²⁰ = -11,69° (CH₃COOH, c = 8); 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₂₀H₂₈O₄N₄, F. 146—146,5° (CH₃OH); ferner 0,8 g IV, F. 181—182°. Aus den NaHSO₃-Additionsverb. wurden erhalten: 9,5 g IV, F. 181—182°; [α]_D²⁰ = +1,76° (Chlf., c = 8); 1,4 g VI, F. 174,5—175,5°; 30,6 g V, F. 156—165°, u. etwas β -Iron-4-phenylsemicarbazone, F. 167—170°, das am Licht schnell gelb wird; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, F. 135—136°. — Bei der Hydrolyse einer Mischung von VII u. V zu den Ketonen, Behandlung mit NaHSO₃, Hydrolyse u. Rückverwandlung in die 4-Phenylsemicarbazone wurde außer VII u. V auch IV erhalten. (Helv. chim. Acta 31. 1280—88. 2/8. 1948.)

SPAETH. 3550

Yves-René Naves und Pierre Ardizio, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 68. Mitt. *Absorption von Jonon- und Ironderivaten im mittleren Ultraviolett*. (67. vgl. vorst. Ref.) Vf. messen die Absorption im mittleren UV einiger funktioneller Derivv. der Jonone u. Irone in alkoh. Lösung. Es wurden gefunden: α -Jononsemicarbazone, λ_{\max} = 263,5 μ ; log ϵ = 4,48; β -Jononsemicarbazone, λ_{\max} = 283,0 μ ; log ϵ = 4,336; Tricyclojonon, C₁₃H₂₀O; Semicarbazone, λ_{\max} = 278 μ ; log ϵ = 4,34. α -Jonon-4-phenylsemicarbazone, λ_{\max} = 236,0 u. 276,5 μ ; log ϵ = 4,303 bzw. 4,572. β -Jonon-4-phenylsemicarbazone, λ_{\max} = 236,0 u. 290,0 μ ; log ϵ = 4,292 bzw. 4,46. α -Iron-4-phenylsemicarbazone, λ_{\max} = 235,0 u. 275,0 μ ; log ϵ = 4,30 bzw. 4,57. β -Iron-4-phenylsemicarbazone, λ_{\max} = 235,0 u. 290,0 μ ; log ϵ = 4,30 bzw. 4,47. Die Absorptionsspektren der Semicarbazone u. 4-Phenylsemicarbazone der α - u. β -Irone entsprechen also denen der

α - u. β -Jonone, während das Spekt. des Tricyclojononderiv., das als Nebenprod. bei der Cyclisierung der Pseudojonone entsteht, mehr demjenigen von Cyclanonsemicarbazonen gleicht. (Helv. chim. Acta 31. 1427—30. 2/8. 1948.) SPAETH. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 69. Mitt. *Über die Tetrahydroirone*. (68. vgl. vorst. Ref.) Die teilweise Hydrierung von *cis*-(2.6)-*dl*- α -Iron (I) u. *trans*-(2.6)-*dl*- α -Iron (II) führt zu den entsprechenden Dihydro- α -ironen III u. IV. Aus III wurde bei der Red. in Ggw. von RANEY-Ni u. CrO₃-Oxydation des resultierenden Alkohols V erhalten, dem Vf. die Konst. *cis*-(2.3). *cis*-(2.6)-Tetrahydroiron zuschreibt, da V auch aus β -Iron oder β -Dihydroiron durch Hydrierung in saurer Lsg. in Ggw. von PtO₂ entsteht. IV gab bei der Hydrierung mit RANEY-Ni neben 40% V 60% VI, während in saurer Lsg. mit PtO₂ nur V entstand. Für VI ist die Konst. *trans*-(2.3). *trans*-(2.6)-Tetrahydroiron am wahrscheinlichsten. Auch die Hydrierung in saurer Lsg. in Ggw. von PtO₂ einer natürlichen Mischung von α - u. γ -Ironen aus Irisessenz führte vorwiegend oder ausschließlich zu V. Der F. des 2.4-Dinitrophenylhydrazons von V erhöhte sich gegenüber früheren Angaben (C. 1948. I. 553) durch weitere Kristallisationen. Da RUZICKA u. Mitarbeiter (C. 1942. II. 31) aus den Hydrierungsprod. von Irisiron VI-Semicarbazon isolieren konnten, muß das Ausgangsmaterial *trans*-(2.6)- α - oder - γ -Iron enthalten.

Versuche (FF. kor.): *cis*-(2.6)-*dl*- α -Dihydroiron (III), Kp._{2,5} 106—107°; D.₂₀⁴ = 0,9305; n_D²⁰ = 1,48258. Semicarbazon, F. 172,5—173°. — *trans*-(2.6)-*dl*- α -Dihydroiron (IV), Kp._{2,4} 104—105°; D.₂₀⁴ = 0,9260; n_D²⁰ = 1,48037. Semicarbazon, F. 143,5—144°. — Tetrahydroirone, C₁₄H₂₈O. Aus III in A. in Ggw. von RANEY-Ni bei 100—110° unter 100 at, Kp.₂ 117—118°; D.₂₀⁴ = 0,9179; n_D²⁰ = 1,47932; Mol.-Refr. 65,60. Aus IV, Kp._{1,5} 116 bis 117°; D.₂₀⁴ = 0,9152; n_D²⁰ = 1,47783; Mol.-Refr. 65,62. — Tetrahydroirone, durch Oxydation der vorst. Prodd. mit CrO₃ in verd. H₂SO₄ bei 50—55° während 10 Min.; Semicarbazon aus III (V-Semicarbazon), C₁₅H₂₀ON₃, Blättchen, F. 199—200° (A.). 2.4-Dinitrophenylhydrazon, C₂₀H₃₀O₄N₄, orangefelbes Pulver, F. 130—130,5° (CH₃OH). *p*-Nitrophenylhydrazon, C₂₀H₃₁O₂N₃, gelbrünbraune harte Kristalle, F. 142—143° (A.). Semicarbazone aus 14,4 g IV. 1. 6 g V-Semicarbazon, F. 199—200°; 2. 3,7 g VI-Semicarbazon, C₁₅H₂₀ON₃, leichter lösl. in A., F. 161—162°. 2.4-Dinitrophenylhydrazon, C₂₀H₃₀O₄N₄, orangefelbes Pulver, wird bei schnellem Erhitzen bei 116° fl., dann wieder fest, F. 134 bis 135° (CH₃OH). — 22,2 g β -Iron wurden in 50 cm³ A. in Ggw. von 2 g RANEY-Ni bei 20° unter n. Druck hydriert u. das Rohprod. mit Semicarbazidacetat behandelt. Es wurden 1 g V-Semicarbazon, F. 199—200°, u. 17 g Dihydro- β -ironsemicarbazon, C₁₅H₂₇ON₃, isoliert, F. 157—158°. 2.4-Dinitrophenylhydrazon, C₂₀H₂₈O₄N₄, hellorange Blättchen, F. 103—104° (CH₃OH). — Bei der Hydrierung von Dihydro- β -iron in 90%ig. CH₃COOH in Ggw. von PtO₂ bei 60° unter n. Druck wurde ein Tetrahydroiron erhalten, das nach der CrO₃-Oxydation mit Semicarbazidacetat V-Semicarbazon gab, F. 199—200°. — 20 g Ironmischung aus Iris, [α]_D²⁰ = +35,8°, mit 43% γ -Ironen wurden in 90%ig. CH₃COOH bei 60° in Ggw. von PtO₂ unter n. Druck hydriert u. das erhaltene Prod. mit CrO₃ in Ggw. von verd. H₂SO₄ bei 50—55° oxydiert. Es wurden 17,3 g V-Semicarbazon, F. 201—202°, erhalten, daraus durch Hydrolyse mit sd. Phthalsäurelsg. das Keton, Kp._{1,5} 105—106°; D.₂₀⁴ = 0,9218; n_D²⁰ = 1,47434; Mol.-Refr. 64,13; [α]_D²⁰ = +39,65°. 2.4-Dinitrophenylhydrazon, F. 130—130,5°. *p*-Nitrophenylhydrazon, F. 142—143°. — *dl*-Tetrahydroiron (V), C₁₄H₂₈O, aus V-Semicarbazon, Kp._{1,7} 104—105°; D.₂₀⁴ = 0,9223; n_D²⁰ = 1,47420; Mol.-Refr. 64,05. — *dl*-Tetrahydroiron (VI), C₁₄H₂₆O, aus VI-Semicarbazon, Kp._{1,8} 102—103°; D.₂₀⁴ = 0,9143; n_D²⁰ = 1,47148; Mol.-Refr. 64,32. (Helv. chim. Acta 31. 1871—76. 15/10. 1948.) SPAETH. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 70. Mitt. *Über die Gegenwart von Neo- α -iron in Irisölen*. (69. vgl. vorst. Ref.) Das bereits früher (vgl. dritt-vorst. Ref.) beschriebene Neo- α -iron (I) kann nicht, wie ursprünglich angenommen, aus einem γ -Iron stammen, da 8std. Kochen der 4-Phenylsemicarbazone von γ -Ironen mit CH₃OH kein I-Deriv. gab. I muß also zu den natürlichen Bestandteilen der Irisessenz gehören. Verschied. Irisessenzen mit wachsendem γ -Irongeh. lieferten einen mit diesem Geh. wachsenden Anteil an I.

Versuche (FF. kor.): Neo- α -iron-4-phenylsemicarbazon (II), C₂₁H₂₉ON₃. Aus verschied. Irisessenzen wurden die Ketonfraktionen durch Dest. bei 0,5—0,01 mm Hg u. Rektifikationen über Widmerkolonnen bei 0,8—0,5 mm isoliert. Die daraus erhaltenen 4-Phenylsemicarbazone wurden aus CH₃OH fraktioniert, wobei das Prod. zuerst ausfiel, dichtes krist. Pulver, F. 181—182° (CH₃OH); [α]_D²⁰ = -4,4° (Chlf., c = 8), wird am Licht langsam gelb. Einem durch Ozonolyse festgestellten Geh. an γ -Ironen von 11% entsprach ein solcher an I von 2,2%, bei 38% 5,5%, bei 53% 8%. Neo- α -iron (I), C₁₄H₂₂O, durch Hydrolyse von II mit 95% Ausbeute, Kp._{2,3} 107—108°; D.₂₀⁴ = 0,9347; n_D²⁰ = 1,50132; Mol.-Refr. 65,07; α_D = -8,24°, gab bei der Hydrierung *cis*- α -Dihydroiron,

Semicarbazon, F. 172,5—174°; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, F. 130—131°. — Nach 8std. Kochen von II mit CH₃OH wurde II unverändert zurückerhalten. Ebenso wurden γ -Iron-4-phenylsemicarbazone, F. 178—179° u. F. 175—176°, durch 8std. Kochen mit CH₃OH nicht verändert. (Helv. chim. Acta 31. 1876—78. 15/10. 1948.) SPAETH. 3550

Yves-René Naves und Pierre Ardizio, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 71. Mitt. *Spektralabsorption der 2,4-Dinitrophenylhydrazone der Citrale und der Jonone*. (70. vgl. vorst. Ref.) Die Absorptionsspektren der alkoh. Lsgg. der 2,4-Dinitrophenylhydrazone des α - und β -Citral sind im Bereich zwischen 320 u. 600 μ fast ident. (λ_{\max} = 382,5 bzw. 383 μ). Auch die Absorptionsspektren der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von α - u. β -Jonon sind nur wenig verschieden (376 bzw. 385 μ), während bei den 4-Phenylsemicarbazonen u. den Semicarbazonen der Jonone Abweichungen von 13,5 bzw. 20 μ festgestellt werden.

Versuche: α -Citral-2,4-dinitrophenylhydrazon, C₁₆H₂₀O₄N₄, F. unvollständig 107 bis 110°, dann 125—125,5°. (Helv. chim. Acta 31. 1926—28, 1/12. 1948.) HANSON. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 72. Mitt. *Über ein bei 53° schmelzendes p-Menthanol-(4)*. (71. vgl. vorst. Ref.) Ein reines stereoisomeres *p*-Menthanol-(4) [*l*-Methyl-4-isopropylcyclohexanol-(4), I], F. 53°, wurde durch Hydrierung von *l*-Terpinen-(1)-ol-(4) [*p*-Menthen-(1)-ol-(4)] am RANEY-Ni-Kontakt erhalten. Dehydratation von I mit Phthalsäureanhydrid oder Anilinhydrobromid lieferte zu mehr als 90% Menthene, die bei der Hydrierung mit PtO₂ Gemische von cis- u. trans-Menthanen gaben, während Dehydratation mit H₂SO₄ u. nachfolgende Hydrierung ein Gemisch aus cis- u. trans-Menthanen u. Dimethylisopropylcyclopentanen ergab. Die RAMAN-Spektren der verschied. Dehydratationsprodd. von I werden mit denjenigen von *Thujan* (II), *Dihydrosabinen*, *Menthen*-(3) u. den mit H₂SO₄ erhaltenen Isomerisationsprodd. von II verglichen; es konnte keine Übereinstimmung festgestellt werden, so daß die genannten Verb. nicht bei der Dehydratation von I entstanden sein können.

Versuche: *p*-Menthen-(1)-ol-(4), aus dem Öl von Eucalyptus Dives, Kp.₃ 70 bis 71°; D₄²⁰ = 0,9266; n_D²⁰ = 1,47604; [α]_D²⁰ = -24,32°. — *p*-Menthanol-(4) (I), C₁₀H₂₀O, durch Hydrierung des vorst. Alkohols in Ggw. von RANEY-Ni bei 125—130° unter 8 at, aus Pentan Kristalle, F. 53°. *Phenylurethan*, C₁₁H₂₅O₂N, F. 140° (PAE.). — Die Dehydratation von I, sowie die Hydrierung der Dehydratationsprodd. wird beschrieben. — *Thujan* (II), C₁₀H₁₈, aus *Thujan*hydrazon mit KOH in Ggw. von CuSO₄, Kp.₇₃₂ 156,6—156,8°; D₄²⁰ = 0,8171; n_D²⁰ = 1,44083; Mol.-Refr. 44,63. Aus 26 g II wurden mit 96%ig. H₂SO₄ 21 g Isomerisationsprodd. erhalten, Kp.₇₃₄ 165—168°. — *Dihydrosabinen*, C₁₀H₁₈, durch Hydrierung von Sabinen, Kp.₇₃₅ 156,2—156,4°; D₄²⁰ = 0,8123; n_D²⁰ = 1,44900; Mol.-Refr. 45,61. — *Dimethylisopropylcyclopentan*, C₁₀H₂₀, durch Hydrierung des vorst. Prod. in Essigester bei 60° in Ggw. von PtO₂, Kp.₇₃₂ 161 bis 161,5°; D₄²⁰ = 0,7862; n_D²⁰ = 1,43224; Mol.-Refr. 46,29. (Helv. chim. Acta 31. 1937. 1/12. 1948.) HANSON. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 73. Mitt. *Über das cis (2,6)-d- γ -Iron mit dem 4-Phenylsemicarbazon, F. 178—179°*. (72. vgl. vorst. Ref.) Katalyt. Hydrierung des γ -Irons (I), dessen Isolierung aus Irisöl vom Vf. früher beschrieben wurde (vgl. 67., C. 1950. I. 1856), führt über das *Dihydro- γ -iron* (II) nach Oxydation des entstehenden *Tetrahydroirols* mit Chromsäure zum *Tetrahydroiron* (IV). Aus dem Vgl. der physikal. Eigg. von I u. II mit den entsprechenden α -Ironderiv. ergibt sich für I wie für II die Struktur cis (2,6).

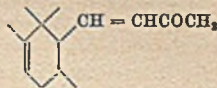
Versuche (FF. korr.): γ -Iron (I), C₁₄H₂₂O, Kp._{1,4} 106—107°; D₄²⁰ = 0,9355; n_D²⁰ = 1,50188; Mol.-Refr. 65,04; [α]_D²⁰ = +7,60°. — *Dihydro- γ -iron* (II), C₁₄H₂₄O, durch Hydrierung von I in A. in Ggw. von RANEY-Ni, Kp._{1,7} 104°; D₄²⁰ = 0,9376; n_D²⁰ = 1,48548; Mol.-Refr. 63,38; α_D = +30,08°. *Semicarbazon*, C₁₅H₂₂ON₃, F. 199,5 bis 200° (A.); [α]_D²⁰ = +25,38° (CH₃COOH, c = 8). *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, C₂₀H₂₈O₄N₄, F. 109—110° (CH₃OH). — *Tetrahydroiron*, durch Hydrierung von II in A. in Ggw. von RANEY-Ni bei 100—110° unter 100 at u. Oxydation des Prod. mit CrO₃. *Semicarbazon*, C₁₆H₂₂ON₃, F. 201—202° (A.). *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, C₂₀H₃₀O₄N₄, aus CH₃OH gelbes Pulver, F. 114—115° (Helv. chim. Acta 31. 2047. 1/12. 1948.) HANSON. 3550

Yves-René Naves und Pierre Ardizio, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 74. Mitt. *Absorptionsspektren im mittleren Ultraviolett von Ironlösungen in Isooctan (2,2,4-Trimethylpentan)*. (73. vgl. vorst. Ref.) Es werden die UV-Absorptionsspektren der α - und der Isooctan (I)-Lsgg. von *trans- α -Iron*, *cis- α -Iron*, *Neo- α -iron*, *cis- γ -Iron* (mit dem 4-Phenylsemicarbazon F. 178—179°), β -Iron, α -Jonon u. β -Jonon bestimmt. In allg. Übereinstimmung mit BURAWOY (C. 1939. II. 2320) verschiebt sich die K-Bande in I gegenüber A. bei den α - u. γ -Ketonen um -6,5 bis -7,5 μ , bei den β -Ketonen um -12,5 μ ;

für die R-Bande beträgt die Verschiebung durchweg + ca. 30 μ . (Helv. chim. Acta 31. 2057. 1/12. 1948.)

HANSON. 3550

Yves-René Naves und Pierre Ardizio, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 75. Mitt. *Synthese von Tetramethylcyclohexenylformaldehyden zur Darstellung von Isoironen*. (74. vgl. vorst. Ref.) Zur Darst. von Ironisomeren nebenst. Struktur wurde 1.1.2-Trimethylbutadien dargestellt u. mit Crotonaldehyd kondensiert, wobei eine Mischung von isomeren Methylcyclocitralen mit wenig 2.2.3.6-Tetramethylcyclohexen-(3)-ylformaldehyden erhalten wurde.



Versuche (FF. korr.): *Methylisopropylketon*, C₅H₁₀O, aus tert.-Amylalkohol, Kp.₇₃₅ 92°; D₄²⁰ = 0,8051; n_D²⁰ = 1,38602; Mol.-Refr. 25,24. *Semicarbazon*, F. 114°. — *Methylisopropyläthylcarbinol*, C₇H₁₄O, aus vorst. Keton mit NaNH₂ in Ae. bei —10° u. C₂H₂, Kp.₇₃₅ 133°; D₄²⁰ = 0,8691; n_D²⁰ = 1,43716; Mol.-Refr. 33,83; Ausbeute 75%. — *Methylisopropylvinylcarbinol*, durch Hydrierung des vorst. Prod. in A. bei 20° in Ggw. von RANEY-Ni bis zur Aufnahme von 125% der theoret. H₂-Menge. — *Unreines 1.1.2-Trimethylbutadien*, C₇H₁₂, durch Dehydratisierung des vorst. Prod. mit KHSO₄, Kp.₇₃₅ 104—108°; D₄²⁰ = 0,7542; n_D²⁰ = 1,45600; Mol.-Refr. 35,45. — *1.1.2 (oder 3).6-Tetramethyl-3 (oder 2)-methylalicyclohexen-(5)* u. Isomere, C₁₁H₁₈O, aus dem vorst. unreinen Dien mit Crotonaldehyd in PAe. während 5 Stdn. bei 135—140° im Autoklaven, Kp.₃ 71—73°; D₄²⁰ = 0,9141; n_D²⁰ = 1,47028; Mol.-Refr. 50,74; Ausbeute 76%. *Semicarbazon*, C₁₂H₂₁ON₃, aus A. Blättchen, F. 163—164°. *2.4-Dinitrophenylhydrazon*, C₁₇H₂₂O₄N₄, aus Essigester orangefelbe nadelförmige Prismen, F. 159,5—160°. (Helv. chim. Acta 31. 2252—56. 1/12. 1948.)

HANSON. 3550

Yves-René Naves und Pierre Ardizio, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 76. Mitt. *Synthese von Isomeren der Ironen*. (75. vgl. vorst. Ref.) Das Gemisch von 1.1.2 (oder 3).6-Tetramethyl-3 (oder 2)-methylalicyclohexen-(5) u. Isomeren (vgl. vorst. Ref.) wurde nach der für die Darst. von Pseudojonen üblichen Methl. mit Aceton kondensiert. Das Reaktionsgemisch wurde durch fraktionierte Kristallisation der 4-Phenylsemicarbazone getrennt. Von den erhaltenen Isoironen hatte nur das mit dem 4-Phenylsemicarbazon (F. 171—172°) Veilchengeruch, unterschied sich aber in seinen u. den physikal. Eigg. seiner Hydrierungsprod. von den bekannten Ironen u. ihren entsprechenden Derivaten. Es besitzt nur eine CH₃-Gruppe in o-Stellung zur Seitenkette. In geringer Menge wurde nach Hydrierung *cis(2.6)-Tetrahydroironsemicarbazon* isoliert, woraus sich die Ggw. von *2.2.3.6-Tetramethylcyclohexen-(3)-ylformaldehyd* in dem als Ausgangsprod. verwendeten Aldehydgemisch ergibt. Dieses Aldehydgemisch wurde auch zu den zugehörigen Säuren oxydiert u. deren Methyl ester dargestellt, die sich von den *6-Methyl-dihydrocyclohexan-säuren* unterscheiden. Die Dehydrierung u. Decarboxylierung der Säuren gab ein KW-stoffgemisch, aus dem durch Oxydation *Isophthalsäure*, *Terephthalsäure* (aus *Tetrahydro-p-cymolcarbonsäuren* entstanden) u. *Hemimellitsäure* (aus *2.3.3.4-Tetramethylcyclohexen-(4)-carbonsäuren*) isoliert wurden. Der Veilchengeruch ist also nicht an das Vorhandensein von Methylgruppen in den beiden o-Stellungen zur Seitenkette gebunden.

Versuche (FF. korr.): *Isoirongemisch*, C₁₄H₂₂O, durch Kondensation des Aldehydgemisches (l. c.) mit Aceton, Kp._{2,2} 110—112°. Fraktionierte Kristallisation der *4-Phenylsemicarbazone*, C₂₁H₂₈ON₃, ergab aus 18 g Isoironemisch 22,2 g vom F. 171—172° (I), 3,5 g vom F. 148—149° (II) u. 4 g restliche Fraktionen (A). — *2.4-Dinitrophenylhydrazon* aus I, C₂₀H₂₆O₄N₄, aus Methanol rubinrote Nadeln, F. 150—151. *2.4-Dinitrophenylhydrazon* aus II, aus CH₃OH-Essigester orangefelbe Kristalle, F. 141—142°. — *Isoiron* aus I, C₁₄H₂₂O, durch Hydrolyse mit Phthalsäure, Kp._{2,6} 110—111°; D₄²⁰ = 0,9180; n_D²⁰ = 1,49328; Mol.-Refr. 65,31. — *Dihydroisoiron*, durch Hydrierung in A. in Ggw. von RANEY-Ni bei 20°; *Semicarbazon*, C₁₅H₂₇ON₃, aus A. Blättchen, F. 138—139°. *2.4-Dinitrophenylhydrazon*, C₂₀H₂₈O₄N₄, F. 89—90° (A.). — *Tetrahydroisoiron*, C₁₄H₂₆O, über die durch Hydrierung bei 120—130° unter 100 at erhaltenen *Tetrahydroisole*, C₁₄H₂₈O, Kp._{1,8} 115—116°, u. deren Oxydation mit CrO₃, Kp.₂ 109—110°, daraus die *Semicarbazone*, C₁₅H₂₈ON₃, F. 149—150° u. F. 137—138°, u. die entsprechenden *2.4-Dinitrophenylhydrazone*, C₂₀H₃₀O₄N₄, F. 113—115° u. F. 83—84°. — *Isoiron* aus II {*1.1.3.6-Tetramethyl-[buten-(2')-on-(2'')-yl]-cyclohexen-(5)*}, C₁₄H₂₂O, Kp._{2,4} 108—109°, n_D²⁰ = 1,4978. Daraus ein *Tetrahydroisoiron*; *Semicarbazon*, C₁₅H₂₉ON₃, aus Cyclohexan, F. 123—124°; *2.4-Dinitrophenylhydrazon*, C₂₀H₃₀O₄N₄, aus CH₃OH, F. 73—74°. — Aus A wurde eine kleine Menge *Tetrahydroironsemicarbazon*, C₁₅H₂₉ON₃, F. 199—200°, erhalten; *2.4-Dinitrophenylhydrazon*, F. 129—130°. — Die Oxydation der Ausgangsaldehydmischung ergab ein Gemisch ungesätt. Säuren, C₁₁H₁₆O₂, die zu den gesätt. Säuren C₁₁H₂₀O₂ hydriert u. über die Ag-Salze in die Methyl ester C₁₂H₂₂O₂ übergeführt wurden, von denen sich der größte Teil im

Gegensatz zu den 6-Methyldihydrocyclogeraniumsäureestern nicht verseifen ließ. — Die Dehydrierung von 6,5 g der Säuren C₁₁H₁₉O₂ mit Se bei 400–420° während 24 Stdn. ergab 1,3 g saure u. 3,9 g neutrale Bestandteile. Die weitere Oxydation der neutralen Fraktion gab etwas *Hemimellitsäure*, die als *Imid*, C₈H₅O₂N, identifiziert wurde, F. 251 bis 252° (W.). Die sauren Bestandteile wurden mit CH₃OH verestert u. *Terephthalsäuremethylester*, F. 141–142°, u. *Isophthalsäuremethylester*, F. 66–67°, identifiziert. (Helv. chim. Acta 31. 2256–62. 1/12. 1948.) HANSON. 3550

Yves-René Naves und Pierre Ardizio, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 77. Mitt. *Über die Dihydrojonone*. (76. vgl. vorst. Ref.) Während α -Jonon bei 20° u. 760 mm durch 1 Mol H₂ am RANEY-Ni-Kontakt vollständig zu *Dihydro- α -jonon* hydriert wird, ergibt β -Jonon (I) unter gleichen Bedingungen nur ca. 60% *Dihydro- β -jonon* (II) neben *cis-Dihydrojonon* (III), dem Stereoisomeren des von PRELOG u. FRICK (Helv. chim. Acta 31. [1948.] 2256) durch Kondensation des trans-Dihydrocycloitrals mit Aceton dargestellten Dihydrojonons. Bei Anwendung von mehr als 1,5 Mol H₂ findet man neben unverändertem I u. neben II u. III *cis-Tetrahydrojonon* u. geringe Mengen Alkohole. Die Hydrierung des β -Irons liefert analoge Ergebnisse. Die Trennung des Reaktionsgemisches geschieht durch Behandlung mit Semicarbazid. II-Semicarbazon, C₁₄H₂₅ON₃, F. 161–162°; II-2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₁₉H₂₆O₄N₄, F. 126,5–127°. Die in der Mutterlauge verbleibenden Semicarbazone von I u. III werden mit Phthalsäureanhydrid zerlegt u. die freien Jonone durch Dest. getrennt. III-Semicarbazon, C₁₄H₂₅ON₃, F. 185 bis 186°. Absorptionsmaximum der alkoh. Lsg. bei 262 m μ . III-4-Phenylsemicarbazon, C₂₀H₂₉ON₃, F. 175–176°. III-2,4-Dinitrophenylhydrazon, C₁₉H₂₆O₄N₄, F. 177–178°. Vgl. diskutiert die Hydrierung der Äthenbindungen in Kern u. Seitenkette in Abhängigkeit von H₂-Druck u. Temperatur. (Helv. chim. Acta 32. 206–15. 1/2. 1949.) HANSON. 3550

Yves-René Naves und Pierre Ardizio, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 78. Mitt. *Hydrierung des Eucarvons am Raney-Nickel-Kontakt*. (77. vgl. vorst. Ref.) Die Hydrierung des *Eucarvons* (1.1.4-Trimethyl-4.6-cycloheptadien-3-on) in alkoh. Lsg. am RANEY-Ni-Kontakt liefert bei 20° u. 760 mm bis zur Absorption von 1 Mol H₂ das bereits von WALLACH (Liebigs Ann. Chem. 403, [1914.] 94) beschriebene α -Äthenketon β -Dihydroeucarvon (I) mit den Semicarbazonen, C₁₁H₁₉ON₃, F. 201–202° u. F. 162–165°. I, C₁₀H₁₈O, Kp. 213–214°; D₄²⁰ = 0,9329; n_D²⁰ = 1,47925; Mol.-Ref. 46,26. Die Hydrierung kann mit gleicher Geschwindigkeit bis zum Tetrahydroeucarvon (II) fortgeführt werden. II, C₁₀H₁₈O, Kp. 207–208°; D₄²⁰ = 0,9063; n_D²⁰ = 1,45554; Mol.-Ref. 46,19. Semicarbazone, F. 200–201° u. 162–165°. (Helv. chim. Acta 32. 329–33. 1/2. 1949.) HANSON. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 80. Mitt. *Über die Thiosemicarbazone der Ironone*. (79. vgl. C. 1949. II. 1280.) Dargestellt wurden die Thiosemicarbazone von *d-cis(2.6)- α -Iron* (II), *dl-Neo- α -iron* (IV), *cis(2.6)- γ -Iron* (I) u. *dl- β -Iron* (III). Das Thiosemicarbazon von *trans(2.6)- α -Iron* lag als dickes Öl vor, aus dem auch bei weiterer Reinigung kein Prod. mit definiertem F. gewonnen werden konnte. Die UV-Absorptionsspektren der alkoh. Lsgg. der Thiosemicarbazone zeigten die Thiosemicarbazid-Bande bei 243 m μ u. die K-Bande bei 300 m μ . Die Maximalabsorption war für II, IV u. V (298 m μ bzw. 298 m μ u. 296 m μ) fast ident., nur III zeigte den abweichenden Wert 309,5 m μ .

Versuche (FF. korr.): *d-cis(2.6)- α -Ironthiosemicarbazon* (II), C₁₅H₂₅N₃S, aus A. Blättchen, F. 182,5–183°. — *cis(2.6)- γ -Ironthiosemicarbazon* (I), aus A. Blättchen, F. 169,5–170°. — *dl-Neo- α -ironthiosemicarbazon* (IV), am Licht gelb werdende Kristalle, F. 188,5–189°. — *dl- β -Ironthiosemicarbazon* (III), aus A. Blättchen, F. 167,5–168°. — *trans(2.6)- α -Ironthiosemicarbazon*, zähes Öl. (Helv. chim. Acta 32. 599–605. 15/3. 1949.) HANSON. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 81. Mitt. *Über die cis(2.6)- α -Ironone*. (80. vgl. vorst. Ref.) Es werden unter Zuhilfenahme von Kalottenmodellen die Isomeriemöglichkeiten der Ironone diskutiert. Aus den physikal. Konstanten lassen sich keine ungeschränkten Schlüsse auf die cis-trans-Isomerie ziehen, insbesondere können die an anderen Äthengruppenhaltigen Verb. gewonnenen Erkenntnisse nicht ohne weiteres auf die Ironone übertragen werden. Immerhin hält Vf. auf Grund seiner experimentellen Ergebnisse (Dehydratation zu Iron; Dipolmoment; Stereoisomerisationsverss. mit Jod, HCl, Ameisensäure u. Hydroxylamin; RAMAN-Spektren) für das α -Iron die Struktur *cis(2.6)-cis(2¹.2²)- α -Iron* u. für das *Neo- α -iron* die Struktur *cis(2.6)-trans(2¹.2²)- α -Iron* für gegeben. (Helv. chim. Acta 32. 611–18. 15/3. 1949.) HANSON. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 82. Mitt. *Über die p-Bromphenylhydrazone der Ironone*. (81. vgl. vorst. Ref.) Es wurden die p-Bromphenylhydrazone von *d-cis(2.6)- α -Iron*, *dl-Neo- α -iron* u. *cis(2.6)- γ -Iron* dargestellt; das β -Iron-

deriv. war ein dickes Öl. Die p-Bromphenylhydrazone sind wenig haltbare, bes. gegen Licht u. Luft empfindliche Verb., deren F.-Best. zur Differenzierung der Isomeren ebensowenig geeignet ist wie das Absorptionsspektr. ihrer alkoh. Lösungen.

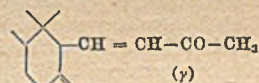
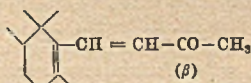
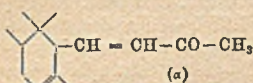
Versuche (FF, korr.): *d-cis(2.6)-α-Iron-p-bromphenylhydrazon*, C₂₀H₂₇N₂Br, F. 169—170°. — *dl-Neo-α-iron-p-bromphenylhydrazon*, F. 164—165°. — *cis(2.6)-γ-Iron-p-bromphenylhydrazon*, F. 178—179°. (Helv. chim. Acta 32, 618—21, 15/3, 1949.)

HANSON. 3550

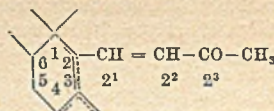
Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 83. Mitt. *Anwesenheit von Carvon und Eugenolmethyläther im Bulgarischen Rosenöl*. (82. vgl. vorst. Ref.) Bulgar. Rosenöl enthält Spuren von Carvon u. 1,0—1,2% Eugenolmethyläther (I) neben 1% freiem Eugenol (II). Die Ggw. von I u. II wird als nicht zu vernachlässigende Fehlerquelle bei der Äthanol-Best. nach ZEISEL angesehen; denn je 1% dieser Stoffe entsprechen zusammen einem scheinbaren Geh. von ca. 0,9% C₂H₅OH. (Helv. chim. Acta 32, 967—68, 2/5, 1949.)

HANSON. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 84. Mitt. *Über die Trivialnomenklatur der Irone*. (83. vgl. vorst. Ref.) Folgende Trivialnamen für die Irone



deren physikal. Konstanten tabellar. zusammengefaßt sind, werden vorgeschlagen: α-Iron für *cis(2.6), cis(2¹.2²)-α-Iron*; Iso-α-iron für *trans(2.6), cis(2¹.2²)-α-Iron*; Neo-α-iron für *cis(2.6), trans(2¹.2²)-α-Iron*; Neo-iso-α-iron für *trans(2.6), trans(2¹.2²)-α-Iron*; β-Iron für *cis(2¹.2²)-β-Iron*; Neo-β-Iron für *trans(2¹.2²)-β-Iron*; γ-Irone entsprechend den α-Ironen, ebenso Dihydro-α-, -β- oder -γ-irone u. Dihydroiso-α-, -β- oder -γ-irone. (Helv. chim. Acta 32, 969—72, 2/5, 1949.)



HANSON. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 85. Mitt. *Über die Isomerisation der α- und γ-Irone bei der Herstellung der ätherischen Irisöle*. (84. vgl. vorst. Ref.) Entgegen der bisherigen Annahme, daß bei der techn. Darst. des Irisöles durch die Vorbehandlung des Iripulvers mit H₂SO₄ weitgehende Isomerisation der Irone eintrete, wird festgestellt, daß bei der üblichen Anwendung einer 1—8%₁₀₀ig. H₂SO₄ die Umwandlung der α-Irone (A) oder γ-Irone (B) in β-Iron sowie die Bldg. von Iren fast unmerklich u. die Isomerisation der B zu A sehr geringfügig ist. (Helv. chim. Acta 32, 1058—63, 2/5, 1949.)

HANSON. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 86. Mitt. *Anwesenheit eines Gemisches von Jononen und Dihydrojononen (Isoiron von Haarmann und Reimer) im ätherischen Öl der Costuswurzel*. (85. vgl. vorst. Ref.) Das von der Firma HAARMANN und REIMER (1899) aus dem Öl der Costuswurzel isolierte, mit „Isoiron“ bezeichnete Keton erwies sich als eine Mischung von *d-α-Jonon* (I), *β-Jonon* (II) u. *cis-Dihydrojonon* (III) neben ca. 10% anderen Isomeren. Costusöl enthält ca. 0,8—1% dieses Keton-gemisches, das durch Behandeln der unterhalb 110° bei 2 mm Hg siedenden Ölfraktion mit dem Reagens P von GIRARD u. SANDULESCO isoliert wurde. Ozonolyse nach DOEUVRE, die Hydrierung des Hydrolyseprod. am RANEY-Ni-Kontakt sowie die Maximalabsorption von 227—228 mμ ergaben das Vorliegen von α-Äthenketonen. Sie wurden in der üblichen Weise als 2,4-Dinitrophenylhydrazone bzw. Thiosemicarbazone u. als 4-Phenylsemicarbazone identifiziert. Der Rückstand der Hydrierungsprod. von I, II u. III lieferte nach dem Abscheiden als 4-Phenylsemicarbazone bei der Ozonolyse ca. 33% Methenderiv., was die Ggw. auch von γ-Jonon oder Dihydro-γ-jonon wahrscheinlich macht. (Helv. chim. Acta 32, 1064—69, 2/5, 1949.)

HANSON. 3550

Yves-René Naves, *Untersuchungen über flüchtige Pflanzenstoffe*. 87. Mitt. *Über die Bestimmung der γ-Irone und ihrer Derivate durch Ozonolyse*. (86. vgl. vorst. Ref.) Vf. hat die Ozonolyse nach DOEUVRE (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 3, [1936.] 613), die zur Best. von Methengruppen gute Dienste leistet, zur Mikrometh. ausgearbeitet unter Ausschaltung verschied. Fehlerquellen, mit denen das Verf. in der ursprünglichen Form behaftet ist. Substanzmenge ca. 10⁻⁵ Mol, gelöst in 2 ml einer Mischung aus 2 Vol. Essigsäure u. 3 Vol. Essigester. In die auf -20° abgekühlte Lsg. wird Ozon (6 mg/Min.) solange eingeleitet, bis 95% des Gases nicht mehr absorbiert werden. Man gießt dann zu einer Mischung aus 30 ml SCHIFFS-Reagens, 15 ml konz. HCl u. 45 ml W. von 0°, spült mehrmals mit W. nach u. füllt nach 1—2std. Stehen auf 100 ml auf. Nach 5 Stdn. wird die Extinktion im lichtelektr. Colorimeter gemessen. Als Vergleichslsgg. dienen solche, die in 100 ml 1, 2, 3... 14 ml Formaldehyd (0,030 mg/ml) enthalten. — Vf. hat so bei

der Best. des Neo- γ -irons sowie dessen 4-Phenylsemicarbazons, weiterhin des Semicarbazons von Dihydro- γ -iron u. der Dextropimarsäure Werte zwischen 94 u. 102% der Theorie erhalten. (Helv. chim. Acta 32. 1151—55. 2/5. 1949.) HANSON. 3550

Max Viscontini und Jean Meier, *Synthese der Pteroylsulfo-l(+)-glutaminsäure*. Zur Unters. der Wirkungsweise der Antibiotica u. bes. der Sulfonamide wird das Analogon der Folsäure dargestellt, das an Stelle des p-Aminobenzoessäurerestes den Sulfaniläurerest enthält. p-Aminobenzolsulfo-l(+)-glutaminsäurediäthylester (III) gibt mit Reduktion (II) die SCHIFFSche Base (IV). IV kondensiert sich mit 2,4,5-Triamino-6-oxypyrimidin (VI) zu Pteroylsulfo-l(+)-glutaminsäurediäthylester (V), der bei Verseifung Pteroylsulfo-l(+)-glutaminsäure (I) ergibt.

Versuche: p-Acetaminobenzolsulfo-l(+)-glutaminsäurediäthylester, $C_{17}H_{21}O_7N_2S$, aus l(+)-Glutaminsäurediäthylesterchlorhydrat u. p-Acetaminobenzolsulfochlorid mit NaOH in wss. Aceton bei -15° , Nadeln aus W.-A. oder wss. Aceton, F. 119° , $[\alpha]_D^{18} = +10,3^\circ$; Ausbeute fast 100%. — p-Aminobenzolsulfo-l(+)-glutaminsäurediäthylester-Sulfat (III-Sulfat), $C_{15}H_{20}O_6N_2S \cdot \frac{1}{2}H_2SO_4$, aus vorst. mit sd. 5nHCl u. nach anschließender Veresterung mit A.-HCl + H_2SO_4 , Nadeln aus A.-Ac.-PAe., F. 156—157°. — p-Aminobenzolsulfo-l(+)-glutaminsäurediäthylester (III), $C_{15}H_{20}O_6N_2S$, aus vorst. in absol. A. mit berechneter Menge wss. NH_3 , Nadeln, F. 120—121°; $[\alpha]_D^{18} = +11,25^\circ$. — Kondensationsprod. (IV) aus III u. Reduktion (II), $C_{18}H_{24}O_6N_2S$, aus 5 g II u. 20 g III in wenig A. mit Essigsäure u. wenig W., 24 Stdn., 20°, gelbe Nadeln aus Aceton, F. 182—184° (Zers.), $[\alpha]_D^{18} = +24,4^\circ$; Ausbeute 88%. — Pteroylsulfo-l(+)-glutaminsäurediäthylester (V), aus 1 Mol IV u. 2 Mol Triaminooxypyrimidin (VI) mit 2 Mol wasserfreiem Na-Acetat in wasserfreiem Glykol, 1 Stde., 120°, nach Ausfällen mit W. u. Waschen mit A. u. Aceton braunes Pulver. — Pteroylsulfo-l(+)-glutaminsäure (I), $C_{18}H_{19}O_7N_2S$, aus V mit sd. verd. HCl, Auflösung in $NaHCO_3$ u. Fäulen bei pH 3,5—4,0, gelbes mikrokristallines Pulver ohne F.; $[\alpha]_D^{18} = -123^\circ$, unlösl. in W. u. organ. Lösungsmitteln, lösl. in Lauge. (Helv. chim. Acta 32. 877—880. 2/5. 1949. Zürich, Univ., Chem. Inst.) OFFE. 3800

Hans Brockmann und Nikolaus Grubhofer, *Actinomycin C*. Aus der Kultur-Fl. eines *Actinomyces*-Stammes läßt sich ein gelbrotes Antibioticum darstellen, das Actinomycin C (IC) genannt wurde, da es anscheinend dem IA (WAKSMAN u. TISHLER, J. biol. Chemistry 142. [1942.] 519) u. IB (DALGLIESH u. TODD, Abstr. of Communication of the I. Internat. Congress for Biochem., Cambridge, Aug. 1949. 246) nahesteht, wie diese ein reversibles Redoxsystem enthält u. ein niederes, möglicherweise ringförmiges Polypeptid darstellt: $C_{40}H_{57}O_{11}N_7$, aus Essigester alizarinrote Bipyramiden, F. 254° (korr.); antibiot. Wrkg. gegen *St. aureus* 1 20 Millionen, *B. subt.* 1:100 Millionen, *B. coli* 1:10000; tödliche Dosis (innerhalb 24 Stdn.) oral 50 mg/kg Maus, intraperitoneal 5 mg/kg; $[\alpha]_D^{19} = -310 \pm 3^\circ$ (c = 0,25% in Methanol), $[\alpha]_D^{17} = -250^\circ$ (c = 0,05%), $[\alpha]_D^{17} = -327^\circ$ (c = 0,5%), $[\alpha]_D^{19} = -310 \pm 5^\circ$ (c = 0,25% in A.); fluoreszierend lösl. in Aceton, Chlf. u. Bzl., mäßig in A. u. Essigester; aus koll. wss. Lsg. (schäumt) mit Ammonsulfat aussalzbar. Die erwärmte, nicht mehr oberflächenakt. Lsg. schäumt nach Erkalten unter CO_2 -Zutritt wieder; aus organ. Lösungsmitteln mit $>4\%$ ig. HCl extrahierbar; lösl. in starker alkoh. Lauge mit purpurroter unbeständiger Farbe. Mit 0,8 Mol H_2 katalyt. hydrierbar unter durch O_2 reversibler Ausbleichung; enthält 5 akt. H; liefert bei acetylierender Red. eine krist. Verb. vom F. 253° (korr.). Bei milder saurer Hydrolyse entstehen zwei orangerote, dem IC noch nahestehende, aber nicht mehr antibiot. noch tox. Substanzen, die chromatograph. aus W. an Al_2O_3 trennbar u. zu hellgelben Leukoverbb. reduzierbar sind, aus denen sie über grüne, anscheinend semichinoide Verbh. an der Luft regeneriert werden; energ. Hydrolyse mit 30% ig. H_2SO_4 spaltet NH_3 u. CO_2 ab, der Chromophor wird in eine schwarze, wasserunlösl. Substanz verwandelt, während l-Threonin, l-Prolin, d-Alloisoleucin (oder d-Isoleucin), eine N-Methylaminsäure (F. 160°, R_F-Wert wie Valin) u. N-Methylvalin krist. erhalten wurden. — Diperechlorat von IC, rote Kristalle, F. 192° (korr.). (Naturwiss. 36. 376—77. 1949. Dez. Göttingen, Univ., Organ.-chem. Inst.) GIBIAN. 3850

Josef Fried und Elwood Titus, *Streptomycin*. 8. Mitt. Isolierung von Mannosidostreptomycin (*Streptomycin B*). (7. vgl. C. 1949. I. 998.) Durch Chromatographie von Streptomycin (I)-Konzentraten in 80% ig. CH_3OH an mit H_2SO_4 auf pH 4,5 gebrachtes u. durch Erhitzen auf 150° wieder reaktiviertes Al_2O_3 kann neben n. I ein im Maltoltest (Best. des Maltos durch Extinktionsmessung bei 325 μ) u. im biol. Test gegen *E. typhosa* annähernd gleichwertiges, gegen *K. pneumoniae* jedoch 3,7fach schwächer wirkendes I-d-Mannosid, I-d-Mannosid = „Mannosido-I“ (II) gewonnen werden. Reines II bildet kein schwerlösl. $CaCl_2$ -Doppelsalz, fällt im Gemisch mit I jedoch als solches aus, so daß eine Trennung auf diese Art nicht möglich u. der krist. Zustand des Doppelsalzes kein Kriterium für seinen Reinheitsgrad ist.

Versuche: II-Trireineckat, $C_{22}H_{40}O_{17}N_7 \cdot 3 HCl \cdot [(NH_4)_2(SCN)]_4 \cdot 2 H_2O$, aus dem Sulfat mittels $BaCl_2$ u. REINECKE-Salz; aus W. dünne Platten, F. 178—179° (korr.)

unter Zers. nach Trocknen im Vakuum bei 80°. — II-*Trihydrochlorid*, C₂₇H₄₀O₁₇N₇ · 3 HCl · 2 H₂O, aus dem vorigen mit Ag₂SO₄ u. BaCl₂, nach dem Gefriertrocknen u. Trocknen im Vakuum bei 100°, F. 190—200° (Zers.); [α]_D²⁵ = -47° (c = 1,35 in W.), in absol. Methanol weniger lösl. als I-Trihydrochlorid. — Dihydromannosidostreptomycin, C₂₇H₅₁O₁₇N₇ · 3 HCl · H₂O, durch katalyt. Hydrierung des vorigen, nach Gefriertrocknung amorph, F. 194—199° (korr.); [α]_D²⁵ = -55° (c = 0,9 in W.); biol. Aktivität gegen K. pneumoniae gleich der von II. (J. Amer. chem. Soc. 70. 3615—18. Nov. 1948. New Brunswick, N. J., The Squibb Inst. for Med. Res., Div. of Organ. Chem.) GIBIAN. 3850

Homer E. Stavely und Josef Fried, *Streptomycin*. 9. Mitt. *Der stufenweise Abbau von Mannosidostreptomycin*. (8. vgl. vorst. Ref.) Weitgehende Strukturaufklärung von *Mannosidostreptomycin* (*Streptomycin B*, IB) gelang durch Spaltung mit Methanol-HCl bzw. Äthylmercaptan-HCl; neben auch aus I entstehendem *Streptidin* u. *Methyl-α-streptobiosaminid* (II), *-dimethylacetat* bzw. *-dimethylmercaptal* wird bei IB zusätzlich die α- u. β-Form des *Methyl-*d*-mannopyranosids* (III) bzw. des *Äthyl-1-thio-β-*d*-mannopyranosids* gebildet. Dihydro-IB wurde durch methanol. HCl zu *Methyldihydrostreptobiosaminid* u. III abgebaut. Hydrolyse von Dihydro-IB mit n H₂SO₄ bei 45° ergab *Streptidinsulfat* u. ein Trisaccharid, *Dihydromannosidostreptobiosamin* (IV), das mit methanol. HCl wieder weiter zu III u. Dihydro-II spaltbar war. Durch Acetolyse des acetylierten IV wurde ein neues Disaccharid (*Mannosido-N-methyl-l-glucosamin*) in acetylierter Form erhalten, das wieder mit methanol. HCl β-III u. *Methyl-N-methyl-β-l-glucosaminid* lieferte. Hiernach dürfte IB als *d-Mannosido-N-methyl-α-l-glucosaminido-l-streptosid des Streptidins* zu bezeichnen sein, wobei die Verknüpfung der *D*-Mannose zum *N*-Methyl-*l*-glucosamin bei Anwendung der HUBSONSchen Regel der Isorotation der α-Form entsprechen würde.

Versuche (alle FF. korr.): *Streptidinoktaacetat*, C₈H₁₀O₄N₆(CH₃CO)₈, durch saure Methanolyse von IB-Trihydrochlorid mit 1,3n methanol. HCl nach Behandlung mit Ag₂CO₃, Beseitigung des überschüssigen Ag, Einengen, Acetylieren in Pyridin, Aufnehmen in Chlf., Einengen u. Waschen mit Ae.; aus A., F. 255—257° (Zers.). Aus dem Äthylätherauszug nach Einengen, Aufnehmen in Bzl., Chromatographie an Al₂O₃ u. Eluierung mit Benzol: *Methyltetraacetyl-α-*d*-mannopyranosid*, C₇H₁₀O₆(CH₃CO)₄, aus Ae.-Pentan, F. 65—66°; [α]_D²⁴ = +49° (c = 1,1 in Chlf.). *Methyltetraacetyl-α-streptobiosaminid-dimethylacetat*, C₁₃H₁₈O₇N(OCH₃)₃(CH₃CO)₄, bei weiterer Eluierung mit Bzl. + Ae. u. dann mit Ae.; aus Ae.-Hexan, F. 124—125°; [α]_D²⁵ = -122° (c = 0,56 in Chlf.). Die jeweiligen β-Verbb. wurden hier nur im Gemisch mit den α-Formen erhalten. — *Äthyltetraacetyl-1-thio-β-*d*-mannopyranosid*, C₈H₁₂O₅S(CH₃CO)₄, aus IB durch 18 std. Rk. mit C₂H₅SH + konz. HCl, Abdest. u. Acetylierung nach Aufnehmen in Chlf., Reinigen, Aufnehmen in A. nach Eindampfen, Behandeln der abfiltrierten Kristalle mit Ae. (Unlösliches ist *Oktaacetylstreptidin*) u. Eindampfen; prismat. Nadeln aus A., F. 161—162°, nach Al₂O₃-Chromatographie in Bzl.: [α]_D²⁵ = -67° (c = 0,51 in Chlf.). — *Äthyltetraacetyl-1-thio-α-*d*-mannosid*, C₈H₁₂O₅S(CH₃CO)₄, aus den alkoh. Lsgg. nach Eindampfen, Aufnehmen in Bzl.-Hexan (1:1) u. Chromatographie, aus Hexan-Ae., F. 107—108°; [α]_D²⁴ = +94° (c = 1,06 in Chlf.). — *Äthyltetraacetyl-β-thiostreptobiosaminid-diäthylmercaptal*, C₂₇H₄₅O₁₁NS₂, bei weiterer Eluierung mit Bzl., aus Ae.-Hexan, F. 111—112°; [α]_D²⁵ = -31° (c = 0,95 in Chlf.). — *Methyltetraacetyl-β-*d*-mannopyranosid*, C₇H₁₀O₆(CH₃CO)₄, durch saure Methanolyse aus Dihydro-IB mit 0,8nHCl. Umsetzen mit Ae. nach 40 Stdn., Einengen des Filtrats, Ausfällen mit Ae., Acetylieren des abdekantierten Öls nach Einengen u. Chromatographie in Bzl.; aus absol. A. prismat. Nadeln, F. 159,5—160,5°; [α]_D²⁴ = -50° (c = 0,68 in Chlf.). — Bei weiterer Eluierung mit Bzl.-Ae. *Methylpentaacetyl-α-dihydrostreptobiosaminid*, C₁₄H₂₂O₉N(CH₃CO)₅, aus absol. A., F. 192—193°; [α]_D²⁴ = -119° (c = 0,48 in Chlf.). — Hydrolyse von IB-Hydrochlorid mit wss. H₂SO₄ bei 45° führt zu 92% *Streptidinsulfat*, C₈H₁₈O₄N₆ · H₂SO₄ · H₂O. Beseitigung von SO₄⁻ im Filtrat u. Versetzen mit C₆H₅NHNH₂ · HCl bildet *d-Mannosephenylhydrazon*, das quantitativ entsteht, wenn 1 Stde. bei 100° hydrolysiert wird. — *Nonaacetyldihydromannosidostreptobiosamin*, C₁₉H₂₆O₁₁N(CH₃CO)₉, wird erhalten, wenn das Filtrat von Streptidinsulfat mit Ba(OH)₂ neutralisiert wird; nach Filtration, Versetzen mit Ag₂CO₃ bis pH 6—6,5, Acetylieren des isolierten amorphen Prod., Aufnehmen in Chlf., Reinigen, Eindampfen, Aufnehmen in Bzl., Chromatographie u. Eluierung mit Bzl.-Ae., Ae. u. Essigester erweist es sich als nicht kristallisierbar; [α]_D²⁵ = -48° (c = 1,05 in Chlf.). — Methanolyse der Verb. liefert *Methylpentaacetyl-α-dihydrostreptobiosaminid*, F. 191—193° (Aceton-Pentan), u. *Methyltetraacetyl-β-*d*-mannopyranosid*, F. 153—155° (Ae.-Pentan). — *Oktaacetyl-*d*-mannosido-N-methyl-l-glucosamin*, C₁₃H₁₇O₁₀N(CH₃CO)₈, durch Acetolyse der Nonaacetylverb. des Trisaccharids; amorph; [α]_D²⁵ = -31° (c = 0,6 in Methanol). — *Methyltetraacetyl-N-methyl-β-l-glucosaminid*, C₇H₁₀O₆N(CH₃CO)₄(CH₃O), durch Methanolyse des vorigen, nach Chromatographie an Al₂O₃ aus Ae.-Pentan, F. 106—108°; [α]_D²⁵ = -4,0° (c = 0,5

in A.); durch Methanolyse u. Reacetylierung des Pentaacetyl-N-methyl- α -l-glucosamins wird das gleiche Prod. erhalten. (J. Amer. chem. Soc. 71. 135—39. Jan. 1949.)

GIBIAN. 3850

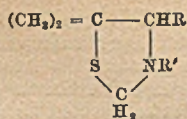
A. E. O. Menzel, M. Moore und O. Wintersteiner, *Streptomycin*. 12. Mitt. *Isomere des Streptamins aus Mesoinosit*. (9. vgl. vorst. Ref.) Die von GRIFFIN u. NELSON (J. Amer. chem. Soc. 37. [1915.] 1552) aus Mesoinosit hergestellten isomeren α - u. β -Dibromtetraacetoxy-cyclohexane (I bzw. II) wurden zu den freien Tetrolen hydrolysiert u. diese mit wss. NH₃ zu den Diaminocyclohexantetrolen umgesetzt, die über die Pikrate in beiden Fällen in je einen methanollösl. u. methanolunlösl. Anteil (α -Diamin I bzw. II u. β -Diamin I bzw. II) zerlegt werden konnten. Durch Vgl. verschied. Derivv. dieser Diamine wurde festgestellt, daß keines mit *Streptamin* ident. ist. Dagegen sind α -Diamin II u. β -Diamin II wahrscheinlich identisch.

Versuche (alle FF. korr.): α -Dibromtetraacetoxy-cyclohexan (I), aus Mesoinosit u. Acetyl bromid nach GRIFFIN u. NELSON; nach fraktionierter Kristallisation u. chromatograph. Adsorption Kristalle aus Äthylacetat + A. (1: 9), F. 222—223°. — β -Dibromtetraacetoxy-cyclohexan (II), aus den Mutterlaugen von vorst., F. 128—129°. — Neben I u. II entstehen noch folgende Verb.: Monobrompentaacetoxy-cyclohexan, F. 240—241°; Dibromdiacetoxydioxy-cyclohexan, F. 220—222°; β -Dibromcyclohexantetrol, F. 214—216°. — α -Dibromcyclohexantetrol (III), C₆H₁₀O₄Br₂, aus I mit A. + 2nHCl 1: 1, 5 Stdn., Kochen; Prismen aus Methanol + Bzl. oder aus Äthylacetat + Chlf., F. 186—188°. — β -Dibromcyclohexantetrol (IV), C₆H₁₀O₄Br₂, analog aus II, Kristalle aus Aceton, F. 214—216° (Zers.); Ausbeute 58—65%. — α -Diaminocyclohexantetrol-I-dipikrat (V), C₁₈H₂₀O₁₈N₈, aus III mit konz. wss. NH₃ im Rohr bei 100° in 15 Stdn. u. Umsetzen des erhaltenen rohen Dibromids mit Pikrinsäure in absol. A.; Mikrokristalle aus Methanol + Bzl. oder aus tert. Amylalkohol, F. 235—236° (Zers.), gelegentlich 240—242° (Zers.). — α -Diaminocyclohexantetrol-I-dipikrolonal, C₂₆H₃₀O₁₄N₁₀·H₂O, aus dem Dibromid, feine Nadeln aus Methanol + W., F. 265°, sintert ab 235°. — α -Diaminocyclohexantetrol-II-dipikrat (VI), C₁₈H₂₀O₁₈N₈, aus den methanolunlösl. Anteilen von V, Prismen aus W., F. 260—290° (Zers.). — β -Diaminocyclohexantetrol-I-dipikrat (VII), C₁₈H₂₀O₁₈N₈, aus IV mit wss. NH₃ wie bei V, Kristalle aus Methanol + Bzl., F. 240—242° (Zers.), sintert ab 207°. — β -Diaminocyclohexantetrol-II-dipikrat (VIII), C₁₈H₂₀O₁₈N₈, aus den methanolunlösl. Anteilen von VII, F. 260—290° (Zers.). — α -Diaminocyclohexantetrol-I-deriv.: Dichlorhydrat, C₆H₁₁O₄N₂·2 HCl, aus V mit HCl, amorphes Prod., sintert ab 90°, ohne definierten F. bis 180°; Sulfat, C₆H₁₄O₄N₂·H₂SO₄, aus vorst. mit Ag₂SO₄; mikrokristalline Prismen aus W. + Methanol, zers. sich zwischen 285 u. 340°, ohne ganz zu schm.; N,N'-Diacetat, C₁₀H₁₅O₅N₂, aus dem Dichlorhydrat mit Ag-Acetat in Acetanhydrid + Methanol, 12 Stdn. bei 20°, dann 5 Min. bei 100°, Stäbchen aus Methanol + A., F. 213—215°; Hexaacetat, C₁₈H₂₆O₁₀N₂, aus dem Sulfat mit Na-Acetat in sd. Acetanhydrid in 1 Stde., nach Sublimation bei 140—150°/0,07 mm Mikrokristalle, F. 142—146° (Meniskus bei 177°); Hexabenzolat, C₄₈H₃₈O₁₀N₂, aus dem Dichlorhydrat mit Benzoylchlorid u. Pyridin durch kurzes Erhitzen, Kristallbüschel aus Chlf. + Ae., F. 252—255°. — β -Diaminocyclohexantetrol-I-deriv.: Dichlorhydrat, C₆H₁₄O₄N₂·2 HCl, aus VII, zers. sich unter Schäumen bei ca. 95°; Sulfat, C₆H₁₄O₄N₂·H₂SO₄, mikrokristalline Prismen, wird ab 280° dunkel, kein F. bis 340°; N,N'-Diacetat, C₁₀H₁₅O₅N₂, aus dem Dichlorhydrat mit Ag-Acetat in Acetanhydrid + Methanol, 5 Min. Kochen; Prismen aus Methanol + A., sintert ab 194°, zers. sich von 208—245°; Hexaacetat, C₁₈H₂₆O₁₀N₂, aus dem Dichlorhydrat mit Na-Acetat-Acetanhydrid, nicht krist. Substanz, F. 145—149° (Meniskus bei 170°); Hexabenzolat, C₄₈H₃₈O₁₀N₂, aus dem Dichlorhydrat mit Benzoylchlorid + Pyridin, kurze Nadeln aus Bzl. + Hexan, F. 262—263°. Röntgenstrahlbeugungsdiagramm s. Original. — Diaminocyclohexantetrol-II-deriv.: Dichlorhydrat, C₆H₁₄O₄N₂·2 HCl, aus VI oder VIII mit heißer wss. HCl; mikrokristallines Pulver, wird bei 220° dunkel, schm. nicht bis 300°; N,N'-Diacetat, C₁₀H₁₅O₅N₂, aus dem Dichlorhydrat mit Ag-Acetat in Acetanhydrid + Methanol, lange Nadeln aus Methanol + A., F. 268—269°. Gibt mit N,N'-Streptamindiacetat eine deutliche F-Depression. — Ergebnisse der Perjodat oxydation der verschied. Aminocyclohexantetrole u. ihrer Derivv. s. Original. (J. Amer. chem. Soc. 71. 1268—72. April 1949.)

K. FABER. 3850

Oskar Süss, *Synthetische Versuche in der Penicillinreihe*. 3. Mitt. 3-Phenacetyl-5,5-dimethylthiazolidin-4-carbonsäure. (2. vgl. C. 1949. II. 983.) Die Kondensation von Phenacetylpenicillamin mit Formaldehyd (vgl. 2. Mitt., l. c.) führte wahrscheinlich zu einem bimol. Prod. u. nicht zur als Zwischenprod. für eine Penicillinsynth. erwünschten 3-Phenacetyl-5,5-dimethylthiazolidin-4-carbonsäure (I); beim Vers. der Synth. von I aus 3-Chloracetyl-5,5-dimethylthiazolidin-4-carbonsäuremethylester mit konz. Ammoniakwasser (16 Stdn. bei 100°) (in der Kälte entsteht hierbei ein Diketopiperazin [II], l. c.) u. anschließende Phenacetylierung entstand jedoch die Verb. III, die entsprechend auch aus II.

u. durchsichtig durch Synth. aus 3-Phenacetyl-5.5-dimethylthiazolidincarbonsäure (IV) u. Glycinester in Ggw. von PCl_3 synthetisiert wurde. Eine Synth. von III über das Säurechlorid von IV war wegen dessen Unzugänglichkeit nicht möglich; das Säurechlorid des IV-Sulfons erwies sich nicht als einheitlich; das Azid VI reagierte mit Glycin zu einem Harnstoffderiv. V. — 1-Methylester wurde schließlich synthetisiert durch Einw. von PCl_3 in indifferentem Lösungsm. auf 5.5-Dimethylthiazolidincarbonsäuremethylester u. Phenacetursäure.



III R = $\text{CONHCH}_2\text{COOH}$

R' = $\text{COCH}_2\text{C}_6\text{H}_5$

V R = $\text{NHCONHCH}_2\text{COOC}_2\text{H}_5$

R' = H

Versuche (mit S. Rosenberger): 3-Phenacetyl-5.5-dimethylthiazolidin-4-carboxoglycin (III), $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_4\text{N}_2\text{S}$, aus heißem W. Stäbchen, F. 125° (nach Trocknen über P_2O_5 bei 70°); Methylester, $\text{C}_{17}\text{H}_{22}\text{O}_4\text{N}_2\text{S}$, aus vorigem mit CH_2N_2 in Essigester, nach Zugabe von Gasolin Stäbchen, F. 128—129°; Athylester, $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_4\text{N}_2\text{S}$, analog vorigem, aus W.-A. Prismen, F. 140—142°. — 3-Phenacetyl-5.5-dimethylthiazolidin-4-carbonsäure (IV), $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{O}_3\text{NS}$, nach SCHOTTEN-BAUMANN mit Phenacetylchlorid aus dem entsprechenden Thiazolidin, aus W.-A. Platten, F. 145—146°; Methylester, mit CH_2N_2 , aus Methanol-W. prismat. Nadeln, F. 58—61°. — Sulfon von III, $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_6\text{N}_2\text{S}$, mittels H_2O_2 in Eisessig, aus heißem W. rechteckige Täfelchen, F. 157—158° (Zers.); Methylester, $\text{C}_{17}\text{H}_{22}\text{O}_6\text{N}_2\text{S}$, mit Diazomethan, aus Essigester monokline Prismen, F. 171—172°. — Sulfon von IV, $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{O}_7\text{NS}$, analog dem vorigen, aus W., F. 194—195° (Zers.); Methylester, mit CH_2N_2 , aus Essigester prismat. Stäbchen, F. 163°. — 5.5-Dimethylthiazolidincarbonsäurehydratid, $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{ON}_2\text{S}$, aus dem betreffenden Ester in absol. A. u. wasserfreiem Hydrazin, aus Essigester Prismen, F. 143—144° (Zers.); Azid (VI), aus dem vorigen mit NaNO_2 -Essigsäure, gelber Sirup; Harnstoffderiv. V, $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{N}_3\text{S}$, aus dem vorigen Rohprod. in Chlf. mit Glycinäthylester, aus A. Stäbchen, F. 160—161°. — 3-Phenacetyl-5.5-dimethylthiazolidin-4-carbonsäuremethylester, $\text{C}_{17}\text{H}_{22}\text{O}_4\text{N}_2\text{S}$, aus Bzl.-Gasolin rein weiße Kristalle, F. 97—98°; freie Säure (I), $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_4\text{N}_2\text{S}$, aus vorigem durch Verseifung mit alkoh. NaOH, aus heißem Methanol weiße Kristalle, F. 162—163°. — 3-Hippuryl-5.5-dimethylthiazolidin-4-carbonsäuremethylester, $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_4\text{N}_2\text{S}$, entsprechend dem vorigen, nur mit Hippur- statt Phenacetursäure, aus heißem A., F. 137—138° (Zers.). (Liebigs Ann. Chem. 564, 54—63, 25/7. 1949. Kalle u. Co. A. G.)

GIBIAN. 3850

D₃. Makromolekulare Chemie.

F. T. Wall und T. J. Swoboda, Ein Oxydations-Reduktions-Kreislauf bei Polymerisationen in Emulsionssystemen. Es wurden die Rkk. verschied. Systeme u. Komponenten [Chlf., W., Fe(II)-Stearat, Na-Stearat (II), Fe(II)- u. Fe(III)-Ammoniumsulfat, Benzyltrimethylammoniumhydroxyd (IV), Na-Pyrophosphat, Sorbose (III)] mit Benzoylperoxyd (I) untersucht. Die Verss. ergaben, daß in der Ölphase durch II lösl. gemachtes 2wertiges Fe dem Zerfall von I in freie Radikale förderlich ist. Dies ist in der Lage, die Polymerisation in Gang zu bringen. Hierbei wird das 2wertige Fe in das 3wertige übergeführt, worauf es sofort in die wss. Phase übergeführt wird u. dort als Pyrophosphatkomplex besteht. Das 3wertige Fe ist durch geeignetes in W. lösl. Reagens (III) reduzierbar. Das red. 2wertige Fe wird schließlich in die Ölphase unter Abschluß des Kreislaufes zurückgeführt. II dient nicht nur als Emulgator, sondern auch als Löslichmacher für die Fe-Salze in der Ölphase. Auslassung eines der Reagenzien oder Ersatz der Seife durch einen Kationenemulgator (IV), der keine löslichmachende Eigg. für die Fe-Salze in der Ölphase besitzt, unterbinden den Kreislauf. (J. Amer. chem. Soc. 71, 919—24. März 1949. Urbana, Ill., Univ. of Illinois, Noyes Chem. Labor.)

BOYE. 4000

Thomas F. Protzman, Übergangstemperaturen Methylmethacrylatpolymerer bei Ultraschallfrequenzen. In Methylmethacrylatpolymeren (Plexiglas) wurde zwischen 24 u. 90° die Ultraschallgeschwindigkeit bei Frequenzen von 3—11 MHz mittels einer opt. Diffraktionsmeth. auf 1% gemessen. Mit zunehmender Temp. nimmt die Schallgeschwindigkeit linear ab. Bei einer Übergangstemp. zeigt die Gerade einen scharfen Knick. Diese Übergangstemp. ändert sich mit der Frequenz linear u. fällt von 64° bei 3 MHz auf 49° bei 11 MHz. Die beobachteten Übergänge werden der Anregung von Massebewegungen u. nicht elast. Relaxationseffekten zugeschrieben. (J. appl. Physics 20, 627—30. Juni 1949. Columbus, O., Univ., Mendenhall Labor. of Phys.)

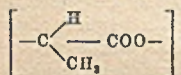
STIEL. 4010

B. A. Toms, Nachweis eines Wandeffektes beim laminaren Fließen von Lösungen eines Linearpolymeren. Eine theoret. Behandlung der korr. Werte zwischen Druckgefälle u. Strömungsgeschwindigkeit beim laminaren Fließen eines Linearpolymeren (Polymethylmethacrylat in Chlorbenzol gelöst) durch verschied. Metallcapillaren nach dem Verf. von SCHOFIELD u. BLAIR sowie OLDROYD ergab, daß bei dem reinen Lösungsm. u. den verd.

Lsgg. des Polymeren ($c < 2,50\%$) kein Hinweis für einen Wandeffekt vorliegt. Ein deutliches Anzeichen für ein anomales Verh. nahe der Rohrwandung tritt erst bei $c > 5\%$ auf. Der den Wandeffekt kennzeichnende effektive Gleitkoeff. erreicht bei großen Schubspannungen einen Grenzwert. (J. Colloid Sci. 4. 511—21. Okt. 1949. Maidenhead, Berkshire, Courtauld's Res. Labor.) HENTSCHEL. 4010

A. R. Gantmacher und Ss. Ss. Medwedew, *Katalytische Polymerisation ungesättigter Verbindungen*. Vff. untersuchten die Kinetik der Polymerisation von *Styrol* in Ggw. von SnCl_4 u. *Athylchlorid* als Lösungsm., welches zum Unterschied von unpolarer CCl_4 einen Dipolwert von 2,03 Debye aufweist. Die Geschwindigkeit der Polymerisation wird befriedigend durch eine Gleichung ausgedrückt, welche unter der Berücksichtigung der Tatsache aufgestellt wird, daß die Katalysatormoll. an den wachsenden Ketten bis zum Moment der Desaktivierung gebunden bleiben. Es werden die Konstanten für Reaktionsgeschwindigkeiten der Auslg., des Wachstums u. des Abbruchs der Ketten berechnet. Die Proportionalität zwischen der Polymerisationsgeschwindigkeit u. der Katalysatorkonz., sowie die Unabhängigkeit der Viskosität η von der Konz. des Katalysators zeigen das Nichtvorhandensein des Rekombinationsmechanismus des Kettenabbruchs an. η ist proportional der Quadratwurzel aus der Konz. des Monomeren u. entsprechend ist auch der mittlere Polymerisationsgrad der Konz. des Monomeren proportional. Bei Änderung der Polymerisationstemp. von 0—30° ändert sich der Wert für η von 2,75 bis auf 1,8. HCl u. W . beschleunigen die Polymerisation von *Styrol* in Ggw. von SnCl_4 u. *Athylchlorid*; HCl beschleunigt nicht nur die Auslösungs-Rk., sondern auch die Rk. des Kettenabbruchs, wobei in diesen Prozessen nur die an SnCl_4 gebundenen HCl -Moll. sich als akt. erweisen. Es wird angenommen, daß die beschleunigende Wrkg. von HCl mit der H -Ionenbildg. zusammenhängt. Im Gebiet der hohen *Styrol*konz. wird die Erhöhung der Reaktionsgeschwindigkeit beim Verlauf der Polymerisation beobachtet, die bei der Polymerisation in Ggw. von organ. Peroxyden nicht beobachtet wurde; u. dieser Effekt wird durch den für die katalyt. Polymerisation charakterist. verzweigten Charakter des Kettenprozesses erklärt. (Журнал Физической Химии [J. physik. Chem.] 23. 516—29. Mai 1949. Moskau, Physikal.-chem. Karpow-Inst.) V. FÜNER. 4010

Silvio Bezzi, *Konstitution einiger Polyglykolide*. (Vgl. C. 1940. II. 2875.) Von 3 durch therm. Zers. der Na-Salze von α -Halogensäuren hergestellten Prodd. haben 2 die Struktur echter Polyglykolide. Aus *Diphenylchloroessigsäure* wird *Polydiphenylglykolid* [$-\text{C}(\text{C}_6\text{H}_5)_2 \cdot \text{COO}-$]_n erhalten (mittleres Mol.-Gew. 1200—3400, Erweichungstemp. 70—150°, Zers. 150—160°). Das Prod. zeigt keine saure Reaktion. Es liefert beim Abbau mit CH_3OH allein oder in Ggw. von HCl Benzilsäuremethylläther, mit $\text{CH}_3\text{OH} + \text{CH}_3\text{ONa}$ Benzilsäuremethylester u. mit gasförmiger HCl Chlorbenzilsäure, womit seine Struktur als Polyester der Benzilsäure bewiesen ist. Bei der viscosimetr. kontrollierten, nach einer Viscositätsabnahme um 55% abgebrochenen Alkohololyse bleibt etwa die Hälfte der Makromoll. unverändert, während die andere Hälfte bis zum Monomeren abgebaut wird; es wird angenommen, daß nach Spaltung einer relativ stabilen „zentralen“ Bindung 2 Moll. mit labilen endständigen Bindungen entstehen, die schnell bis zur Benzilsäure abgebaut werden. — Das aus α -Brompropionsäure erhaltene *Polymonomethylglykolid* (mittleres Mol.-Gew. 720—4420, Erweichungstemp. 40—82°, Zers. bei 110—115°) hat saure Reaktion. Die Struktur wird durch



Best. der vor u. nach Hydrolyse anwesenden freien Carboxylgruppen

mittels acidimetr. Titration in alkoh. Lsg. u. Methoxylbest. nach Methylieren mit Diazomethan bewiesen. Das nach Hydrolyse ermittelte Äquivalentgewicht von ca. 70 entspricht dem der Gruppe $\text{CH}_3 \cdot \text{CH} \cdot \text{COO}$. Wahrscheinlich ist je Makromol. eine Carboxylgruppe anwesend. Kryoskop. Kontrolle ist nicht möglich, da die Best. in verschied. Lösungsmitteln verschied. Mol.-Geww. ergibt. — Das aus α -Bromisobuttersäure erhaltene Prod. ist kein echtes Polyglykolid. Für ein (bei begrenzter Erhitzungsdauer erhaltenes) Prod. mit 10,54% Br (Erweichungstemp. $\sim 180^\circ$, Zers. bei $\sim 200^\circ$) ergibt sich aus der Analyse u. der Kryoskopie vor u. nach Methylierung die Formel $(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2)_n\text{Br}$ u. aus der acidimetr. Titration u. der Methoxylbest. (wie bei Polymonomethylglykolid) ein Geh. an 4 freien u. 4 veresterten Carboxylgruppen; Polydimethylglykolid müßte 1 freie u. 7 veresterte Carboxyle haben. Es wird daher als Mischpolymerisat von Polydimethylglykolid mit Polymethylacrylsäure mit einem endständigen Br formuliert, womit auch die von den echten Polyglykoliden abweichenden physikal. Eigg. — hohe Erweichungstemp., Unlöslichkeit in W . u. in wasserfreien Lösungsmitteln, Löslichkeit in wasserhaltigen Lösungsmitteln — erklärt werden können. (Gazz. chim. ital. 79. 219—33. April 1949. Padua, Istituto di chimica generale dell' Università.) V. DECHEND. 4010

R. Signer, *Die Anordnung der Makromoleküle in den festen Körpern*. Der Übergang vom gelösten oder geschmolzenen in den festen Zustand vollzieht sich grundsätzlich bei Stoffen mit niedrigem Mol.-Gew. anders als bei solchen mit hohem Mol.-Gewicht. Das

verschied. Verh. steht im Zusammenhang mit der Veränderlichkeit der Ordnung von Stoffen mit hohem Mol.-Gewicht. Der Übergangszustand wird genauer untersucht. Es bestehen allg. Beziehungen zwischen der Doppelbrechung einer Lsg. verschied. Molekülketten u. der M. u. Anisotropie dieser Moleküle. Acetylcellulose weist ein regelwidriges Verh. auf; die Lsgg. zeigen teils die Eigg. der anderen Kettenmoll., teils die Eigg. aller anderen Moleküle. Die Unters. der dynam. Doppelbrechung der Acetylcellulose legt den Gedanken nahe, mit Hilfe von Cellulose-Rkk. Präpp., die neben den Moll. vorübergehend beständige Molekülpakete enthalten, darzustellen. Mit Hilfe des Elektronenmikroskopes kann man die Abmessungen dieser Teilchen erkennen. In dieser Weise werden bes. Baumwollfasern untersucht. Die Ergebnisse werden durch zahlreiche Lichtbilder wiedergegeben. 4 Tafeln. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5] 16. 663—67. Sept./Okt. 1949. Bern, Schweiz, Inst. de Chimie.) WESLY. 4050

C. F. Jacobsen und K. Linderstrøm-Lang, *Salzbindungen in Proteinen*. Vff. berichten über zum Teil bereits früher erhobene Befunde, die ihre Ansicht gerechtfertigt erscheinen lassen, daß Wasserstoffbindungen zwischen polaren Seitenketten der Proteine als wesentliches Strukturelement bei in Lsg. befindlichem β -Lactoglobulin auszuscheiden sind. Vff. glauben, diesen Rückschluß für Globularproteine verallgemeinern zu können. Elektrostat. Kräften zwischen hydratisierten Ionenpaaren in Proteinen wird ein Einfl. auf die Stabilität des Proteinmol. zugesprochen, aber nur dann, wenn die durchschnittliche Entfernung zwischen den Ionen klein genug ist, so daß eine wechselseitige Bindung von Protonen stattfinden kann. Vff. lehnen somit die von EYRING u. STEARN entwickelte Hypothese (1939) ab u. geben den von H. H. WEBER (1930) entwickelten Ansichten über die protolyt. Rkk., die sich in einer Volumenkonstriktion oder Volumendilatation der Protein-, Peptid- u. Aminosäurelsg. äußern können, den Vorzug. Die eigenen Unters. über die Volumenveränderungen bei fallendem p_H (von 5,2—2,13) am β -Lactoglobulin in 0,1N KCl-Lsg. bei einer Konz. von 26,3 mg/ml u. die Abbauverss. des β -Lactoglobulins durch Trypsin u. Pepsin sprechen ebenfalls für die Ansichten von WEBER. (Nature [London] 164. 411—12. 3/9. 1949. Kopenhagen, Carlsberg Labor.) HANSON. 4070

Fritz Hartmann und Hans Theismann, *Zur Wirkung von Ultraschall auf Serumproteine*. Zur Prüfung der Ultraschallwrkg. auf Serumproteine wurden 2 cm³ Serum 15 Min. bei 20° mit ca. 30 W/cm² u. 800 kHz bestrahlt u. mit der Meth. der photoelektr. ausgewerteten fraktionierten (NH₄)₂SO₄-Fällung analysiert. Der Trübungswert im Globulinbereich, der einer (NH₄)₂SO₄-Konz. bis 50% entspricht, ging bis auf 2/3 des Ausgangswertes zurück. Die der Globulintrübung bei 75% ig. Konz. superponierte Albumintrübung blieb unbeeinflusst. Wie an reinem Pferdeglobulin u. -albumin gezeigt wurde, werden nur Globuline beeinflusst. Gravimetr. Kontrollen ergaben, daß das Globulin nicht abnimmt u. der Serumweißwert unverändert bleibt. Wahrscheinlich werden die Globulinmoll. durch die Schallwrkg. so verändert, daß sie gröber dispers ausfallen. Diese Zustandsänderung läßt sich nur am Nativserum nachweisen; sie weicht beim disproteinäm. Serum nicht von der des n. Serums ab. (Naturwiss. 35. 346. 1948 ausg. März 1949. Göttingen, Med. Univ.-Klinik u. Univ.-Hautklinik.) LANG. 4070

John Leo Abernethy, *Principles of organic chemistry*. Philadelphia: Saunders. 1949. (317 S.) \$ 4,—.

A. F. Holleman, *Lehrbuch der Chemie*. T. 2. Organische Chemie. 26., verm. u. verb. Aufl. Bearb. v. Friedrich Richter. Berlin: de Gruyter. 1949. (XII + 526 S. m. 97 Fig.) gr. 8. DM 22,—.

Heinrich Hopff, *Grundriß der organischen Chemie*. Bearb. 12., verb. Aufl. München: Müller & Steinlecke. 1950. (160 S.) 8° = Tuchels Repetitions-Kurse. DM 4,—.

Wolfgang Langenbeck, *Lehrbuch der organischen Chemie*. 8., verb. u. erg. Aufl. Dresden, Leipzig: Th. Steinkopff. 1949. (XVI + 541 S. m. 5 Abb.) gr. 8° DM 15,—.

E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

E₁. Allgemeine Biologie und Biochemie.

J. D. Bernal, *Die physikalische Grundlage des Lebens*. Darst. der wesentlichen Grundlinien u. krit. Stadien der Entw. des Lebens aus seinem anorgan. Ursprung auf der Grundlage der Geochemie u. physikal. Chemie des abkühlenden Planeten sowie der chem. Zus. der allen lebenden Organismen gemeinsamen organ. Verbindungen. Zur Zeit der Abkühlung der Erde auf Temp., die die Kondensation von W. erlaubten, bestand die Atmosphäre hauptsächlich aus N₂ bei allmählich abnehmender CO₂-Konzentration. Die Gewässer enthielten vornehmlich NH₃, CO₂ u. H₂S gelöst. Durch Verwitterung u. Abschwemmung wurden Flecken von Erdboden gebildet, die u. a. Ton enthielten. Die Erdoberfläche wurde damals von einer Sonnenstrahlung erreicht, die heute nicht mehr zur Wrkg. kommt, nämlich UV von 2000 Å u. weniger. Dieses bewirkte Umsetzungen der in W. gelösten Verb., die u. a. auch zur Bldg. von Aminosäuren führten. Durch Adsorption an Tone u. Energiezufuhr durch Licht wurde die Bldg. komplizierterer Verb. möglich.

Bei der Bldg. asymm. Verbb. mag die Adsorption an den asymm. Quarz eine Rolle gespielt haben. Makromoll., die durch solche Polymerisierungen entstanden, konnten in koll. Form auch ohne Tone bestehen bleiben u. ihrerseits katalyt. (enzymat.) wirksam sein. Mit dem Auftreten von Makromoll. kamen neue Kräfte ins Spiel, Fernwirkungen, die das Verh. von Kolloiden wesentlich bestimmen u. physikal. Einheiten entstehen lassen, die für den individuellen lebenden Organismus charakterist. sind. Das Auftreten stetiger Wechselwirkungen zwischen Makromoll. im allg. Medium kann als Beginn des Lebens betrachtet werden u. als Beginn lebender Organismen die Bldg. eines abgetrennten, sich selbst erhaltenden Syst. von Rkk. mit dem Medium. Solche Systeme können bei Abwesenheit von O₂ die Energie zu ihrer Erhaltung nur mit geringem Nutzeffekt aus der Spaltung von organ. Verbb. gewonnen haben u. existierten im Dunkeln oder tieferen Schichten des W., wo sie gegen die UV-Strahlung geschützt waren. Durch die Ausbreitung lebender Organismen war ihre Existenz gefährdet in dem Augenblick, wo der Bedarf an vorgebildeten organ. Verbb. deren Bldg. überschritt. Diese erste Krise des primitiven Lebens wurde gelöst, als Organismen auftraten, die zu ihrer Erhaltung die von der Sonne eingestrahelte Energie nützen konnten, also gefärbte Verbb. in ihnen auftraten. Unter diesen sind wahrscheinlich schon Porphyrine wirksam gewesen. Ein entscheidender Vorgang für die weitere Entw. war das Auftreten der Photosynth. von Kohlenhydraten aus CO₂ u. H₂O mit der Abgabe von O₂ in die Atmosphäre: die Existenz von Organismen, die photosynthetisieren konnten, war gesichert. Sie waren den primitiven Formen des Lebens überlegen, überwucherten sie schnell u. beseitigten auch die Vorbedingungen für ihre Entstehung, denn mit dem durch die Photosynth. bedingten Auftreten von O₂ in der Atmosphäre bildete sich in deren oberen Schichten unter der Einw. des UV eine Ozonschicht, die das kurzwellige UV absorbiert u. nicht mehr auf der Erdoberfläche zur Wrkg. kommen läßt. — In der Erhaltung des Lebens in Form der nunmehr existierenden Organismen spielen die Vorgänge eine wesentliche Rolle, die zur Produktion gleichartiger Organismen führen. Die wichtigsten Kernbestandteile besitzen die Fähigkeit zur Selbstreproduktion. Die Fadenform der Micellen ist wesentlich für den Ablauf der Rkk., die die Kernteilung ausmachen. Fernkräfte, die in gleicher Weise zwischen anderen fadenförmigen Makromoll. wirksam sind, bestimmen Bewegung u. Ordnung der Micellen, wie etwa der Chromosomen. (Proc. phys. Soc., Sect. A 62. 537—58. 1/9.; Sect. B 62. 597—618. 1/10. 1949. London, Birkbeck Coll.)

KIESE 4100

A. B. Wardrop, *Micellare Organisation in primären Zellwänden*. Röntgenunters. des Zellwandaufbaus von Conferencambium hatten ergeben, daß die diffuse Verschleierung des Beugungsdiagramms der Cellulose durch eine vorherige Extraktion des Gewebes mit Pektinlösungsmitteln oder verd. Säure (0,1nHCl) weitgehend eliminierbar ist. Vf. fand bei röntgenograph. Unterss. von Cambium von Pinus silvestris u. Koleoptilen von Avena in unbehandelten Präpp. vor allem Interferenzen, die einem Abstand von 3,9 Å entsprachen, während Beugungsringe für 5,4 u. 6,1 Å nur schwach waren oder fehlten. Nach Extraktion mit oben genannten Reagenzien traten zusätzliche Interferenzen für die Abstände 2,56 u. 5,5 Å auf. Die durchschnittliche Micellenbreite wurde zu 18 Å für das nicht extrahierte Gewebe u. zu 26 Å nach der Extraktion berechnet. Im natürlichen Zustand sind die Micellen vermutlich von parallel gelagerten Cellulosemoll. umgeben, die durch Pektin u. a. Zellwandbestandteile voneinander getrennt sind; dies würde die Schwierigkeiten erklären, n. Cellulose-Rkk. an Cambiumzellwänden ohne vorherige Säurehydrolyse zu erhalten bzw. Xylan u. Lignin restlos zu extrahieren. Die extrem niedrige Micellgröße, die Vf. an prim. Zellwänden beobachtete, ist von Interesse bzgl. der elektronenmkr. Unterss. von PRESTON u. von FREY-WYSSLING (Experientia [Basel] 4. [1948.] 12. 475) an einigen prim. u. sek. Zellwänden (Cellulosefibrillen 250—300 Å Durchmesser, Micellen der sek. Zellwände 60—70 Å Durchmesser, die der prim. ca. 20 Å Durchmesser). Hiernach wären wohl die elektronenmkr. beobachteten Fibrillenstrahlen als supermicellare Einheiten aufzufassen. (Nature [London] 164. 366. 27/8. 1949. Leeds, Univ., Dep. of Botany.)

U. JAHN. 4150

O. Walther, *Zur Behandlung des weiblichen Genitalcarcinoms mit östrogenen Substanzen*. Angeregt durch gute therapeut. Erfolge mit östrogenen Substanzen bei Prostatacarcinom u. metastasierendem Mammacarcinom implantierte Vf. bei 22 weiblichen Genitalcarcinomen im fortgeschrittenen Stadium je einen Cyren A-Preßling (25 mg). Das Tumor- bzw. Metastasenwachstum wurde nicht gehemmt. Am hämatopoiet. Syst. war keine Schädigung feststellbar, doch zeigte die Blutsenkungsgeschwindigkeit einen kontinuierlichen Anstieg. Gewichtszunahme u. Ödeme wurden nicht beobachtet. Der Blutcalciumspiegel sank regelmäßig, in einigen Fällen bis zu 3 mg-% unter den Ausgangswert. Selbst ein Sinken des Ca-Spiegels bis auf 4,5 mg-% führte nicht zur Tetanie, so daß die Hypocalcämie bei Parathyreoidainsuffizienz mit der nach Cyren A nicht ident. zu sein scheint. (Z. Geburtshilfe Gynäkol. 131. 182—86. 1949. Mainz, Univ.-Frauenklinik.) U. JAHN. 4160

E₂. Enzymologie. Gärung.

Ss. R. Mardaschew, *Enzymatische Decarboxylierung der Aminosäuren*. Die nach dem Schema $R \cdot CH(NH_2) \cdot CO_2H \rightarrow R \cdot CH_2NH_2 + CO_2$ verlaufende enzymat. Decarboxylierung der Aminosäuren wird besprochen. Die 1949 in russ. Sprache erschienene Monographie „Biochemie des Stoffwechsels der Aminosäuren“ von A. Je. BRAUNSTEIN behandelt die Literatur bis 1947, so daß Vf. mehr auf die Jahre 1947—49 eingeht. Die Besprechung gliedert sich in die Abschnitte: Decarboxylierung durch tier. Decarboxylasen, physiol. Bedeutung der Decarboxylasen in tier. Organen, bakterielle Decarboxylasen, ihre Verbreitung, Bldg. u. biol. Bedeutung, ihre prakt. Ausnützung, pflanzliche Decarboxylasen, Mechanismus der Enzymwirkung. (Успехи Современной Биологии [Fortschr. gegenwärt. Biol.] 28. 365—86. Nov./Dez. 1949. Moskau.) R. KNOBLOCH, 4200

M. L. Belenki und W. I. Rosengart, *Einfluß von Giften auf Thiolgruppen enthaltende Fermentsysteme der Zelle*. Eine Besprechung der auf dem Grenzgebiet von Pharmakologie u. Biochemie liegenden Arbeiten der letzten Jahre — auch derjenigen unter ihnen, die in den kriegschem. Laboratorien der kriegführenden Länder des 2. Weltkriegs durchgeführt u. erst jetzt veröffentlicht wurden —, nach welchen der Einfl. vieler Gifte als Resultat einer Enzymschädigung angesehen wird. Vf. interessieren bes. die Arbeiten, die die Störung der Wirksamkeit der SH-Gruppen enthaltenden Fermente u. ihre Wiederaktivierung betreffen. Erörtert werden die Vergiftungen durch Hg-, As-, Sb-, Au-, Bi-, Cr-, Ni- u. Cd-Verbb., die durch SH-Gruppen enthaltende Verbb. als Gegengifte günstig beeinflußt werden, u. die Vergiftungen durch Pb, Se u. Tl, wo dies nicht der Fall ist. Hervorgehoben wird die günstige Wrkg. von 2,3-Dimercaptopropanol („Bal“, „Dimer-caprol“), $CH_2(SH) \cdot CH(SH) \cdot CH_2OH$. Als Gifte für Thiolfermente zeigen sich auch Allylverbb. u. freie Halogene. Schließlich wird die Rolle der Thiolfermente bei pharmakol. Effekten besprochen. (Успехи Современной Биологии [Fortschr. gegenwärt. Biol.] 28. 387—99. Nov./Dez. 1949. Leningrad.) R. KNOBLOCH, 4200

J. Ströder, *Neue Untersuchungen zur Kenntnis der Acetylcholinesterase im kindlichen Serum. Das Verhalten des Blutfermentes bei Ernährungsstörungen, die zentralnervöse Fermentregulation, die Sulfonamidhemmung in vivo und in vitro. Der „Fermentschutz“ des Frühgeborenen-serums, der Einfluß von Penicillin auf die Fermentintensität*. Bei Ernährungsstörungen im Säuglingsalter findet man eine deutliche Hemmung der Acetylcholinesterase (I) des Serums. An einem Schema wird die gegenseitige Beeinflussung von biogenem Amin u. I, die Einw. beider Substanzen auf die Motilität des Darmes von Lumen u. Serosaseite aus sowie die Bedeutung der gesteigerten Peristaltik für enterale Konz. des Amins gezeigt. Es beinhaltet etwa folgendes: Bei gesteigerter Konz. von biogenem Amin (II) im Chymus u. bei einer durch die Ernährungsstörung erhöhten Durchlässigkeit der Darmwand erfolgt Erhöhung der Peristaltik vom Darmlumen aus. Gesteigerte Peristaltik erhöht ihrerseits den Geh. an II im Chymus; so ist ein Circulus vitiosus geschlossen. Die erhöhte Konz. an II in der Darmwand hemmt die I; durch verminderte Spaltung von Acetylcholin wird aber der Wrkg. der II auf die Motorik weiterer Vorschub geleistet. Ein Übertreten der biogenen Amine in das Blut u. eine zusätzliche Erregung der Darmmotilität von dieser Seite aus wird angenommen. Es entsteht ein zweiter Circulus vitiosus, indem die vermehrte Aminpermeation eine gesteigerte Bldg. von I über Steigerung der Peristaltik u. Abgabe von Amin in das Darmlumen zur Folge hat. — Encephalographie bewirkt eine 2 Stdn. anhaltende Steigerung der I-Wirkung. Ganz vereinzelt wird Hemmung der I beobachtet. Bei mißlungener Luftfüllung fehlt die Beeinflussung des Enzyms. Voraussetzung für diese ist die Erregung einer bestimmten vegetativen Zentralstelle. Damit ist die Möglichkeit der Regulierung der I über das Zentralnervensyst. festgelegt. — Sulfonamid hemmt in vivo die Wrkg. der I. Diese Hemmung tritt bei Serum von Frühgeborenen nicht auf. In vitro zeigt jedes kindliche Serum (außer dem der Frühgeborenen) die Hemmung der I durch Sulfonamid. Der „Fermentschutz“ des Serums der Frühgeborenen kann nur mit der Zus. des Serums der Unreifen erklärt werden. — Penicillin ist in vitro ohne Einfl. auf die I. Es wird angenommen, daß dies auch in vivo zutrifft. (Z. Kinderheilkunde 66. 258—73. 1949. Würzburg, Univ., Kinderklinik.) HESSE, 4210

Theodore L. Sourkes, *Transmethylierung von Guanidinessigsäure in Autolysaten der Rinderteiler*. BORSOOK u. DUBNOFF untersuchten die Bedingungen der Synth. von Kreatin aus Guanidinessigsäure u. Methionin in Leberhomogenaten (Meerschweinchen). Vf. stellt jetzt ein diese Rk. katalysierendes Enzympräp. her: Vermischen von Ochsenleber mit der gleichen Gewichtsmenge Eiswasser unter Zusatz von Toluol (20% des W.), Autolyse bei 20° während 20 Stdn., Zentrifugieren, Auswaschen des Rückstandes, der fast völlig unwirksam wird. Die Transmethylierung erfolgt bei p_H 7,4 (Phosphatpuffer) in Ggw. von Adenosintriphosphat u. O₂. Ermittlung der die Rk. von JAFFÉ (mit Pikrinsäure + NaOH)

gebenden Substanzen im photoelektr. Colorimeter. — Die synthet. Wrkg. des Autolysates erfährt durch Dialyse (4^o; über Nacht) ca. 40% Abnahme, offenbar nicht durch Verlust eines etwaigen Cofaktors. Die Transmethylierung wird durch Kreatin sowie durch Natriumtaurocholat gehemmt, durch gekochten Lebersaft aktiviert. (Arch. Biochemistry 21. 265—72. April 1949. Ithaca, N. Y., Cornell Univ., Dep. of Biochem.) HESSE. 4210

Virgil D. Wiebelhaus und Henry A. Lardy, *Phosphorylierung von Hexosen durch Hexokinase des Gehirns*. Das mit Aceton nach COLOWICK, CORI u. SLEIN hergestellte Trockenpräp. aus der grauen Substanz von Rinderhirn wird durch Dialyse gegen kaltes dest. W. gereinigt u. dann lyophilisiert (d. h. durch rasches Gefrieren u. Entwässern im Hochvakuum stabilisiert). Das gewonnene Pulver behält seine Wrkg. (*Hexokinase, Phosphohexokinase*) bei 4^o ca. 5 Wochen. Es werden phosphoryliert: d-Glucose, Fructose, Mannose sowie deren -6-phosphate, nicht aber l-Glucose, d-Galaktose, l-Sorbose, d-glucoensaures Kalium, 2-Keto-d-glucoensaures K, d-Ribose, d-Arabinose, l-Rhamnose u. d-Xylose. — Die Hexokinase zeigt viel größere Affinität zu Glucose als zu Fructose. — Na-Salze (Chlorid sowie Borat), nicht aber K-Salze, hemmen die Phosphorylierung der Glucose, nicht aber die von Fructose oder Fructose-6-phosphat. Diese Beobachtung zeigt (zusammen mit der Tatsache, daß verschied. Gehirnpräpp. Glucose u. Fructose mit verschied. Verhältnis der Aktivität phosphorylieren), daß möglicherweise zwei Hexokinasen mit verschied. Affinität zu den Substraten im Gehirn vorkommen. (Arch. Biochemistry 21. 321—29. April 1949. Madison, Wis., Univ., Dep. of Biochem.) HESSE. 4210

Malcolm Dixon, *Multi-enzyme systems; four special lectures given to University College, London, in May 1948*. New York: Cambridge Univ. Press. 1949. (100 S. m. Diag.) \$ 1,75.

E₃. Mikrobiologie. Bakteriologie. Immunologie.

A. B. Tschernomordik, *Vergleich einiger Nährböden und Anreicherungsverfahren bei Züchtung der Typhus-Paratyphus-Stäbchen*. Die Stühle von 24 Typhus- u. 117 Paratyphuskranken wurden auf Bromthymol-, Wismutsulfid- (I), Tetrathionataragar (II), MÜLLERSchen u. LEIFSSONschen Nährböden u. Nährböden mit Brillantgrün ausgesät. I u. II ergaben die größte Ausbeute. Von den fl. Nährböden bewährten sich für Abdominaltyphus am besten Tetrathionat-, für Paratyphusstäbchen Selenitnährböden. Die beste Kombination war die gleichzeitige Aussaat auf I u. II u. MÜLLERSchen Nährboden (90% Erfolg). (Журнал Микробиологии, Эпидемиологии и Иммунобиологии [J. Mikrobiol., Epidemiol., Immunobiol.] 1949. Nr. 7. 15. Juli. Inst. für theoret. Med. der Akad. der Wiss. der Weißruss. SSR.) DU MANS. 4310

A. B. Tschernomordik, *Tetrathionataragar zur Isolierung der Typhus-Paratyphus-Stäbchen*. Der Nährboden enthält eine Thiosulfatlg. (50 g auf 100 cm³ W.), Jod (12,5 g J₂ u. 15 g KJ auf 100 cm³ W.) u. Agar mit 0,5% Lactose, 5% Galle u. 1% Bromkresolpurpur in alkoh. Lösung. Vf. verändert die Menge des Thiosulfats auf 30%. Grampositive Sporenbildner, Ruhrerreger u. die meisten Colistämme wachsen nicht. Bei Vgl. der Erprobung des Nährbodens an 210 Stühlen von Typhuskranken u. 30 von Enteritiskranken hat er sich besser als die sonst üblichen Nährböden bewährt. (Журнал Микробиологии, Эпидемиологии и Иммунобиологии [J. Mikrobiol., Epidemiol., Immunobiol.] 1949. Nr. 7. 15. Juli. Inst. für theoret. Med. der Akad. der Wiss. der Weißruss. SSR.) DU MANS. 4310

Eberhard Küster und Hans Theismann, *Über den Einfluß von Ultraschall auf Aspergillus niger*. Bei Beschallung von *Aspergillus niger*-Sporensuspensionen (I) (Frequenz 800 kHz; 5 W/cm²; 40 Min.) blieb das Wachstumsverh. nach Überimpfen der wss. Suspension auf n. Nährlg. unverändert. Wurde I jedoch *Bact. fluorescens* zugesetzt, so ging das Bakterienwachstum ungehindert weiter, während das Pilzwachstum deutlich gehemmt war. Bei Erhöhung der Schallintensität u. bei Variation der Beschallzeit t wurde bei I nach t = 60—80 Min. eine wesentlich stärkere Mycelbildg. beobachtet, während für t > 100 Min. das Wachstum hinter der Kontrolle zurückblieb. Wurden schließlich Myceldecken von 6 Tage alten Kulturen 10 Min. beschallt, so trat ein Mycelzerfall auf; die Ursache kann nur mechan. Natur sein (die gemessene H₂O₂-Entw. bei der Beschallung ist zu gering, um den Effekt zu erklären). (Naturwiss. 36. 380—81. 1949. ausg. Dez. Göttin-gen, Univ., Inst. für Mikrobiol.) O. FUCHS. 4320

J. W. Czekalowski und D. E. Dolby, *Einfluß von Enzyminhibitoren auf die Genese von Phagocyten*. Unters. des Einfl. von Enzym-Inhibitoren auf die Entw. der Viren. Als Material dienten Kulturen von *Escherichia coli* (Stamm B), die mit dem T₂-Bakteriophagegen in der bereits früher (DOLBY u. CZEKALOWSKI, Nature [London] 163. [1949.] 608) beschriebenen Arbeitsweise versetzt wurden. Zusatz von Na-Malonat oder von NaF in kleinsten Mengen war ohne Wrkg.; Hemmung von beiden Elementen des Syst. wurde

bewirkt durch Penicillin, Acriflavin, Mapharsid u. Malonsäure in höheren Konz.; nur die Vermehrung des Virus, nicht aber die Vermehrung der Escherichia wird gehemmt durch Hydrochinon, 4,6-Dimethoxytoluchinon, Tetramethyl-p-phenylendiamin, Malonsäure, Jodessigsäure, Auramin, NaCN, NaF, CaCl₂, Urethan u. Colchicin. Der Einfl. dieser dritten Gruppe variiert mit der Konzentration. — Die verschied. chem. Gruppen angehörenden Substanzen scheinen gemeinsam zu haben, daß sie sämtlich gegen *Bernsteinsäuredehydrogenase* wirksam sind. Allerdings ist der Einfl. dieses Enzyms auf die Vermehrung der Viren noch nicht bekannt. (Nature [London] 163. 719—20. 7/5. 1949. Leeds, Univ., School of Med.) HESSE. 4321

E. Matthews, H. F. Atkinson, P. Saunbury und H. W. Clegg, *Die Beziehung von Staphylococcus pyogenes zur Zahnaries*. Die Unterss. der Vff. sprechen gegen die Anschauung, daß *Staphylococcus pyogenes* ursächlich für die Zahnaries in Betracht kommt. Gesunde Zähne, bis zu 4 Monaten in oft gewechselten Staphylokokkenkulturen gehalten, verändern sich nicht. Aus Cavitäten ließen sich nicht mit besonderer Häufigkeit Staphylokokken isolieren. Durch Mundspülungen u. Isolierung von Staphylokokken auf selektiven Nährböden ließ sich kein Zusammenhang mit dem Vorhandensein von Staphylokokken u. beginnender oder ausgedehnter ausgebildeter Zahnaries feststellen. (Brit. med. J. 1949 I. 54—56. 8/1. Manchester, Univ., Turner Dental School and Dep. of Bacteriol.) JUNKMANN. 4350

Emil Metz, *Intravitale Anreicherung des Sputums mit Tuberkelbacillen durch Sulfonamidgaben*. Bei mehreren Personen fiel der Nachw. von Tb-Bacillen im Sputum erst nach einer eintägigen Behandlung mit Sulfonamiden positiv aus. *Sulfadiazin*- u. *Sulfathiazol*-Präpp. kamen mit gleichem Erfolg zur Anwendung. Die Behandlung mit den genannten Verbb. führt durch die Zurückdrängung der Kokkenmischflora zu einer relativen intravitale Anreicherung der Tb-Bacillen. (Med. Klin. 44. 581—82. 6/5. 1949. Heidelberg, Handschuhshheimer Landstr.) HILDEGARD BAGANZ. 4360

Ernst Haupt, *Blutbild und Serumtherapie*. Bei Diphtherieverdachtsfällen, denen prophylakt. Serum injiziert wurde u. bei lokalisierten Rachendiphtherien wurde 2—4 Tage nach der Injektion das Blutbild überprüft. Die für Diphtherie charakterist. Neutrophilie hatte sich durch die Serungaben in eine absol. u. relative Neutropenie verwandelt mit gleichzeitigem Anstieg der lymphocyt. Komponente. Solange die Neutrophilen nur bis auf n. Niveau sinken, ist eine Lymphocytenerhöhung in Form der „lymphocytären Heilphase“ sehr erwünscht, aber einzelne Fälle wiesen subnormale Werte für die Granulocyten auf. Daraus folgt, daß der Dosierung des Diphtherieserums mit seinem artfremden Eiweiß Grenzen gesetzt sind, deren Überschreitung zu tox. Knochenmarkschädigungen führen könnte. (Dtsch. Gesundheitswes. 4. 438—440. 15/5. 1949. Weimar, Städt. Krankenhaus.) U. JAHN. 4370

I. K. Babitsch, *Über eine frühe und schnelle Diagnose der Infektionskrankheiten. Ein neues Adsorbens für Mikrobenaftene*. Zur Feststellung des gelösten bakteriellen Antigens im Blutserum des Kranken benutzte Vf. „Dermatol“, das aus sehr kleinen gleichmäßigen Teilchen besteht. Es wird durch unspezif. Antikörper nicht agglutiniert. Seine Verwendung ist daher der menschlichen Erythrocyten unbedingt vorzuziehen. Einer mit 10—20% ig. Sodalsg. neutralisierte *Hapten*-Lsg. wird etwas *Dermatol* hinzugefügt. Nach mehrmaligem Aufschütteln läßt man das Röhrchen 10—15 Min. stehen. Danach wird es wieder geschüttelt bzw. zentrifugiert. Die Fl. wird abgossen u. das Sediment auf dem Objektträger agglutiniert. Die Rk. erfolgt innerhalb von wenigen Sekunden. Diese Rk. hat sich mit Typhus-Paratyphus u. FLEXNER-Ruhrstäbchen bewährt. Sie ist sehr empfindlich u. streng spezifisch. (Журнал Микробиологии, Эпидемиологии и Иммунобиологии [J. Mikrobiol., Epidemiol., Immunobiol.] 1949. Nr. 7. 24. Juli Kasachstan-Med. Inst., Lehrstuhl für Mikrobiol. u. Inst. für Epidemiol. u. Mikrobiol.) DU MANS. 4371

Je. I. Demichowski, Ss. I. Demidowa, W. W. Bitjak und M. I. Slatopolskaja, *Die Feststellung des spezifischen Antigens im Blut als diagnostische Methode beim Bauchtyphus*. Vff. fällen aus dem Blut frischer Typhuskranker Bestandteile, die *Antigene* der Typhus-, auch der Paratyphusstäbchen enthalten u. stellen deren Anwesenheit durch spezif. Seren fest. Dabei werden die mit diesen Antigenen beladenen Hammelblutkörperchen oder ein Talcum- bzw. Dermatol-Nd. (vgl. vorst. Ref.) agglutiniert. Diese Meth. erlaubt eine frühere Diagnose als die Blutkultur. Auch ist der positive Ausfall dieser Rk. häufiger als der der Blutkultur. (Журнал Микробиологии, Эпидемиологии и Иммунобиологии [J. Mikrobiol., Epidemiol., Immunobiol.] 1949. Nr. 7. 16—18. Juli. Kasachstan-Inst. für Epidemiol. u. Mikrobiol.) DU MANS. 4371

S. D. Elek und E. Levy, *Flockungsoptima in Diphtherietoxoid-Antitoxin-Systemen*. Unter Verwendung von *Diphtherietoxoid-Antitoxin* versuchten Vff. die Lage des *e*-Optimums zu bestimmen. Das *Toxoid* (nach HOLT) enthält 2000 Flockungseinh./mg Eiweiß-N u. war noch von wenigstens 2 Verunreinigungen begleitet, die jedoch bei geeigneter Ver-

dünnung nicht mehr nachweisbar waren. Als Antitoxin diente rohes Pferdeserum. Das ε -Optimum gibt die Röhre an, die den Minimalgeh. an Antigen (I) u. Antikörper (II) bei gegebener Flockungszeit aufweist. Die Titrationskurve nach RAMON enthält alle möglichen Verhältnisse von I u. II bei einer bestimmten Einheitenzahl Toxoid. Es ist möglich, daß bei vollkommen reinen Systemen α - u. β -Optimum zusammenfallen u. nur ein optimales Verhältnis von I:II existiert. (Nature [London] 164. 353—54. 27/8. 1949. London, St. George's Hosp. Med. School, Dep. of Bacteriol.) K. MAIER. 4371

G. Ramon, *Le principe des anatoxines et ses applications* (Travaux d'immunologie). Paris: Masson et Cie. 1950. (230 S.) fr. 800.—.

E₆. Tierchemie und -physiologie.

J. André-Thomas und Jacques Varangot, *Das Überleben einer aseptisch durchströmten menschlichen Placenta*. Unter asept. Bedingungen gewonnene menschliche Placenta läßt sich bei Durchströmung mit Nährisgg., die ein *Sulfonamid* (*Elkosin*), *Penicillin* u. *Streptomycin* enthalten, mehrere Tage unverändert überlebend erhalten. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 228. 132—33. 3/1. 1949.) L. LORENZ. 4500

Hans Terjung, *Über Appendixsteine (Appendicolithen)*. In 2 seltenen Fällen einer chron. Appendicitis mit Appendicolithen ergab die chem. Analyse der Konkreme *Calciumphosphat*, das bisher meistens gefunden wurde u. in einem Falle *Magnesiumammoniumphosphat*. Auch Carbonate des Mg u. Na sind schon als Bestandteile solcher Steine beschrieben worden. (Fortschr. Gebiete Röntgenstrahlen 72. 362—65. Jan. 1950. Kassel, Stadtkrankenhaus.) U. JAHN. 4510

Mary Dempsey und Betty M. Haines, *Die Beschaffenheit der Grundsubstanz im interstitiellen Bindegewebe*. Vf. konnten die Annahme von DAY (J. Path. Bact. 59. [1947.] 567; Nature [London] 162. [1948.] 152), wonach die amorphe Grundsubstanz des interstitiellen Gewebes *Eiweiß* u. nicht *Mucoid* ist, durch histolog. Unters. der Rattenfascia erhärten. Die Schnitte wurden mit Toluidinblau sowie nach MCMANUS u. nach HALE gefärbt. (Nature [London] 164. 368. 27/8. 1949. London, British Leather Manufacturers' Res. Assoc.) K. MAIER. 4525

Eduard Wenzel, *Über quantitative und qualitative Veränderungen der Plasmaproteine unter Hormongaben*. In 10 Versuchsreihen suchte Vf. an insgesamt 105 Patienten den therapeut. Wert von sogenannten Aufbaukuren mit Mischinjektionen (männliches bzw. weibliches Keimdrüsenhormon + Leberpräpp. oder Tonophosphan + blutdrucksteigerndes Mittel [*Cardiazol*, *Coramin*]) zu klären u. die Wirkungskomponenten gegeneinander abzugrenzen. Ferner wurde die Therapie mit Eiweißpräpp. (Peptonisat, Aminorol) auf Beeinflussung des Gesamteiweiß(I)-Geh., des Rest-N (II), der Albumin(III)- u. Globulin(IV)-Fraktion des Serums untersucht. Die Mischinjektionen rufen einen deutlichen Anstieg der I-Werte sowie des III- u. IV-Anteils hervor, doch steigt III stärker an als IV, während II sich im Rahmen der n. Schwankungsbreite hält. Wird das blutdrucksteigernde Mittel durch *Nebennierenrindenhormon* ersetzt, so kommt es zu einem für dieses Hormon kennzeichnenden Abfall vom I u. III bei gleichzeitigem relativen IV-Anstieg. Wird Tonophosphan allein verabfolgt, so ergeben sich keine wesentlichen Änderungen des Serum-eiweißspiegels, doch wurde nach Gaben von Leberpräpp. infolge Leberfunktionsanregung eine sehr starke Steigerung beobachtet. Die Wrkg. der allein verabreichten Eiweißpräpp. wird übertroffen, wenn diese Therapie mit den Mischinjektionen kombiniert wird. Bei letzteren scheint den Sexualhormonen eine ganz besondere Bedeutung zuzukommen, u. Vf. schließt daraus, daß diese (mehr als bisher beachtet) entweder direkt oder sek. diencephal-hypophysär an der Regulation der Plasmaeiweißkörper Anteil haben. (Z. ges. innere Med. Grenzgebiete 4. 357—63. Juni 1949. Potsdam, Städt. Krankenhaus, Inn. Abt.) U. JAHN. 4558

P. Pots, *Beitrag zur Implantationsbehandlung mit Follikelhormonkristallen*. Vf. berichtet über Erfahrungen mit Implantationen von *Cyren A*-Preßlingen u. *Östradiol*-Kristallen u. kommt zu dem Ergebnis, daß diese Art der *Cyren A*-Therapie viele Nachteile besitzt u. bes. wegen der mit ihr verbundenen Überdosierungserscheinungen nur in besonderen Fällen empfohlen werden kann. Die Implantation von *Östradiol*-Kristallen sollte nach Meinung des Vf. nur zur Behebung der Störungen der Sexualfunktion angewandt werden. (Zbl. Gynäkol. 71. 878—86. 1949. Potsdam, Städt. Krankenh., Geburtshilf.-Gynäkol. Abt.) KOTHE. 4559

Max Gaida, *Die Cyren A-Implantation bei Gelenkerkrankungen*. Implantation von *Cyren A* führte in 50 Fällen von in der Klimax eingetretenen oder sich verstärkenden Gelenkerkrankungen zu ausgezeichnetem Erfolg. Der bereits nach wenigen Tagen eintretende therapeut. Effekt war von nur geringfügigen, rasch abklingenden Nebenerscheinungen begleitet. Blutungen, als Zeichen von Überdosierung, lassen sich durch Explanta-

tionen spontan zum Stillstand bringen u. durch zweckentsprechende Dosierung vermeiden. Wegen des Einflusses von Cyren A auf die Blutsenkungsgeschwindigkeit kann letztere nicht, wie bei der Behandlung von Polyarthritiden üblich, als Gradmesser der fortschreitenden Heilung herangezogen werden, u. es ist lediglich das subjektive Empfinden des Patienten ausschlaggebend für die Dauer der Behandlung. (Klin. Wschr. 27. 239—40. 1/4. 1949 Hamburg-Wandsbeck, Allg. Krankenhaus Barmbeck, Med. Klin.) LAUBSCHAT. 4559

Ernst Naumann, *Der Schwangerschaftsnachweis nach Galli-Mainini an der gewöhnlichen Erdkröte (Bufo vulgaris)*. Der Schwangerschaftsnachweis nach GALLI-MAININI läßt sich auch auf unsere einheim. Erdkröte übertragen. Das Verf. ist sicher u. hat den Vorteil, daß die Tiere nicht getötet zu werden brauchen u. daher wiederholt verwendbar sind. (Zbl. Gynäkol. 71. 865—66. 1949. München, Univ., I. Frauenklinik.) KOTHE. 4559

W. v. Massenbach, *Kritische Betrachtungen zur Frage der Schwangerschaftsreaktion an Ratten*. Vf. prüft den von ZONDEK, SULMAN u. BLACK sowie von KUPPERMANN u. GREENBLATT angegebenen Rattentest zur Schwangerschaftsunters. u. findet ihn für die Praxis brauchbar, wenn man die genauen Versuchsbedingungen, bes. das Gewicht der Tiere, beachtet; er muß allerdings noch durch größere Zahlenreihen überprüft werden. Gegenüber dem ASCHHEIM-ZONDEK-Test hat er den Vorteil kürzerer Versuchsdauer (24 Stdn.), gestattet aber im Gegensatz zu ihm keine Differenzierung des Follikelreifungs- u. Leiteinisierungsfaktors des Prolans. (Zbl. Gynäkol. 71. 849—55. 1949. Göttingen, Univ., Frauenklinik.) KOTHE. 4560

Helmuth Gros, *Nebenniereninsuffizienz nach Magenresektion*. Es wird über einen Fall von Nebenniereninsuffizienz mit tödlichem Ausgang berichtet, die im Anschluß an eine Magenresektion aufgetreten war. Durch den Fortfall der Magenverdauung u. die Umgehung der Duodenalpassage bei Magenresezierten kann es zu intestinaler Autintoxikation kommen, die bei längerer Dauer die Entgiftungsfunktion der Nebennieren erheblich beansprucht. Vitamine, die normalerweise die Nebennierenfunktion unterstützen, fallen durch die gestörte Darmresorption aus. Schließlich sind auch die Phosphorylierungsprozesse in der Darmwand beeinträchtigt, so daß die Resorptionsstörung immer tiefergreifender wird u. sich ein Circulus vitiosus entwickelt, bei dem die Giftentstehung im Darm immer mehr zunimmt. Dadurch kann bei fehlender Therapie eine ausgesprochene Nebenniereninsuffizienz entstehen, der andererseits durch rechtzeitige Behandlung mit Pepsin-HCl, Cortison u. Vitamin B u. C vorgebeugt werden kann. (Med. Klin. 44. 1084 bis 1086. 26/8. 1949. Mainz, Univ., Med. Klinik.) KRONEBERG. 4561

Walter Teusch, *Kombinierte Nebennierenrinden- und Epithelkörperchenunterfunktion*. Es wird über ein gehäuft auftretendes Krankheitsbild berichtet, bei dem Symptome einer Nebennierenunterfunktion (rasche Ermüdbarkeit, Gedächtnisschwäche u. hartnäckige Schlaflosigkeit) mit tetan. Erscheinungen kombiniert waren (erniedrigter Blut-Ca-Spiegel, verlängerte Q-T-Zeiten im EKG). Meistens waren Infektionskrankheiten, chron. Tonsillitis oder Zahneiterungen vorausgegangen. Die gegen sonstige Therapie resistenten Zustände konnten durch kombinierte Behandlung mit *Nebennierenrindenhormon*, *Vitamin C* u. *A. T. 10* günstig beeinflußt werden. (Dtsch. med. Rdsch. 3. 341—45. 14/5. 1949. Saarbrücken, Inst. für Infektionskrankheiten.) KRONEBERG. 4561

Peter Holtz und Günther Kroneberg, *Untersuchungen über die Adrenalinbildung durch Nebennierengewebe*. Das unter Einw. der *Dopadecarboxylase* in der Niere aus *Dioxyphenylalanin* gebildete *Oxytyramin* (I) wurde seit längerer Zeit von P. HOLTZ als Vorstufe des *Adrenalins* (II) angesehen, ohne daß allerdings dafür direkte experimentelle Beweise vorlagen. — Läßt man Nebennierenschnitte von Meerschweinchen, Rind u. Schwein unter physiol. Bedingungen auf I-Lsgg. einwirken u. testet die derart behandelten Lsgg. unter Kontrolle entsprechender Leeransätze am Katzenblutdruck aus, so kann eine Zunahme an pressor. Wirksamkeit festgestellt werden. Auch *Tyramin* (III), in gleicher Anordnung behandelt, wird in eine stärker pressor. Substanz umgewandelt. Mit *Phenyläthylamin* (IV) angestellte Vers. waren nur mit Rindernebenieren positiv. Die Zunahme an Blutdruckwirksamkeit wird als Zeichen einer Neubldg. von II oder diesem unmittelbar nahestehenden Aminen angesehen, wie *Epinin* (V) u. *Arterenol* (VI). Gleichartige Vers. mit *Phenyl-oxyäthylamin* (VII) u. *Sympatol* (VIII) verliefen negativ. Diese negativen Ergebnisse mit VII u. VIII weisen darauf hin, daß die Einführung der OH-Gruppen am Ring nur möglich ist, wenn die Aminseitenkette noch nicht oxydiert oder methyliert ist. Es muß deshalb auf dem Syntheseweg von III u. IV zu II als obligate Zwischenstufe I auftreten. — Der Weg von I zu II kann über V oder VI gehen. Da V als körpereigene Substanz nicht bekannt ist, VI dagegen nach neuen Unters. Hormon des Nebennierenmarks u. ident. mit Sympathin ist, wird angenommen, daß VI die letzte Zwischenstufe zwischen I u. II darstellt. — Da die *Dopadecarboxylase* ein weit wirksameres Ferment ist als die *Tyrosindecarboxylase*, kann man von einem Haupt- u. Nebenweg sprechen. Hauptweg: Dopa ^{Niere} → Oxytyramin;

Nebenweg: Tyrosin $\xrightarrow{\text{Niere}}$ Tyramin $\xrightarrow{\text{Nebenniere}}$ Oxytyramin. I als zentrales Intermediärprod. wird dann über VI in Adrenalin umgewandelt. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmacol. 206. 150—63. 4/3. 1949. Rostock, Univ., Pharmakol. Inst.)
KRONEBERG. 4561

W. R. Trotter, *Einige neuere Entwicklungen in der Pharmakologie der antithyreoiden Verbindungen*. *Thiouracil* (I) u. ähnliche Verbb. verhindern die Synth. des *Thyreoida-hormons* (II) u. beeinflussen die menschliche Thyreotoxikose. Als Folge der vollständigen Hemmung der II-Bldg. tritt, hervorgerufen durch die Hypophyse, eine kompensator. Hyperplasie u. Hypertrophie der Schilddrüse ein. Die Aufnahme des anorgan. Jods (III) findet in mehreren Stufen statt: Eintritt in die Schilddrüsenkapillaren, Einbau ins *Thyroxin* (IV)-Mol. u. Vereinigung mit Eiweiß. III verschwindet unter I-Behandlung schnell u. fast vollständig aus der Schilddrüse von Ratten, so daß der III-Geh. als spezif. Kennzeichen der I-Wrkg. zur Best. von antithyreoiden Verbb. dienen kann. I-Verbb. hemmen die Jodid(V)-Aufnahme u. -Anreicherung durch die Schilddrüse nicht, dagegen aber den weiteren Einbau u. die Speicherung. Deshalb wird aufgenommenes V nicht zurückgehalten. Die V-Aufnahme u. Konzentrierung aus dem Blut wird durch *Thiocyanat* gehemmt. Der Weg des III-Einbaus in das *Thyreoglobulin* ist noch nicht völlig geklärt. Da V zu III oxydiert werden muß, um zur Jodierung des *Tyrosins* zur Verfügung zu stehen, u. da die Kondensation von 2-*Dijodtyrosin*-Moll. zu IV ebenfalls eine Oxydation darstellt, nahm man an, daß das wirksame Enzymsyst., vielleicht das Cytochrom-Oxydasesyst. oder das H₂O₂-Peroxydasesyst.; durch I-Verbb. gehemmt wurde, entweder durch Vergiftung des Enzyms oder als konkurrierendes Substrat gegenüber V, oder durch Eingehen einer direkten Bindung mit freierendem III. Letztere Annahme erscheint zur Zeit am besten gestützt. Zur Prüfung der Hemmung der IV-Synth., sowie des Vermögens der Beeinflussung der Thyreotoxikose dienen 3 Methoden: Die chem., die Verwendung von Schilddrüsen-schnitten in vitro, der Test am gesunden Tier (Ratten, Kücken). Sie liefern gut übereinstimmende Resultate. Mehrere Hunderte von Verbb. werden getestet. Eine große Anzahl besitzt antithyreoiden Wrkg., jedoch auch tox. Neben-Rkk. (Agranulocytose). *4-Methyl-* u. *4-Propylthiouracil* haben sich als die brauchbarsten Substanzen erwiesen. *2-Mercaptoimidazol* ist nach ASTWOOD beim Menschen noch 10mal wirksamer als I. In Naturprodd. konnte eine große Zahl von kropferzeugenden Substanzen nachgewiesen werden, vortzugsweise in der *Brassica*-Gruppe, in Spinat, Nüssen, Karotten, Erbsen, Pfirsichen, Birnen u. a. Eine gewisse antithyreoiden Wrkg. zeigten von Prodd. tier. Herkunft Milch, Leber, Austern. — 39 Literaturzitate. (J. Pharmacy Pharmacol. 1. 65—77. Febr. 1949. London, Univ., Coll. Hosp., Med. Unit.)
K. MAIER. 4562

J. F. Arens und D. A. van Dorp, *Einige Aussichten der Chemie und der Biochemie des Vitamins A*. Bericht über Geschichte, biol. u. chem. Best. u. biol. Wrkg. von Vitamin A. — Bericht über Methoden zur Synth. u. über die Stereochemie von Vitamin A. (Prod. pharmac. 4. 249—54. Juni; 297—302. Juli 1949. Oss, Holland, S. A. Organon.)

L. LORENZ. 4587

K. B. Adamskaja, *Der Vitamin B₁-Gehalt bei Schwangerschaftstoxikosen*. Bei 67 Frauen wurde der Geh. an Vitamin B₁ (I) im Urin untersucht. 59 davon waren gravid, 35 zeigten Zeichen der Intoxikation. Die nicht schwangeren gesunden Frauen schieden durchschnittlich 160 γ I pro Tag aus. Die gesunden Graviden schieden in der ersten Hälfte der Schwangerschaft durchschnittlich 104,5 γ , in der zweiten 85,6 γ I aus. Bei Hyperemesis wurden die Mengen des ausgeschiedenen I, auch nach der Belastungsprobe, geringer. Am ausgesprochensten war die Verminderung des I im Urin bei Eklampsie (18,5 γ). Das spricht für I-Mangel im Körper bei Graviditätstoxikose. Die Verabreichung des I bei diesen Zuständen wird daher befürwortet. (Акушерство и Гинекология [Geburtshilfe u. Gynäk.] 1949. Nr. 2. 52—53. Moskau, Med. Inst. des Gesundheitsministeriums der UdSSR, Lehrst. für Geburtshilfe u. Gynäkologie.)
DU MANS. 4587

S. I. Klass, *Die Behandlung des Lupus der Mundhöhle mit Vitamin D₂*. Es wurden 82 Kranke von 6—15 Jahren behandelt. Bei 69 ist die Behandlung inzwischen abgeschlossen. Die Dauer der Krankheit betrug durchschnittlich 10—15 Jahre, bei 2 Fällen über 25 Jahre. *Vitamin D₂* wurde per os in Dosen von 50000—150000 IE. pro Tag verabfolgt. Außerdem erhielt jeder Kranke Heliotherapie. 2—3 Wochen nach dem Beginn der Behandlung bemerkte man die beginnende Besserung des Prozesses. Die Genesung trat nach 3—5monatiger Behandlung ein. In dieser Zeit erhielten die Kranken je nach dem Alter 25—90 Millionen Einheiten D₂. Ernsthare Nebenerscheinungen wurden nicht beobachtet. Bei 56 von den 69 Kranken mit abgeschlossener Behandlung trat Genesung, bei 13 eine Besserung ein. (Стоматология [Stomatologie] 1949. Nr. 2. 31—33. Inst. für Hauttuberkulose des Gesundheitsministeriums der RSFSR.)
DU MANS. 4587

A. N. Dobromyslow, *Die Wirkung des Vitamins D₂ bei tuberkulösen Augenerkrankungen*. 10 Kranke, 6 davon mit metastat. Formen der Augentuberkulose, 4 mit allerg., erhielten täglich 200000 Einheiten Vitamin D₂, außerdem Ca- u. Diätbehandlung. Die Dauer der Vitaminverabreichung betrug 12 Tage bis 2 Monate. Bei 6 der Kranken trat eine Aktivierung des Prozesses ein; bei 2 wurden außerdem Intoxikationserscheinungen — Übelkeit, Durchfall, Temperaturerhöhung — beobachtet. Die Tuberkulinempfindlichkeit stieg bei 8 Kranken deutlich an. Daraufhin wurden 7 weitere Kranke mit nur 20000 Einheiten pro Tag behandelt. Die Behandlung dauerte 1—3½ Monate. Nur bei 3 allerg. Kranken gelang es, eine Besserung zu erzielen. Die Tuberkulinempfindlichkeit ging bei allen 7 Kranken deutlich zurück. Kleine Dosen des Vitamins rufen eine Vermehrung des Ca im Organismus hervor. Das bewirkt eine Verminderung der Sensibilisierung des Körpers u. damit einen günstigen Effekt bei allerg. Erscheinungen der Tuberkulose. (Вестник Офтальмологии [Nachr. Ophthalmol.] 28. Nr. 3. 24—26. Mai/Juni 1949. Moskau, I. Med. Inst., Augenklinik.)
DU MANS. 4587

Hans Henckel, *Frühgeburtenernährung mit Aminosäurezusatz*. Mitt. über Erfahrungen mit einem Nährpräp. (HOFFMANN-LA ROCHE), das alle essentiellen u. andere Aminosäuren etwa entsprechend den Blutproteinen enthält, als Zusatz zu Frauenmilch in der Frühgeburtenernährung. Innerhalb von 1½ Jahren wurden 43 Frühgeburten mit Hilfe dieser Aminosäuregemische großgezogen u. beobachtet. Die Gewichtskurven zeigten schon am 2. Tage der Gabe einen deutlichen Anstieg. (Z. Kinderheilkunde 67, 221—26. 1949. Heidelberg, Univ., Kinderklinik.)
ROHRLICH. 4589

Kurt Schreier, *Untersuchungen des Stickstoff-Stoffwechsels von Frühgeburten bei Ernährung mit Frauenmilch mit und ohne Eiweißhydrolysatzusatz*. An 5 Frühgeburten wurde die Aminosäureausscheidung im Urin u. der Einfl. von Eiweiß-Hydrolysat-Zusatz auf diese nach der colorimetr. Meth. von FRAME, RUSSEL u. WILHELMY untersucht. Hydrolysatzugabe verursachte eine Erhöhung der Harnstoff- u. Harnsäureausscheidung. Die Ergebnisse werden diskutiert. (Z. Kinderheilkunde 67, 227—32. 1949. Heidelberg, Univ., Kinderklinik.)
ROHRLICH. 4596

I. Abelin, *Zur Frage der Sterinbildung im Tierkörper*. 3. Mitt. *Über den Einfluß des Speiseöls und der Lipoide des Eigelbs auf den Cholesterin- und Glykogenhaushalt*. (2. vgl. C. 1949. II. 893.) Bei Ratten kommt es nach Verfütterung einer Nahrungsmischung aus n. Mengen Kohlenhydrat u. Eiweiß unter Beigabe von 10% Speiseöl u. von 10% rohem Eigelb zu folgenden Veränderungen der Organzus.: Der Cholesterin (I)-Geh. der Nebenniere, der Leber u. der Haut ist gegen die Norm stark erhöht; der Glykogen-Geh. der Leber u. des Muskels ist ebenfalls vermehrt; zugleich kommt es zu einem schnellen Anstieg des Körpergewichts. Aus bekannten Mengen von dargereichertem Rohrzucker (II) bilden derart ernährte Ratten mehr Glykogen als n. gefütterte Tiere. Es wurde erneut festgestellt, daß während der ersten Stdn. der Resorption u. der Verarbeitung von II die Nebenniere einen großen Teil ihres I-Geh. verliert; ihr I-Vorrat wird erst später wieder aufgefüllt. Das wird als leicht erkennbares Zeichen einer Mitbeteiligung der Nebenniere am Kohlenhydratumsatz angesehen. (Helv. physiol. pharmacol. Acta 7, 427—36. Nov. 1949. Bern, Univ., Med.-chem. Inst.)
HELLMANN. 4596

Sanford O. Byers und Meyer Friedman (unter techn. Mitarbeit von Fred Michaelis), *Hypercholesterinämie der Ratte nach intravenöser Verabreichung von Cholesterin*. Um grobe tox. Wrkg. bei der intravenösen Injektion zu vermeiden, stellten Vff. eine Suspension von Cholesterin (I) her: 3 g I in 50 cm³ Ac., 1 g Laurinsäure in 100 cm³ 0,05 n NaOH lösen, beides zusammenfügen u. gründlich emulgieren. Aus der Emulsion (im App. von COLE) den Ac. entfernen, das Gemisch mit konz. Na₂HPO₄-Lsg. auf pH 7,4 bringen, 15 Min. zentrifugieren (4000 Umdrehungen/Min.) u. etwaigen Nd. entfernen. — Nach Injektion solcher I-Suspensionen wurde zunächst starke Zunahme des freien I im Serum u. dann im Laufe von 48 Stdn. allmähliche Abnahme zur Norm beobachtet. Während des Abfalls von I wuchs der Geh. an I-Estern anfangs mäßig an, hatte jedoch schon nach 36 Stdn. wieder seinen n. Wert erreicht. (J. biol. Chemistry 177, 841—46. Febr. 1949. San Francisco, Mount Zion Hosp., Harold Brunn Inst. for Cardiovascular Res.)
ERXLBEN. 4596

Waldemar Kutscher und Vlastimil Vrla, *Über einen Fall von Hand-Schüller-Christian-scher Krankheit (Cholesteringranulomatose)*. Während bei n. Organen Gleichgewicht zwischen Gesamtcholesterin u. Cholesterinestern besteht, überwiegen in CHRISTIAN-SCHÜLLERschen Granulomen die Cholesterinester um so stärker, je mehr Gesamtcholesterin vorhanden ist. Anscheinend ist hier die Cholesterin-Speicherung oder Neubldg. nicht gestört, wohl aber die Fähigkeit zur Zerlegung der Ester. Es wird angenommen, daß innerhalb der Zellen der spezif. Granulome die intracelluläre Esterase fehlt; so wird das Cholesterin extracellulär als Ester gebunden u. im Zellinnern als Ester abgelagert. Eine andere Erklärung der cellulären Cholesterinstoffwechselstörung wäre ein Umschlagen

der n. spaltenden Wrkg. in eine synthetisierende. Der Befund von ARNOLD, daß man in den Zellen der Granulome des Frühstadiums mit Sudan III schon eine Speicherung von Fett- u. Lipoidsubstanzen nachweisen kann, wird folgendermaßen gedeutet: In den jungen Granulomen häuft sich die Vorstufe des Cholesterins an (daher blaßrote Sudan III-Färbung). In einem gewissen Entwicklungsstadium der Granulome findet dann verstärkte Umwandlung dieser Vorstufe in das eigentliche Cholesterin statt, entsprechend der Lipoidphanerose der Pathologen. Es wäre interessant, dieses auf Grund der histolog. Befunde angenommene unbekanntes Lipoid chem. nachzuweisen. (Klin. Wschr. 27. 369 bis 374. 1/6. 1949. Heidelberg, Univ., Physiol. Inst., Chem. Abt.) MARSSON. 4596

Robert S. Harris and Kenneth V. Thlmann, Vitamins and Hormones. Vol. VII. New York: Academic Press. 1949. (488 S.) \$ 7,80.

Claude Meurisse, La Myoglobineurie paroxystique et son traitement par la vitamine B₁. Paris: R. Foulon. 1949. (63 S.)

L.-M. Sandoz, Hormones. Leur rôle dans la vie du corps et de l'esprit. Neuchâtel: Victor Attinger. 1949. (238 S.)

J. Shafar, The Vitamins in Medical Practice. London: Staples Press Ltd. 1949. (383 S.) s. 25.—

E_g. Pharmakologie. Therapie. Toxikologie. Hygiene.

Ulrich Hintzelmann, *Die erste Ultraschalltagung in Erlangen vom 2. bis 4. Mai 1949. B. Medizinischer Teil.* (Vgl. C. 1950. I. 1813.) Übersicht über die Vorträge zur therapeut. Anwendung von Ultraschall. (Naturwiss. 37. 18—20. 1950. Wiesbaden, Städt. Rheumaklinik.) KLEVER. 4604

Robert F. Muller and Ross A. Gortner jr., *Der Einfluß des Zuckergehaltes und des p_H auf die Calciumverarmung von Rattenbackenzähnen durch saure Getränke in vivo.* Die Entkalkung von Rattenmolaren durch eine 0,055%ig. Phosphorsäure-Saccharin-Lsg. (I) in vivo wird durch 10% Saccharose, Milchzucker oder Glucose nicht wesentlich geändert. Wenn der p_H-Wert 2,7 überschreitet, fällt die lösende Wrkg. von I rasch ab. Bei p_H 3,3 ist (in vivo) innerhalb einer Woche keine Entkalkung zu beobachten. Die Entkalkung durch Milchsäure-Lsgg. bleibt bis p_H 3,4 nahezu konstant, wird dann geringer u. verschwindet bei p_H 4,6. Der Angriff der Zähne durch saure Lsgg. ist nicht eine Funktion des p_H der angewandten Lsgg., sondern der titrierbaren Acidität solcher Lsgg. u. der Pufferwrkg. des Speichels. (Arch. Biochemistry 20. 153—58. Jan. 1949. Middletown, Conn., Wesleyan Univ., Dep. of Biol. and Chem.) CARLS. 4608

Guido Fischer, *Über Ausbau und Verbesserungen der örtlichen Betäubung.* Nach einleitenden Bemerkungen über eine neuartige Injektionstechnik bei der Mandibularanästhesie u. über die für eine örtliche Betäubung notwendigen Anforderungen bzgl. Sterilität u. Asepsis geht Vf. auf die Gefahren ein, die den fertigen Injektionslsgg. anhaften. Da sämtliche zur Anästhesie gebrauchten Lsgg. nur begrenzt haltbar sind, verweist Vf. auf die Vorzüge der Trockensalzpullen u. der Doppelampulle nach WOELM-HAHN, bei denen die Lsg. unter sterilen Bedingungen erst kurz vor Gebrauch frisch hergestellt wird. Außerdem wird das neue Lokalanästheticum der Firma WOELM, Eschwege, „Melästhin“ (in 2- u. 4%ig. Konz. mit Adrenalin-Hydrochlorid 4 mg-%) erwähnt, das eine gegenüber der Adrenalin-komponente antagonist. wirkende Bienenhoniglsg. enthält. (Dtsch. Zahnärztl. Z. 5. 183—97. 15/2. 1950. Berg a. Starnberger See, Obb.) KLESSE. 4614

A. J. Clement, *Injektionen von absolutem Alkohol zur Lokalanästhesie in der Zahnheilkunde. Beschreibung von 10 Fällen.* Bericht über die Anwendung von absol. A. als Anästheticum in 10 Fällen von größeren Zahnoperationen. Nach Vf. sind Injektionen von absol. A. bes. zur Ausschaltung von Nachschmerzen wie auch zur Bekämpfung von Trigeminusneuralgien geeignet, da sie durchschnittlich eine über 10 Tage anhaltende Anästhesie hervorrufen. (Brit. dental J. 87. 39—41. 15/7. 1949. Witwatersrand, Univ., Dep. of Dental Histol. and Pathol.) KLESSE. 4614

Karl Helbig, *Die sogenannte Bakteriennarkose. Referat über die Anwendung narkotischer Mittel bei der Behandlung gangränöser Zähne.* Vf. bespricht Prioritätsfragen bzgl. der Abtötung von Bakterien gangränöser Zahnwurzeln durch narkot. Mittel u. stellt dem Thyronin nach THÖNE (Gemisch von Methylchlorid u. Trichloräthylen mit Thymol), das schon länger bekannte Gangränol zur Behandlung von Gangrän gegenüber. (Dtsch. dentist. Z. 3. 95—100. 20/3. 1949. Eisleben.) KLESSE. 4614

H. Thöne, *Schmerzbekämpfung durch ein Analgeticum mit spasmolytischer Komponente.* Das bereits klin. gepriifte „Neosal“ wurde in modifizierter Form erneut in den Handel gebracht. Es besteht aus einer 45%ig. Lsg. der Doppelverb. Coffein-Calciumsalicylat, Dimethylaminophenyldimethylpyrazolon-Calciumsalicylat u. Methylaminomethylheptan als Salicylat bzw. sulfanilsaures Salz. Das Präp. hat einen potenzierten Analgesieeffekt u. wirkt durch seinen Gehalt an Methylaminomethylheptan direkt u. durch Syme-

pathicuserregung krampflösend auf die glatte Muskulatur. Während MUSSGUG das Präp. als Analgeticum in der Chirurgie u. Gynäkologie prüfte („Der Chirurg“ 7. 1948), wandte Vf. es bei 100 Patienten mit inneren Krankheiten an. (Med. Mschr. 3. 607. Aug. 1949. Bochum-Linden, Evang. Krankenh.)

NECKEL. 4614

Heinrich Hofmeister, „*Commotional*“ bei postpunktionellen Beschwerden und nach Encephalographien. Das aus Phenacetin, Aminophenazon, Phenyläthylbarbitursäure, Coffein u. Papaverin bestehende „*Commotional*“ vermindert nach Erfahrungen des Vf. an 75 Patienten wesentlich die nachencephalograph. Beschwerden bzw. postpunktionellen Kopfschmerzen. Durch die Kombination mit Coffein u. Papaverin wird die Liquorbldg. gefördert u. die Luftresorption beschleunigt. Die Anwendung des Präp. bei diesen Eingriffen wird empfohlen. (Med. Mschr. 3. 603—04. Aug. 1949. Erlangen, Univ., Nervenklinik.)

NECKEL. 4614

G. Ehrhart und O. Schaumann, *Polamidon*, ein neues, stark wirkendes Analgeticum. Das von den FARBWERKEN HÖCHST hergestellte, seit 1942 klin. geprüfte „*Polamidon*“, 2-Dimethylamino-4,4-diphenylheptanon-(5), wurde kürzlich in Deutschland dem Arzneiverkehr übergeben, nachdem es in angelsächs. Ländern unter verschied. Namen bereits im Handel war. Die pharmakodynam. Eig. dieses Repräsentanten einer neuen Analgetica-Klasse werden an Hand der umfangreichen in- u. ausländ. Literatur beschrieben. *Polamidon* ist am Tier etwa 10mal, am Menschen 20—30mal stärker analget. wirksam als Dolantin u. hierin, bes. bei oraler Darreichung, auch dem Morphin überlegen. Die Nebenwrkkg. sind gering. In wenigen Fällen trat Schwindel usw. auf. Über Toxizität am Menschen gibt der Tiervers. keine Auskunft, schwere Vergiftungen sind bisher nicht bekannt geworden. (Med. Mschr. 3. 605—06. Aug. 1949. Farbwerke Höchst u. Innsbruck, Pharmakognost. Inst.)

NECKEL. 4614

Carl Adolf Goecke, *Erfahrungen mit einer neuwertigen Gruppe von organisch gebundenen Phosphorsubstanzen in der Behandlung chirurgischer Erkrankungen*. An Hand von 14 Fällen wird die stimulierende Wrkg. des Präp. „*Phos*“ (= α -Oxybenzylphosphinige Säure, bzw. ihr Na-Salz; B. SIEGFRIED/Irfingen), geschildert. Das neue Arzneimittel kommt kombiniert mit den Vitaminen C u. B₁ als C- u. B-*Phos*, ferner als Ferrosalz *Frophos*, in Ampullen u. Dragées in den Handel. Eine 2 cm³ Ampulle enthält 0,03 g der Phosphorverb., 10 mg Vitamin C bzw. 1 mg B₁. C-*Phos*-Dragées enthalten 0,1 g P auf 6 mg Vitamin C. Unangenehme Nebenwrkkg. treten auch bei hoher Dosierung nicht auf. Wrkg. u. Verträglichkeit sind am besten, wenn das Präp. intravenös mit Traubenzuckerlsg. (10 cm³ + je 1 Ampulle C- u. B-*Phos*) 5 Tage lang täglich einmal injiziert wird. Fortsetzung der Behandlung mit Dragées. Nach Erfahrungen aus Schweizer Kliniken u. nach Ansicht des Vf. geht die Bedeutung der Phos-Verb. weit über die eines gewöhnlichen Stärkungsmittels hinaus. (Dtsch. med. Rdsch. 3. 512—14. 25/6. 1949. Frankfurt a. Main, St. Marienkranken., Chirurg. Klin.)

PÖHLS. 4615

Werner Lang, *Knochenmarkschädigungen bei Salvarsan-Wismut-Therapie*. Mit der Schilderung von 5 eindrucksvollen Fällen schwerster Knochenmarkschädigungen wird ein klin. Beitrag der speziellen Wrkg. des Salvarsans (I) auf die blutbildenden Organe geliefert. Nach Ansicht der meisten Autoren kommt dem Benzolanteil im I die eigentlich knochenmarkschädigende Wrkg. zu. Die Agranulozytosen treten bereits während der ersten Kur, oft schon nach den ersten Injektionen auf, während sich die Panmyelopathien schleichend erst im Verlauf der dritten Kur entwickeln. Neben allg. sind die speziellen Symptome (Haut- u. Schleimhautblutungen, Anämie, nekrotisierende Anginen bes. zu beachten. Therapeut. steht an erster Stelle die Bluttransfusion, in schweren Fällen die Übertragung von 10—20 cm³ Sternalmarkaspirat intrasternal. Sek. Infektionen mit sept. Temp. können mit *Penicillin* behandelt werden. Nach amerikan. Mitt. scheint *Folsäure* (20 mg täglich) Agranulozytose günstig zu beeinflussen. Empfohlen worden *Campolon*, *Tecosal* (Calciumthiosulfat) u. hohe *Vitamin C*-Dosen. Die Röntgenreizbestrahlung des Knochenmarks wird erwähnt. Die Hauptaufgabe besteht, wie bes. betont wird, in der Verhütung von Zwischenfällen. So sind bei jeder I-Kur Blutkontrollen angezeigt. Ein sofortiges Unterbrechen der Kur bei Zeichen von Anämie (ab unter 70%) ist unbedingt notwendig. — Literaturhinweise. (Aerztl. Wschr. 4. 325—28. 15/6. 1949. München, Univ., 1. Med. Klin.)

PÖHLS. 4619

R. M. Bohmstedt, *Zum Problem der Heilbarkeit der frischen Syphilis nach Anwendung der chronisch-intermittierenden Neosalvarsan-Wismutbehandlung*. Statist. Übersicht über den Heilerfolg bei 875 Lues I- u. II-Fällen mit kombinierter intermittierender Salvarsan-Bi-Behandlung. 93% der Kranken, die bis zu 20 Jahren nachuntersucht wurden, konnten als klin. geheilt angesehen werden. Bei unvollständiger Behandlung rezidierten 59 von 107, bei vollständiger Behandlung 5 von 768 Fällen. 17 sichere und 18 wahrscheinliche Reinfektionen wurden insgesamt beobachtet. (Dermatol. Wschr. 120. 593—601. 1949. Marburg.)

MASSMANN. 4619

H. E. Kleine-Natrop, Agranulocytose, Panmyelophthise und Purpura nach Salvarsan. Beobachtungen an verschied. Kranken führten zu der Annahme, daß im Verlauf einer Salvarsan (I)-Behandlung bei vorhandener allerg. Reaktionslage eine bestehende Herdinfektion Nebenerscheinungen in Form von Agranulocytose, Panmyelophthise u. Purpura begünstigen kann. Die begrenzte Zahl der untersuchten Patienten (25) läßt noch nicht den Schluß zu, daß diese Kombination in jedem Fall die Ursache für eine Bluterkrankung bei I-Behandlung bilden muß. (Med. Mschr. 3. 597—603. Aug. 1949. Kiel, Univ.-Hautklinik.)

NECKEL. 4619

A. A. Laptew und M. Je. Feklissowa, Die Behandlung der bakteriellen Endocarditis lenta mit Penicillin. Die Penicillin (I)-Behandlung bei Endocarditis lenta muß möglichst früh einsetzen, damit die Entw. schwerer Komplikationen (Embolie, Herzdekompensation) verhindert wird. Die Wirksamkeit der I-Therapie ist von Tagesdosis, I-Konz. des Bluts, Behandlungsdauer u. Empfindlichkeit der Erreger abhängig. Die günstigsten Resultate werden mit 500000—1500000 Einh./Tag, 3stdl. parenteraler Verabreichung, 1—2 Monate lang, erzielt. Bei schlecht ansprechenden Fällen war Erhöhung der Tagesdosis auf 1,5 bis 2 Mill. Einh., 2—3 Monate, erforderlich. Operative Beseitigung von Fokalinfektionen (chron. Tonsillitis, cariöse Zähne) ist notwendig. Russ. I erwies sich ausländ. gegenüber als gleichwertig. (Терапевтический Архив [Therap. Arch.] 21. Nr. 2. 44—52. März/April 1949. Moskau, I. Med. Inst., Therapeut. Fakultätsklinik.)

K. MAIER. 4619

B. I. Barski, Klinik und Penicillintherapie schwerer Formen akuter parenchymatöser Hepatitiden. Penicillin (I)-Therapie als Ergänzung der üblichen Behandlungsmethh. zeigte bei manchen schweren Fällen akuter parenchymatöser Hepatitis gute Erfolge, die auf der bakterioostat. Wrkg. von I bei Sekundärinfektionen u. auf seinem günstigen Einfl. auf die Zellelemente der Gewebe u. Organe beruhen dürften. Die Sterblichkeit betrug vor Einführung der I-Therapie 2,1, nachher 0,79%. (Терапевтический Архив [Therap. Arch.] 21. Nr. 2. 52—62. März/April 1949. Bezirkshospital des Kriegsministeriums, Therapeut. Abtlg.)

K. MAIER. 4619

Ss. B. Fraiman, Die Einspritzung von Penicillin und Novocain in den Knochen. Vt. versucht durch Einführung von Penicillin in die Spongiosa der Röhrenknochen der unteren Extremitäten bei Osteomyelitis ein Depot zu schaffen. Für diesen Zweck wird die betreffende Extremität für 1 Stde. mit Gummibinde gestaut. Es werden jeweils 25—50 Tausend O.E. eingeführt, 5—7mal innerhalb von 24 Stunden. Es wurden 14 Kranke, alles Osteomyelitiden nach Geschoßwunden, behandelt. Bei 11 Fällen schlossen sich die Fisteln innerhalb von 10—20 Tagen, nur bei einem blieben die Erscheinungen unbeeinflusst. Die vorherige Einführung von 80—110 mg Novocain in 0,5%ig. Isg. schafft eine ausreichende Anästhesie. Unter dieser können auch verschied. Operationen am Knochen durchgeführt werden. (Вестник Хирургии [Nachr. Chirurgie.] 69. Nr. 1. 15—16. Jan./Febr. 1949. Krankenhaus zu Ehren der Oktober-Revolution, Abt. für chirurg. Tuberkulose.)

DU MANS. 4619

H. Walther, Fördert oder hindert die lokale Penicillinsalbenanwendung die Granulation bzw. die Epithelisation? Beobachtungen an 4 Patienten zeigen die Granulations- u. Epithelisationshemmung durch Penicillinsalben, in Übereinstimmung mit den Feststellungen von RAUCH. Dagegen war die epithelisationsfördernde Wrkg. der Cibazol- bzw. Elendronsalbe eindeutig. (Med. Mschr. 3. 592—93. Aug. 1949. Regensburg, Städt. Krankenh., Hautklinik.)

NECKEL. 4619

Oskar Eichler, Kaffeewirkung bei sportlichen Übungen. Verss. mit coffeinfreiem u. coffeinhaltigem Kaffee die sportliche Leistung bei 100 m-Lauf, Kugelstoßen, Hoch- u. Weitsprung zu beeinflussen. 0,25 g Coffein hatten zweifellos günstige Wrkg.; nach 2 Stdn. beginnt sie abzuklingen. Als Nebenwrkg. trat bes. Reizung der Magennerven ein; von hier können auch zentrale Wrkgg. (Schlafstörungen) ausgehen. Sonstige Nebenwrkgg. (Herzwrkg., weniger in Palpitationen als in Druckgefühl auf der Brust bestehend) kamen bei dieser Dosierung nur sehr wenig vor. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmacol. 206. 251—57. 1949. Breslau, frühere Univ., Pharmakol. Inst.)

MARSSON. 4623

S. Ss. Schuisskaja, Die Behandlung skrofulöser Keratitiden mit Tuberkulin und Calcium chloratum. 50 Kranke im Alter von 10—50 Jahren mit tuberkulösen Affektionen am Auge wurden behandelt. Bei 24 fanden sich keine Lungenveränderungen. Die Behandlung mit Tuberkulin (I) geschah auf percutanem Wege nach PONNDORF. Es wurden 1—7 Einreibungen in Abständen von 6—8 Tagen verabfolgt. Es konnte in allen Fällen eine entschiedene Besserung des Befundes erzielt werden. Bei 4 Kranken — von den 25 so behandelten — wurden in 1½ bis 8 Monaten Recidive beobachtet. Die I-Empfindlichkeit der so Behandelten ging zurück. Die 25 anderen Kranken erhielten täglich 10 cm³ einer 0,25%ig. CaCl₂-Lsg. intraglutaeal. Die Krankheitserscheinungen verschwanden gewöhnlich nach 8—10 Injektionen. Auch hier wurde die I-Empfindlichkeit schwächer. Die Ca-

Therapie erwies sich wirksamer als die Behandlung mit I. Gegen die I-Therapie sprechen die (allerdings vereinzelt) Fälle der nach ihr eingetretenen Disseminierung des Prozesses. (Вестник Офтальмологии [Nachr. Ophthalmol.] 28. Nr. 3. 34—37. Mai/Juni 1949.)

DU MANS. 4626

—, *Zahnaries und Rhabarber*. Kurzer Bericht über amerikan. Verss., durch Zusatz von Oxalsäure bzw. Oxalaten, bes. aus Rhabarber, zu Getränken usw. einen Schutz gegen Caries zu gewährleisten. Die Unters. erstrecken sich hauptsächlich auf die Frage, ob neben der erwünschten Bldg. von Ca-Oxalat in den Zähnen nicht auch eine Bindung des aus den Nahrungsmitteln stammenden Ca an die Oxalsäure erfolgt u. unlösliches Ca-Oxalat gebildet wird, so daß das zugeführte Ca der Ernährung verloren geht. (Dtsch. dentist. Z. 3. 153. 20/4. 1949.)

KLESSE. 4628

Schmidt, *Einiges zur Fluorprophylaxe*. Hinweis auf Erfolge in USA mit fluoriertem Trinkwasser zur Cariesprophylaxe u. tabellar. Wiedergabe von Ergebnissen amerikan. Verss., bei denen die einzelnen Zahnreihen wiederholt mit NaF- oder KF-Lsgg. verschied. Konz. behandelt wurden. (Zahnärztl. Rdsch. 1950. 30—32. 20/1.)

KLESSE. 4628

F. Proell, *Gottlieb's „Dental Caries“*. Ausführliche krit. Besprechung der von GOTTLEB (Dallas, Tex.) in seinem Buch „Dental Caries“ geäußerten Ansichten über Ätiologie, Genese u. Pathologie der Caries mit besonderer Berücksichtigung der Schmelzaries u. der Cariesprophylaxe mit AgNO_3 , u. CaCl_2 bzw. $\text{Zn}_2\text{Fe}(\text{CN})_6$ sowie mit F-Verbindungen. (Zahnärztl. Rdsch. 1949. 137—43. 5/5. 165—67. 20/5. Bonn.)

KLESSE. 4628

H. B. McCauley, *Über Lokalbehandlung mit Fluoriden bei Caries*. Es wird die Wirksamkeit lokal angewandter Fluoridlsgg. zur Bekämpfung der Zahnaries (bei Personen im Alter von 5—17 Jahren) besprochen, wobei neben Verss. mit dem z. Z. klin. ausschließlich angewandten NaF auch Verss. mit Pb-, Sn- u. Ag-Fluorid angestellt wurden. Ebenso wurde der Einfl. der Acidität der Lsgg. untersucht. Verss. in vitro zeigten erhöhte Schutzwirkg. bei pH 2,6—5,5, jedoch ergeben die klin. Befunde einen maximalen Erfolg ausschließlich bei Anwendung einer nicht angesäuerten 2%ig. wss. NaF-Lösung. (J. Amer. dental Assoc. 38. 430. 1949; referiert nach Dtsch. dentist. Z. 3. 454—55. 20/10. 1949.)

KLESSE. 4628

I. A. Meissachowitsch, *Über den Mechanismus der lokalen prophylaktischen Wirkung von Strontiumchlorid auf Caries und seiner therapeutischen Wirkung bei einigen Erkrankungen der Zähne*. Es wird seit 1945 in der Klinik bei Schulkindern u. Jugendlichen eine prophylakt. Bearbeitung der Zähne so durchgeführt, daß nach vorheriger Abtrocknung diese mit 25%ig. wss. Lsg. von SrCl_2 eingerieben werden. Die Prozedur wird zweimal in einem Abstand von 1—2 Tagen durchgeführt u. alle 6 Monate wiederholt. Die Verbindung des Salzes mit den Biokolloiden der harten Zahngewebe vermehrt die Barriereeigg. der letzteren u. vergrößert damit ihre Widerstandsfähigkeit gegen Caries. Bei 283 Schülerinnen wurden die Zähne der rechten Mundhälfte mit SrCl_2 bearbeitet. 6 Monate später waren unter den bearbeiteten Zähnen nur 3 cariös, unter den Zähnen der Kontrollseite 52. Die Wrkg. der Sulfidinpaste war nicht so günstig; an 291 Schülerinnen entsprechend geprüft, ergab sie 29 cariöse Zähne gegenüber den 80 cariösen der Kontrollseite. SrCl_2 hat auch eine therapeut. Wrkg. bei bereits vorhandener Caries. Diese Wrkg. hängt von dem Allgemeinzustand der Zahngewebe u. des gesamten Organismus ab. Sr-Ionen wird eine aktivierende Wrkg. auf die Immunrk. der Pulpa zugeschrieben. Hyperästhesie der Zähne wird durch Einreibung mit SrCl_2 -Paste herabgesetzt. (Стоматология [Stomatologie] 1949. Nr. 2. 27—31. Molotow, Stomatol. Inst., Klinik für therapeut. Stomatol.)

DU MANS. 4628

P. O. Ssosedow, *Die Anwendung wässriger Formalinlösung zur Prophylaxe und Behandlung von Infektionskrankheiten der Hühner*. Vf. berichtet über eine billige u. einfache, seit mehreren Jahren bewährte Meth. zu Verhütung u. Bekämpfung von Infektionskrankheiten der Hühner. Diese erhalten mit dem Futter eine stark verd. Formalin (I)-Lsg. (10 g reines I auf 10 Liter W.; ca. 40 Liter/Tag auf 1000 Tiere). Bei infektiösem Katarrh, Geflügelpocken, Laryngo-Tracheitis wird über 10 Tage mit 3tägiger Unterbrechung I-W. gegeben. Bessere Ergebnisse wurden bei erstgenannter Infektion mit 1,0 g 40%ig. wss. Urotropin-Lsg./kg Lebendgewicht, intramuskulär in den Brustmuskel, 2 mal in 24 Stdn., beobachtet. (Доклады Всесоюзной Академии Сельскохозяйственных Наук имени В. И. Ленина [Ber. Allunions-landwirtsch. (Lenin-Orden) Lenin-Akad.] 15. Nr. 1. 20—21. Jan. 1950. Simferopol, Sowchosc „Krasny“.)

K. MAIER. 4628

Helmut Leonhardt, *Erkrankung von Schweinen nach Verfütterung von verfälschtem Futterkalk*. Durch Verfütterung von verfälschtem, Fe-haltigem Kalk erkrankten 10 Ferkel, von denen drei geschlachtet werden mußten. Die Symptome der Erkrankung bestanden in Lähmung der Stimmbänder, Dyspnoe, Cyanose, Krämpfen und Atmungslähmung. Die Behandlung erfolgte durch Istizin (Abführmittel) und Analept (= Ephedrinhydro-

chlorid u. *Strychninnitrat*). Es bestand der Eindruck einer Fe-Vergiftung. (Mh. Veterinärmed. 5. 10—11. Jan. 1950. Großenhain.) LAPP. 4650

Sophia Roegner-Aust, *Einige Beobachtungen über die Wirkung von DDT- und Hexapräparaten auf Fische*. Die Giftwrgk. von DDT-Präpp. auf Fische, mit der bei Anwendung dieser Präpp. durch Verseuchung der fließenden u. stehenden Gewässer gerechnet werden muß, wurde eingehend experimentell geprüft. In Übereinstimmung mit anderen Autoren fand Vf., daß DDT zwar sehr giftig für Fische ist (100% Letalität bei Konz. von 0,0019%), daß aber die erforderliche Einwirkungsdauer für eine direkte Schädigung nur in Ausnahmefällen erreicht wird. Bedenklich ist hingegen, daß durch die Vernichtung der natürlichen Fischnahrung eine indirekte Schädigung zu erwarten ist. (Z. angew. Entomol. 31. 208—27. Aug. 1949. München, Bayer. biol. Vers.-Anst.) LAPP. 4650

Hans Walter Schmidt, *Die neuen Kontaktinsekticide im Licht der Veterinärmedizin*. Die neuen Kontaktinsekticide, wie DDT, *Hexachlorcyclohexan* u. die organ. *Phosphorverb.* haben sich sehr gut bewährt. Dennoch bleibt eine z. T. erhebliche Toxizität für Warmblütler als Nachteil, der die Verwendung dieser Verb. einschränkt. Als wesentlich weniger tox. für Warmblütler wurden die *Chlorderiv.* der *Benzolhomologen* gefunden. Sie dürften sich deshalb bei der Bekämpfung von Ungeziefer in der Haustierzucht auf die Dauer durchsetzen. (Mh. Veterinärmed. 5. 11—13. Jan. 1950. Erlangen, Landsitz Buckenhof.) LAPP. 4650

O. Hofferber, *DDT-Vergiftung bei einer Ziege*. Vf. beschreibt einen Fall von DDT-Vergiftung bei einer Ziege. Zur Bekämpfung der Fliegen in dem Ziegenstall war *Duolit*-Pulver verstäubt worden. Es hatte sich z. T. in dem Heu abgesetzt u. war von der Ziege gefressen worden. Die Symptome bestanden in Lähmungserscheinungen u. Durchfall, konnten aber durch Abführmittel u. *Leitung* schnell behoben werden. Dieser Fall zeigt, daß die neuen Kontaktinsekticide nicht immer für Warmblütler völlig harmlos sind, sondern daß gewisse Vorsicht bei ihrer Verwendung geboten ist. (Mh. Veterinärmed. 5. 15. Jan. 1950. Heiligenstadt.) LAPP. 4650

Josef Klosa, *Zur Kenntnis der Weidetierkrankheiten*. Vf. bringt eine Anzahl von Weidekrankheiten mit der Aufnahme von fluorescierenden Stoffen in Zusammenhang u. stellt sie damit neben den *Fagopyrismus*, *Lathyrismus* u. *Hypericismus*. Die Tatsache, daß die nach dem Fressen von nassem Klee oder Luzerne auftretenden Krankheitserscheinungen einerseits dem *Hypericismus* ähneln, u. daß sie andererseits nur auftreten, wenn die Tiere nach der Futteraufnahme dem Licht ausgesetzt werden, spricht für diese Annahme. Auch an fluorescierende Abbauprod. des *Chlorophylls* könnte als Ursache gedacht werden. Die Möglichkeiten therapeut. Ausnutzung fluorescierender Farbstoffe bei Tier u. Mensch wird gestreift. (Mh. Veterinärmed. 4. 65—67. April 1949. Udersleben, Wissenschaftl.-organ.-chem. Labor.) JUNKMANN. 4650

R. Kolkwitz, *Schädigung säugender Tiere durch Labkraut*. Die verschied. Labkrautarten (*Galium*) enthalten einen Stoff, der ähnlich wie Labferment die Milch von Muttertieren gerinnen läßt und damit unter Umständen tödlich wirkt. (Mh. Veterinärmed. 4. 116. Juni 1949. Teltow-Seehof bei Berlin.) JUNG. 4650

H.-J. Bandt, *Können Regenauslaugungsprodukte von Taxus für Fische gefährlich werden?* Auf Grund von Fischvers. konnte festgestellt werden, daß Regenauslaugungsprod. von *Taxus* für Fische nicht giftig sind. Es wurden Extrakte aus *Taxusnadeln*, -zweigen u. -früchten untersucht. Giftig sind dagegen Auslaugungen von *Lebensbaum* u. *Wacholder* (Z. Fischerei 28. [1930] 433), die für Fische gefährlich werden können. (Beitrag Wasser-, Abwasser- u. Fischereicheim. Flußwasser-Untersuchungsamt Magdeburg 1949. 18—20.) MANN. 4650

Armand Burgos, *Contribution au traitement de l'eczéma par les acides gras non saturés*. Paris: R. Foulon. 1949. (79 S.)

Forrest Ramon Davison, *Handbook of materia medica, toxicology, and pharmacology, for students and practitioners of medicine*. 4th ed. St. Louis: C. V. Mosby. 1949. (730 S. m. Abb.) \$ 8,50.

—, Die Bekämpfung der bakteriellen Lebensmittelvergiftung. (Enteritis Infectiosa. Botulismus.) Neubearb. im Zentralinst. für Hygiene und Gesundheitsdienst unter Mitarb. des Robert-Koch-Inst. Berlin-Kleinmachnow (jetzt: Berlin-Zehlendorf): Verl. Naturkundl. Korrespondenz. 1949. (22 S.) DM 1,60.

F. Pharmazie. Desinfektion.

I. Michaels und K. Münzel, *Über Infusionsflüssigkeiten*. 2. Mitt. *Die Isotonie von Ringers, Ringer-Lockes und Ringer-Lactatlösung*. Nach den Vorschriften verschied. Arzneibücher wurden Ringers, Ringer-Lockes u. Ringer-Lactatlg. hergestellt u. die Gefrierpunktserniedrigungen bestimmt. Nach dem Autoklavieren veränderten sich die Gefrierpunktserniedrigungen dieser Lsgg. nicht, die mit den theoret. durch Addition der berechneten Gefrierpunktserniedrigungen der einzelnen Bestandteile ermittelten gut

übereinstimmten. Es werden etwas abgeänderte Vorschriften für diese Lsgg. vorgeschlagen, um mit dem Blutsrum genau isoton. Lsgg. zu erzielen. (Pharmac. Acta Helvetiae 24. 199—207. 30/7. 1949. Zürich, ETH, Pharmaz. Inst.) NEUWALD. 4790

H. Mühlemann und W. Wasserfallen, *Über die Eignung von „Arlosan“ Geigy als Emulgator zur Herstellung pharmazeutischer Salben und Emulsionen zum oralen Gebrauche vom Typus einer Öl-in-Wasser-Emulsion*. Arlosan ist ein Gemisch höherer Fettsäureester mit höheren aliph. Alkoholen u. deren Sulfonaten. Es ist sowohl zur Herst. gut schmierbarer Salben vom Typ einer Öl-in-W.-Emulsion geeignet als auch für Emulsionen zum oralen Gebrauch. (Pharmac. Acta Helvetiae 24. 255—61. 30/7. 1949. Bern, Univ., Pharmaz. Inst.) NEUWALD. 4792

Walter Bauer, *Die Methacrylära in der Zahnheilkunde*. Übersicht über die Entw. u. die Eigg. des für zahnärztliche Zwecke wichtigen *Polymethylmethacrylats* (Paladon, Palapont, Heliodon, Gingivist, Vernonite). (Dtsch. zahnärztl. Z. 4. 1165—73. 15/9. 1949.) NOUVEL. 4798

W. Zschiedrich, *Über Rapid-Paladon und Rapid-Palapont*. Die Rapid-Prod. erhärten ohne Anwendung von Druck u. erhöhter Temp. innerhalb von 30—40 Minuten. Sie eignen sich daher bes. zur schnellen Ausführung von Reparaturen, die sogar im Munde des Patienten vorgenommen werden können; sie werden aber nicht so hart wie die n. Paladon- u. Palapont-Erzeugnisse. Angaben über die Verarbeitung. (Zahnärztl. Rdsch. 1950. 7—13. 5/1.) NOUVEL. 4798

Diener, *Schleimhautverätzungen durch Rapid-Paladon*. Durch Einw. des monomeren Prod. auf empfindliche Schleimhäute, bes. bei Unterfütterung von Prothesen im Munde, können Verätzungen hervorgerufen werden. Es empfiehlt sich, unterfütterte Prothesen vor dem endgültigen Einsatz durch kurze Wärmebehandlung vollständig auszupolymerisieren. (Zahnärztl. Rdsch. 1950. 13—14. 5/1.) NOUVEL. 4798

Diener, *Schleimhautverätzungen durch Rapid-Paladon*. Inhaltlich ident. mit vorst. referierten Arbeit. (Zahnärztl. Welt 5. 10—11. 10/1. 1950.) NOUVEL. 4798

G. Kuschinsky, *Warnung vor einer falschen p-Aminosalicylsäure*. Ein Präp. („p-Aminosalicylsäure-Rodenkirchen“ der Pharma-Ges. Köln-Rodenkirchen) enthielt statt der 4-Aminosalicylsäure die bakterio-stat. unwirksame 5-Aminosalicylsäure u. wurde in dieser Form zur Behandlung der Tuberkulose auf den Markt gebracht. (Dtsch. med. Wschr. 74. 1185. 30/9. 1949. Mainz, Univ., Pharmakol. Inst.) HOHENSEE. 4818

B. Bitter und J. Maniž, *Die Bewertung von Aqua Laurocerasi und Aqua Amygdalarum amararum*. Die Best. des Benzaldehyds erfolgte polarimetr. nach der Meth. von G. SEMERANO u. G. DE PONTE (Gazz. chim. ital. 62. [1932.] 991). Nur die Wasser, die HCN u. Benzaldehyd im mol. Verhältnis enthalten, die also durch Enzymspaltung der entsprechenden Glucoside oder aus Benzaldehydcyanhydrin hergestellt wurden, entsprechen der Vorschrift der neuen Tschechoslowak. Pharmakopoe. (Časopis českého Lékárnictva. Vědecka příloha 62. 60—62. 1949. Olmütz, Biol. Inst. der mediz. Fakultät der Palacký-Univ.)¹⁾ STEINER. 4880

I. R. Fahmy, N. Badran und M. F. Messeid, *Eine colorimetrische photoelektrische Khellin-Bestimmungsmethode*. Die Gelbfärbung von reinem Khellin (I) mit H₂SO₄ wird zu einer colorimetr. Wertbest. verwendet. 2,5 cm³ einer wss. I-Lsg., die 0,1—1 mg enthält, werden mit 10 cm³ 10N-H₂SO₄ gemischt. Nach 5 Min. wird die Durchlässigkeit in % in einem photoelektr. Colorimeter bei dem Blaufilter 420 gegenüber der Wasserkontrolle festgestellt. Da die Färbung nicht genau dem LAMBERT-BEERsehen Gesetz folgt, sind die I-Werte aus einer Eich-tabelle abzulesen. Die Meth. wird zur Best. von reinem I in pharmazeut. Präpp. empfohlen. (J. Pharmacy Pharmacol. 1. 529—34. Aug. 1949. Kairo/Ägypten, Fouad I. Univ., Med. Fakultät, Pharmakognost. Abt.) NEUWALD. 4880

I. R. Fahmy, N. Badran und M. F. Messeid, *Khellin und seine Bestimmung in Ampullen und Tabletten*. (Vgl. vorst. Ref.) Eigg. u. Identitätsbest. des Khellins (I) werden beschrieben u. die colorimetr. Best. wird zur quantitativen I-Best. in Ampullen u. Tabletten modifiziert. (J. Pharmacy Pharmacol. 1. 535—37. Aug. 1949.) NEUWALD. 4880

W. C. Evans und M. W. Partridge, *Verteilungschromatographie von Alkaloiden*. 2. Mitt. *Die Alkaloide von australischer Datura ferox und indischem Bilsenkraut*. (1. vgl. C. 1948. II. 1194.) Nach der in der 1. Mitt. beschriebenen Meth. werden austral. *Datura ferox* (I), ind. Bilsenkraut (II) unbekannt botan. Herkunft u. *Hyoscyamus niger* (III) auf ihren Alkaloidgeh. untersucht. I (ganze Pflanze) enthält 0,05—0,06% *Hyoscin* (IV); *Pikrat*, F. 187⁹⁾ als Hauptalkaloid; als Nebenalkaloide werden *Meteloidin* (*Pikrat*, F. 174—175⁹⁾; 3 mg je 100 g) u. ein unbekanntes Alkaloid (*Pikrat*, F. 230⁹⁾; 5 mg je 100 g) aufgefunden. In I-Samen kommt nur IV (0,093%) vor. II u. III enthalten IV (0,016% bzw. 0,028%)

u. *Hyoscyamin* (*Aurichlorid*, F. 163°; 0,010% bzw. 0,041%) als Hauptalkaloide u. *Tropin* (*Aurobromid*, $C_8H_{16}ON \cdot HAuBr_4$, F. 196°; *Reineckat*, $C_8H_{16}ON \cdot H[Cr(SCH_3)_4(NH_3)_2] \cdot H_2O$, F. 239–240°; 0,0015% bzw. 0,0025%) als Nebenalkaloid. (J. Pharmacy Pharmacol. 1. 593–98. Sept. 1949. Nottingham, Univ.) BOIT. 4880

Austenal Laboratories, Inc., New York, N. Y., V. St. A. (Erfinder: E. H. Zahn und R. C. Feagin), *Herstellung von Hohlgußkörpern*. Man stellt zunächst einen Kern her, der dem Hohlraum entspricht. Hierzu wird ein zerstörbares Material (I), z. B. Wachs, verwendet. Hierauf gießt man um das Material I eine dünne Schicht eines anderen ebenfalls leicht zerstörbaren Materials (II) herum, wodurch man ein Modell erhält, das dem herzustellenden Gegenstand, z. B. einer *Prothese*, entspricht. Dann wird Kern I zerstört, u. aus dem Modell entfernt. Hierauf wird das zurückbleibende Modell mit Formmaterial umgeben. Dann zerstört man die M. II, so daß die erforderliche Gußhohlung frei wird, worauf schließlich der endgültige Guß, z. B. mit einer *Cr-Co-Legierung*, erfolgt. I soll tiefer als II schmelzen oder in anderen Lösungsmitteln als II lösl. sein. Als I können z. B. in W. lösl. Prodd., wie mehrwertige Alkoholester (*Diglykolstearat*, F. 53°, *Diäthylenglykolmonostearat*, *Glyceryltartrat*, *Polyglykole*, *Polyalkylenoxyde*, wie „*Carbowax*“, *Acetamid*, *gelbes Bienenwachs*, F. 61°, *Kokosbutter*, F. 30–35°, *Diglykolstearat*, F. 53°, *Lävulinsäure*, F. 33°, *Bornylacetat*, F. 29°, u. „*Tetrachlor-(1.2.3.4)-benzin*“, F. 47,5°) verwendet werden. Gegebenenfalls kann man noch *Polyvinylalkohol* zusetzen, um die Härte der Massen zu erhöhen. Weiterhin kann man auch wasserlösl. Salze, z. B. solche, die in warmen W. leicht lösl. sind, aber in der Kälte mit W. feste Kristallmassen bilden, zusetzen. Als solche sind genannt: $Na_2S_2O_3$, $MgCl_2$, $Na_2Cr_2O_7$ u. NH_4 -Al-Sulfat. Die Zerstörung dieser Massen I erfolgt durch Behandlung mit W. oder A. in der Wärme. Während dieser Behandlung muß II festbleiben. Man verwendet daher für II Wachsgemische, die bei ca. 76° oder höher schmelzen. Genannt sind Gemische von *Carnaubawachs* mit *Paraffin* oder *Polybuten*. Auch *Acryl-* u. *Polystyrolpolymerisate* können verwendet werden. Diese Massen können durch Herauslösen oder Ausschmelzen oder Verbrennen entfernt werden. In manchen Fällen kann man hierfür auch alkohollösl. Massen, wie *Sorbilactat*, *Sorbitdistearat*, *geradkettiges Polyvinylacetat*, *Harze* oder *Acetamid* verwenden. (Schwed. P. 125 400 vom 8/7. 1944, ausg. 5/7. 1949. A. Prior. 8/7. 1943.) J. SCHMIDT. 4799

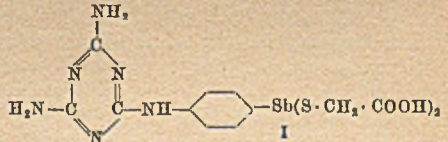
I. R. Geigy A.-G., Schweiz, *Herstellung von N-Phenyl-N-(p-methoxybenzyl)-N'-N'-dimethyläthylendiaminhydrochlorid* (II). *Anilin* wird mit *Anisaldehyd* hydrierend kondensiert, das entstehende *N-(p-Methoxybenzyl)-anilin* (I) mit β -*Dimethylaminoäthylchlorid* oder seinem *Hydrochlorid* oberhalb 100° umgesetzt, die M. mit sd. W. behandelt u. gegebenenfalls auf ein pH von 5,5–6,5 gestellt, von unverändertem I bei 30–40° befreit u. die wss. Lsg. auf 0° abgekühlt, wobei reines II auskristallisiert. F. 185°. — Beispiele. — *Heilmittel*. (F. P. 947 404 vom 30/5. 1947, ausg. 1/7. 1949. Schwz. Prior. 31/5. 1946.) DONLE. 4807

Imperial Chemical Industries Ltd., Great Britain, übert. von: Francis Henry Swinden Curd, Clifford Gordon Raison und Francis Leslie Rose, Blackley, Manchester, England, *2-Arylamino-4-halogenchinolinverbindungen*, bes. *2-p-Chloranilino-4-chlorchinolin* (I), werden durch Erhitzen von äquimol. Mengen eines geeigneten Aralamins, das keine sauren Substituenten enthalten darf, z. B. *Anilin*, *p-Chloranilin*, *p-Anisidin* oder β -*Naphthylamin*, mit einem 2,4-Dihalogenchinolin, gegebenenfalls in Ggw. eines Lösungsm. oder einer kleinen Menge eines salzsauren Arylamins als Katalysator, hergestellt. Die Verb. werden u. a. zur Herst. von *Heilmitteln* verwendet. — Eine Mischung aus 19,8 (Teilen) 2,4-Dichlorchinolin, 12,75 *p-Chloranilin* u. 40 Essigsäure wird unter Rühren 2 Stdn. auf 95–100° erhitzt. Nach dem Abkühlen wird die Mischung mit viel W. verd., der entstandene Nd. abfiltriert u. mit Methanol gekocht. Aus dieser Lsg. erhält man durch Zugabe von NH_3 -Lsg. bis zur alk. Rk., Verdünnen mit viel W. u. Abkühlen I, hellgelbe nadelförmige Kristalle, F. 134–136° (aus Methanol). — In weiteren Beispielen werden hergestellt: *2-Anilino-4-chlorchinolin*, F. 162–163°. — *2-p-Anisidino-4-chlorchinolin*, F. 140°. — *2-p-Toluidino-4-chlorchinolin*, F. 115,5–116,5°. — β -*Naphthylamino-4-chlorchinolin*, F. 108–110°. — *2-p-Chloranilino-4-chlor-7,8-benzochinolin*, F. 160 bis 162°. — *2-[6'-Brom- β -naphthylamino]-4-chlorchinolin*, F. 152–154°. — *2-p-Nitroanilino-4-chlorchinolin*, F. 263–265°. — *2-p-Chloranilino-3-methyl-4-chlorchinolin*, F. 120 bis 121°. — *2-p-Chloranilino-3-äthyl-4-chlorchinolin*, F. 132–133°. (A. P. 2 472 066 vom 31/7. 1945, ausg. 7/6. 1949. E. Prior. 31/8. 1944.) ASMUS. 4807

Sandoz Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Amine der heterocyclischen Reihe*. *6-Methyl-8-aminoisoergolen* (III) erhält man durch Erhitzen eines Salzes des *Isolysergsäureazids* (IV) in saurem Mittel. So erhält man z. B. durch 1–2 min. Kochen von 1 g krist. IV-Hydrochlorid mit 50 cm³ 0,1n H_2SO_4 , Alkalischstellen nach dem Erhalten mit wss. NaOH u.

Extraktion mit 1 Liter Bzl. aus dem Benzolextrakt III, $C_{15}H_{17}N_3$, leicht lösl. in A. u. Methanol, Prismen, F. 198° (Zers.), $[\alpha]_D^{20} = +249^\circ$ ($c = 0,5$ in Pyridin). Analog liefert: Dihydrolysergsäureazidhydrochlorid (vgl. STOLL u. Mitarbeiter, Helv. chim. Acta 29, [1946.] 650) mit kochender 0,1nHCl 6-Methyl-8-aminoergotin, $C_{15}H_{19}N_3$, Prismen, F. 243° (Zers.), $[\alpha]_D^{20} = -117^\circ$ ($c = 0,5$ in Pyridin); Dihydroisolysergsäure-I-azidhydrochlorid (l. c. 649) mit kochender Essigsäure 6-Methyl-8-aminoergotin I, Nadelbüschel, F. 275 bis 280° (unschärf, Zers.), $C_{15}H_{19}N_3$, $[\alpha]_D^{20} = -66^\circ$ ($c = 0,2$ in Pyridin); u. das isomere Dihydroisolysergsäure-II-azidhydrochlorid (aus dem entsprechenden Hydrazid + 0,1nNaNO₂-Lsg. in 0,1nHCl) mit 0,2nHCl 6-Methyl-8-aminoisergotin II, Prismen (aus Essigester), $C_{15}H_{19}N_3$, F. 203° (Zers.), $[\alpha]_D^{20} = +29^\circ$ ($c = 0,5$ in Pyridin). — Zwischenprod. zur Herst. von *Therapeutica*. (Schwz. PP. 261832—261835, sämtlich vom 20/12. 1946, ausg. 1/9. 1949. — Sämtlich Zus. zu Schwz. P. 256847) STARGARD. 4807

Ernst A. H. Friedheim, New York, V. St. A., *p*-[2,4-Diamino-1,3,5-triazinyl-(6)-amino]-phenylstibindithioglykolsäure (I) erhält man durch Umsetzen von *p*-[2,4-Diamino-1,3,5-triazinyl-(6)-amino]-phenylstibinsäure (II) in alkal. Lsg. unter Ausschluß von O₂ mit Thio-glykolsäure (III) u. anschließendes Ansäuern. Beispiel: Man gibt 3,7 (g) II in 200 cm³ n/20 wss. KOH tropfenweise bei Raumtemp. zu 4,0 III u. 3,0 K₂CO₃ in 150 cm³ W. unter Durchleiten von N₂, erhitzt 15 Min. zum Sieden, kühlt auf 10° ab, sättigt mit CO₂, filtriert über Holzkohle, säuert das Filtrat mit SO₂ auf pH 3,0 an, wobei I ausfällt, das abfiltriert u. mit SO₂-haltigem W. u. mit A. gewaschen u. im Vakuum getrocknet wird. I ist lösl. in verd. wss. NaHCO₃, NaOH, KOH u. Diäthylamin, unlösl. in Chlf. u. Ae., fällt beim Ansäuern neutraler oder alkal. Lsgg. mit Essig- oder Mineralsäure aus, löst sich aber im Überschuß dieser wieder; gibt mit Na-Nitroferrocyanid in starkem Alkali Purpurfärbung, entfärbt warme FEHLINGS-Lsg., löst sich in konz. H₂SO₄, Therapeut. Index 20—25 bei experimenteller *Trypanosomiasis* (*Trypanosoma equiperdum*) der Maus. *Spirochaeten* verschwinden binnen 24 Stdn. bei *syphilit.* Schanker durch eine Dosis der in W. lösl. Alkalisalze. Weitere Verwendung als *pflanzliches u. tier. Schädlingsbekämpfungsmittel*. (Schwz. P. 258214 vom 11/5. 1946, ausg. 16/6. 1949.) KRAUSS. 4807



Distillation Products, Inc., Wilmington, Del., V. St. A. (Erfinder: J. G. Baxter und H. M. Kascher), *Konzentrieren von Vitamin A-Estern* (I). Man behandelt die I, bes. Glycerinester, mit verhältnismäßig schwachwirkenden Adsorptionsmitteln, bes. künstlichen *Zeolithen*, wie Na-Al-Silicaten. Bes. geeignet ist ein Präp. „*Doucil*“ oder andere desaktivierte künstliche Silicate, bes. desaktiviertes Al₂O₃. Hierbei werden die anderen Glyceride bevorzugt adsorbiert, so daß die I sich in der Lsg. anreichern. Man kann auch die Ausgangsöle vorher einer Molekulardest. unterwerfen u. nur das Esterkonzentrat in Bzl- oder PAe.-Lsg. der Adsorption unterwerfen. Die angereicherten I weisen auch verbesserten Geschmack u. Geruch auf. Gegenüber starken Adsorptionsmitteln erzielt man ea. die doppelte Anreicherung. — Beispiele. (Schwed. P. 125399 vom 22/9. 1945, ausg. 5/7. 1949. A. Prior. 22/9. 1944.) J. SCHMIDT. 4809

F. Hoffmann-La Roche & Co., Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Nicotinsäure-β-picolylester* (I) erhält man durch Rk. von Pyridyl-3-carbinol (II) mit Nicotinsäurechlorid (III). II erhält man durch Einw. von Nitriten auf 3-Aminomethylpyridin bei tiefer Temp. in Ggw. aliph. Carbonsäuren. So entsteht durch Versetzen einer Lsg. von 72 (Teilen) III in 200 Pyridin mit 54,5 II nach dem Abkühlen I-Hydrochlorid in 80% ig. Ausbeute vom F. 157—159°, das durch Einw. von NH₃ oder K₂CO₃ in wss. Lsg. die freie Base als Öl liefert, das in Chlf. aufgenommen, mit K₂CO₃ getrocknet u. zwecks Entfernung des Chlf. im Vakuum dest. wird. Der Rückstand liefert nach Umkristallisation aus PAe. oder Ligroin I in Form von Nadeln, F. 47°, die in üblichen organ. Lösungsmitteln lösl., in Ligroin u. PAe. schwerlösl. sind u. als *blutdrucksenkende*, sowohl oral als parenteral gut-verträgliche *Mittel* Verwendung finden sollen. I erhält man auch durch Rk. von 3-Chlor-methylpyridin (IV) (hergestellt aus dem durch Einw. von PCl₅ auf II-Chlorhydrat erhältlichen IV-Chlorhydrat) mit nicotinsäurem Na. (Schwz. PP. 251023 u. 251026, beide vom 4/6. 1946, ausg. 1/7. 1948.) STARGARD. 4809

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Phenyllessigsäure-β-picolylester* (I), wegen seiner *blutdrucksenkenden Wrkg.* (oral u. parenteral verabreicht) als *Therapeutikum* geeignet, erhält man durch Rk. von Pyridyl-3-carbinol (II) mit Phenyllessigsäurechlorid (III). Eine Mischung von 80 (Teilen) III mit 160 Bzl., die langsam mit einer Lsg. von 54,5 II (aus 3-Aminomethylpyridin u. Nitriten bei tiefen Temp. in Ggw. von

aliph. Carbonsäuren), gelöst in der 3fachen Menge Bzl. versetzt wurde, liefert nach 3std. Kochen, Extraktion des Reaktionsgemischs mit verd. HCl u. Fällen mit NH_3 über eine Chloroformextraktion I, $\text{Kp}_{0,2}$ 134°, in 60%ig. Ausbeute. (Schwz. P. 253 205 vom 4/6. 1946, ausg. 16/4. 1949. — Zus. zu Schwz. P. 251 023; vorst. Ref.) STARGARD. 4809

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Pyridyl-3-carbinolacetat* (I), oral oder parenteral als *blutdrucksenkendes Mittel* wirksam, erhält man durch Rk. von 3-Chlormethylpyridin (II) mit einer Lsg. von Alkaliacetat in Eisessig in der Wärme. Z. B. entsteht durch Zusatz von 54,5 (Teilen) II (aus Pyridyl-3-carbinolchlorhydrat u. PCl_5) zu einer Lsg. von 70 wasserfreiem K-Acetat u. 100 Eisessig bei 100°, 3std. Weitererhitzen auf 100°, Abfiltrieren u. Auswaschen des Nd. mit Essigsäure u. Chlf. u. Vakuumdest. I, Kp_{16} 122° (Ausbeute 30%). (Schwz. P. 258 206 vom 4/6. 1946, ausg. 16/4. 1949. — Zus. zu Schwz. P. 251 026; vorst. Ref.) STARGARD. 4809

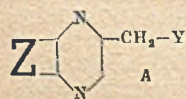
Pyridium Corp., Nepera Park, N. Y., übert. von: Bernard F. Duesel, Yonkers, und Harris L. Friedman, New York, V. St. A., *Herstellung von Nicotinsäureamid* (I) aus 3-Cyanpyridin (II). Durch allmähliche Zugabe von NaOH-Lsg. (28 cm^3 n. Lsg.) zu einer sd. wss. II-Lsg. (110 g in 110 cm^3 W.) u. fortgesetztes Sieden wird II mit einer Ausbeute von > 55% (hier 75 g) zu I, F. 128,5—129,5°, hydrolysiert. — Ausführungsbeispiele, auch unter Verwendung anderer Hydrolysmittel. (A. P. 2 471 518 vom 28/8. 1942, ausg. 31/5. 1949.) ASMUS. 4809

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Basel, Schweiz, (Erfinder: H. Spiegelberg), *Herstellung von 2-Amino-4-oxy-6-[oxymethyl]-pteridin* (I). Man setzt *Dioxyaceton* in Ggw. von Hydrazin, wobei es intermediär zu 3-Oxypropanon-(2)-al-(I) oxidiert wird, in schwach saurer Lsg. [22 (Teile) Na-Acetat $\cdot 3 \text{ H}_2\text{O}$, 5 Eisessig u. 100 W.] bei ca. 85—90° mit 2.4.5-Triamino-6-oxypyrimidin um. Das erhaltene I ist ein helgelbes feinkrist. Pulver, Sintertemp. (unter Zers.) 300°, sehr schwerlösl. in W. u. a. Lösungsmitteln. Es dient als

Zwischenprod. für die *Folsäuresynthese*. (Schwed. P. 125 068 vom 23/7. 1947, ausg. 31/5. 1949. Schwz. Prior. 24/9. 1946.) J. SCHMIDT. 4809

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Formylfolsäure* (I). 2-Amino-4-oxy-6-pteridylaldehyd (II) wird mit p-Aminobenzoyl-l-(+)-glutaminsäure (III) in Ggw. von HCOOH kondensiert u. die überschüssige HCOOH abdestilliert. II erhält man aus 2.4.5-Triamino-6-oxypyrimidin durch Kondensation mit einer *Ketohexose* in schwach-saurer Lsg. in Ggw. von Hydrazin unter Bldg. von 2-Amino-4-oxy-6-[tetraoxybutyl]-pteridin, das mit einem zur Glykolspaltung geeigneten Oxydationsmittel (KJO_4 , Pb-Tetraacetat) II liefert. — 10 (Gewichtsteile) II u. 14 III werden in 350 Volumenteilen Ameisensäure 1 Stde. auf 67° erwärmt, nach dem Abkühlen wird die filtrierte Lsg. in 4000 Volumenteilen Ae. eingerührt, der Nd. filtriert, mit W. u. A. gewaschen u. bei 50° getrocknet. Die Reinigung erfolgt durch Behandeln mit 10 MgO in 8000 Volumenteilen kaltem oder 4000 Volumenteilen W. von 70°, aus der erhaltenen Lsg. fallen nach dem Neutralisieren u. Filtrieren bei pH 3—4 14 I an, durch Umlösen aus heißem W. erfolgt eine weitere Reinigung. Mikrokrist. Pulver, Zers. oberhalb 250°, ohne zu schm.; lösl. in HCOOH, schwer lösl. in organ. Lösungsmitteln u. W.; in Säuren u. Alkalien lösl. unter Salzbdg.; NH_4 -, Alkali- u. Erdalkalisalze sind gut lösl., schwer lösl. Ni-, Ag-, Pb-, Zn-, Cu- u. Hg-Salze. UV-Spektrum in 0,01nNaOH, Maximum bei 225μ mit $E_{1\%}^{1\text{cm}} = 710$ u. bei 368μ mit $E_{1\%}^{1\text{cm}} = 325$. I zeigt im Wachstumstest die gleiche biol. Wrkg. wie *Folsäure* an *Streptococcus lactis*. *Zwischenprod.* für die Herst. von *Folsäure*. (Schwz. P. 259 123 vom 14/11. 1947, ausg. 1/6. 1949.) KRAUSS. 4809

American Cyanamid Co., New York, N. Y. (Erfinder: M. E. Hultquist), V. St. A., *Herstellung von substituierten N-[aromatischen oder heterocyclischen (b) Pyrazylmethyl]-amino-phenylverbindungen*. Man setzt Verb. der allg. Zus. A (Z = Rest von arom. oder heterocycl. Ringen u. Y = tert. oder quarternäre Ammoniumgruppe)



mit Verb. der Zus. B ($\text{R}_1 = \text{H}$ oder eine an der Rk. nicht teilnehmende Gruppe) bei 100—200°, bes. 140—180°, in mäßig alkal., bes. wasserfreiem Medium (Alkalialkoholate) um. Bes. verwendet man Aminobenzoesäureamide, bes. Kondensationsprodd. von Aminobenzoesäure mit Aminosäuren, wie Glutamin-, Glutamylglutamin- oder Glutamylglutamylglutaminsäure oder noch höhere Polypeptide. Die Verfahrenprodd. sind *Wachsstoffe* u. fördern die *Hämoglobin*bdg. bei Tieren. Z. B. setzt man 0,3 (Mol) 2.3-Dibrompropionaldehyd in Ae. mit 0,3 Pyridin bei 0—5° um, kondensiert das Reaktionsprod. mit 0,33 2.4.5-Triamino-6-oxypyrimidindihydrochlorid in 600 cm^3 W. bei pH 4—5 u. unter 40° zu N-[(2-Amino-4-oxy-6-pyrimido-(4.5-b)-pyrazyl-methyl)]-pyridiniumjodid (I) um. I wird dann bei 140—145° in Ggw. von Na-

Methylat in Äthylenglykol mit *N*-[*p*-Aminobenzoyl]-glutaminsäure (II) zu *N*-[4-((2-Amino-4-*oxy*-6-pyrimido-(4,5-*b*)-pyrazyl)-methyl)-amino]-benzoyl]-*l*(+)-glutaminsäure kondensiert. In weiteren Beispielen ist II durch entsprechende Asparaginsäure-, Leucinderiv., Diäthyl-*N*-*p*-aminobenzoylglutaminsäure, *p*- oder *m*-Aminobenzoessäure, Metanilamid, *N*-(Metanilyl)-glutaminsäure ersetzt, wodurch man zu entsprechend abgeänderten Kondensationsprodd. gelangt. (Schwed. P. 124 933 vom 31/5. 1946, ausg. 17/5. 1949. A. Priorr. 15/1. u. 2/2. 1946.) J. SCHMIDT. 4809

Ciba Soc. An., Basel, Schweiz (Erfinder: K. Miescher und G. Anner), Herstellung von Oktahydrophenanthren-2-carbonsäuren und deren Derivaten. Das Verf. nach Schwed. P. 116505 zur Umsetzung von 1-Ketooctahydrophenanthrenen, die in 2-Stellung außer einem KW-stoffrest eine funktionell gebundene Carboxylgruppe u. in 7-Stellung eine freie phenol. OH-Gruppe oder eine in eine solche überführbare Gruppe enthalten, durch Rk. mit metallorgan. Verb. nachfolgende Dehydratisierung u. Hydrierung wird dahin verbessert, daß von ster. einheitlichen Verb. oder deren Racematen ausgegangen wird. Hierdurch wird die Ausbeute der als Heilmittel zu verwendenden Prodd. wesentlich verbessert. — Z. B. wird der bei 132—134° schm. 7-Methoxy-1-*oxo*-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester (A) mit einer GRIGNARD-Lsg. aus 0,27 Mg, 4,6 C₂H₅J u. 75 Ae. umgesetzt. Man erhält ein gelbes dickes Öl, Kp._{0,02} 175—180°. Aus ihm gewinnt man durch Umkristallisieren in Methanol 7-Methoxy-1-*oxy*-1-äthyl-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester, F. 102—103° (I). I wird mit POCl₃ in Pyridin dehydratisiert zu den beiden Isomeren (nach Verseifung) 7-Methoxy-1-äthyliden-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäure (II), Rhomben, F. 195—197°, u. Nadeln, F. 179—181°. Das isomere Gemisch II wird in Methanol über Pt-Oxyd hydriert zu 7-Methoxy-1-äthyl-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäure, F. 227—229°, bzw. F. 187—188° (III u. IV). III gibt bei Verseifung eine 7-Oxy-Verb., F. 175—177° (C), u. IV analog eine 7-Oxy-Verb. mit F. 181—182° (B). A gibt mit Natriumacetylid ein isomeres Gemisch von 7-Methoxy-1-*oxy*-1-äthyl-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester mit den Ff. 158—159° bzw. 117—120° (V u. VI), hieraus durch Hydrierung I. Aus dem Racemat von 7-Methoxy-1-*oxo*-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester erhält man durch Rk. mit Natriumacetylid 7-Methoxy-1-*oxy*-1-äthyl-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester, F. 139—141°. Hieraus durch Hydrierung die entsprechende 1-Äthyl-Verb. mit F. 112,5—114°, die durch Verseifen in III u. IV übergeführt wird. Aus dem 7-Methoxy-1-*oxo*-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester mit F. 127—128° erhält man 7-Methoxy-1-äthyl-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäure, F. 213—215°, u. die entsprechende 7-Oxy-Verb., F. 212—214° (D). Ferner aus A das 7-Methoxy-1-äthyl-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäurechlorid, F. 90—91° (VII). Aus VII wurde der *l*-Menthylester hergestellt, farbloses Öl. Aus B wird durch Behandlung mit Diazomethan in Ae. u. anschließende Methylierung mit (CH₃)₂SO₄ ein 7-Methoxy-1-äthyl-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester mit F. 120 bis 121° (IX) erhalten. C gibt eine entsprechende Verb. mit F. 49—50°, u. D eine solche mit F. 91—92°. IX gibt eine 7-Acetoxy-Verb. mit F. 92—93°. Es werden ferner aus A 7-Methoxy-1-*oxy*-1.2-dimethyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester, F. 125—126° (X), aus X 7-Methoxy-1-methylen-2-methyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester (XI), F. 115—116°, aus XI die entsprechende Carbonsäure mit F. 167—168° bzw. das Isomere mit F. 185—187° (XII u. XIII) u. aus XII u. XIII durch Hydrierung die entsprechenden 7-Methoxy-1.2-dimethyl-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuren mit F. 198—200° bzw. 205—207° hergestellt. (Schwed. P. 125 182 vom 16/4. 1948, ausg. 21/6. 1949. Schwz. Priorr. 24/4. u. 20/5. 1947 u. 4/3. 1948.) J. SCHMIDT. 4809

Ciba Soc. An., Basel, Schweiz (Erfinder: K. Miescher und G. Anner), Isomerisieren von Ketoctahydrophenanthrencarbonsäureestern. Man behandelt 1-Keto-2-methyl-7-methoxy-1.2.3.4.9.10.11.12-oktahydrophenanthren-2-carbonsäuremethylester, F. 133—135°, mit alkal. Mitteln u. erhält die stereoisomere Form mit F. 87—89°. Als Alkalien dienen Alkali- oder Erdalkalihydroxyde, oder die entsprechenden Carbonate, oder starke organ. Basen, oder ca. 30%ig. NH₃, oder alkal. reagierende Adsorptionsmittel, wie Al₂O₃. Statt der Methylkationen auch Äthyl-, Propyl-, Butylester sowie analoge Verb., die in 7-Stellung eine freie oder veresterte Oxygruppe enthalten, verwendet werden. — Beispiele. (Schwed. P. 125 108 vom 30/6. 1948, ausg. 7/6. 1949. Schwz. Priorr. 10/7. 1947 u. 13/5. 1948.) J. SCHMIDT. 4809

N. V. Veenendaalse Sajet-en Vijfschachtfabriek voorheen Wed. D. S. van Schuppen & Zoon, Veenendaal, Niederlande (Erfinder: J. T. Hackmann), Gewinnung von Sterinen oder deren Additionsverbindungen aus sterinhaltigen Gemischen oder Lösungen. Man behan-

delt derartige Gemische oder Lsgg. mit Stoffen, die eine oder mehrere Aminogruppen enthalten, trennt die Additionsprod. ab u. zerlegt diese, falls erforderlich. Z. B. behandelt man Wollfettalkohole, die Cholesterin (I) enthalten, mit Harnstoff, bes. unter Zugabe von Isooctan als Lösungsm., worauf das ausfallende Additionsprod. mit W. zers. wird. Man gewinnt so etwa 47% des I in einer Reinheit von ca. 72,6%, das durch Umkristallisieren aus A. leicht gereinigt werden kann, F. 144—146°. F. des Harnstoff-Cholesterin-Salzes, das 1 Mol. Cholesterin u. 2 Moll. Harnstoffhydrochlorid enthält, 136°. (Schwed. P. 125 604 vom 31/12. 1947, ausg. 26/7. 1949. Holl. Prior. 9/1. 1947.)

J. SCHMIDT. 4809

Commercial Solvents Corp., übert. von: Claude A. Wilkerson, Terre Haute, Ind., V. St. A. *Extraktion von Penicillin (I)*. Bei der I-Extraktion aus den wss., die Pilzkulturen enthaltenden Fl., aus denen Mycel u. Hauptmenge der suspendierten festen Bestandteile entfernt sind, mit einem mit W. nicht mischbaren Lösungsm., z. B. Butylacetat, Isobutylmethylketon oder CHCl_3 , bilden sich außerordentlich beständige u. die weitere Verarbeitung störende Emulsionen. Dies kann vermieden werden, wenn die extrahierende Fl., nachdem ihr pH auf 5—8 eingestellt worden ist, nach Zusatz einiger 0,001% (bes. auf I enthaltende Fl.) eines *proteolyt. Enzyms*, z. B. Erepsin, Trypsin (II) oder Rennin, erst 10 Min. bis 4 Stdn. (2 Stdn.) auf 35—70° erwärmt (um emulsionsbildende Stoffe zu inaktivieren) u. vor der Extraktion wieder bis pH 2—4 angesäuert wird, um I in Freiheit zu setzen. — 200 gal. (1760 lbs) geklärte, I u. Pilzkultur enthaltende Fl. mit einem pH 7,4 u. 52 Oxford-Einheiten I pro cm^3 (insgesamt 4,15 Millionen Einheiten) werden nach Erwärmen auf 50° mit 7 g II versetzt u. noch ca. 2 Stdn. auf 50° gehalten. Nach Abkühlen auf 25° u. Ansäuern mit H_3PO_4 bis pH 2 wird die Fl. im POBIELENAK-Zentrifugalextraktor mit 261,5 lbs Amylacetat extrahiert. Der Extrakt enthält 263 Oxford-Einheiten pro cm^3 , d. h. insgesamt 3,74 Millionen Einheiten oder 90% des ursprünglichen I. Im Gegensatz zu einer ohne II-Zugabe u. Erwärmen durchgeführten Extraktion tritt eine Emulsionsbildg. in diesem Falle bei der Extraktion nicht ein. — Weitere Beispiele. (A. P. 2 471 597 vom 15/7. 1946, ausg. 31/5. 1949.)

ASMUS. 4811

Merck & Co., Inc., übert. von: Frank J. Wolf, Westfield, und Max Tishler, Rahway, N. J., V. St. A. *Herabsetzung der giftigen Nebenwirkungen von Streptomycinpräparaten*. Diese Präpp., die wegen der Nebenwirkungen oft nicht in der optimalen Dosis angewandt werden können, erfahren durch Vermischen mit einem *Ca-Salz*, bes. 8—16% (berechnet auf trockenes Präp.) CaCl_2 ohne Herabsetzung ihrer therapeut. Wrkg. soweit eine Verringerung der Giftwrkg., daß z. B. bei subcutaner Anwendung 200—300% der sonst verträglichen Menge injiziert werden können. — Bei einem Präp. wurde durch Zusatz von 8% CaCl_2 die Giftwrkg. bei intravenöser Injektion auf 76—46% der ursprünglichen herabgesetzt. — Tabellen mit Angabe der Wrkg. verschied. Mengen CaCl_2 u. verschied. Ca-Salze auf die Herabsetzung der Giftigkeit. (A. P. 2 472 453 vom 26/7. 1946, ausg. 7/6. 1949.)

ASMUS. 4811

American Cyanamid Co., New York, V. St. A., *Stabilisieren von mit Gerbsäure gefällten hämolytischem Scharlach-Streptokokkentoxin (I)*. Man mischt I in wss. Lsg. mit einem lösl. Al-Salz (AlCl_3 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, K-, Na-, NH_4 -Alaun) u. fällt das $\text{Al}(\text{OH})_3$ mit NaOH oder Na_2CO_3 bei pH 6—7. Das erhaltene Prod. verfärbt sich nicht, ist längere Zeit haltbar u. bildet keine gummiartige Masse. Beispiel: Zu 1 Vol. eines gereinigten Streptokokkentoxins des Scharlachfiebers mit einer Aktivität von 300000 je cm^3 fügt man 1 Vol. künstliches physiol. Serum unter asept. Bedingungen u. dann 1 Vol. 1%ig. Gerbsäure bei 0—5°. Der Nd. wird mit steriler Salzlsg. gewaschen, bis er gerbsäurefrei ist u. dann wieder in künstlichem Serum aufgenommen, sodann fügt man $\frac{1}{10}$ des Vol. 5%ig. AlCl_3 -Lsg. zu, stellt das pH auf 6,4 ein, wobei sich $\text{Al}(\text{OH})_3$ bildet. Der Nd. wird dann wieder in künstlichem Serum in gewünschter Konz. aufgenommen. (Schwz. P. 262 430 vom 19/6. 1946, ausg. 1/10. 1949. A. Prior. 20/6. 1945.)

KRAUSS. 4813

Fritz Gstrner, Einführung in die Arzneibereitung. Stuttgart: Wissenschaftliche Verl.-Ges. 1949. (XIX + 342 S. m. 64 Abb.) gr. 8°. DM 21,50.

C. O. Lee, The Official Preparations of Pharmacy. St. Louis, Missouri: C. V. Mosby. 1949. (528 S. m. Abb.)
G. Stäther, Tierarzneimittel-Rezepte. Stuttgart: Wissenschaftliche Verl.-Ges. 1950. (137 S.) 8°. DM 9,30.

G. Analyse. Laboratorium.

Paul C. Tompkins und Henri A. Levy, *Die Beeinflussung der Laboratoriumstechnik und der Planung chemischer Laboratorien durch die Radioaktivität*. Es werden alle Gesichtspunkte entwickelt, nach denen alle mit der laboratoriumsmäßigen Verarbeitung radioakt. Substanzen verbundenen Probleme (Strahlenschutz, Verunreinigungsschutz) erfolgreich angefaßt werden können. (Ind Engng. Chem. 41. 228—31. Febr. 1949. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Lab.)

O. ECKERT. 5010

J. A. Swartout, *Forschung mit Radioaktivitäten geringer Strahlungsintensität*. Einzelheiten der Planung eines Labor. zu dem obengenannten Zweck. (Ind. Engng. Chem. 41. 233—37. Febr. 1949. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Lab.) O. ECKERT. 5010

Nelson B. Garden, „Halbheiße“ Laboratorien. Bei einer Strahlung von 1 Curie beginnen hinsichtlich der Handhabung von radioakt. Substanzen beträchtliche Schwierigkeiten. Vgl. weist darauf hin, wie in solchen Fällen zweckmäßig vorgegangen wird. (Ind. Engng. Chem. 41. 237—39. Febr. 1949. Berkeley, Calif., Univ. of Calif.) O. ECKERT. 5010

Paul C. Tompkins, *Ein Gebäude für Isotopenforschung*. Architekten. Einzelheiten des Planes für ein Gebäude für Isotopenforschung. Zugrundegelegt ist eine Gesamtstrahlung von 10^3 Curie, während die Abschirmung für 50 Curie 2 MeV γ -Strahlung berechnet ist. (Ind. Engng. Chem. 41. 239—48. Febr. 1949. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Labor.) O. ECKERT. 5010

Henri A. Levy, *Umbau eines Laboratoriums für radiochemischen Unterricht oder Forschung*. Hinweise für den Umbau eines gewöhnlichen chem. Labor. für Zwecke radiochem. Forschung im Gebiet von 10^{-6} bis 10^{-3} Curie. (Ind. Engng. Chem. 41. 248—50. Febr. 1949. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Labor.) O. ECKERT. 5010

George W. Bennett, *Flüssige Analysenproben in der quantitativen Analyse*. Verschied. Arten von Analysenproben, die an Praktikanten als Lsgg. ausgegeben werden, die Ermittlung ihres Geh. als Durchschnittswert der erzielten Ergebnisse u. die Vor- u. Nachteile ihrer Verwendung werden besprochen. (J. chem. Educat. 26. 377—78. Juli 1949. Grove City, Pa., Coll.) BLUMRICH. 5012

J. T. Stock und M. A. Fill, *Verschiedene mikrochemische Apparate*. 17. Mitt. *Hilfsmittel beim Entwurf zusammengesetzter Geräte*. (16. vgl. Metallurgia [Manchester] 39. [1948.] 49.) Ein T-Stück für Vakuum u. n. Überdruck wird aus einem Stück Druckschlauch u. einem Glasrohr, das in eine Bohrung in der Seitenwand des Gummischlauchs eingeführt ist, hergestellt. Die Vorr. kann zu einem einfache Strömungsmesser ausgestaltet werden. Ebenso kann in ähnlicher Weise ein fast unzerbrechlicher Sperrhahn gemacht werden sowie ein Dreivegehahn. (Metallurgia [Manchester] 39. 283. März 1949. London, L. C. C. Nowood Techn. Coll.) FRIEDEMANN. 5014

J. T. Stock und M. A. Fill, *Verschiedene mikrochemische Apparate*. 18. Mitt. *Zwei einfache Mikrobüretten*. (17. vgl. vorst. Ref.) Beschreibung zweier Mikrobüretten. Die Bürette wird gefüllt, indem das Ventil am oberen Ende geöffnet, die Spitze in die Fl. eingetaucht u. an einem seitlichen Ansatz gesogen wird. Der Kontrollmechanismus wird aus zwei ineinander gesteckten Messingröhrchen hergestellt, mit denen unter Beihilfe eines Bakelitknopfes das Ausfließen aus der Bürette gestoppt werden kann. Das Austreten von Fl. aus der Bürette wird mit einem Stück Gummischlauch bewirkt, das mit einer Schraube zusammengedrückt wird. (Metallurgia [Manchester] 39. 335—36. April 1949. London, L. C. C. Nowood Techn. Coll.) FRIEDEMANN. 5014

J. A. Hall, *Tragbares Präzisionswiderstandsthermometergerät für Handbedienung*. Ausführliche Beschreibung von Ni-Draht-Widerstandsthermometern u. ihrer tragbaren Meßvorr. mit Netzanschluß, Gleichrichter, Spiegelgalvanometer, handbedienter CALLENDAR-GRIFFITH-Widerstandsbrücke u. Kompensation der auftretenden Thermostrome. — Für klin. Zwecke ist ein enger Meßbereich von 96—108° F. bei einer Genauigkeit von $\pm 0,02^\circ$ F. vorgesehen. Für Temp. über 250° F. sind Pt-Thermometer vorzuziehen. (J. sci. Instruments 26. 392—96. Dez. 1949. Teddington, Middlesex, Nation. Physic. Labor., Physics Div.) BLUMRICH. 5016

H. Berninger, *Die Verwendung von Butanol in der Mikrotechnik*. Bei der Einbettung u. Entparaffinierung von mkr. Objekten kann der teure A. u. das zu schwerflüchtige u. verhärtend wirkende Xylol weitgehend u. vorteilhaft durch Butanol ersetzt werden. (Mikrokosmos 38. 116—17. Febr. 1949.) BLUMRICH. 5058

Ekkehard Kleiss, *Über zwei neue Anwendungsmöglichkeiten von Terpeneol bei der Herstellung histologischer Präparate*. Terpeneol, das schon in der histolog. Technik als Verdünnungs-, Aufhellungs- u. Einschlusmittel bekannt ist (APATHY, ZACH u. a.), hat sich wegen seiner günstigen Eigg. auch als Lösungsm. für Eosin u. Orcein bei einer neuen, vorteilhaften Färbemeth. u. als geschmeidigmachender Zusatz zu Einbettungsparaffin bewährt. (Mikrokosmos 38. 109—12. Febr. 1949. München, Anatom. Anstalt, I. Inst.) BLUMRICH. 5058

M. M. Elinsson, *Über die Methodik der Untersuchung des Gasgehaltes von Gesteinen*. Die hier angewandte Meth. bietet die Möglichkeit, eine qualitative wie auch quantitative Gasanalyse der im Gestein eingeschlossenen Gase mit hinlänglicher Genauigkeit durchzuführen. — Es wird festgestellt, daß bei der Erforschung der Gasentwicklungskinetik Werte erhalten werden können, welche die Verteilung des Gases charakterisieren u. Aussagen über die Fähigkeit der Gasabgabe bei verschied. Bedingungen machen. — Die Verss. werden in einer Vakuum-Kugelmühle ausgeführt, wobei festgestellt wurde, daß die

Gasentw. parallel der Mahlgeschwindigkeit verläuft, jedoch nicht in direkte Abhängigkeit zur Zeit gebracht werden kann. Eine Abhängigkeit zwischen den mechan. u. litholog. Eig. der zur Unters. gelangten Proben konnte nicht festgestellt werden. Hinsichtlich der Genauigkeit der Meth. wird angegeben, daß die Verluste infolge Undichtigkeit u. unvollständigem Vakuum -3 bis 5% betragen können. Der Geh. an zurückbleibendem Gas wird auf -1 bis 2% u. der bei der Gasanalyse entstehende Fehler auf ± 1 bis 3% geschätzt. Der maximale Fehler dürfte danach somit etwa 7% betragen. (Известия Академии Наук СССР, Отделение Технических Наук [Nachr. Akad. Wiss. UdSSR, Abt. techn. Wiss.] 1949. 269—82. Febr. Berg-Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) HUENE. 5086

a) Elemente und anorganische Verbindungen.

R. S. Young, *Trennung des Berylliums vom Eisen durch Lösungsmittel*. Entgegen der Behauptung von TREADWELL u. HALL läßt sich Be von Fe durch Extrahieren des Fe als FeCl_3 aus wss. HCl -Lsg. mit Ae. oder Amylacetat quantitativ trennen. (J. chem. Educ. 26. 357. Juli 1949. Johannesburg, S. Afr., Diamond Res. Labor.) BLUMRICH. 5110

R. Bauer und J. Eisen, *Betriebserfahrungen mit dem lichtelektrischen Colorimeter von Dr. B. Lange*. Zur Verwendung des LANGE-Colorimeters bei der Schnellbest. von Cu in Al werden einige Verbesserungen mitgeteilt, die notwendig sind, wenn bis zu Gehh. von 6% Cu die gleiche Genauigkeit erzielt werden soll wie bei den anderen Analysen verfahren. (Metall 3. 187—89. Juni 1949. Düren/Rhld.) RÜDIGER. 5110

H. V. Churchill, *Metallurgie der Nichteisenmetalle*. VI. beschreibt zusammenfassend einige der heute in den Vordergrund gerückten analyt.-physikal. Untersuchungsmethoden, so die colorimetr. Meth., die Spurensuche mit physikal. chem. Arbeitsweisen u. die polarograph. Analyse. — 33 Literaturangaben. (Analytic. Chem. 21. 246—49. 14/2. 1949. New Kensington, Pa., Aluminium Company of America.) FRIEDEMANN. 5280

—, *Analysenverfahren für Aluminium*. I. *Bestimmung von Blei*. Die Best. des Pb im Al u. Al-Legierungen erfolgt elektrolyt. oder colorimetrisch. Die elektrolyt. Best. erfolgt durch anod. Abscheidung als PbO_2 in 6% ig. HNO_3 bei Ggw. von $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$. Bei Cu-freien Legierungen wird vor der Elektrolyse $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ -Lsg. hinzugegeben, bei Cu-haltigen Legierungen ist ein bes. Zusatz nicht erforderlich. Die Probepäne werden in 20% ig. NaOH gelöst, die Schwermetalle mit Na_2S -Lsg. gefällt, die Sulfide abfiltriert u. in HNO_3 gelöst. Elektrolysiert wird zunächst bei einer Stromstärke von $0,5$ Amp, die man allmählich auf 2 Amp steigert. Infolge der gleichzeitigen kathod. Abscheidung von Cu tritt eine vollständige anod. Abscheidung von PbO_2 ein, ohne daß eine kathod. Red. zu Pb befürchtet zu werden braucht. Die Anode wird entweder 2 Stdn. bei $175/80^\circ$ getrocknet (Umrechnungsfaktor $0,853$) oder 1 Stde. bei $220/80^\circ$ (Faktor $0,860$). — Die colorimetr. Best. des Pb erfolgt nach elektrolyt. Abscheidung bei Einwaagen unter 2 mg. PbO_2 wird in heißer HNO_3 unter Zusatz von etwas H_2O_2 von der Anode gelöst. Die Lsg. wird eingedampft, mit H_2O u. 3 Tropfen $n/6$ HNO_3 aufgenommen u. in einen NESSLER-Zylinder gefüllt. Man fügt Na-Acetatlg. u. Zuckerlg. hinzu, füllt auf 50 cm³ auf u. setzt 1 cm³ H_2S -W. zu. Der Farbton wird mit einer in gleicher Weise behandelten Standardlg. von $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ verglichen. — Man kann auch die elektrolyt. Abscheidung umgehen u. statt dessen die in HNO_3 gelösten Sulfide mit H_2SO_4 abrauchen, das PbSO_4 abfiltrieren u. mit NH_4 -Acetat in Lsg. bringen. Die Colorimetrierung erfolgt dann in dieser Lsg. wie oben. — II. *Bestimmung von Nickel*. Für die Best. des Ni werden 2 Verf. angegeben: Verf. 1 für Rein-Al u. Al-Legierungen, Verf. 2 für Rein-Al u. Al-Legierungen mit hohem Si-Geh., wenn die übrigen Verunreinigungen nicht höher sind als beim Rein-Al. — Nach Verf. 1 werden die Späne in 20% ig. NaOH nach Zusatz von etwas Na_2CO_3 gelöst. Der Rückstand wird abfiltriert, in HNO_3 gelöst u. mit H_2SO_4 abgeraucht. Man löst u. fällt die Schwermetalle mit H_2S . Im Filtrat wird der H_2S verkocht, mit wenig HNO_3 oxydiert u. nach Zusatz von NH_4Cl mit NH_4OH im geringen Überschuß versetzt. Man kocht, bis der Geruch nach NH_3 fast verschwunden ist u. filtriert. Der Rückstand wird in HNO_3 gelöst u. die Fällung wiederholt. In den vereinigten Filtraten wird das Ni nach Zusatz von NH_4 -Acetat u. Weinsäure mit Dimethylglyoxim gefällt. Der Nd. wird abfiltriert, in HCl gelöst u. die Fällung wiederholt. — Bei dem Verf. 2 werden die Späne in Königswasser gelöst. Das Filtrat wird nach Zusatz von Weinsäure ammoniakal. gemacht u. Ni mit Dimethylglyoxim gefällt. — III. *Bestimmung von Cadmium*. Die Best. erfolgt elektrolyt. aus H_2SO_4 -Lösung. Die Späne werden in Königswasser gelöst, das Filtrat nach Zusatz von etwas Weinsäure ammoniakal. gemacht, KCN -Lsg. hinzugegeben u. Cd mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ gefällt. Der Nd. wird abfiltriert, in HNO_3 gelöst u. mit einigen Tropfen H_2SO_4 zur Trockne gedampft. Der Rückstand wird in 10% ig. H_2SO_4 gelöst u. die Lsg. nach Zusatz von KHSO_4 elektrolysiert. (Revue Aluminium 26. 24—26. Jan. 1949.)

—, *Analysenverfahren für Aluminium. I. Bestimmung von Chrom.* Die Best. von Cr erfolgt durch Oxydation zu Chromsäure u. Titration mit Fe_2SO_4 u. KMnO_4 . Für die Oxydation des Cr werden 2 Verff. angegeben: Wismutatverf. (auch als Schiedsverf.) u. Persulfatverf. (Normalverfahren). — Für das Wismutatverf. werden die Späne in Na_2CO_3 -haltigem NaOH (20%) gelöst u. zur Lsg. H_2S -W. hinzugegeben. Der abfiltrierte Rückstand samt Filter werden mit HNO_3 u. H_2SO_4 bis zum Rauchen eingedampft, in die Lsg. wird H_2S eingeleitet. SiO_2 u. Schwermetallsulfide werden abfiltriert. Das Filtrat wird mit HNO_3 eingedampft, der Rückstand mit HNO_3 u. H_2O gelöst u. die Lsg. nach Zusatz von Na-Wismutat gekocht. Das abgeschiedene MnO_2 wird abfiltriert u. im Filtrat Cr_2O_3 titriert. — Bei Legierungen ohne Schwermetalle wird nach Auflösung der Späne in NaOH die Lsg. mit HNO_3 versetzt u. bis zur Kristallisation eingedampft. Der Kristallbrei wird mit H_2O u. HNO_3 gelöst, die Lsg. mit Na-Wismutat versetzt u. wie vorher weiterbehandelt. — Für das Persulfatverf. werden die Späne in 30%ig. NaOH gelöst. Die Lsg. wird mit H_2SO_4 im Überschuß versetzt, HNO_3 u. AgNO_3 zugegeben u. mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ oxydiert. Etwa vorhandenes HMnO_4 wird mit NH_4 -Benzoat reduziert. In der Lsg. wird direkt Cr_2O_3 titriert. — *II. Bestimmung von Kobalt.* Späne werden in NaOH (20%) gelöst, der abfiltrierte Rückstand mit Königswasser behandelt u. mit H_2SO_4 abgeraucht. Nach der Auflösung des Rückstandes in H_2O werden die Schwermetalle durch H_2S gefällt; das durch Kochen von H_2S befreite Filtrat wird mit NH_3 im Überschuß versetzt u. mit bewegter Elektrode elektrolysiert. Die Elektrode wird nach dem Trocknen ausgewogen. — Bei Ggw. von Ni wird der Nd. von der Elektrode mit HNO_3 abgelöst, in der Lsg. das Ni mit Dimethylglyoxim gefällt u. ausgewogen. Co wird dann als Differenz bestimmt. — *III. Bestimmung von Calcium.* Die je nach Mg-Geh. variierte Spänemenge wird wie bei der Mg-Best. mit NaOH behandelt, der Rückstand gelöst u. SiO_2 , Fe, Mn u. Schwermetalle abgetrennt. Im Filtrat wird Ca nach Zusatz von Weinsäure u. NH_3 (Methylorange als Indicator) mit NH_4 -Oxalat gefällt. Nach dem Abfiltrieren u. Veraschen wird der Rückstand mit H_2SO_4 abgeraucht u. Ca als CaSO_4 ausgewogen. Im Filtrat kann Mg bestimmt werden. (Revue Aluminium 26. 44—45, 72. Febr. 1949.)

BÖRSIG. 5285

d) Medizinische und toxikologische Analyse.

Hans Bayerle, Rudolf Marx und Hans Hell, *Über eine neue Methode zur Messung der Retraktion geronnenen Blutes.* In ein Blut enthaltendes Schälchen wird ein Drahtnetz bis zur Benetzung eingetaucht. Das an einer Wägevorr. aufgehängte Netz wird durch die Retraktion nach unten gezogen, wobei der Zeiger der Waage den Retraktionsablauf registriert. (Klin. Wschr. 27. 237—38. 1/4. 1949. München, Univ., Pathol. Inst.)

JUNG. 5727

Emil Fischer, *Die Beeinflussung der Wassermannschen Reaktion und der Flockungsreaktionen durch Desinfizientien.* Es wird festgestellt, daß die WASSERMANN-, KAHN- u. CITOCHOL-Rk. durch Desinfizientien, die zum Auskochen u. Aufbewahren der Spritzen dienen, störend einfließen werden können. Bes. *Seifenspiritus* u. *Desogen*-Lsgg. bewirken in Beimischung von 1:100 bis 1:200 zu Patientenblut unspezif., fraglich positiven Reaktionsausfall. Da diese Konz. bei Gebrauch ungespülter Spritzen zur Blutentnahme erreicht werden, Verdrängen des Desinfektionsmittels durch sterile NaCl-Lsg. aber prakt. nicht immer durchgeführt werden kann, sollten die beiden genannten Desinfizientien nicht als Aufbewahrungs-Fl. benutzt werden. 2%ig. Na_2CO_3 -Lsg., Formalin in A. oder W., NaNO_2 1%ig, A. 70%ig, Merfen 1%₀₀ beeinflussen die Rkk. erst in Konz. von 1:10 bis 1:20, stören also prakt. nicht. (Schweiz. med. Wschr. 79. 715—19. 6/8. 1949. Zürich, Univ., Dermatolog. Klin.)

SCHLOTTMANN. 5729

Rudolf Hoschek, *Die Frischblut-Schnellreaktion zur Luesdiagnose.* Vorläufige Mitt. über eine Modifikation der Citochol-Rk., die mittels eines gefärbten Spezialextraktes „Chromolest A“ eine Luesdiagnose an 0,1 cm³ Frischblut in 3—4 Min. ermöglicht. (Dtsch. med. Wschr. 74. 441—42. 8/4. 1949. Stuttgart, Rotebühlstr. 30.)

SCHLOTTMANN. 5729

Alfred Broscheit, *Über die Zuverlässigkeit der Chediakschen Trockenblutreaktion für die Luesdiagnose.* Die Rk. nach CHEDIAK ist im ganzen der WASSERMANN-Rk. überlegen u. der CITOCHOL-Rk. gleichwertig, während sie der MKIR II- u. der durch besondere Empfindlichkeit ausgezeichneten Palligen-Rk. nicht gleichkommt. (Z. Immunitätsforsch. exp. Therap. 106. 53—59. 1/3. 1949. Hamburg, Hygien. Inst.)

E. BRANDT. 5729

A. Joos, *Zur Frage der Blutzuckerbestimmung im Leichenblut.* Bestimmungen des Blutzuckers (I) an Leichen ergeben ein charakterist. Gefälle der Werte von Lebervenen über rechtes Herz—linkes Herz zu den Schenkelvenen. Durchschnittswerte nach der Meth. HAGEDORN-JENSEN in der genannten Reihenfolge: 205,8—97,9—60,6—42,4 mg%. Gegenüber diesen weit unterhalb der klin. Norm liegenden Werten ergeben colorimetr. Methoden (CRECELIUS-SEIFERT bzw. KAUFMANN) solche wesentlich überhöhten Charak-

ters. Der Zeitfaktor innerhalb 4—48 Stdn. post mortem spielt kaum eine Rolle; der fermentative I-Abbau findet offenbar innerhalb der ersten Stdn. statt. Eine unmittelbare Rekonstruktion der terminalen I-Werte aus den postmortalen Reduktionswerten erscheint nicht durchführbar. Eine Unterscheidung von Coma diabeticum u. Coma uræmicum ist ebenso wie die Diagnose „hypoglykäm. Schock“ nicht möglich. Ein relativ flaches Gefälle der 4 Werte wird bei malignen Tumoren, ein steiles (Erhöhung der Lebervenen- u. rechten Herzwerte) bei Kreislaufversagen u. Hirnerkrankung gefunden. (Dtsch. Z. ges. gerichtl. Med. 39. 490—94. 1949. München, Univ., Pathol. Inst.) SCHLOTTMANN. 5766

Rainer Buhre, Wirkung von Desinfektionsmitteln auf die Wassermannsche Reaktion. (36 Bl. m. Tab.) 4^o (Maschinenschr. autogr.) Kiel. Med. F., Diss. v. 4/2. 1949.

E. C. Noyons, P. L. Hoogland, H. Neumann en Th. Strengers jr., Chemie en kliniek. Deel I. Algemeen werkboek voor het klinisch-chemisch laboratorium. Amsterdam: Van Hoekema en Warendorf N. V. 1949. (357 S. m. 167 Flg.) fl. 19,50.

Ralph F. Turner, Forensic science and laboratory technics. Springfield, Ill.: C. C. Thomas. 1949. (267 S. m. Abb.) \$ 6,50.

H. Angewandte Chemie.

[I. Allgemeine chemische Technologie.

Günther Briegleb, *Baro-Photometer zur Messung kleinster Druckunterschiede unabhängig vom Gesamtdruck*. Vf. beschreibt eine Meßanordnung, in der die durch kleine Druckdifferenzen verursachte Ausbuchtung der Wölbung des Meniskus eines Hg-Manometers nach dem Prinzip eines Photometers lichtelektr. mit einem Vakuum-Thermoelement gemessen wird. Die Anordnung gestattet es, unabhängig vom Gesamtdruck noch Druckschwankungen von 10⁻⁴ mm Hg zu messen. Mit der App. wurden Messungen der Dampfdruckerniedrigung verd. Lsgg. (10⁻³ Mol/Liter) bes. von assoziierenden Substanzen durchgeführt. (Chemie-Ing. Techn. 21. 6—8. Jan. 1949. Würzburg, Univ., Chem. Inst., phys.-chem. Abt.) GERHARD GÜNTHER. 5832

Joseph C. Elgin, *Lösungsmittelextraktion*. Literaturübersicht 1947/48 über Theorie, apparative Entw. u. Anwendung der Lösungsmittelextraktion im Anschluß an die C. 1950. I. 594 referierte Arbeit des Verfassers. — 83 Zitate. (Ind. Engng. Chem. 41. 35—38. Jan. 1949. Princeton, N. Y., Univ.) GERHARD GÜNTHER. 5860

F. H. Garner, *Die extraktive Destillation*. Vf. schildert eingehend die Prinzipien u. Arbeitsweise der verschied. Extraktivdestillationsverfahren. Neben der Auswahl des Lösungsm. wird die Best. der Dampf-Flüssig-Phasengleichgewichte in Ggw. dritter Komponenten in besonderen App. geschildert. Die Unterschiede zwischen Extraktivdest. u. der Azeotropdest. werden herausgestellt. Apparaturzeichnungen u. Gleichgewichtskurven erläutern die Arbeitsweise der Verfahren. (Ind. Chemist chem. Manufacturer 25. 238—42. April 1949.) NOWOTNY. 5864

Samuel J. Friedman, *Trocknen*. Literaturübersicht 1946—47 auf dem Gebiet des Trocknens von Materialien, bes. über Infrarottrocknung, Sublimationstrocknung hitzeempfindlicher Substanzen u. dielektr. Trockenverfahren. — 163 Zitate. (Ind. Engng. Chem. 40. 18—22. Jan. 1948. Parlin, N. Y., E. J. du Pont de Nemours & Co.) GERHARD GÜNTHER. 5870

Samuel J. Friedman, *Trocknen*. Literaturübersicht bes. aus den Jahren 1947/48 auf dem Gebiet der Trocknungsverf. im Anschluß an die vorst. referierte Arbeit des Verfassers. — 178 Zitate. (Ind. Engng. Chem. 41. 27—31. Jan. 1949. Wilmington, De., E. I. du Pont de Nemours u. Co., Engng. Dep.) GERHARD GÜNTHER. 5870

Pittsburgh Plate Glass Co., Essex County, N. J., übert. von: Wallace P. Marshall, Newark, N. J., V. St. A., *Abdichtungs- und Verschlusmaterial* als Zwischenlage bei sich überlappenden Verbindungsstellen, bes. bei Metallteilen an Druckkabinen, Treibstoffbehältern usw. Ca. 320 (lbs) eines synthet. Harzes aus einer mehrbas. Säure u. einem mehrwertigen Alkohol, 545 Asbestfasern, 22 ZnCrO₄, 75 Polyvinylbutyralharz u. 37,5 Phthalsäure dibutylester werden in einem geeigneten Mischer 20 Min. bei 180—210° F gemischt u. zwischen Walzen zu Platten, von z. B. 0,01—0,25 inch Dicke, auf eine Unterlage aus gebleichter Leinwand oder einem Film einer nicht klebenden synthet. M. kalandriert. Das Prod. verbindet fest u. dauerhaft, behält die Biegsamkeit bei, ist inert u. unlösl. gegenüber W., Bzn. u. a. — Weitere Beispiele u. a. unter Verwendung von Buna N. — 4 Zeichnungen. (A. P. 2 460 181 vom 17/6. 1944, ausg. 25/1. 1949.) KONARSKY. 5817

Mining Process & Patent Co., Denver, Col., übert. von: H. V. Finney, Denver, Col., V. St. A., *Scheibenfilter*. Die Filterscheibe ist in eine größere Anzahl voneinander getrennten Segmente aufgeteilt, von denen jedes ein bes., von der Mittelachse ausgehendes Zuflußrohr hat. — 5 Abbildungen. (A. P. 2 460 280 vom 22/10. 1943, ausg. 1/2. 1949.)

R. Tanberg, Drammen, Norwegen, *Beschicken von Schmelzöfen mit Rohmaterial*. Man führt das pulverförmige Ausgangsmaterial für die Schmelze kontinuierlich von oben durch ein bis dicht an die Oberfläche der Schmelze reichendes Rohr in den Schmelzofen ein. Hierbei soll das Frischgut beim Heruntersinken zusammensintern u. beim Austreten aus dem Rohr eine zusammenhängende Stange bilden. Das Verf. ist anwendbar bes. für die *Glasherst.*, jedoch auch für *metallurg. Schmelzprozesse*. Man erzielt so eine gleichmäßige Beschickung der Öfen. — Zeichnung. (Schwed. P. 125 086 vom 17/3. 1944, ausg. 31/5. 1949, Norw. Prior. 3/4. 1943.) J. SCHMIDT. 5837

British Oxygen Co. Ltd. und **Paul-Maurice Shuffan**, England, *Vorkühlung von Gasgemischen, die Verunreinigungen mit erhöhten Dampfdrücken und Erstarrungspunkten enthalten, vor der Verflüssigung*. Ein Strom des Gasgemisches wird im Gegenstrom in Berührung mit einer kalten Fl. von niedrigem Erstarrungspunkt gebracht, die eine solche Menge der Verunreinigungen aufzunehmen vermag, daß der Dampfdruck der im Gasgemisch verbleibenden Anteile an Verunreinigungen bis zu einem Grad erniedrigt wird, der ein lange währendes Funktionieren der eigentlichen Verflüssigungsvorr. ermöglicht. Die Fl. wird, nachdem sie das Gasgemisch verlassen hat, abgekühlt u. vor der Wiederverwendung von Verunreinigungen befreit. Diese können z. B. das in Luft vorhandene W. oder das in Verkokungsgasen auftretende Bzl. u./oder Naphthalin; ferner Dämpfe von Kompressorschmierölen sein. Als Kühlflüssigkeiten sind Äthylenglykol, Glycerin, KW-stoffe, Ketone, Aldehyde, anorgan. u. organ. Säuren, bei tiefen Temp. erstarrende Lsgg. von anorgan. u./oder organ. Stoffen in W., einwertige Alkohole usw. geeignet. — Bei der *Luftverflüssigung* benützt man z. B. ein Gemisch aus 52% Glykol u. 48% Wasser. — Einzelheiten, Vorrichtung. (F. P. 946 953 vom 20/5. 1947, ausg. 20/6. 1949. E. Prior. 25/6. 1946.) [DONLE. 5849

D. Tombeck et E. Gouard, Cours élémentaire de chimie industrielle. A l'usage des écoles professionnelles et des collèges techniques d'industrie. 6^e édit. Paris: Dunod. 1950. (287 S.) fr. 460.—

III. Elektrotechnik.

National Lead Co., New York, N. Y., übers. von: **Eugene Wainer**, Niagara Falls, N. Y., und **Allen N. Salomon**, Malone, N. Y., V. St. A., *Hochwertiges keramisches Dielektrikum*, bestehend aus *Erdalkalitanat* (Ba-, Sr-, Ca-Titanat oder deren Gemische, bes. Ba- + Sr-Titanat) u. 0,05—1 Gew.-% MnO_2 (chem. hergestellter oder sehr reiner, z. B. 96%ig., mineral. Pyrolusit). Entsprechende Ausgangsgemische werden auf 20-Maschenfeinheit zerkleinert, durch Pressen in gewünschte Form gebracht u. ca. 3 Stdn. bei 2350—2550° F geglüht. (A. P. 2469 584 vom 11/9. 1945, ausg. 10/5. 1949.) SCHREINER. 5977

Reynolds Metals Co., übers. von: **Arthur Biddle**, Richmond, Va., V. St. A., *Mit Metallstreifen umwundenes Glasfädengarn*. In üblicher Weise aus Glasfluß, geschmolzenem SiO_2 oder eine Schmelze ähnlicher, verglasender Substanzen gezogene Fäden werden mit mehr oder weniger starkem Drall zu einem 0,01—0,03 inch. dünnen Strang (Garn) vereinigt, der mit einem oder mehreren 0,0002—0,008 inch. dünnen, 0,01—0,125 inch. schmalen Metallstreifen aus Al oder Al-reichen Legierungen spiralg. umwunden wird. Aus Metallfolien geschnittene Streifen weisen scharfwinklige, aus dünnen Drähten gepreßte aber abgerundete Kanten auf. Die einzelnen Windungen können eng aneinander schließen oder sich gegenseitig sogar ein wenig überlappen, es kann aber auch ein Teil der Strangoberfläche unbedeckt bleiben. Soll das Metall auf dem Strang fest verankert werden, wird der Strang vorher mit einem härtbaren Harz (bes. Celluloseacetat, aber auch -nitrat, Äthylcellulose, natürliche u. künstliche Latices, Polystyrole, Copolymere von Vinylacetat u. -chlorid u. für Beanspruchung bei hohen Temp. Siliconharz u. -lacke) überzogen, das nach Aufbringen der Metallwindungen gehärtet wird, oder der bereits umwundene Strang wird als Ganzes mit dem Harz überzogen, das anschließend gehärtet wird. Wird mehr Wert auf erhöhte Biegsamkeit des Garnes als auf dessen Festigkeit gegen Zug, Hitze u. chem. Angriff gelegt, können neben den Glasfäden auch Fäden aus Baumwolle, Kunstseide usw. im Strang verlaufen. Bei entsprechender Wahl des Fadenmaterials u. Wahrung eines genügenden Abstandes der einzelnen Windungen voneinander können derartige Garne als *elektr. Widerstände*, *Heizelemente* u. (bei Verwendung zweier parallel nebeneinander verlaufender Metallstreifen) als *Kondensatoren* verwendet werden. Besser als blanke Glasfädengarne lassen sich die mit Metall spiralg. umwundenen Garne textilmäßig zu größeren Gebilden verarbeiten. — Abbildungen. (A. P. 2458 243 vom 2/8. 1946, ausg. 4/1. 1949.) SCHREINER. 5981

Établissements Skoda (Entreprise Nationale) bzw. **S. A. des Anciens Établissements Skoda à Plzen**, Tschechoslowakei, *Fällungselektrode für elektrische Gasreiniger*. — Zeichnungen. (F. P. 945 167 vom 16/5. 1947, ausg. 27/4. 1949. Tschech. Prior. 25/4. 1946.)

DONLE. 5983

Cie. des Lampes, Frankreich, und Herman C. Froelich, V. St. A., *Herstellung fluoreszierender Massen*. Sr-Aluminat kann mit Mn so aktiviert werden, daß unter der Einw. von langwelligem UV-Licht (z. B. 3650 Å) eine lebhaft rote u. unter der Wrkg. von Kathodenstrahlen eine orangefarbene Fluoreszenz auftritt. Das optimale Mengenverhältnis von SrO:Al₂O₃ beträgt für UV-Anregung ca. 3:5, für Kathodenstrahlen 1:1; die optimale Menge Mn liegt bei ca. 0,05% des fertigen Produkts. — Man mischt z. B. 45 g SrCO₃ u. 51 g Al₂O₃ mit 0,041 g Mn(NO₃)₂ u. 4,1 g AlF₃ (Flußmittel), indem man die beiden letzten Stoffe als wss. Lsg. zum Anteigen benützt. Dann trocknet man, bis W., NO₂ u. CO₂ verjagt sind, zermahlt das Prod., calciniert es an freier Luft in einem feuerfesten Schmelztiegel u. erhitzt es zuletzt im elektr. Muffelofen 1—2 Stdn. auf ca. 1100°. Das Pulver wird durch ein Sieb (100 Maschen) getrieben u. kann mittels eines organ. Bindemittels auf Röhrenwände u. dgl. aufgetragen werden. (F. P. 942 324 vom 26/2. 1947, ausg. 4/2. 1949. A. Prior. 12/8. 1943.) DONLE. 5989

General Electric Co., New York, V. St. A., übert. von: Jan Theodoor Gerard Overbeek, Eindhoven, Holland, *Ce-aktivierter La-Silicatphosphor*. Mischungen im Mengenverhältnis 1 (Mol) La₂O₃, 2 SiO₂, 0,001—0,3 (bes. 0,06) Ce₂O₃ oder entsprechende Mengen von Verbb. (z. B. Carbonaten, Nitraten), die beim Erhitzen diese Oxyde ergeben, werden in reduzierender oder neutraler Atmosphäre (z. B. H₂ u./oder N₂) auf 1200—1300° erhitzt. Bei Erregung durch Strahlen der Hg-Linio 2537 Å (aus Niederdruck-Hg-Dampf-Entladungslampen) leuchtet dieser Phosphor blau u. emittiert außerdem UV mit Maximum bei 4000 Å. — Beispiel: 114,2 g La-Carbonat (54,22% La₂O₃), 24 g SiO₂, 6,19 g Ce-Carbonat (53,02% Ce₂O₃) werden 4 Stdn. bei 1280° in N₂-Atmosphäre erhitzt. (A. P. 2 467 689 vom 23/10. 1946, ausg. 19/4. 1949. Belg. Prior. 1/5. 1945.) SCHREINER. 5989

Westinghouse Brake & Signal Co. Ltd., London, Großbritannien (Erfinder: L. J. M. J. Dubar), *Herstellung von Selengleichrichtern*. Der Gleichrichter besteht aus einer Tragplatte u. einer Gegenelektrode, zwischen denen die gleichrichtende Se-Schicht angebracht ist. Diese wird, nachdem das Se in die kristallin. Form übergeführt ist, einer Nachbehandlung unterworfen, indem man sie in ein alkal. Bad eintaucht. Derartige Bäder sollen NaOH, KOH, CaO, BaO, Li₂O oder Li₂CO₃, ein alkal. Sulfid, Selenid, Cyanid, Phosphat, Silicat oder Borat enthalten. Außerdem können noch geringe Mengen von Oxyden oder Oxyhalogeniden von S oder Se vorhanden sein. Durch diese Nachbehandlung wird der Widerstand in der Sperrichtung, sowie die krit. Spannung der Se-Schicht ohne besondere Zusätze erhöht. (Schwed. P. 124 234 vom 2/8. 1939, ausg. 15/3. 1949. F. Prior. 21/9. 1938.) J. SCHMIDT. 5991

Allmänna Svenska Elektriska Aktiebolaget, Vasteras, übert. von: Tore Gunnar Malmberg, Ludvika, Schweden, *Selengleichrichter*. Gleichrichter- u. auch lichtelektr. Zellen aus Se, die bei höherer Spannung als bisher verwendbar sind u. sich besser u. schneller auf einen Festwert für den Stromdurchfluß in der stromsperrenden Richtung bei der elektr. Vorbehandlung der fertigen Zelle einstellen, werden erhalten, wenn die Se-Oberfläche durch Aufdampfen oder Kathodenzerstäubung oder Beimengung als Legierungsbestandteil zur Spritzgußgegenelektrode oder Aufbringen einer Lsg. mit geringer Menge von Th, Zr, Hf, Ti oder verwandten Metallen oder deren Verbb., bes. dem Nitrat in alkoh. Lsg. oder Nitrit oder z. B. Th-Äthylacetonat (nicht aber Halogenid) bedeckt wird. (A. P. 2 458 013 vom 27/2. 1945, ausg. 4/1. 1949. Schwed. Prior. 4/3. 1944.) B. SCHMIDT. 5991

Vickers, Inc., Mich., übert. von: David W. Rau, Kirkwood, Mo., V. St. A., *Verbesserung der Sperr- beziehungsweise Gleichrichterwirkung von Selenzellen durch Tauchen der Zellen 1/2—3 Min. in eine 50—100%ig. Lsg. eines organ. (aliph. oder Oxy-) Amins als Elektrolyt bei n. Temp. (Abspülen mit W., Trocknen durch Luftstrom) u. Altern während 12—48 Stunden. Erst danach werden die Zellen mittels Gleichstrom während ca. 1/2 Stde. elektr. formiert. Als geeignete Amine sind wss., 50—70%ig. Lsgg. von Monoäthylamin u. 100%ig. Lsgg. von Triäthanolamin genannt. So behandelte Zellen zeigen verbesserte, konstantbleibende elektr. Eigenschaften.* (A. P. 2 471 898 vom 10/4. 1947, ausg. 31/5. 1949.) SCHREINER. 5991

Svenska Elektromekaniska Industriaktiebolaget, Hälsingborg, Schweden (Erfinder: P. Hersh), *Herstellung von Kupferschichten auf Kupferoxyd*. Man red. die Oberfläche des Oxydes mit einer Lsg. von CH₂O in Ggw. von freiem Alkali; vorteilhaft setzt man etwas Kupfernitratlsg. zum Reduktionsmittel. Die Prodd. dienen zur Herst. von *Kupferoxydgleichrichtern u. photoelektr. Zellen*. — Beispiele. (Schwed. P. 125 146 vom 19/12. 1945, ausg. 7/6. 1949.) J. SCHMIDT. 5991

IV. Wasser. Abwasser.

Hayo Bruns, *Über die Übertragung von Seuchen durch Wasser*. Für die Übertragung von Massenerkrankungen durch W. kommen im allg. bestimmte Krankheiten, die ihren Sitz im Magen-Darmkanal haben u. deren Erreger durch den Mund aufgenommen u. in Fäces, Urin u. im Erbrochenen abgeschieden werden, in Frage, im wesentlichen Cholera, Typhus, Paratyphus B, unspezif. Magen- u. Darmerkrankungen (Wasserkrankheit, Gastroenteritis) u. Wurmrkrankheiten. Die Annahme einer Verbreitung durch W. setzt voraus, daß eine größere Zahl von Erkrankungen in kurzer Zeit zum Ausbruch kommt u. daß zwischen dem Versorgungsgebiet des Wassernetzes u. der Verbreitung der Krankheitsfälle eine gewisse Übereinstimmung besteht. (Gas- u. Wasserfach 90. 297—301. 30/6. 1949. Hannover.)

MANZ. 6012

Max Grevemeyer, *Abwasserfragen in Zuckerfabriken*. Vf. gibt folgende Richtlinien für die Wasserrücknahme: 1. Für jede Abwasserart soll ein in sich geschlossener Kreislauf, u. zwar für Rübenschwemm- u. Washwässer (I), für Preß- u. Diffusionswässer (II) u. für Fallwässer (III) durchgeführt werden. 2. Für die Rücknahme der I ist eine kurze Klärdauer in Teichen von nicht über 3—5 Stdn. erwünscht. Die Klärwrkg. kann durch Kalkmilchzusatz verbessert werden. Verwendung von heißem W. (III) ist nachteilig. Zersetzungen lassen sich durch Abtöten der H₂S-Bildner durch Chlorung verhindern. 3. Die Rücknahme der II erfordert eine möglichst vollkommene Entspülung, die Führung eines kurzen Kreislaufs u. Vermeidung von Speicherbehältern (72—75°, p_H 6,0, 2—4 g Cl/cm³ Wasser). 4. Für die Rücknahme der III ist am besten durch Verspritzen gute Kühlung zu erzielen. Durch aufgelösten Chlorkalk wird die Abwasserpilzbldg. vermieden. 5. Überschüssige Abwässer sollten gespeichert oder verrieselt werden. Auf 1 ha Land lassen sich bis zu 10000 cm² je Betriebszeit verrieseln. (Zucker 2. 48—50. April 1949. Stadthagen.)

CARLS. 6036

Brukner, *Abwasserfragen*. Vf. ergänzt den Vortrag von GREVEMEYER (vgl. vorst. Ref.). Er betont den Unterschied zwischen W. u. Abwasser, zwischen Wassergebrauch u. Wasserverbrauch. W. wird erst zum Abwasser, wenn es den Fabrikationsvorgang verläßt u. nicht wieder hineingebracht wird. Erst dann ist es verbraucht. — Bei der Rücknahme der Wasser empfiehlt Vf. den Kreislauf der Schwemm- u. Washwässer (I) mit dem Kreislauf des Fallwassers (II) zu einem erweiterten Kreislauf zu vereinigen. Hierbei wird II zum Schwemmen u. Abspritzen u. Waschen der Rüben benutzt, wobei es gleichzeitig gekühlt wird. Dem Wasserkreislauf werden zugeführt: 1. Die im II enthaltenen Kondensate aus den Brüden der Vakua u. der Verdampfstation. 2. Das in der Rübenerde enthaltene Wasser. 3. Frischwasser zur Aufrechterhaltung der Gesamtmenge. Verloren geht W.: 1. Durch Verdunstungsverluste. 2. Durch Abpumpen mit der Rübenerde. 3. Durch Versickern. — Statt der kostspieligen Anlage von Gär-Faul-Teichen bevorzugt Vf. die Wasser-Rücknahmestation. (Zucker 2. 63—64. Mai 1949.)

CARLS. 6036

H. H. Goldthorpe, W. H. Hillier, C. Lumb und A. S. C. Lawrence, *Probleme hinsichtlich der Behandlung von synthetische Reinigungsmittel enthaltendem Abwasser*. Die herkömmliche Klärtechnik fußt auf der Verwendung von Seife als Reinigungsmittel, die durch die Härte vollständig als Kalkseife zur Ausscheidung gelangt, dabei die Absetzklärung fördert u. hohe Gasausbeute im Faulraum sichert. Die infolge der Seifenknappheit verwendeten Reinigungsmittel, zur Zeit hauptsächlich *Teepol* u. *Lissapol N*, werden in Konz. von 1—2 g/Liter angewandt u. können im Zulauf zur Kläranlage in Mengen bis zu 80 mg/Liter vorhanden sein. Zusätze von 200 mg/Liter zu Abwasser verhinderten die Abklärung der absetzbaren Schwebestoffe bei allen p_H-Stufen; die durch Reinigungsmittel dispergierten Stoffe werden weder durch Härte noch durch Säure beeinflusst. Die normalerweise in der Vorklärung abgeschiedenen Stoffe, bes. Fette, erhöhen die Belastung u. den Schlamm-anfall der biol. Reinigungsstufe. Bei hochkonz. Wollwaschwasser war bei Gemischen von Seife u. Reinigungsmittel eine Säurebehandlung ohne Beeinträchtigung der Fettwiedergewinnung möglich. Nach bisherigen Erfahrungen geht ca. die Hälfte der Reinigungsmittel in den Schlamm ein, ein weiteres Viertel wird abgebaut, ein Viertel verbleibt im Ablauf der Kläranlage u. erhöht darin KMnO₄-Verbrauch u. O-Zehrung. (Chem. and Ind. 1949. 679—82. 1/10.)

MANZ. 6042

G. Gad und Margret Knetsch, *Die chemische Wasseranalyse aus kleinsten Mengen*. Beschreibung einer Mikro-Wasseranalyse, die im Prinzip nicht wesentlich von der Makroanalyse abweicht, bei der aber für die üblicherweise nachzuführenden Bestimmungen nur 60 cm³ Untersuchungswasser nötig sind. Genaue Analysenvorschriften für die Best. von p_H, NO₂⁻, NO₃⁻, NH₄⁺, Cl⁻, KMnO₄-Verbrauch, Carbonathärte, Gesamthärte, Mn u. Fe sowie eine Tabelle über die Genauigkeit der Meth. im Original. (Gesundheitsing. 70. 259—61. Aug. 1949. Berlin-Dahlem, Robert Koch-Inst. für Hygiene u. Infektionskrankheiten, Abt. für Wasser- u. Lufthygiene.)

KEGEL. 6054

R. J. Stephenson, *Fettbestimmung in Abwasserschlämmen*. Da Wärmetrocknung von angesäuertem Abwasserschlamm mit Fettverlust verbunden u. Extraktion des feuchten Schlammes schwierig ist, wird Entwässerung durch $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (aus dem Heptahydrat durch Trocknen bei 97°) angewandt. 25 g des Monohydrats bilden mit 20 g Schlamm unter mäßiger Erwärmung innerhalb 30 Min. eine feste M., aus der bereits nach einmaliger Extraktion im SOXHLET-App. mit Pae. (Kp. $50-60^\circ$) 97% des vorhandenen Fettes extrahiert werden. — Die Meth. ist einfacher u. etwas genauer als das Standardverf. der AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (s. Standard Methods for the Examination of Water and Sewage 1947, 160), bei dem etwas Fett verloren geht. Sie ist auf ähnliche Fälle übertragbar. (Analyst. 74. 257—60. April 1949. London, L. C. C. North. Outfall Labor.) BLUMRICH. 6068

Jacques-Francois-Gabriel Chobert, Frankreich, *Verbesserte Vorrichtung für die Beireitung chemisch reinen Wassers mit Hilfe von Zeolithen*. — Zeichnungen. (F. P. 945 383 vom 4/4. 1947, ausg. 3/5. 1949.) DONLE. 6025

Höganäs-Billesholms Aktiebolag, Höganäs, Schweden (Erfinder: E. O. Nilsson), *Kondensation von mehrkernigen sulfonierten aromatischen Kohlenwasserstoffen mit Aldehyden*. Man führt die Kondensation in 3 Stufen durch, wobei in der 1. Stufe höchstens die Hälfte der erforderlichen Aldehydmenge zugesetzt wird. In der 2. Stufe kondensiert man mit der restlichen Aldehydmenge, worauf das Reaktionsgemisch in der 3. Stufe bei höherer Temp. fertigkondensiert wird. Z. B. kondensiert man sulfoniertes Naphthalin mit Formaldehyd in der 1. Stufe eine halbe Stde. bei ca. 75° , in der 2. Stufe ca. 5 Stdn. bei ca. 65° u. in der 3. Stufe ebenfalls ca. 5 Stdn. bei ca. 100° . Die Prodd. zeichnen sich durch Härte, Wasserunlöslichkeit u. D. aus u. dienen als *Basenaustauscher* für die *Wasserreinigung*. (Schwed. P. 125 775 vom 10/12. 1947, ausg. 9/8. 1949.) J. SCHMIDT. 6025

American Cyanamid Co., New York, übert. von: Lennart A. Lundberg, Stamford, Conn., V. St. A., *Entfernen von Anionen aus Flüssigkeiten*. Alle Arten Säuren u. Anionen, z. B. starke Mineralsäuren (vorzugsweise in geringen Konz.), organ. Säuren (Essig-, Oxalsäure usw.), Anionen von Salzen (Chloriden, Sulfaten usw.) werden aus wss. oder organ. (z. B. alkoh.) Lsgg. oder Fll. entfernt (bes. zwecks Reinigung von z. B. W., Zuckersäften, Pektin oder wss. H_2CO_3 -Lsgg.), wenn die Fll. durch ein Bett aus einem körnigen, wasserunlös. Kunstharz geschickt werden, das durch Kondensation eines Alkylpolyamins, bes. Tetraäthylenpentamins (T), mit Glycerindichlorhydrin (G) in Ggw. von NaOH (N) Umwandeln des Kondensationsprod. in ein Gel, Härten des Gels durch Erhitzen u. Können des gehärteten Prod. erhalten wurde. Das Mol-Verhältnis der Kondensationssteilnehmer kann variieren: In zahlreichen Beispielen wurden mit 10 Mol T 17,5 (20—25—30—35—45) Mol G u. 10 (15—25—35—45—65) Mol N neben 6—10,65 kg W. verwendet. Statt T können andere Alkylpolyamine (einzeln oder in Mischung) verwendet werden, z. B. 1,3-Diaminopropan, 1,3- oder 1,4-Diamino-n-butan, 1,5-Diamino-n-pentan, 1,6-Diamino-n-hexan, 1,10-Diamino-n-decan, 1,6-Diamino-3-methyl-n-hexan, 3,3-Diaminodipropyläther. Ebenso kann G durch andere aliph. Polyhalogenide (bes. Chloride) ersetzt werden, die in β -Stellung zu jedem Halogen eine OH-Gruppe aufweisen, z. B.

$$\begin{array}{l} \text{H} \\ | \\ \text{Cl} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{Cl} \\ | \\ \text{CH}_2 \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{Cl} \\ | \\ \text{CH}_2 \cdot \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{Cl} \\ | \\ \text{Cl} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{O} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{Cl} \\ | \\ \text{CH}_2 \cdot \text{Cl} \\ | \\ \text{Cl} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{S} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{Cl} \\ | \\ \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{N} \\ | \\ \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{N} \\ | \\ \text{C}(\text{OH})\text{H} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{N} \end{array}$$

Die Löslichkeit der gehärteten Endprodd. ist sehr gering, z. B. lösen 1000 Teile zu reinigendes W. nur ca. 1 Teil dieser gekörnten Kunstharze. (A. P. 2469 694 vom 25/10. 1945, ausg. 10/5. 1949.) SCHREINER. 6025

Cyril S. Fox, The Geology of Water Supply. A Treatise Dealing with the Engineering Geology of Water Supply for all Enquiring Readers. Kingston Hill, Surrey: The Technical Press, 1949. s. 25.—

V. Anorganische Industrie.

George L. Clark, Alfred C. Eckert jr. und Robert L. Burton, *Handelsübliche und experimentelle Ruße. Vergleichende Röntgenstrahlenuntersuchungen*. Es wird versucht, über 60 handelsübliche Rußsorten u. Graphite durch röntgenograph. Best. der kristallograph. Achsen a u. c, der Primärteilchengrößen L_a u. L_c u. des Formfaktors L_a/L_c zu charakterisieren u. zu ordnen. Es werden Beziehungen zwischen den strukturellen Eig. u. dem Verh. gegenüber *Kautschuk* aufgestellt, wobei der Formfaktor als bestes Charakteristikum für die Rußtypen anzusehen ist. Röntgenogramme der Kleinwinkelstreuung weisen auf Sekundäraggregate hin, wie sie übermk. Aufnahmen zeigen. Diese ergeben Teilchen aus

ca. 25 Primärkristalliten. Hochtemperaturvers. deuten auf bedeutsame Änderungen der Strukturdimensionen in verschied., voneinander unabhängigen Richtungen. An experimentellen Kohlen lassen sich unterschiedliche mesomorphe Zustände nachweisen. Künstliche u. natürliche Graphite sowie Graphitsäuren zeigen bemerkenswerte Unterschiede der Struktureigenschaften. Die Möglichkeit, den Graphitanteil in amorphen C-Sorten zu bestimmen, wird diskutiert. Ein Vgl. verschied. physikal., elektronenopt. u. röntgenograph. Daten mit Eigg. in Kautschuk ergibt nur geringe u. nicht eindeutige Zusammenhänge. (Ind. Engng. Chem. 41. 201—08. Jan. 1949. Urbana, Ill., Univ.)

WEITBRECHT. 6108

Allied Chemical & Dye Corp., N. Y., übert. von: Henry F. Merriam, West Orange, N. J., V. St. A., Gewinnung von Schwefelsäure nach dem Kontaktverfahren. In dem an sich bekannten 2stufigen Kontaktverf. soll in der 1. Stufe durch die Ggw. nur unzureichender Mengen Luft-O₂ nur ein kleiner Teil (25—40%) des SO₂-Geh. zu SO₃ oxydiert u. anschließend mit schwächerer H₂SO₄ als üblich absorbiert werden. Dadurch lassen sich (nach Abscheiden größerer Mengen Wasserdampf durch Abkühlen) die Säurenebel in einem Koksfilter leichter entfernen, u. es bleiben für die 2. Stufe genügende Mengen SO₂ übrig, um (nach Zumischen ausreichender Mengen Luft-O₂) die katalyt. Umsetzung des Rest-SO₂ ohne äußere Wärmezufuhr verlaufen zu lassen. Das Verf. eignet sich bes. für die Verarbeitung feuchter, SO₂-reicher Gase. Wird z. B. für die 1. Stufe ein Gas mit 12—14% SO₂ verwendet, so gelangt ein Gas mit weniger als 10% in die 2. Stufe. Ausführliche Beschreibung u. schemat. Darst. des Gesamtverfahrens. (A. P. 2 471 072 vom 3/4. 1946, ausg. 24/5. 1949.)

SCHREINER. 6089

Charles Vandange, Frankreich, Kühlvorrichtung für die Bleikammern der H₂SO₄-Fabrikation. In jeder Kammer wird ein senkrechter, nach oben sich erweiternder u. an seinen Enden mit der Atmosphäre verbundener Schacht angebracht. Am oberen Ende befindet sich eine Vorr. zum Berieseln der Innenwände mit Wasser. — Zeichnungen. (F. P. 944 870 vom 23/3. 1947, ausg. 19/4. 1949.)

DONLE. 6089

Standard Oil Development Co., Del., übert. von: Clayton M. Beamer und Mack C. Fuqua, Baton Rouge, La., V. St. A., Konzentrieren von Abfallschwefelsäure, die bei der Herst. von Alkoholen durch Behandlung von Olefinen mit hochkonz. H₂SO₄ u. Hydrolyse der erhaltenen Alkylsulfate anfällt. Als Baustoff für die App. dient eine Legierung aus 85 bis 86% Ni, 3% Cu, 1% Mn, 10% Si u. gegebenenfalls 1% Al. Um diese gegen H₂SO₄ höherer Konz. widerstandsfähige Legierung auch für die bei der Hydrolyse anfallende Säure von 35—50% anwenden zu können, wird auf der Wandung eine Schutzschicht aus C erzeugt durch Erhitzen einer 70% ig., C-haltige Substanzen enthaltenden H₂SO₄. (A. P. 2 478 680 vom 11/4. 1946, ausg. 9/8. 1949.)

BRÄUNINGER. 6089

Titan Co. A/S, Fredrikstad, Norwegen (Erfinder: A. Ravnestad und O. Mökelust), Oxydierende Behandlung von Stoffen, die feinverteiltes Eisen enthalten. Man erhitzt das schwach angefeuchtete Material in dünner Schicht schnell auf 50—100°, worauf die Rk. von selber schnell fortschreitet. Der günstigste Feuchtigkeitsgeh. liegt bei 5—10% W., die optimale Temp. bei 60—70° bei einer Schichtdicke von 5—10 cm, höchstens 20 cm. Man erhält ein sehr fein verteiltes, tief schwarzes homogenes Eisenoxyd, das von den restlichen Stoffen auf physikal. Wege getrennt wird. (Schwed. P. 124 200 vom 22/9. 1944, ausg. 15/3. 1949. Norweg. Prior. 23/9. 1943.)

J. SCHMIDT. 6141

Établissements Phillips & Pain, Frankreich, und Frederick C. Nachod, V. St. A., Wiedergewinnung von Edelmetallen aus verd. wss. Lsgg., in denen sie unter der Form von Anionen komplexer Säuren vorliegen. Die Au, Ir, Os, Pd, Pt, Rh oder Ru enthaltenden Lsgg. (z. B. als H₂PtCl₆, H₂PdCl₆, H₂AuCl₄ usw.) werden mit einem Anionenaustauscher (Emeraldin, Kunstharze usw.) in Berührung gebracht, dieser abgebrannt u. die Metalle, wenn sie in der Hitze nicht oxydiert werden bzw. nichtflüchtige Oxyde bilden, aus dem Verbrennungsrückstand oder, wenn sie flüchtige Oxyde bilden, aus den Verbrennungsgasen isoliert. — Man kann den metallbeladenen Austauscher auch mit einer alkal. Lsg., z. B. von NH₃ oder Na₂CO₃, behandeln, wobei das Metall als komplexes Salz in Lsg. geht, der Austauscher regeneriert u. für neuen Einsatz zugerichtet wird. Die alkal. Lsg. liefert beim Eindampfen das Metallsalz, das in der Hitze zu freiem Metall zers. werden kann. — Es empfiehlt sich, im Kreislauf zu arbeiten u. beide Methoden der Aufarbeitung zu kombinieren, d. h. den Austauscher wiederholter Auswaschung mit Alkalilsg. zu unterziehen u. die dann vom Austauscher noch festgehaltene Menge Metall durch Abtrennen zu sammeln. (F. P. 943 773 vom 22/3. 1947, ausg. 17/3. 1949. A. Prior. 28/3. 1942.)

DONLE. 6141

VI. Silicatchemie. Baustoffe.

Karl Frick, *Flußstahlemaillierung im chemischen Apparatebau*. Übersicht über die Probleme der Herst. von emaillierten Flußstahlapparaturen; Beschreibung der Herst. von Kesseln, Flanschen, Rührern u. Wärmeaustauschern; Hinweise auf die Beheizung emaillierter Flußstahlapp., ihre Montage u. auf die Bearbeitung emaillierter Flächen. Anschließend werden Prüfmethode zur Beurteilung der mechan. u. korrosionschem. Qualität der Emaillierungen angegeben u. Reparaturmöglichkeiten für beschädigte Emaille-überzüge erörtert. (Chemie-Ing. Techn. 21. 249—58. Juli 1949. Marl, Chem. Werke Hüls.)
GERHARD GÜNTHER. 6212

E. Bayer, *Herstellung und Bewertung von Gußgrund*. Besprechung allg. Gesichtspunkte bei der Wahl des Untergrundes für Email u. Mitt. einiger Rezepte für Grundemail. (Glashütte 76. 88—89. 15/12. 1949.)
HENTSCHEL. 6212

B. J. Sweo, *Beziehung zwischen Wetterbeständigkeit und chemischer Resistenz von Emailen*. 21 verschied. Emailen wurden 10 Monate in Industrieluft bewittert u. dann im Vgl. zu nicht exponiertem Standardmaterial visuell bewertet, ferner nach 2½ Stdn. Kochen in dest. W., 6% Essigsäure, 5% Na-Pyrophosphat auf Gewichtsverlust geprüft. Die Säureresistenz wurde nach verschied. Testen klassifiziert u. zugleich der Glanzverlust (Prozent) bestimmt. Ergebnisse: Gewichtsverlust beim Kochen in Essigsäure steht in direkter Beziehung zur Wetterresistenz, während zur Resistenz gegenüber dest. W. u. Na-Pyrophosphat keine Relation besteht. (Better Enamel. 20. 15. Mai 1949. Cleveland, O., Ferro Enamel Corp.)
SCHEIFELE. 6212

L. Sanderson, *Neuheitensammlung für die Industrie der feuerfesten Materialien*. Bericht über Verwendung feuerfester Materialien zum Schmelzen von Titan, Eisen- u. Aluminiumlegierungen; zum Überzug von Metall u. Schmelzriegeln, zur Isolierung bei hoher Spannung in der Eisengießerei zu feuerfestem Beton. (Refractories J. 25. 319—22. Sept. 1949.)
DICKHAUT. 6218

Henry Lossier, *Treibzemente*. In Frankreich werden zur Zeit Treibzemente hergestellt, die aus einem Gemisch von Portlandzement, Sulfaluminat u. Schlackenzement bestehen. Die Eigg. u. Anwendungsmöglichkeiten werden beschrieben. (Rev. Matér. Construct. Trav. publ., Edit. C 1949. 19. Jan.)
STEINER. 6222

Norbert S. Garbisch, Butler, Pa., übert. von: George J. Bair, Corning, N. Y., V. St. A., *Glasersatz*. Als Al_2O_3 -haltiger Stoff wird fein verteilter Ton mit den übrigen unlösl. Bestandteilen des Versatzes gemischt u. das Gemenge mit einer wss. Lsg. alkalihaltiger Flußmittel angefeuchtet u. verformt. Der Formling läßt sich niederschm., ohne daß Abscheidungen von Versatzbestandteilen auftreten. Z. B. werden 1000 (Teile) eines feingemahlene Sand-Ton-Gemisches (Mischungsverhältnis 90:10) mit 166 Dolomit vermengt u. mit einer wss. Lsg. von 282 Na_2CO_3 u. 11 Salzkuchen angefeuchtet. Das Glas enthält dann 2,5% Al_2O_3 . (A. P. 2 478 151 vom 23/12. 1943, ausg. 2/8. 1949.)
HANS HOFFMANN. 6171

Homelaya, Inc., übert. von: Jacob E. Rosenberg, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Emailüberzug ohne Haarrißbildung für Stahlgegenstände*. Der Stahl wird zunächst mit einem gewöhnlichen Grundemail, dessen Fritte aber $NaNO_2$ (F. 520° F) zugefügt ist, bestrichen. Der Überzug wird getrocknet u. im Emaillofen behandelt. Infolge der so erzielten Herabsetzung des F. des Gesamtgrundemails haftet nach dem Schmelzen das Email fester u. dauerhafter an der Metalloberfläche an. Der mit Grundemail überzogene Gegenstand wird sodann mit einem Schlicker eines Überzugsemails überzogen, der eine Dispersion von sehr fein gemahlene glasartigen weißen Stoffen in W. ist. Gegebenenfalls wird zwecks Trübung des Emails noch ein besonderes Trübungsmittel zugegeben. Zur Herst. des Schlickers werden gewöhnlich noch ca. 7% Ton als Suspensionsmittel beigefügt. Z. B. besteht eine Fritte für ein klares Email aus 20,15% SiO_2 , 3,7% TiO_2 , 6,1% Na_2CO_3 , 5,55% Kryolith, 16,00% entwässertem Borax, 4,63% Flußspat, 3,7% SnO_2 , 4,62% $NaNO_3$, 30,43% Feldspat, 1,42% Kreideweiß u. 3,7% Na-Silicofluorid. Eine Fritte für ein opakes Email wird angesetzt aus 18,59% SiO_2 , 1,86% TiO_2 , 4,18% Na_2CO_3 , 7,06% Kryolith, 16,02% entwässertem Borax, 11,7% Flußspat, 6,6% $NaNO_3$, 23,59% Feldspat, 2,41 $BaCO_3$ u. 7,99% Sb_2O_3 . Zu diesen Fritten wird ebenfalls zwecks Herabsetzung des F. $NaNO_2$ oder auch K-Sulfocyanat (F. 343° F) oder $SnCl_4$ (F. 447° F) zugesetzt. Die Menge des Zusatzes schwankt zwischen 0,125% u. 1,0%. Die aufgebrauchte Schlickermasse wird getrocknet, man läßt den Überzug noch erhitzen u. zusammenbacken auf der Oberfläche, u. erst dann erfolgt die Behandlung im Emaillofen. Das Emaillierf. kann auch für Gußeisen u. als Glasiervf. für Töpferwaren Verwendung finden. (A. P. 2 466 043 vom 4/3. 1942, ausg. 5/4. 1949.)
BEWERSDORF. 6213

Otto George Lellep, Berkeley, Calif., V. St. A., *Brennen von Zement oder Kalk*. Aus dem Rohmaterial werden kleine feuchte Klumpen hergestellt. Durch eine aufgestapelte Schicht dieser Klumpen werden in einem Vortrockner staubhaltige heiße Abgase aus dem Brennofen, die in der Trockenkammer dann ca. eine Temp. von 400—500° F aufweisen, hindurchgeschickt. Die Schicht wird aus dem Vortrockner entfernt, bevor der untere Teil der Schicht ganz trocken ist. Dadurch werden die Klumpchen einer langsamen Trocknung unterworfen u. bei den meisten Klumpchen der unteren Schicht hat sich Staub abgesetzt. Die Charge wird dann in den Drehbrennofen gebracht. Beim Brennvorgang selbst wird dadurch der Hitzeverbrauch red., Bersten oder Zerfall zu Staub wird vermieden, u. auf dem Brennrost ist eine bessere Gasdurchdringung der Klumpenschicht gewährleistet. (A. P. 2 466 601 vom 8/12. 1948, ausg. 5/4. 1949.) BEWERSDORF. 6223

A. J. A. Asplund, Bromma, und G. G. Munters, Stocksund, Schweden, *Bauplatten*, bestehend aus faserigem Material, wie mehrschichtiger senkrecht gestellter Wellpappe, die auf beiden Seiten mit einer Schutzschicht aus bituminösen Stoffen u. feinkörnigem Kalk überzogen sind. Zusätzlich kann die Außenseite noch mit gemahlenem Talkstein Marmor oder Schiefer überzogen sein. Als Kalk verwendet man feinkörniges CaCO₃, das durch Kautsizierung der Kochlauge der Sulfatcelluloseherst. gewonnen wird. (Schwed. P. 124 166 vom 3/7. 1943, ausg. 1/3. 1949.) J. SCHMIDT. 6229

Louis Elle Millenet, Manuel pratique de l'émaillage sur métaux. 4^e édition. Paris: Dunod. 1950. (XVI + 130 S.) fr. 420.—

K. D. Nekrassow, Feuerfeste Betone, ihre Eigenschaften und ihre Anwendung. Moskau-Leningrad, Strolsdats. 1949. (104 S.) Rbl. 8.— [russ.]

VII. Agrikulturrechemie. Schädlingsbekämpfung.

Ss. I. Wolfkowitzsch und A. I. Loginowa, *Stickstoff- und Phosphordüngemittel auf Grundlage der Zerlegung der Phosphate durch Salpetersäure*. Zusammenfassende Übersicht über die bei der Einw. von HNO₃ auf Phosphate ablaufenden Rkk. u. über die Gleichgewichte im Syst. CaO—P₂O₅—N₂O₅—H₂O. Die Zustandsdiagramme dieses Syst. bei 100, 75, 50, 25 u. 5° werden angegeben. (Успехи Химии [Fortschr. Chem.] 18. 462—71. Juli/Aug. 1949. Moskau.) KIRSCHSTEIN. 6282

Wilhelm Wolf, *Aufschluß von Rohphosphat in flüssiger Hochofenschlacke*. Durch Einblasen von Feinphosphat in eine gefüllte Schlackenpfanne entsteht Tricalciumphosphat mit einem P-Geh. von 1,5—1,8% lösl. Phosphorsäure, der einem Zehntel der in der Thomasschlacke vorhandenen Phosphorsäure entspricht u. somit neben dem für eine n. Kalkdüngung erforderlichen Kalkzuschlag auch die nötige Phosphorsäure in den Boden bringt. (Stahl u. Eisen 70. 24—26. 5/1. 1950. Dortmund.) HABBEL. 6282

H. H. Baetge, K. Kriehoff und E. Begemann, *Nährstoffuntersuchungen an gärtnerischen Erden*. 1. Mitt. *Die Phosphorsäureverhältnisse*. Vff. berichten über die P₂O₅-Verhältnisse in Dahlemer Erden. An Gesamt-P₂O₅ ergaben sich in diesen gärtner. Erden folgende Werte: Rasenerden 100—250 mg, Komposterden 250—375 mg, Lauberden 375—450 mg u. Misterden 450—650 mg. Die Ergebnisse über citronensäurelösl. P₂O₅, K.-M.-P₂O₅, relative u. physiol. Löslichkeit werden besprochen. (Z. Pflanzenernähr., Düng. Bodenkunde 46. 278—84. 1/7. 1949. Berlin-Dahlem, Lehr- u. Forschungsanst. für Gartenbau, Abt. für Bodenkunde u. Pflanzenernährung.) FAHRENHOLZ. 6304

S. G. Heintze und P. J. G. Mann, *Studien über Bodenmangan*. An verschied. Böden wurde die Verteilung von Mn⁺⁺ u. Mn⁺⁺⁺ in Pyrophosphatextrakten untersucht u. eine Bestimmungsmeth. für Mn⁺⁺ entwickelt, das nur in dieser Form für Pflanzen verwertbar ist u. in neutralen oder alkal. organ. Böden durch Bldg. von Komplexen mit der organ. Substanz zurückgehalten wird u. zu Manganmangel führen kann. Mn⁺⁺ wurde stets in den bei pH 9,4 hergestellten Pyrophosphatextrakten von Mineralböden mit geringer organ. Substanz bestimmt. Die Vers. erstreckten sich weiterhin auf die Verwendung von neutralem Pyrophosphat sowie von Cu-, Cd-, Ni- oder Zn-Salzen in Ammoniumacetat. Auch Unters. zur Extraktion metallorgan. Komplexe wurden durchgeführt. (J. agric. Sci. 39. 80—95. Jan. 1949. Harpenden, Herts, Rothamsted Experimental Stat., Chem. and Biochem. Dep.) FAHRENHOLZ. 6304

C. T. Gimingham und I. Thomas, *Der Colorado-Käfer in England 1948*. Bekämpfung mit DDT-Emulsion. (Agriculture [London] 56. 65—70. Mai 1949. Ministry of Agriculture and Fisheries.) WALCKER. 6312

L. Danzel, *Das Pyrethrum-Chrysanthem-Insekticid*. Eingehende Beschreibung von Chrysanthemum cinerariaefolium, der Gewinnung u. Gehaltsbest. der Pyrethrine u. der Anwendung dieser als Insekticid u. Parasiticid (beim Menschen als Vermicid u. Anthelminthicum). (Prod. pharmac. 4. 303—09. Juli 1949.) L. LORENZ. 6312

H. H. S. Bovingdon, *Beständigkeit der Pyrethrine (I) und des γ -Hexachlorcyclohexans (II)*. Pulver mit 0,5 p.p.m. II-Geh., verstäubt auf Weizen, sind nicht nur toxischer für *Sitophilus granarius*, sondern auch länger wirksam als Pulver mit 27 p.p.m. Geh. an I. II ruft bei dieser Dosis keine Gesundheitsschädigungen hervor. (Nature [London] 163. 731—32. 7/5. 1949. Bracknell, Berks., Jealott's Hill Res. Stat., Imp. Chem. Ind., Hawthorndale Labor.) DÖHRING. 6312

B. Hocking, *Wirkung des technischen Hexachlorcyclohexans auf Weizensämlinge*. Das im Isomerenmischungsgehaltene γ -Hexachlorcyclohexan ruft augenscheinlich selbst keine Pflanzenschädigungen (Keimkraftverzögerungen) hervor; diese bewirkt jedoch eine Mischung von Trichlorbenzolen, die als Zersetzungsprod. entstehen. Der zur Zeit noch untersuchte Stoff (vermutlich 1.3.5-Trichlorbenzol oder ein anderes flüchtiges Zersetzungsprod.) wirkt schädigend in der Gasphase bereits in so geringen Konz., daß er als Unkrautbekämpfungsmittel geeignet ist. Er wird unter natürlichen Bedingungen am schnellsten gebildet nach Zers. des γ -Isomeren, langsamer aus dem α -Isomeren u. kaum, falls überhaupt, aus dem β -Isomeren. Handelspräpp. zur Drahtwurmbekämpfung der Weizensaat, die einen hohen Geh. an γ -Isomeren aufweisen, sollen in den geringsten, zur Abtötung noch ausreichenden Dosen verstäubt werden. Die durch sie bewirkten Gefahren werden gesteigert durch Lagerung bestäubten Korns, bes. bei unzureichender Lüftung, durch Einw. von Sonnenlicht, ungenügender Feuchtigkeit oder hoher p_H -Bodenwerte. (Nature [London] 163. 731. 7/5. 1949. Alberta, Edmonton, Univ., Dep. of Entomol.) DÖHRING. 6312

Ciba Akt.-Ges., *Schädlingsbekämpfungsverfahren*. Insekticide wie auch fungicide Mittel werden auf Pflanzenteilen dadurch hafter, bes. regenfest, gemacht, daß man sie mit einem Prod. versetzt, das ein in W. gelöstes Salz enthält, das sich beim Eintrocknen der Lsg. in eine in W. unlösl. Säure u. eine leicht flüchtige Base spaltet. Zur Anwendung gelangen Mischpolymerisate aus ungesätt. Carbonsäuren, wie Acryl-, Malein-, Fumar-, Zimt- u. bes. Crotonsäure, mit polymerisierbaren Verbb., die die Gruppe $>C:CH_2$ enthalten, wie Styrol, Acrylsäureester, Vinylchlorid u. -acetat. Diese Mischpolymerisate werden durch Zusatz von $(NH_4)_2CO_3$, NH_3 -Lsgg., gasförmigem oder fl. NH_3 , Alkylaminen, wie Methyl-, Dimethyl- oder Äthylamin, in Ammonium- oder Aminalsalze übergeführt. Die Prodd. werden mit den betreffenden insekticiden oder fungiciden Mitteln zu lagerbeständigen, festen, pulverförmigen Stäubemitteln oder fl. oder pastenförmigen Spritzmitteln verarbeitet. Die Menge der zugesetzten Mischpolymerisate beträgt ca. 5—10%, berechnet auf das Trockengewicht der festen Präparate. Die hiermit hergestellten Spritzbrühen weisen außer der guten Haftfestigkeit eine so hervorragende Netzfähigkeit auf, daß sich ein besonderer Zusatz von Netzmitteln erübrigt. Es können jedoch wahlweise noch inerte Füllstoffe, wie Kaolin, Gips, Bentonit, Kieselgur, Klebstoffe, wie Casein, Leim, Gelatine oder weitere Zusätze, wie Sulfitcelluloseablauge, Silicagel, Mineralöle oder dgl. zugesetzt werden. Als einarbeitende Schädlingsbekämpfungsmittel kommen in Frage *Cu-Oxychlorid*, *Cu-Phosphat*, *Pb-Arseniat*, *Hexachlorcyclohexan*, *S*, *DDT*, *3,6-Dinitrochloracetal*, *2,4-Dinitrorhodanbenzol*, *Tetramethylthiurammono-* u. *disulfid* usw. — Beispiel: 80 (Gewichtsteile) S, 10 Vinylacetat/Crotonsäure-Mischpolymerisat u. 10 $(NH_4)_2CO_3$ werden gemischt u. sehr fein vermahlen. Mit dem Pulver werden Reben in taufeuchtem Zustand bestäubt. Der staubförmige S-Belag wird innerhalb sehr kurzer Zeit regen- u. windbeständig fixiert u. weist eine hervorragende Dauerwrkg. gegen den *echten Mehltau* auf. — Weitere Beispiele. (Schwz. P. 262 189 vom 15/8. 1947, ausg. 16/9. 1949.) LANGER. 6313

Ciba Akt.-Ges., *Schädlingsbekämpfungsverfahren*. Man läßt auf die zu behandelnden Objekte ein Prod. einwirken, das ein Schädlingsbekämpfungsmittel u. eine in W. gelöste Komplexverb. enthält, die sich beim Eintrocknen der Lsg. in ein in W. unlösl. Metallsalz einer Kohlenhydratecarbonsäure u. eine leicht flüchtige Base spaltet. Es kommen in Frage *Cellulosemilchsäureäther*, *Methylcelluloseglykolsäureäther*, *Celluloseglykolsäureäther*, *Stärkeglykolsäureäther*, *Pektinsäure* u. *Alginsäuren*, die mit Zn, Ni, Cd, Ag u. bes. Cu in W. unlösl. Salze geben, die ihrerseits durch $(NH_4)_2CO_3$, NH_3 -Lsgg., gasförmiges oder fl. NH_3 , in in W. lösl. Komplexverb. übergeführt werden. Die Prodd. können mit den im vorst. Ref. genannten Schädlingsbekämpfungsmitteln, mit Netzmitteln (wie Alkylnaphthalinsulfonaten, Fettalkoholsulfonaten, Polyäthylenglykolderiv. alkylierter Phenole), inerten Füllstoffen u. Klebstoffen zu Trockenstäubemitteln u. Spritzmitteln verarbeitet werden. Die Menge der in W. unlösl. Salze beträgt bes. 5—10%, berechnet auf das Trockengewicht der fertigen Präparate. Die Überzüge sind sehr hafter u. zeigen hervorragende Dauerwirkung. — Beispiel: 10 (Gewichtsteile) DDT, 1 diisobutyl-naphthalinsulfonsaures NH_4 , 5 einer Mischung aus 1 Methylcellulose u. 4 Kaolin, 5 Na_2CO_3 , 6 NH_4Cl , 5 Cu-Salz einer Celluloseglykolsäure, die ca. 0,8 Glykolsäuregruppen pro $C_{12}H_{10}O_4$ -Einheit enthält, 18 Talkum u. 50 Kaolin werden zu einem feinen Pulver vermahlen. Taufeuchte Reben erhalten

beim Bestäuben hiermit einen gegen die Witterung stabilen Belag, der gegen *Heu-* u. *Sauerwurm* schützt. — Weitere Beispiele. (Schwz. P. 262 190 vom 15/8. 1947, ausg. 16/9. 1949.)
LANGER. 6313

S. Winogradsky, *Microbiologie du sol, problèmes et méthodes, cinquante ans de recherches*. Paris: Masson. 1949. 863 S.) fr. 3000.—

VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

William N. Witheridge, *Kupolofenentstaubung*. Der aus dem Kupolofen austretende Staub besteht aus Koks, Asche, S-Verbb., Oxyden des Si, Al, Ca, Mg, Mn, Fe, Zn, Pb u. möglicherweise auch anderen Bestandteilen, die in dem Satz enthalten sind. Die Hauptanteile liegen zwischen $\frac{1}{1000}$ u. 1 mm Korngröße, die D. geht von 1,5—7,5; Bestandteile unter $\frac{1}{1000}$ mm bestimmen die opt. D.; sie stammen aus unvollständiger Verbrennung, ihr Auftreten kann daher durch entsprechende Maßnahmen verhindert werden. Entstaubungseinrichtungen müssen vor allem in dem Bereich oberhalb $\frac{1}{1000}$ mm wirksam sein. Die anfallende Staubmenge schwankt zwischen 4,5 u. 22 kg/t Eisen. Zumischung von Frischluft an der Gichtöffnung hat folgende Vorteile: die Temp. der Gichtgase liegt tiefer, hochdisperser C wird verbrannt, bei feuchter Entstaubung wird weniger W. verdampft, die Gichtbühne wird belüftet. Nachteilig ist: die Ausnutzung von fühlbarer u. latenter Wärme wird erschwert, der Zug wird vermindert, die Leistung der Entstaubung muß an die größere Abgasmenge angepaßt werden. Es werden örtliche Vorschriften besprochen. (Foundry 78. Nr. 2. 84—85. 198—208. Febr. 1950. Detroit, General Motors Corp.)
KRÄMER. 6370

Pierre Nicolas, *Herrichten und Flickern gestampfter Kupolofenfutter*. Stampfmassen auf SiO_2 -Basis sollen 6—8% Al_2O_3 entsprechend 25% Ton enthalten. Bei einer Grundkörnung von 60 AFA sollen ca. 20% Anteile von 1,5—5 mm Quarz vorliegen bei einem Minimum von Feinanteilen. Der Ton soll $<0,2 \text{ MgO}$, $<0,8 \text{ CuO}$, $<0,5 \text{ Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ u. $<1 \text{ Fe}_2\text{O}_3$ enthalten. Die trockene M. wird unter stufenweisem Zusatz von 4—6% W. 6—8 Min. gemischt, bis sie plast. ist, jedoch nicht klebt u. dann 48 Stdn. zugedeckt gelagert. Steht kein Mischer zur Verfügung, wird die trockene gesiebte M. schichtenweise 3—4 cm stark ausgebreitet, dann eine neue Schicht aufgelegt usw. Beim Stampfen sind geteilte Schablonen leichter zu lösen. Ein neu gestampfter Ofen soll mindestens 2 Tage unbeheizt trocknen. Nach Einlegen eines Feuers ist das W. ausgetrieben, wenn ein Thermometer in der Stampfmasse 1,50 m über Düsenoberfläche mehr als 100° anzeigt; jetzt darf die Trocknung forciert werden. In 2 Tagen soll die Temp. des Innenfutters auf 600° gebracht werden. Es ist ratsam, daß zunächst ein Koksfeuer unter dem Ofen gemacht wird. Die Ofenwand soll Löcher von 10 mm Durchmesser haben; die Ausdehnung wird durch verkohlende Substanzen zwischen Wand u. Futter aufgenommen. Flickmasse soll so trocken u. fest wie möglich gestampft werden; sie besteht aus 4 (Teilen) Stampfmasse, 1 feuerfestem Ton, 1 Koksstaub u. wird auf das entschlackte, angefeuchtete Futter aufgebracht. (Fonderie 1949. 1877—79. Dez.)
KRÄMER. 6370

L. W. Sanders und C. H. Kain, *Arbeiten des Technischen Ausschusses der Gießerei Lake und Elliot*. Um die Verwendung von Kohlenstaub zu umgehen, wurde Quarzsand [B.S.-Körnung 44 (16%), 60 (33%), 100 (35%), 150 (16%)] mit 2% Holzharz, in Methylalkohol gelöst, versetzt u. gemischt. Nach dem Abdampfen bei 200° sind die Körner zu Klumpen geballt; nach dem Brechen liegt ein schwarzbraun gefärbter Quarzsand vor. Zusatz von 3% W. u. 3,5% Bentonit ergibt folgende Eigg.: Leichtes Verdichten; gutes Fließvermögen; leichtes Aussehen der Modelle. Gase der Form zünden erst lange nach dem Guß. Gute Oberfläche u. leichtes Putzen macht den Sand auch für grüne Kerne geeignet. Eine Schicht haftet am Stück, fällt jedoch leicht ab. Amerikan. Harz in einem Großvers. mit 15 t Sand zeigte starkes, schwed. Harz in Vorvers. weniger starkes Haften dieser Schicht. Umfangreiche Verss., die im einzelnen beschrieben sind, führten zu einer Kunstharz-Kernsand-Mischung aus: 0,5% Phenolharz, 2,5% W. u. 1,5% nicht gereinigtem Dextrin; letzteres ergibt bei 2—3% W. 4fache Grünfestigkeit gegenüber reinem Dextrin. 15 Min. Wartezeit vor dem Trocknen senken durch Wasserverlust die Festigkeit auf die Hälfte. Zur Erhöhung der Abriebfestigkeit werden die Kerne mit einer Lsg. von Harz in W. angeblasen. Seifenslg. verhindert das Kleben der Kerne im Kasten. (Foundry Trade J. 87. 481—90. 20/10. 1949.)
KRÄMER. 6382

Henry Laplanche, *Mengenmessung von gasförmigen Stoffen und deren Regelung in der Gießerei*. Vf. behandelt die Notwendigkeit der Mengenmessung bei Verbrennungsvorgängen, Grundlagen der Mengenmessung, dazu verwendete Vorrichtungen, Berechnung der Mengen aus den Differenzdrücken, Anzeige- u. Schreibgeräte einschließlich konstruktiver Einzelheiten. Abschließend werden die Beziehungen zwischen Schmelzleistung, Windmenge u.

Koksverbrauch für den Kupolofen behandelt, ein Schreibgerät für gleichzeitige Druck- u. Mengemessung beschrieben u. die automat. Regelung der Windmenge durch hydraul. oder elektr. Verstellung der Drosselklappe in der Windleitung beschrieben. Die Kontrolle der Windmenge ist von ausschlaggebender Bedeutung, wenn gleichmäßige Zus. vor allem bzgl. des C-Geh., gleichmäßige Temp. des Rinneneisens, Kokseinsparung ohne Abfall der Eisentemp., Ausschaltung atmosphär. Einflüsse u. falscher Einstellung von Hand u. sofortiges Erkennen von Unregelmäßigkeiten am Gebläse erreicht werden sollen. — Schrifttum. (Fonderie 1949. 1819—34. Nov.; 1851—68. Dez.) **KRÄMER. 6382**

J. S. Turnbull, Präzisionsguß nach dem Wachsausschmelzverfahren. Nach Behandlung des bei der Herst. von Zahnersatz üblichen Verf. beschreibt Vf. dessen Entw. zum industriellen Fertigungsverfahren. Die durch zahlreiche Abbildungen erläuterte Darst. des bekannten Verf. enthält folgende Hinweise: Die mit Äthylsilicat gebundene Formmasse für Stahlguß u. ähnliche Stoffe mit einem bas. Oxyd als Katalysator benötigt 6 Stdn. zum Abbinden. Die Trockenzeit beträgt für einen Würfel mit 150 mm Kantenlänge 24 Stdn., für einen Körper 150×200×250 mm mindestens 48 Stdn. bei 35—40°. 85% des Wachses werden zurückgewonnen. Um Risse in der Formmasse zu vermeiden, wird beim Brennen in einem kontinuierlich arbeitenden Ofen die Temp. am Eintritt auf 250° gehalten u. erst weiter im Ofen langsam auf 1000° gesteigert. Für eine Form von 150×200×250 mm sind 5 Stdn. bis zum Erreichen der Endtemp. erforderlich. Gegenüber einem Schmiedeteil aus Cr-Mo-Stahl mit 90 kg/mm² Zugfestigkeit u. 22% Dehnung betragen die Werte des gegossenen Werkstoffs 78 kg/mm² bei 17% Dehnung; der Abfall ist durch Mikroporosität u. eingeschlossene Oxydhäute bedingt. Für Stückzahlen bis zu 20 sind Gipsformen für die Wachsmodele verwendbar, darüber nimmt man Bi-Sn-Formen, die bei 5000 gefertigten Wachsmodellen noch keinerlei Verschleiß zeigten. Üblich ist ein Ausschuß um 20%. (Foundry Trade J. 88. 179—88. 16/2. 1950. Metropolitan Vickers Electrical Co.)

KRÄMER. 6382

P. E. Gainsbury, Präzisionsguß. Für das Wachsausschmelzverf. bestehen die Massen zum Einbetten der Wachsmodele für die niedrigschm. Metalle aus Gips u. für die höherschm. aus feuerfesten Stoffen. Um das Abbinden der Einbettungsmassen zu beschleunigen, werden an Stelle von Formkästen aus Metall solche aus abgebundenem Gips vorgeschlagen. Der Gips entzieht dem Massenbrei den Überschuß an Flüssigkeit. Wenn die Form im Vakuum zwecks Beseitigung der Luft behandelt werden soll, hat sich eine Wachspapier-schicht zwischen Formmasse u. Gipskasten bewährt, die nach der Vakuumbehandlung herausgenommen wird. (Metal Ind. [London] 75. 497. 9/12. 1949. London, Mond Nickel Co.)

BÜLTMANN. 6382

D. F. B. Tedds, Verwendung von Äthylsilicat für besondere Gießereizwecke. Kieselsäure-äthylester hydrolysiert bei Ggw. alkal. Stoffe schnell unter Bldg. gelatinöser reaktionsfähiger Kieselsäure, langsamer dagegen bei Zusatz von Säuren, z. B. HCl. Diese Eigg. werden bei der Verwendung von Äthylsilicat als Bindemittel zur Herst. feuerfester Massen ausgenutzt. Es wird das für die Hydrolyse des Äthylsulfats verwendete W. mit HCl angesäuert u. sodann die überschüssige Säure beim Mischen mit dem feuerfesten Material durch das darin enthaltene oder ihm zugesetzte MgO neutralisiert. Prakt. werden 3 Standardmischungen aus Äthylsulfat, W., Methylalkohol u. HCl mit dem feuerfesten Stoff (Aluminiumsilicat, Sillimanit) bestimmter Körnung oder mit Formsand unter Zusatz von MgO gemischt u. für die verschied. Gießereizwecke, wie zur Herst. von Formen für Stahlguß, von Kernen, von Tiegeln oder Futter für Elektrofen verwendet. Die geformte M. wird getrocknet u. bei 1000° gebrannt. Mit steigendem MgO-Geh. sinkt die Abbindezeit der Formmasse. Die Bindemittelmischung wird auch als Schlichte verwendet. (Metal Ind. [London] 75. 27—30. 33. 8/7. 1949. Bristol, Aeroplane Co.) **MEYER-WILDHAGEN. 6382**

G. Krumlauf, Guß von Glas- und Gummiformen. Für Formen mit stark detaillierten Oberflächen, die nach dem Guß nicht bearbeitet werden, wird ein Kernstück aus ZrO₂-Modellsand mit Quarz-Kernsand als Füllstoff aufgestampft. 125 Teile feinkörniges ZrO₂ werden mit 1 Teil Leinöl gemischt. Gemahlene ZrO₂ unter 0,1 mm Körnung wird mit Öl zu einer spritzfähigen Emulsion aufbereitet, die als Schlichte vor u. nach dem Trocknen aufgesprüht wird. Abschließend erfolgt eine Oberflächenroeknung. Übliche legierte Gußeisen für Glasformen enthalten 0,5—0,7 (%) Cr u. 0,3—0,4 Mo oder 0,5—0,7 Ni u. 0,2 bis 0,3 Mo. Es wird ein Verf. kurz behandelt, bei dem fein zerkleinerter Stahlkies in Anteilen von 10% dem ZrO₂-Modellsand zugemischt wird, um durch Schreckwrg. eine Kornverfeinerung hervorzurufen. In diesem Fall ist einwandfreie Schichten der Oberfläche ausschlaggebend. Wenn ZrO₂-Modellsand in einer Tiefe von 6 mm feinkörnigen Guß erzeugt, liegt bei Stahlkieszusatz die Einwirktiefe bei 12—15 mm. Glasformen mit Toleranzen unter 0,125 mm bei 200 mm Durchmesser sind hergestellt worden. (Amer. Foundryman 15. Nr. 6. 50—52. Juni 1949.)

KRÄMER. 6382

Ernst Justus Kohlmeyer und Karl Heinz Mahlich, *Über die Reduktion des Eisenoxyduls in den Schlacken der Nichteisenmetall-Schachtöfen*. Zur Ermittlung der Abhängigkeit der aus Schlacken reduzierbaren Fe-Mengen wurden Gemische aus Fe_2O_3 , Kalk u. SiO_2 in Tiegeln aus reinem C (Retortenkohle) allein bzw. unter Zusatz von Pyrit oder As_2O_3 bei Temp. von 1300—1400° zur Rk. gebracht. Aus den Unterss. geht hervor, daß die Red. von FeO in geschmolzenen Kalk-Eisen-Silicaten mit zunehmender Menge an SiO_2 , bezogen auf den CaO-Geh., abnimmt. Der O₂-Abbau bis zu metall. Fe vollzieht sich in den geschmolzenen Stoffen genau so, wie es SCHENK bei Reduktionsverss. mit den gleichen Stoffgemischen im festen Zustande bei 700—900° festgestellt hat. Es bleibt dahingestellt, ob bei der Einstellung der Gleichgewichte das Vorhandensein von Verb. bes. von CaSiO_2 auch im geschmolzenen Zustande eine Rolle spielt, ob also der Abbau des FeO stufenförmig oder harmon. verläuft. Ggw. von S setzt die Red. von FeO herab. Das kann dadurch erklärt werden, daß an Stelle der sonst vorhandenen metall., Fe_3C enthaltenden, Phase eine Schmelze aus Fe(II)-sulfid der FeO-Schlacke gegenübersteht. Bei Ggw. von As besteht die metall. Phase aus Eisenarsenid, die sich nicht anders verhält als eine Phase aus C-haltigem Fe. Die Red. der Schlacken durch C wurde durch die Anwesenheit von As_2O_3 u. dadurch bedingte Bldg. von Eisenarsenid nicht beeinflusst. (Z. Erzbergbau Metallhüttenwes. 3. 34—40. Febr. 1950. Berlin-Grünwald bzw. Braunschweig.)

MEYER-WILDHAGEN. 6390

W. Sauerland, *Über das Eisencarbid*. Vf. führt aus, daß für den Ablauf einer chem. Rk. nicht nur deren Wärmetönung maßgebend ist, sondern (bes. bei höheren Temp.) auch die Reaktionsentropie, d. h. die Differenz zwischen den Entropien der Ausgangsstoffe u. der entstehenden Stoffe. An Berechnungen wird gezeigt, daß die Reaktionsarbeit der Rk. $3\text{Fe} + \text{C} \rightleftharpoons \text{Fe}_3\text{C}$ wenigstens bis zu 900° K = 627° C positiv bleibt, d. h. daß die Rk. bis zu diesen Temp. nicht freiwillig abläuft. Zwar steigt die Triebkraft der Rk. mit zunehmender Temp., doch bleibt das Gleichgewicht in diesem Temperaturbereich auf der Seite: $3\text{Fe} + \text{C}$. (Neue Giesserei, techn.-wiss. Beih. 1. 43—44. Sept. 1949. Aachen, TH, Inst. für allg. Metallkunde u. Gießereiwesen.)

HABEL. 6390

Jean Gélain, *Die Härte von Gußeisen und ihre Beziehung zu anderen Festigkeitseigenschaften*. Aus dem Vgl. von Beziehungen zwischen Härte u. Zug- bzw. Biegefestigkeit, wie sie von F. ROLL, J. N. ALCACER u. J. MACKENZIE aufgestellt wurden, zieht Vf. den Schluß, daß es möglich ist, für ein Eisen, welches laufend unter gleichen Bedingungen erschmolzen wird, kleine Abweichungen der Eigg. durch Kontrolle der Härte zu ermitteln; es ist nicht möglich, aus der Härte eines Eisens generell auf seine Zugfestigkeit zu schließen u. beliebige Gußeisentypen miteinander zu vergleichen. Was sich jedoch festlegen läßt, ist ein gewisser Streubereich, innerhalb dessen die Werte für Zugfestigkeit u. Härte üblicherweise liegen. (Fonderie 1949. 1873—75. Dez.)

KRÄMER. 6402

S. W. Palmer, *Einfluß der Erhitzungsgeschwindigkeit beim Temperprozeß*. Verkürzte Wiedergabe der C. 1950. I. 607 referierten Arbeit. (Engineering 168. 69. 15/7. 1949.)

KRÄMER. 6406

Franz Pawlek, *Fortschritte auf dem Gebiet der Stahlerzeugung*. Überblick. Behandelt werden das Herdfrischverf., das Windfrischverf., das Elektroverf. u. das Gießen. — Schrifttumsangaben u. Diskussion. (Technik 4. 569—73. Dez. 1949. Berlin-Charlottenburg, Techn. Univ.)

HABEL. 6408

Rudolf Schäfer, *Suspensionen und Zwischensubstanzen im Stahl*. Zum Kenntlichmachen von Suspensionen u. Zwischenstoffen im Stahl eignet sich ein Ätzmittel aus einer schwach alkoh. Jodlsg. mit 0,15—0,20%. Hierdurch gelingt es, den Einfl. von Einsatz, Frischgeschwindigkeiten, C-Geh., Desoxydations- u. Legierungszusätzen auf Suspensionen u. Zwischenstoffe zu erkennen. Dabei zeigt sich, daß minderwertiger Schrott, Ferromangan, Ferrosilicium sowie eine Anzahl anderer Ferrolegierungen vielfach die Urheber dieser Stoffe sind. Der Vorteil der Desoxydation mit Al, geringen Badtiefen u. der in Elektroöfen möglichen Arbeitsweise wird dargelegt. Der Einfl. der durch Jodlsg. kenntlich gemachten Zwischenstoffe auf die mechan. Eigg. konnte festgestellt u. bes. eine Verminderung der Querwerte der Kerbschlagzähigkeit beobachtet werden. Schließlich wird die für die Jodätzung anzuwendende Arbeitsweise beschrieben. (Arch. Eisenhüttenwes. 20. 349—53. Nov./Dez. 1949. Geisweid.)

HABEL. 6408

Sepp Ammareller, *Seigerungen und Festigkeitseigenschaften eines Schmiedestückes aus einem 56 t-Block*. Es wird versucht, das Ausmaß der Seigerungen der wichtigsten Elemente (Mn, Mo, Cu, C, P u. S) festzustellen. Die gefundenen Werte lagen höher als bislang angenommen wurde. Eine Stoffbilanz von Mn u. S ergab, daß neben dem in Mischkristall enthaltenen u. dem an S gebundenen Mn noch überschüssiges Mn vorhanden ist, das irgendwie abgebunden sein muß. Die Best. der Zus. der oxyd. Einschlüsse nach dem Verf. der Einschlüßisolierung ergab bemerkenswerte Anteile an MnO, bes. am Rand u. in der

Mitte. Die gefundenen Festigkeitswerte weichen von den bisher veröffentlichten nicht ab. Bruchdehnungs- u. Einschnürungswerte durchlaufen im Seigerungsgebiet einen Tiefpunkt; die Korbschlagzähigkeitswerte dagegen werden wenig beeinflusst; sie sind von der Durchvergütung abhängig. — Diskussion. (Stahl u. Eisen 70. 125—33. 16/2. 1950. Bochum.)

HABELL. 6408

Theo Kootz, *Zur Temperaturmessung an Thomasroheisen*. Die Strahlungszahl von fl. Roheisen ist weitgehend unabhängig von der Temp. u. beträgt 0,5. Silicathäute strahlen „schwärzer“ mit einer Strahlungszahl zwischen 0,6 u. 0,7. Bei opt. Messung im Roten an blankem Thomasroheisen müssen 80°, bei Oxydhautbedeckung ca. 55° hinzugezählt werden, um die wirklichen Temp. zu ermitteln. Auf dem Wege vom Hochofen bis zum Mischer verliert das Roheisen am stärksten an Temp., während des Einlaufens in die Pfanne, durch Aufheizung des abgekühlten Pfannenmauerwerks. — Diskussion. (Stahl u. Eisen 70. 186—92. 2/3. 1950. Duisburg-Hamborn.)

HABELL. 6408

Werner Geller, *Konzentrationsänderungen beim Auslagern von Thomasstahl nach dem Verblasen*. Es werden die Konzentrationsänderungen im Stahlbad u. in der Schlacke verfolgt. Die Verss. zeigen, daß die Gleichgewichte zwischen Stahlbad u. Schlacke unter den vorliegenden Betriebsbedingungen prakt. erreicht waren bis auf die P-Rk., die bei Endgehh. zwischen 0,04 u. 0,08% P etwas nachhinkte. Beim Verblasen auf 0,02 u. 0,03% P hatte auch die P-Rk. ihr Gleichgewicht erreicht. (Stahl u. Eisen 70. 145—46. 16/2. 1950. Aachen, TH, Inst. für Eisenhüttenkunde.)

HABELL. 6408

W. Strohfeld, *Zur Frage der Wärmebehandlung verschiedener Stähle und ihrer Verwendung*. (Vgl. C. 1950. I. 223.) Nach Begriffsbestimmungen über Flußeisen u. Erörterung des Fe-Fe₃C-Diagramms u. der Gefügemwandlungen wird bes. eingegangen auf die Wärmebehandlung, Eigg. u. Verwendung eines Mn-Si-Stahles mit 0,45% C, 1 Mn u. 1 Si, ferner auf die Anlaßsprödigkeit bei einem Stahl mit 0,12—0,20 C u. 2—2,4 Mn, die durch schnelle Abkühlung nach den Anlassen behoben werden kann, u. ferner auf den Stahl VCV 150 mit 0,45—0,55 C, 0,6—0,9 Mn, 0,9—1,2 Cr u. 0,1—0,3 V, der bes. für schneidhaltige oder federnde Beanspruchung empfohlen wird. (Industrie-Rdsch. 4. Nr. 32/33. 8—10. 10/9.; Nr. 34/35. 3—6. 25/9. 1949. Wuppertal-Elberfeld.)

HABELL. 6410

Erich Schauff, *Über die Herstellung von Feinblechen, insbesondere für die Emaillierung*. Überblick über die Zus. von Stählen für Feinbleche u. die Nachbehandlung des Walzerzeugnisses. Ferner werden Sonderfragen zur Emaillierung von Feinblechen behandelt; hierbei wird verwiesen auf die Verwendung eines mit Al beruhigten Stahles mit 0,09 (%) C, höchstens 0,5 Mn, höchstens 0,4 P u. 0,2—0,5 Ti. Mit Zr versetzte Emailen u. Titanemaille haben sich auf dem Stahl gut bewährt. (Metalloberfläche, Ausg. A 4. A 10—A 13. Jan. 1950. Wissen/Sieg.)

HABELL. 6410

Franz Pawlek, *Fortschritte auf dem Gebiet der magnetischen Werkstoffe*. Überblick mit umfassender Schrifttumszusammenstellung. (Metall 3. 211—15. Juli 1949. Berlin.)

HABELL. 6410

Werner Jellinghaus, *Über unvollständig ausgesteuerte Magnetisierungsschleifen von Dauermagnetwerkstoffen*. Die Unterss. befassen sich mit Magnetstählen, u. zwar vom Cr-Si-Stahl als einem Vertreter der niedrig legierten martensit. Magnetstähle aufsteigend über mittel- u. hochlegierte Co-Cr-Stähle bis zu den Al-Ni-Magnetlegierungen u. bis zum hochlegierten „Alnico-400“, mit magnet. Vorzugsrichtung. Es wurden die inneren Magnetisierungsschleifen vom entmagnetisierten Zustand ausgehend über kleine Felder bis zu hohen Feldern aufgenommen. Die an sich sehr unterschiedlichen magnet. Kennwerte der verschied. Werkstoffe ergaben ein ziemlich einheitliches Bild, wenn man die Magnetisierungskurven auf die Koerzitivkraft der äußeren Schleifen als Feldstärkeinheit u. die Magnetisierung auf die Sättigung bezog. Der Verlauf der Hystereseschleifen wird im einzelnen besprochen. Die Hystereseverluste der isotropen Dauermagnetlegierungen folgen der STEINMETZschen Formel. (Z. Metallkunde 40. 339—44. Sept. 1949.)

GEISSLER. 6410

Thomas A. Dickinson, *Gußlegierungen für Dauermagnete*. Da ein grobes Korn sich günstig auf die Magnetisierbarkeit auswirkt, wird meist in grünen Sand gegossen. Man verwendet getrocknete Formen, wenn kleinere Toleranzen eingehalten werden sollen. Liegt die Toleranz für Lochdurchmesser bei $\pm 0,37$ mm, werden Sandkerne, bei $\pm 0,125$ mm Graphitkerne verwendet. Das Eingießen von bearbeitbaren Stahlbolzen, welche ausgebohrt werden, ist wegen der Bldg. von Haarrissen nicht ratsam. Als Werkstoffe werden genannt: Alnico mit Al, Ni, Co, Rest Fe, Cunico, Comol u. New KS. Nach Normalisieren bei 1090 bis 1310° wird Alnico n. oder schroff abgeschreckt. Bei ca. 600° wird angelassen, dann fertiggeschliffen. Metallspritzen ist mit Erfolg zur Ausbesserung oberflächlicher Gußschäden verwendet worden. (Foundry 78. Nr. 2. 146—50. Febr. 1950.)

KRÄMER. 6410

H. J. Miller, *Metallschrott*. Überblick über Erzeugung u. Verbrauch von Original- u. Altmetall u. Legierungen von Cu, Pb, Zn, Al, Sn u. Ni in USA u. Großbritannien. (Metal Ind. [London] 75. 223—25. 16/9.; 251—53. 23/9. 1949. British Insulated Callender's Cables Ltd.) MEYER-WILDHAGEN. 6420

Austen J. Smith, *Bronzegußpraxis*. Zylindr. Blöcke von ca. 11 cm Länge u. ca. 5 cm Durchmesser aus einer Bronze mit 6 (%) Sn, 3,5 Zn, 1,5 Pb, Rest Cu, die in grünen Sand mit verloreinem Kopf in offener Form bei 6 verschied. Temp. zwischen 1315 u. 1093° u. bei einer Temp. nahezu beginnender Erstarrung gegossen wurden, werden zerschnitten u. geätzt. Aus der Kristalltextur folgt, daß beim Gießen bei der höchsten Temp. Kristallisation von den Wandungen aus beginnt u. von dort aus lange Dendriten wachsen, die in der Mitte des Blockes zusammentreffen, weil in der überhitzten Schmelze in der Mitte des Blockes keine Kristallisationszentren gebildet werden können. Bei Gießtemp. von 1148° wachsen auch noch längere Dendriten nach der Mitte, es bilden sich aber auch in der Mitte Kristallkeime bzw. Dendriten. Bei 1093° Gießtemp. bilden sich überall Kristallkeime, so daß sehr gleichmäßige Struktur erhalten wird u. nur sehr wenig Dendriten auftreten. Neben der Erzeugung gleichmäßig feinen Kristallkornes, die noch durch geeignete Ausldg. von Steiger u. Einguß beeinflußt werden kann, spielen noch Gas- u. Zn-Geh. sowie Pb-Verteilung eine Rolle bei der Erzeugung von gesundem Guß aus Bronze u. Messing. (Metal Ind. [London] 75. 10—13. 1/7. 1949.) MEYER-WILDHAGEN. 6432

Kurt Schneider und Eugen Berbling, *Die Entfernung von Magnesium aus Aluminiumlegierungen*. Durch Behandeln mit Alkali- u. Erdalkalihalogeniden kann das Mg z. B. nach der Gleichung $2 NaCl + Mg \rightarrow MgCl_2 + 2 Na$ bei höherer Temp. entfernt werden, jedoch nur bis die Halogenidschmelze 5% $MgCl_2$ enthält. Durch S läßt sich das Mg auch entfernen, aber die S-Verluste sind sehr groß (bei 1100°), bei niedrigerer Temp. ist die Rk. zu träge. Beim Einbringen von Na_2S , das sich sehr weitgehend mit dem Mg umsetzt u. im Kleinvers. gute Resultate ergab, traten im großtechn. Maßstabe starke Explosionen auf. Als vorteilhaftester Weg zur Entfernung des Mg aus Al-Legierungen hat sich eine Behandlung der Schmelze mit elementarem Cl erwiesen. Ferner ist es auch möglich, in bes. gebauten Vakuumdestillationsöfen bei Drucken von 1—2 mm Hg bei 900° das Mg bis auf 0,2—0,3% aus der Legierung abzudestillieren. (Z. Metallkunde 40. 411—17. Nov. 1949.) MEYER-WILDHAGEN. 6442

D. C. G. Lees, *Schwitzperlenbildung bei Aluminiumlegierungen*. Die Bldg. von Schwitzperlen ist als geklärt anzusehen. Sie entstehen bei Temp. oberhalb der Soliduslinie, wenn die Schwindung durch harte Kerne, ungeeignete Kokillenkonstruktion u. durch voreilende Erstarrung einzelner Teile eines komplizierten Stücks behindert wird. Die Erscheinung wird maßgeblich durch die Größe des Erstarrungsintervalls beeinflusst, dieses wiederum durch die Konst. der Legierung. Verursacht ein Legierungselement Schwitzperlen, so kann die Bldg. durch Steigerung des betreffenden Legierungselements behoben werden. Der Geh., welcher die Schwitzperlenbldg. am stärksten fördert, liegt im Bereich der maximalen Löslichkeit im festen Zustand. Bei Al-Legierungen liegen die Gehh. an Legierungselementen meist oberhalb dieser Werte. Folglich vermindert erhöhter Zusatz des Legierungselementes die Neigung zur Schwitzperlenbildung. Dies trifft z. B. für die Al-Mg-Legierung mit 4—6% Mg zu. Abschließend werden Methoden behandelt, die zur Messung der Neigung zur Schwitzperlenbldg. verwendet wurden. — Neueres Schrifttum ab 1946. (Foundry Trade J. 87. 211—20. 18/8. 1949.) KRÄMER. 6442

H. I. Seemann, *Entwicklung und Eigenschaften einer hochfesten Aluminiumknetlegierung*. Unters. an Preßmaterial aus Al-Zn-Mg-Legierungen mit wechselnden Zn-, Mg-, Cu-, Mn- u. Si-Gehh. zeigten, daß bei einer Knetlegierung mit 9 (%) Zn, 1,5 Mg, 0,5 Mn, 2,5 Cu, Fe < 0,3 u. Si < 0,2 ein relatives Optimum der Festigkeitseigg. u. der Beständigkeit gegen Spannungskorrosion auftritt. Es müssen verhältnismäßig enge Toleranzen bei der Gattierung des Werkstoffs eingehalten werden. Die Legierung entspricht hinsichtlich Verformbarkeit dem *Duralumin*, abgesehen von Blechen. Die Lösungsglühtemp. ist rund 450°. Nach Kaltaushärtung lassen sich die für Preßprofile ursprünglich geforderten Mindestwerte für Zugfestigkeit = 54 kg/mm², Streckgrenze (0,2) = 40 kg/mm² u. Dehnung = 8% mit Sicherheit erreichen. Derartiges Preßmaterial verhält sich gegen Spannungskorrosion ähnlich wie entsprechende Halbzeuge aus *Duralumin*. Nach Anlassen auf 100° ist die Spannungskorrosionsbeständigkeit dagegen deutlich geringer als bei *Duralumin*. Der Einfl. der einzelnen Legierungskomponenten, wie Erhöhung des Mg-Geh., die zu verstärkter Empfindlichkeit gegen Spannungskorrosion führt, sowie Beobachtungen über die Spannungskorrosion bei Blechen werden erläutert. (Metall 3. 374—75. Nov. 1949. Saarbrücken.) MEYER-WILDHAGEN. 6442

Jean Dupont und Pierre Rigaut, *Aluminiumlegierungen für Modellplatten und Modelle, Vermeidung von Rissen*. Aus Amerika übernommen ist eine Legierung mit 5—6 (%) Si,

6—7 Cu, <1 Fe, <0,75 Verunreinigungen, 0,15—0,40 Mg u. Rest Al, die in Frankreich aus 40 (%) Al mit 13 Al-Cu (50:50), 40 Al-Si (86:14), 3 Al-Mg (90:10) aufgebaut wird. Als Ersatz liegt am nächsten: 5—7 (%) Si, 3—4,5 Cu, <1,5 Zn, <0,8 Fe, <0,7 Mn, <0,6 Mg, <0,5 Ni, <0,3 Ti, <0,1 Pb, <0,1 Sb + Sn u. Rest Al. Weiterhin wird Al mit 5% Cu verwendet. In England verwendet man Al mit 40% Zn; die Schwindung beträgt 2/100, während die vorst. Legierungen 12—13/100 haben. Um bei doppelseitigen Modellplatten die durch Materialanhäufung bedingte Ribßgefahr zu beheben, werden entweder die Wandstärken durch Kerne auf 10 mm red. oder Kühlkörper aus Al eingegossen. (Fonderie 1949. 1838—40. Nov.) KRÄMER. 6442

W. Küntheer, Qualitätskontrolle in Hüttenwerken. Nach Erörterung der Grundregeln für die Qualitätskontrolle wird u. a. der Einfl. von C, Si, Mn, P, Cr, Ni, Mo, V, W, Cu, Al, O₂, N₂, u. H₂ im Stahl erörtert. — Aussprache. (Technik 4. 425—32. Sept. 1949. Henningsdorf b. Berlin.) HABEL. 6480

M. O. Booth, Qualitätskontrolle bei Temperguß. Rohstoffkontrolle, Probestabform u. Kontrolle des Gieß- u. Glühvorgangs werden gestreift. Zwischenanalysen werden alle 30 Min., Vollanalysen alle 2 Stdn. für jeden Ofen gemacht. Alle 15 Min. wird ein Stab von 80 mm Durchmesser u. 200—225 mm Länge in Kern gegossen; ist der Stab unter Rotglut abgekühlt, wird er abgeschreckt u. gebrochen. Der Bruch soll keine oder nur wenige graue Punkte zeigen. Auf Cr wird einmal, oder wenn notwendig, häufiger geprüft. Im Duplexbetrieb ist die Kontrolle des Kupolofenbetriebs von ausschlaggebender Bedeutung. Der Elektrofen als Warmhalteofen wird entweder schlackenfrei oder auch mit kontrollierter Schlackendecke gefahren. Kontrolle der Form- u. Kernherst. mechanisierter Betriebe wird kurz behandelt. (Amer. Foundryman 18. Nr. 1. 56—58. Juli 1949. Saginaw, Mich., Saginaw Malleable Iron Plant.) KRÄMER. 6480

Herbert Krautkrämer, Josef Krautkrämer und Otto Rüdiger, Ein Überschallgerät zur zerstörungsfreien Werkstoffprüfung. Das beschriebene Gerät besitzt ein hohes Auflösungsvermögen; seine Verwendungsmöglichkeiten sowie Versuchsergebnisse an Plättchen aus Hartmetall-Legierungen u. an unlegierten Stahlblechen werden besprochen. — Diskussion. (Arch. Eisenhüttenwes. 20. 355—58. Nov./Dez. 1949. Köln, Labor. Dr. J. u. H. Krautkrämer, Ges. für Elektrophysik m. b. H., bzw. Essen, WIDIA-Fabrik.) HABEL. 6480

H. E. Gresham, Prüfung mechanischer Eigenschaften bei hohen Temperaturen. Im Hinblick auf die steigende Beanspruchung von Werkstoff für Luftfahrtturbinen werden an Legierungen auf Ni-Basis bei Temp. von 200—850° Kurzzeit-Zerreißprüfungen u. Prüfungen auf Kriechfestigkeit, Ermüdung u. Korrosionsermüdung (in SO₂-Atmosphäre) vorgenommen. Die Durchführung der Verss. wird eingehend erläutert. (Metal Ind. [London] 75. 471—74. 2/12. 1949.) MEYER-WILDHAGEN. 6480

Hans Wilhelm Grönegress, Einfluß der Härtharkeit eines Stahles auf das Ergebnis beim Flammenhärten. Untersucht wurden ein unlegierter Stahl mit ca. 1 (%) C, ein Mn-Cr-V-Stahl mit ca 0,9 C, 1,9 Mn, 0,2 Cr u. 0,1 V sowie ein Cr-Stahl mit ca. 1 C u. 1,2 Cr. Dabei erwies sich ein dem Werkstoff art eigener krit. Durchmesser, bei dem eine Kernhärte von 95% der Oberflächenhärte erreicht wird, zur Kennzeichnung des Härtingungsverh. beim Flammenhärten als zweckmäßig. Die Unterss. ergaben, daß Härtezeit u. Oberflächenhärte vom krit. Durchmesser unabhängig sind; daß unter gleichgehaltenen Verfahrensbedingungen u. Werkstückabmessungen die Härtetiefe linear mit dem krit. Durchmesser ansteigt u. dieser daher für die Gleichmäßigkeit des Härtingusergebnisses bedeutungsvoll ist; daß beim Flammenhärten unabhängig vom krit. Durchmesser u. von den Werkstückabmessungen stets eine Mindesthärte von 2 mm erreicht wird, da aus dem Kern keine Wärme abzuführen ist, u. daß mit zunehmendem krit. Durchmesser unter den angegebenen Versuchsbedingungen die rechner. Härtetiefe um so weniger erreicht wird, je größer der Werkstückdurchmesser ist, da die zur Verfügung stehende Zeit nicht ausreicht, einen völligen Temperaturausgleich herbeizuführen. (Stahl u. Eisen 70. 192—96. 2/3. 1950. Gevelsberg.) HABEL. 6492

Karl Zankel, Betriebserfahrungen mit der unmittelbaren Widerstandserhitzung zum Patentieren von Stahlstrahlen. Erörterung der kennzeichnenden Merkmale u. Vorteile des Verfahrens. (Stahl u. Eisen 70. 58—62. 19/1. 1950. Thörl, Obersteiermark.) HABEL. 6492

Walter Putz, Das Anwärmen von Werkstücken durch Wirbelströme. Elektr. Berechnung der zum Anwärmen der Werkstücke um diese herumgelegten Wicklung, die mit Wechselstrom von 50 Hz gespeist wird. (Werkstatt u. Betrieb 82. 316—17. Sept. 1949.) HABEL. 6492

M. Ulrich und H. Glaubitz, Stand der Induktionshärtung von Zahnrädern. Festigkeits- und Verschleißverhalten. Nach Erörterung fertigungstechn. Fragen werden die verwendbaren Stähle besprochen u. Ergebnisse gebracht über erzielte Egg. induktionsgehärteter

Räder, bes. im Vgl. zu einsatzgehärteten. — Schrifttum. (Z. Ver. dtsh. Ing. 91. 577—83. 15/11. 1949. Stuttgart bzw. Schlewecke/Nette.) **HABEL. 6492**

Soc. An. des Etablissements Jacob Holtzer, Paris, *Warmfeste Eisenlegierung mit austenit.* Gefüge enthält 0,01—0,3 (%) C, 15—25 Cr, 8—20 Ni, <20 Co u. 0,4—3 Ti. Ferner können vorhanden sein <5 W u./oder <5 Mo. — Diagramm. (Schwz. P. 260 130 vom 14/2. 1947, ausg. 16/7. 1949. F. Prior. 12/3. 1945.) **HABEL. 6411**

Firth-Vickers Stainless Steels Ltd., Sheffield, Yorkshire, England, *Stahllegierung mit sehr hohem Widerstand gegen dauernde Verformungsbeanspruchung*, bes. zur Herst. von Maschinenteilen, die zur Kraftübertragung dienen u. bei Temp. bis zu 800° arbeiten, enthält bis 1,5 (%) C, 12—20 Cr, 15—25 Ni, 2—6 Cu, 2—6 Mo, 0,25—2 Ti u. als Rest Fe mit bis zu 2 Mn u. 2 Si. Ferner kann noch bis 1 V vorhanden sein. Vorzugsweise enthält der Stahl bis 0,3 C, 12—16 Cr, 16—18 Ni, 3—4,5 Cu, 3—4,5 Mo u. 0,25—1 Ti. (Schwz. P. 257 159 vom 26/4. 1946, ausg. 16/3. 1949. E. Prior. 7/4. 1941.) **HABEL. 6411**

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, Niederlande, *Herstellung eines ferromagnetischen Kernes mit geringen Verlusten bei Hochfrequenz* aus einem einen spezif. Widerstand höher als 1000 Ohm·cm aufweisenden Material, das wenigstens ferromagnet. kub. Ferrit enthält, dad. gek., daß man bei der Anfertigung für einen solchen Sauerstoffgeh. des Ferrites Sorge trägt, daß bei Zimmertemp. der auf die magnet. Feldstärke Null extrapolierte Kernverlustfaktor $tg \delta$ im Frequenzgebiet zwischen 10 u. 1000 kHz weniger als 0,06 beträgt. Man kann ein in bezug auf Sauerstoff ungesätt. Ferrit durch Verwendung von reinem Sauerstoff Sauerstoff aufnehmen lassen. Vorzugsweise stellt man den Kern aus einem Ferrit mit einem CURIE-Punkt zwischen 50 u. 250° C her bzw. aus einem Mischkristall von Zinkferrit u. einem Ferrit mit einem höheren CURIE-Punkt als der von Zinkferrit. (Schwz. P. 256 023 vom 29/10. 1942, ausg. 16/3. 1949. Holl. Prior. 24/10. 1941.) **HABEL. 6411**

Mond Nickel Co. Ltd., England, und L. S. Renzoni, Canada, *Erzeugung von massivem Nickel*, das als Anode in der elektrolyt. Vernickelung dienen soll. Bei der Bereitung von 0,005—0,5% S enthaltendem, massiven Ni durch elektrolyt. Abscheidung an der Kathode aus saurem, wss., mindestens ein Ni-Salz enthaltenden Elektrolyten kann S bes. vorteilhaft in das Ni eingeführt werden, wenn dem Elektrolyten mindestens eine lösl. u. an der Kathode zu H₂S reduzierbare S-Verb., z. B. SO₂, ein Alkali- oder Erdalkalisulfid oder -bisulfid, zugesetzt wird. (F. P. 942 891 vom 23/10. 1946, ausg. 21/2. 1949. Can. Prior. 12/6. 1943.) **DONLE. 6435**

International General Electric Co., Inc., New York, V. St. A., *Nickellegerierung*, besteht aus 5—20 (%) Cr, 5—15 Mo, 4,5—6 Al, Rest Ni. Die Legierungen können noch ca. 2 Nb, ca. 0,5 B u. bis 20 Co, sowie Desoxydationsclemente Mn u. Si je bis ca. 0,5 u. als Verunreinigungen ca. 0,1 C u. bis 4,5 Fe enthalten. Bereits im Gußzustand besitzen sie hohe Oxydationsbeständigkeit u. bei Temp. von 800° hohe Bruchfestigkeit, sie verlangen daher keinerlei Wärmebehandlung. (Schwz. P. 260 131 vom 10/1. 1947, ausg. 1/7. 1949. A. Prior. 21/5. 1945.) **GÖTZE. 6435**

Rolls Royce Ltd., Derby, England, *Wärmebehandlung von Nickellegerierungen*. Zwecks Erhöhung der Kriechfestigkeit werden Ni-Legierungen, die mindestens 5% Cr enthalten, mit oder ohne anderen Zusätzen (Ti, Fe) einer Erwärmung zwischen 650 u. 895° während 5—30 Stdn. unterworfen, wobei die Temp. in den ersten Stdn. höher gehalten wird als in den nachfolgenden. Nach Abkühlung der Legierungen, was aber nicht unbedingt notwendig ist, kann dann die übliche Ausscheidungshärtung durch Glühen bei 1020 bis 1100°, Abkühlen oder Abschrecken u. Altern bei 650—850° erfolgen. (Schwz. P. 257 800 vom 7/2. 1947, ausg. 16/4. 1949. E. Prior. 8/2. 1946.) **GÖTZE. 6435**

Aluminium-Industrie-Aktien-Gesellschaft, Chippis, Schweiz, *Herstellung von Aluminium*. Ein Gemisch aus tonerdehaltigem Stoff, z. B. Bauxit, u. C-haltigem Reduktionsmittel, z. B. Ruß oder pulverisiertem Koks, über das Al-Halogenid (AlCl₃ oder AlF₃) hinweggeleitet worden ist, wird bei einem Druck von höchstens 30 mm Hg auf eine Temp. von mindestens 1300° erhitzt. Die sich hierbei bildende dampfförmige Al-Halogenverb. wird aus dem Reaktionsgemisch entfernt u. durch Abkühlen in Al u. AlCl₃ bzw. AlF₃ zerlegt. Das Al wird vom Al-Halogenid getrennt, wonach das Halogenid wieder verwendet wird. Das Verf. bietet den Vorteil, daß unmittelbar reines Al aus Al-Erzen gewonnen werden kann. Der Al₂O₃-enthaltende Rohstoff kann dadurch noch vorgereinigt werden, daß er mit H₂ oder C-haltigem Reduktionsmittel bei hoher Temp. von z. B. 800—1000° zur Red. der oxyd. Fe-Verbb. erhitzt u. hierauf mit Cl behandelt wird. Dabei verflüchtigt sich FeCl₃, aus dem das Cl durch Erhitzen an Luft wiedergewonnen wird. (Schwz. P. 261 162 vom 25/10. 1947, ausg. 16/8. 1949.) **MEYER-WILDHAGEN. 6443**

Rolls Royce Ltd., Großbritannien, *Aluminiumlegierung* enthält 1—3,5 (%) Mg, u. 0,2—2 Ag, ferner vorzugsweise 0,05—1 Mn, Rest Al. Andere Elemente können vorhanden sein, u. zwar bis 0,35 Si, bis 2 Ni, je bis 1 Fe, Zn, Co u./oder Zr, je bis 0,5 Sb, Sn u./oder Cr, je bis 1—0,3 Cu, Ti, Be, V, Mo, W, Nb, Ce u. andere seltene Erden als Desoxydationsmittel u. Kornverfeinerer. Für seltene Erden darf Mischmetall bis zu 1 verwendet werden. Ferner dürfen je bis zu 0,1, insgesamt bis zu 0,3 Li, Cd, Ca, Sr, Ba, Th, As, Pb u. Bi vorhanden sein. Die Wärmebehandlung besteht in Lösungsglühen bei 520 bis 550° während 1—20 Stdn.; Abschrecken u. Altern bei 160—200° während 8—30 Stunden. Eine Legierung aus 2,5 Mg, 0,2 Si, 0,5 Ag, 0,25 Fe, 0,15 Mn, Rest Al wurde heiß geschmiedet, 2½ Stdn. bei 550° gegläht, in W. abgelöscht u. 24 Stdn. bei 165° gealtert. Die Brinellhärte stieg von 45 auf 85; ohne Ag-Zusatz wäre sie auf 45 geblieben. Die Legierungen sind erheblich widerstandsfähiger gegen Korrosion als gleiche ohne Ag-Gehalt. Bei Zusatz von Zn wird die Festigkeit erhöht, aber es entsteht eine etwas größere Abnahme der Dehnung nach der Korrosionsprobe. Die Legierungen können im Gußzustand u. auch zum Schmieden verwendet werden. Beim Schmieden darf Kaltbearbeitung vorgenommen werden, um die Festigkeit zu erhöhen, sie kann entweder nach dem Lösungsglühen u. vor dem Altern oder nach voller Wärmebehandlung durchgeführt werden. Die Legierungen sind schweißbar. (Schwz. P. 257 786 vom 7/2. 1947, ausg. 16/4. 1949. E. Prior. 8/2. 1946.)
MEYER-WILDHAGEN. 6443

Rolls Royce Ltd., Derby, England, *Aluminiumlegierung* enthält 10,0—15,0 (%) Si, 0,1—0,8 Ni, wenigstens 0,05 Cu u. wenigstens 0,05 Ag (0,35—1 Cu + Ag), 0,15—0,45 Mn u. 0,07—0,55 Mg, ferner 0,35—0,6 Fe, bis 0,6 Zn, bis 0,1 Be, bis 0,1 Th u. noch je bis 0,15 B, Ca, Ce, Cr, Co, Li, Mo, Nb, K, Ta, Ti, W, V u. Zr. Die Summe der Geh. der Elemente B bis Zr soll 0,35 nicht übersteigen, sie bezwecken Verfeinerung des Gefüges. Eine bevorzugte Zus. ist 11,5—13,2 (%) Si, 0,25—0,45 Ni, 0,25—0,50 Cu, 0,25—0,40 Ag, höchstens 0,35 Fe, 0,15—0,45 Mn, bis zu 0,15 Ti, bis zu 0,15 Ca, 0,01—0,10 Na, bis zu 0,15 Zr, 0,07—0,30 Mg (für Sandguß) oder 0,07—0,45 Mg (für Kokillenguß), Rest Al. Die Legierungen zeichnen sich durch geringe Ausdehnung, gute Härte u. Festigkeit, bes. bzgl. Streckgrenze u. Kriechen aus. Sie können einer Homogenisierungsglühung bis zu 540° unterzogen werden mit oder ohne nachherigem Altern bei ca. 160° während 24 Stdn. oder während ca. 6 Stdn. bei 180°. Bei Verwendung der Legierungen im geschmiedeten Zustande soll der Si-Geh. 12,5% nicht übersteigen. (Schwz. P. 260 645 vom 18/9. 1946, ausg. 1/8. 1949. E. Prior. 10/3. 1944.)
MEYER-WILDHAGEN. 6443

Rolls Royce Ltd., Derby, England, *Wärmebehandlung einer Aluminiumlegierung*, die aus 5—7 (%) Cu, 0,01—0,5 Ti, 0,01—1 Mn, 0,8 Si u. Fe zusammen u. aus Al als Rest besteht. Die Legierung wird einer Homogenisierungsglühung bei 535—545° während wenigstens 10 Stdn., einem Abschrecken in W. von 37—100° u. einer Alterung zwischen 200 u. 250° während wenigstens 10 Stdn. unterworfen. Eines oder mehrere andere Elemente, die Kornverfeinernden Charakter haben, können bis zu einem Gesamtgeh. von 0,5 verwendet werden, nämlich Na, Ag, Ba, Zn, seltene Erden, V, Nb, Cr, Te, Co, Zr, Sb, Be, Bi, B, Cd, Ca, Pb, Li, Mo, W, Tl u. Th. Die Legierung eignet sich bes. für Kolben von Flugmotoren. Bei der Anwendung der Wärmebehandlung ist es möglich, Fe u. Si zusammen in einer Menge von bis zu 0,8% auftreten zu lassen u. damit die Verwendung bes. seiner Ausgangsmetalle zu vermeiden. (Schwz. P. 257 799 vom 16/9. 1946, ausg. 16/4. 1949. E. Prior. 25/2. 1944.)
MEYER-WILDHAGEN. 6443

Aluminum Co. of America, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Entfernen von Eisen aus Metallschmelzen mit mehr als 80% Magnesium*. In die Schmelze werden bei einer Temp. zwischen 700 u. 900° oder auch bei 955°, je nach Fe-Geh. 0,25—5% ZrCl₄ eingeführt. Die Schmelze wird ½—15 Min. stehengelassen, wobei das Fe ausfällt u. sich auf dem Boden zusammen mit Zr sammelt. Das ZrCl₄ wird in kompakter Form, z. B. als Brikett, allein oder im Gemisch mit 25—65% NaCl u./oder KCl angewendet. Der Geh. an Fe wird auf 0,004% u. weniger vermindert. Enthält die Schmelze außer Mg noch Al, so geht bei der Behandlung mit ZrCl₄ kein Zr in die Legierung; bei Abwesenheit von Al kann nach der Behandlung Zr in der Mg-Legierung, jedoch gewöhnlich nicht mehr als ca. 0,4% vorhanden sein. (Schwz. P. 259 877 vom 25/5. 1946, ausg. 16/7. 1949. A. Prior. 30/3. 1942.)
MEYER-WILDHAGEN. 6445

Magnesium Electron Ltd., London, England, *Magnesiumlegierung* enthält mindestens 0,3% „lösl.“ Zr u. 0,0001—1%, bes. 0,01—0,1% mindestens eines Erdalkalimetalls mit einem At.-Gew. zwischen 87 u. 138, wie Ba u./oder Sr sowie gegebenenfalls noch Zn, Cd, Ag, Ce, seltene Erden, Li, Ca u. Mg als Rest. Unter „lösl.“ Zr wird solches verstanden, das sich beim Behandeln der Legierung mit einer aus 15 Volumenteilen HC (D. = 1,16) u. 85 Volumenteilen H₂O bestehenden Lsg. auflöst. Durch den Geh. an lösl. Zr wird in den Legierungen ein feines Korn erzeugt. Die Korngröße soll zwischen 0,015—0,040 mm betragen. Die Legierungen, die im gegossenen u. geschmiedeten oder gewalzten Zustand

zu verwenden sind, zeigen bessere Festigkeitseigg. gegenüber gleichen, aber Zr-freien Legierungen. Überschreitet der Geh. an Ba oder Sr 0,1%, so wird die Dehnung merklich vermindert. Zr, Ba, Sr, Li u. Ca können in metall. Zustand in das Mg eingeführt oder auch in Form ihrer Fluoride mit dem Mg umgesetzt u. auf diese Weise eingebracht werden. Zur Vermeidung zu großen Abbrandes werden Gießformen u. Schmelze mit einem aus 1 Teil S u. 1 Teil Borax bestehenden Gemisch gepudert. (Schwz. P. 261 434 vom 22/3. 1946, ausg. 1/9. 1949. E. Prior. 22/3. 1945.) MEYER-WILDHAGEN. 6445

Aluminium-Industrie-Akt.-Ges., Chippis, Schweiz, Herstellung von Leichtmetallkörpern. Oberflächlich oxydiertes Leichtmetallpulver, das mindestens 50% Teilchen einer Größe von weniger als 2μ enthält, wird kalt zusammengepreßt u. warm verformt. Die Verformung wird bei 350—500° durch Strangpressen bei Querschnittsverminderung von über 70% oder im Gesenk vorgenommen. Auf diese Weise werden Leichtmetallkörper mit einer D. von höchstens 5, vorzugsweise von höchstens 3, einer Zugfestigkeit von über 25 kg/mm² wenigstens in einer Richtung u. einer Brinellhärte von mindestens 75 kg/mm² auch im geglähten Zustande erhalten. Al-Pulver, das frei von Al₂O₃ ist oder nur einige % Oxyd enthält, ist unbrauchbar, weil mit ihm die geforderten mechan. Eigg. nicht erreicht werden. Es können Pulver verschied. Al-Legierungen verwendet werden, so daß auch Körper mit ungleichmäßig verteilten Eigg. erhalten werden, daß z. B. bei Kolben für Brennkraftmaschinen der Kolbenboden aus anderem Material besteht als der Kolbenmantel. (Schwz. P. 259 878 vom 8/5. 1947, ausg. 16/7. 1949.) MEYER-WILDHAGEN. 6475

Erik Harry Eugen Johansson, Stockholm, Schweden, Herstellung von Metallpulver runderlicher Kornform. Es wird mindestens eine Metallverb., z. B. FeCl₃, mit einem weniger edlen Metall, z. B. K in einer Gasatmosphäre dispergiert u. beide Stoffe werden bei einer unter dem F. des herzustellenden Metalls liegenden Temp. (z. B. bei 380—420°) miteinander zur Rk. gebracht. Die Rk. wird unter vermindertem Druck vorgenommen. Die zu reduzierenden Metallverb. sollen nach Möglichkeit Mischkristalle bilden u. die Metalle im gleichen Verhältnis wie das herzustellende Legierungspulver enthalten; sie können an verschied. Anionen gebunden sein. Als reduzierende Metalle werden Alkali- oder Erdalkalimetalle benutzt. Die Red. kann in ruhender oder strömender Atmosphäre eines neutralen oder reduzierenden Gases vorgenommen werden. Das entstehende Metall- oder Legierungspulver hat runderliche Kornform, d. h. keine scharfen Kanten oder Ecken oder fadenförmige oder bandartige Verästelungen. Die Korngröße kann durch Regelung der Geschwindigkeit mit der die Reaktionsteilnehmer in den Reaktionsraum durch das Trägergas eingeführt u. aus diesem Raum herausgeführt werden, verändert werden. (Schwz. P. 259 894 vom 9/1. 1946, ausg. 16/7. 1949.) MEYER-WILDHAGEN. 6475

Victor Pissot-Dagnette, Basel, Schweiz, Aluminiumlot. Das Lot besteht aus 5 bis 30(%) Ag u. 70—95 Al oder einer Al-Legierung. Es wird hergestellt durch Verschmelzen von Al oder Al-haltigem Leichtmetall mit Ag oder Ag-haltigem Metall, wobei das Mischungsverhältnis so zu wählen ist, daß der F. des Lotes unter dem des Al-haltigen Leichtmetalls liegt. Das Lot fließt wie gewöhnliches Ag-Lot. Die Lötstellen werden bei späterem Beizen nicht schwarz u. bleiben korrosionsbeständig. Soll das Verlötungsgut im anod. Oxydationsverf. gefärbt werden, so sind dem Lot mindestens 2 weitere Legierungselemente zuzusetzen, z. B. Mg, Mn, Si, Cd. (Schwz. P. 259 880 vom 5/7. 1947, ausg. 1/7. 1949.) MEYER-WILDHAGEN. 6505

Armco Steel Corp., Ohio, übert. von: Fredrick Kenneth Bloom, Baltimore, Md., V. St. A., Schweißstab besteht aus 20—30(%) Cr, 11—21 Ni, bis 10 Mn, bis 2 Mo, nicht mehr als 0,3 C u. Fe als Rest. Die Mengenverhältnisse der Bestandteile sollen entsprechend der empir. Formel: Maximal % Ni = $[(\% \text{Cr} + 2(\% \text{Mo} - 16)^2]/12 - [\% \text{Mn}]/2 + 30 \cdot (0,10 - \% \text{C}) + 11$ gewählt werden u. der Rest an Fe soll nicht über 57% betragen. Der Mindestnickelgeh. darf ca. 3% niedriger liegen als der nach der Formel erlaubte Maximalgehalt. Ferner soll der Geh. an Cr + Ni + Mn mindestens 43% betragen. Die Schweißraupe soll eine austenit- δ -ferrit. Struktur aufweisen; sie ist widerstandsfähig gegen Risse. Die Legierung, die sparsam im Verbrauch ist, besteht z. B. aus 26(%) Cr, 16 Ni, 4,5 Mn, 0,75 Mo, 0,11 C, Rest Fe. (A. P. 2 481 386 vom 23/3. 1945, ausg. 6/9. 1949. Can. Prior. 23/3. 1945.) MEYER-WILDHAGEN. 6507

Aluminum Co. of America, Pittsburgh, Pa., übert. von: Mike A. Miller und Warren E. Hauping, New Kensington, Pa., V. St. A., Umhüllter Aluminiumschweißstab mit einem Zn-enthaltenden Schmelzübergug (I) u. einem weiteren feuchtigkeitsfreien Schmelzübergug (II). I besteht aus ca. 5—60(%) NaCl, 5—60 KCl, bis ca. 40 SrCl₂ u. ca. 1—8 Zn. Das Zn liegt in Form von wenigstens einem Halogensalz u. als metall. Zn vor, wobei das metall. Zn durch Rk. des Halogensalzes mit dem Al-Stab während des Aufbringens des Salzes gebildet wurde. II besteht aus ca. 5—60 NaCl, 5—60 KCl, 5—20 LiF u. bis zu ca. 10—25 Na₂AlF₆. Der Schweißstab ist zum Schweißen von Al u. Al-Legierungen geeignet. (A. P. 2 480 498 vom 17/5. 1947, ausg. 30/8. 1949.) MEYER-WILDHAGEN. 6507

Hartford National Bank & Trust Co., Hartford, Conn., V. St. A., übert. von: Jozef ter Berg und Gijbert Jacob van Wijnen, Eindhoven, Holland, *Herstellung einer körnigen schlackenbindenden Masse für elektrisches Schweißen*. Pulverförmige schlackenbindende Stoffe (z. B. Ton, Eisenoxyd, Manganeisen, Kalk, Quarz, Calciumfluorid) werden mit einem plast. Bindemittel versetzt. Die M. wird einem Strangpreßverf. unterworfen, getrocknet u. gekörnt. (A. P. 2 481 479 vom 5/9. 1945, ausg. 6/9. 1949. Holl. Prior. 29/5. 1942.)

KESSEL 6507

Eggler & Matt, Zürich, Schweiz, *Rostentfernungs- und Rostschutzmittel* besteht aus H_3PO_4 u. Phosphat, Harnstoff-Formaldehydkondensat (I) u. Ammoniumlactat, z. B. aus 81,8 Teilen W., 0,2 Ammoniumlactat, 3 I u. 15 eines Gemisches von H_3PO_4 u. einem Orthophosphat. Das Mittel wird durch Anstrich oder durch Aufspritzen auf die zu behandelnde Fläche aufgebracht. Die Rostschicht wandelt sich unter der Einw. der H_3PO_4 in eine Rostschuttschicht um. Das durch das Ammoniumlactat zunächst noch in Lsg. gehaltene I setzt sich auf dieser Schuttschicht ab u. erzeugt einen festen filmartigen Überzug. (Schwz. P. 259 833 vom 9/12. 1947, ausg. 1/7. 1949. Tschech. Prior. 30/4. 1946.)

MARKHOFF 6513

Fritz Zumbrunnen, Zürich, Schweiz, *Entrosten von Eisen*. Die rostigen Stellen werden mit einem Mittel behandelt, das freie H_3PO_4 u. ein saures Alkalisalz der H_3PO_4 enthält, z. B. 1 (Volumenteil) H_3PO_4 , 4 W. u. 10% Na_2CO_3 (bezogen auf H_3PO_4), wobei das Na_2CO_3 in der gleichen Menge W. gelöst, zugegeben wird. Das Mittel löst den Rost, ohne das Fe anzugreifen. Wird die Lsg. nach der Entrostung nicht abgespült, sondern angetrocknet, so bildet sich eine schützende Schicht, die als Grundlage für Anstriche geeignet ist. (Schwz. P. 260 321 vom 2/10. 1947, ausg. 16/7. 1949.)

MARKHOFF 6513

Franco Vannotti, Lugano, Schweiz, *Vorbehandlung von Eisenblechen vor dem Lackieren*. Bleche, bes. solche, die für die Herst. von Konservendosen bestimmt sind, werden vor dem Aufbringen der Lackschicht in einem Bad aus HCl u. einem Alkaliphosphat (1—6%) behandelt, das gegebenenfalls noch geringe Mengen HNO_3 enthält. Nach dem Spülen in W. behandelt man sie mit einer ca. 2% ig. NaOH-Lösung. Beispiel: Es wird eine HCl von 8 Bé verwendet, der 1% Na_2HPO_4 zugesetzt sind. Die Lackschichten haften auf so behandeltem Blech sehr gut. (Schwz. P. 253 719 vom 23/2. 1945, ausg. 1/3. 1949.)

MARKHOFF 6513

Robert S. Green and others, Design for welding. Cleveland 1, O.: James F. Lincoln Arc Welding Found. 1949. (1054 S.) § 2.—.

W. M. Pflatzki, Die Technologie des Gusses unter Druck. Moskau-Leningrad, Maschgis. 1949. (308 S.) Rbl. 17.—. [russ.]

IX. Organische Industrie.

J. E. Nickels, G. A. Webb, W. Heintzelman und B. B. Corson, *Dehydrierung von Isopropylbenzol zu α -Methylstyrol*. In Abwesenheit oder in Ggw. von verdünnendem Dampf kann Isopropylbenzol bei 600—650° katalyt. zu α -Methylstyrol dehydriert werden. Bei einem 216std. Vers. wurde im Mittel 43% α -Methylstyrol erhalten; die höchste Ausbeute betrug 71% α -Methylstyrol u. 10% Styrol. Als Katalysator wurden verwendet: Al-Cr-, Al-Ni- u. Mg-Fe-K-Cu-Oxyde. Das mol Verhältnis von Dampf zu KW-stoff war 20:1, die Kontaktbelastung 0,2, die Temp. betrug 625° u. die Kontaktzeit 0,7 Sekunden. (Ind. Engng. Chem. 41. 563—65. März 1949. Pittsburgh, Pa., Mellon Inst.) STEIL 6600

John Griswold und J. W. Morris, *Reine Kohlenwasserstoffe aus Petroleum. Herstellung von Methylcyclohexan aus einer Straight-Run-Heptan-Fraktion*. Es wird ein hauptsächlich in apparativer Hinsicht abgeändertes u. verbessertes „Distex“-Verf. beschrieben zur Gewinnung reiner KW-stoffe aus engsd. Straight-Run-Fractionen (GRISWOLD, ANDREES, VAN BERG u. KASH, C. 1947. 157). Das Ausgangsmaterial, das zur Hauptsache aus 25% n-Heptan u. 15% Methylcyclohexan besteht, wird zunächst in einer Kolonne einer kontinuierlichen Dest. unterworfen, wobei das Methylcyclohexan als Bodenprod. auf ca. 23% angereichert wird. In der zweiten Stufe wird eine Zerlegung der KW-stoffe nach der Struktur durch Lösungsmittelfraktionierung („Distex“-Operation) vorgenommen, wobei als Zusatz Anilin oder ein anilinhaltiges Lösungsm. verwendet wird. Die Konz. des Methylcyclohexans im Bodenprod. beträgt ca. 70%. Es folgt eine dritte „Distex“-Operation, um das mit angereicherte Toluol zu entfernen, wobei dieses Bodenprod. eine Toluolkonz. von 58% hat. Schließlich wird in der vierten Stufe das aus der vorangehenden Operation erhaltene Kopfprod. absatzweise mit einem hohen Rücklaufverhältnis destilliert. Unter der Annahme, daß die Hauptverunreinigung des Endprod. n-Heptan ist, hat es eine Reinheit von 99%. (Ind. Engng. Chem. 41. 331—36. Febr. 1949. Austin, Tex.)

EDLER 6600

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, übert. von: Robert M. Joyce jr., Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung von polyhalogenierten Fluoralkanen*, bes. von Chlorfluor-

alkanen aus Tetrafluoräthylen (I) durch Rk. mit einem polyhalogenierten Methan, das wenigstens 3 Halogenatome enthält, von denen wenigstens eines Chlor u. nicht mehr als zwei Fluor sind, in Ggw. von $AlCl_3$ bei 0—150°. — 50 (Teile) I u. 69 Monofluortrichlormethan werden in Ggw. von $AlCl_3$ 14 Stdn. bei 61—80° ansteigend erhitzt. Dabei entsteht 1.1.3-Trichlor-1.2.2.3.3-pentafluorpropan. — Aus I u. Monofluordichlormethan entsteht 1.3-Dichlor-1.2.2.3.3-pentafluorpropan. (A. P. 2 462 402 vom 30/6. 1945, ausg. 22/2. 1949.)

F. MÜLLER. 510

Allied Chemical & Dye Corp., New York, übert. von: John D. Calfee, Manhasset, N. Y., und Lee B. Smith, Woodbridge, N. J., V. St. A., Herstellung von Dichlordifluormethan aus einem chlorierten 1.1-Difluoräthan durch Erhitzen auf 550—950° in Ggw. von Chlor. — Man geht z. B. aus von 1.1.1-Difluorchloräthan oder von chloriertem Äthylidenfluorid. — Als Nebenprod. entsteht dabei CCl_4 . (A. P. 2 459 767 vom 19/3. 1946, ausg. 18/1. 1949.)

F. MÜLLER. 510

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: John B. Lovell und Mack C. Fuqua, Baton Rouge, La., V. St. A., Reinigen von halogenierten Kohlenwasserstoffen, die noch geringe Mengen Halogenwasserstoff enthalten. Die getrockneten Halogen-KW-stoffe werden mit festem Alkali, z. B. Na_2CO_3 , in kleinen Stückchen oder Kügelchen von einer Größe von ca. $\frac{1}{2}$ —2 Maschen/sq.in. in Berührung gebracht. Dabei bildet sich das Alkalisalz der freien Säure, z. B. $NaCl$, das sich auf den Alkalistückchen absetzt. Diese werden danach mit einem wss. Lösungsm., z. B. W. oder eine wss. Na_2CO_3 -Lsg., behandelt, um das abgesetzte Alkalisalz aufzulösen u. das Alkali zu reaktivieren. Die noch feuchten Alkalistückchen werden mit einem Trockengasstrom, z. B. mit Luft, Stickstoff oder Naturgas, getrocknet. — Nach diesem Verf. werden z. B. $C_2H_4Cl_2$, CCl_4 , $CHCl_3$, $C_2H_3Cl_3$ oder $C_2H_2Cl_4$ behandelt. — Zeichnung. (A. P. 2 467 394 vom 1/8. 1945, ausg. 19/4. 1949.)

F. MÜLLER. 510

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: Howard L. Yowell, Elizabeth, und Charles E. Morrell, Westfield, N. J., V. St. A., Entfernung geringer Mengen von Alkyläthern aus Alkylhalogeniden, welche nach der Synth. von FRIEDEL-CRAFTS hergestellt wurden u. als Verunreinigung den Äther enthalten, durch Behandlung mit Silicagel als Adsorptionsmittel für den Äther, bis der Äthergeh. in dem Alkylhalogenid nur noch ca. 0,01% beträgt. Das gesätt. Adsorptionsmittel wird auf 300—500° F erhitzt u. gibt dabei den Äther ab, um danach wieder verwendet zu werden. (A. P. 2 458 819 vom 23/9. 1944, ausg. 11/1. 1949.)

F. MÜLLER. 510

Lonza Elektrizitätswerke & Chemische Fabriken A. G. und Reinhard Staeger, Schweiz, Hydrierung von Acetylen zu Äthylen, dad. gek., daß man oberhalb 150°, z. B. bei 200 bis 300°, u. mit Katalysatoren arbeitet, die schon bei wesentlich tieferen Temp., z. B. unterhalb 100°, eine kräftige katalyt. Wrkg. aufweisen. Bes. geeignet sind Elemente der Pt-Gruppe, die sich auf Trägerstoffen von guter Wärmeleitfähigkeit (Fe, Al u. ihren Legierungen) befinden. Die Trägermetalle können von einer dünnen Schicht eines oxydierten Stoffes, wie Al_2O_3 , Silicagel oder Wasserglas, umgeben sein. Die Edelmetalle werden in sehr geringen Mengen (5—20 mg Pd pro Tagesproduktion von 1 kg C_2H_4) angewendet. Im Anfangsstadium der Rk. wird der frische, sehr wirksame Katalysator unter gelinden Reaktionsbedingungen (Einhaltung eines großen Überschusses an H_2 , einer nur geringen Menge an C_2H_2 u. einer mäßigen Temp. bei großer Durchsatzgeschwindigkeit) angewendet. Nach einigen Stdn. wird der Geh. des Frischgases an C_2H_2 u. später auch die Temp. erhöht. Die Konz. des Katalysators wird schrittweise im Sinne des Massenwirkungsgesetzes u./oder der Reaktionsgeschwindigkeit modifiziert, u. zwar in der Strömungsrichtung des Gases. Inerte Gase u. Dämpfe können dem C_2H_2 - H_2 -Gemisch zugesetzt werden. Die Verweilzeit soll so gering wie möglich sein u. ca. 0,1—1 Sek. oder weniger betragen. Die Wärmekapazität aller in der Nähe der eigentlichen Reaktionszone befindlichen Materialien soll bei guter Wärmeleitfähigkeit im Vgl. zu der im Reaktionsgas befindlichen Wärmemenge ziemlich hoch sein. — Beispiele. (F. P. 944 045 vom 15/2. 1945, ausg. 24/3. 1949. Schwz. Prior. 15/2. 1944.)

DONLE. 520

Universal Oil Products Co., Chicago, Ill., übert. von: Vladimir N. Ipatieff, Chicago, und George S. Monroe, Berwyn, Ill., V. St. A., Herstellung von Olefinen durch Dehydrierung von Alkoholen. Einwertige Alkohole mit mindestens 3 C-Atomen im Mol., wie Propyl- oder Butylalkohol, werden in Ggw. einer wss., einen pH -Wert zwischen 3 u. 7 aufweisenden Lsg. eines leicht hydrolysierbaren, sauer reagierenden Metallsalzes oder einer Mineralsäure auf Temp. von 100—400° erhitzt. Als Salze eignen sich Chloride, Sulfate oder Phosphate von Metallen der rechten Spalte der Gruppen I, II, III, IV sowie der Eisenmetalle der VIII. Gruppe des Period. Syst., z. B. $MgCl_2$, $NaHSO_4$, NaH_2PO_4 , $FeCl_3$. Auch sauer reagierende NH_4 -Salze können verwendet werden. Das Verf. kann kontinuierlich oder diskontinuierlich durchgeführt werden. (A. P. 2 478 270 vom 19/3. 1945, ausg. 9/8. 1949.)

BEIERSDORF. 520

Phillips Petroleum Co., Del., übert. von: **Robert A. Findlay**, Bartlesville, Okla., V. St. A., Gewinnung tertiärer Olefine aus tertiären Alkylchloriden mit 4—6 C-Atomen im Mol. durch Einführen einer heißen Lsg. letzterer in Paraffinöl oder anderen gesätt. KW-stoffölen mit wenigstens 10 C-Atomen in einen Spalturm in eine Zone zwischen Kopf u. Boden, während gleichzeitig kaltes Öl gleicher Art bei einer Temp. von 130° F in den Kopf des Turmes eingeleitet u. am Boden eine Temp. von wenigstens 500° F aufrechterhalten wird. Hier erfolgt eine Zers. des Alkylchlorids, das Olefin bleibt in dem heißen Öl gelöst, während die abgespaltenen HCl-Gase aus dem Kopf des Spalturmes entweichen. Das heiße Öl wird anschließend zur Gewinnung der Olefine fraktioniert. Das Verf. dient zur Gewinnung von Isobutylen aus tert. Butylchlorid oder von 2-Methylbuten-1, 2-Methylbuten-2, 2-Methylpenten-1, 2-Methylpenten-2, 3-Methylpenten-2, 2-Äthylbuten-1 oder 2,3-Dimethylbuten-1 aus den entsprechenden Chloriden. (A. P. 2 466 092 vom 21/6. 1946, ausg. 5/4. 1949.)

DERSIN. 520

Imperial Chemical Industries Ltd., England, übert. von: **Charles William Scaife**, Norton-on-Tees, **Arthur Ernest Wilder Smith**, Wallingford, und **Harold Baldock** (Norton-on-Tees, verstorben, vertreten durch **Herbert Baldock**, Norton-on-Tees), England, Herstellung aliphatischer Nitroolefine mit 4—8 C-Atomen durch Rk. eines Nitrats eines gesätt. aliphatischer Nitro-KW-stoffs mit 4—8 C-Atomen (Nitro- u. Nitratgruppen an benachbarten C-Atomen, von denen das erste C-Atom auch mit einem H-Atom verbunden ist) mit Alkali- (einschließlich NH₄-) oder Erdalkalicarbonat, -bicarbonat oder -hydroxyd in Ggw. von Wasser. Beispiel: Zu 4,92 Nitro-tert.-butylnitrat, suspendiert in 15 cm³ W., werden unter Rühren bei 15° langsam 1,21 g NaOH gelöst in 50 cm³ W., zugegeben. Nach weiterem ½std. Rühren wird mit Äthylacetat extrahiert. Aus dem Extrakt werden durch Vakuumdest. 1,85 g α-Nitroisobuten gewonnen. (A. P. 2 460 243 vom 10/12. 1945, ausg. 25/1. 1949. E. Prior. 11/12. 1944.)

SCHREINER. 520

Purdue Research Foundation, West Lafayette, Ind., übert. von: **Waldo B. Ligett**, Detroit, Mich., **Earl T. McBee**, Lafayette, und **Vincent V. Lindgren**, West Lafayette, Ind., V. St. A., Aromatischer Fluorkohlenstoff. Einen Fluorkohlenstoff von aromatischem Aufbau mit 6 C- u. 6 F-Atomen, Kp.₇₄₃ 81—82°, n_D²⁰ = 1,3760, D₂₅ = 1,612, E. = -11 bis -13°, eine nicht brennbare, sehr beständige Fl., verwendbar als Speziallösungsm., Wärmeübertragungs-Fl., elektr. Isoliermaterial usw., erhält man z. B. durch Behandlung einer geeigneten halogenierten cycl. Verb., wie Hexachlorbenzol (I), mit einem fluorierenden Mittel, wie BF₃, Behandeln des erhaltenen Prod. mit SbF₅ u. Enthalogenieren mit Zn-Staub. — 558 (g) BF₃ versetzt man in einem auf 0° gekühlten Ni-Gefäß unter ständigem Rühren mit einem Ni-Rührer mit 100 I pro Stde., erhitzt nach jeder I-Zugabe 10—30 Min. auf 85° u. kühlt dann wieder auf 0° herab. Im ganzen werden 400 I zugegeben, so daß das mol. Verhältnis ca. 3 Mol BF₃:1 Mol I beträgt. Man erhitzt dann das gesamte Reaktionsgemisch 4 Stdn. auf 100° u. versetzt mit Eisstücken. Mit einer fl. Fluorchlorverb. löst man das feste Reaktionsprod., erhitzt die erhaltene Lsg. unter Rühren auf 60°, versetzt innerhalb von 3 Stdn. tropfenweise mit 500 SbF₅, erhitzt das Reaktionsgemisch ca. 8 Stdn. auf 120°, wobei Br u. ein Teil des Lösungsm. entfernt werden, u. wäscht dann mit heißer konz. HCl, um die Sb-Salze zu entfernen. Nach der Beseitigung des Lösungsm. löst man das feste Prod. in 500 cm³ A., gibt diese Lsg. innerhalb von 6 Stdn. zu einer unter Rückfluß sd. Suspension von 500 Zn-Staub in A., dest. die flüchtigsten Prodd. u. etwas A. ab u. entfernt die höhersd. Bestandteile durch Wasserdampfdestillation. A. wäscht man mit W. aus u. unterwirft dann das Rohprod. einer fraktionierten Destillation. (A. P. 2 461 554 vom 13/11. 1945, ausg. 15/2. 1949.)

ROCK. 1010

Imperial Chemical Industries Ltd., und **James Edgar Fearey**, England, Alkylierung von Phenolen und Kresolen, dad. gek., daß man sie mit einem aliphatischem Monoolefin in Ggw. eines stark sauren Katalysators u. von höchstens 0,24 (Gewichtsteilen) W., bezogen auf 1 Katalysator, umsetzt. — Z. B. behandelt man handelsübliches kristallines Phenol (I), das 0,3% W. enthält, mit der äquivalenten Menge Diisobutylene (Wassergeh.: 0,06%) in Ggw. von 10% 98% ig. H₂SO₄ (bezogen auf I) 7 Tage bei 20—25°. Die Menge an nicht umgesetztem I beträgt dann 4%. — Weitere Beispiele für die Herst. von Octylkresolen mit einem Gemisch von 2,4,4-Trimethylpenten-(1) u. -(2), usw. — Die Ausgangsstoffe werden von W. bzw. Feuchtigkeit mitunter durch Dest. oder Adsorptionsmittel befreit. (F. P. 947 233 vom 27/5. 1947, ausg. 27/6. 1949. E. Prior. 17/5. 1946.)

DONLE. 1020

Imperial Chemical Industries Ltd. und Horace Andrew Basterfield, England, Herstellung von p-tert.-Butylphenol (I). Man setzt Phenol (II) mit Isobuten (III) in Ggw. von H₂SO₄ bei höchstens 70° um (Butylierung), worauf man das Gemisch, wieder in Ggw. von H₂SO₄, einer höheren, aber 150° nicht übersteigenden Temp. aussetzt (Isomerisierung). Bei dieser mäßigen Behandlung wird im wesentlichen die Bldg. von p-Isobutylphenol verhindert u. das Prod. der 1. Stufe besteht überwiegend aus I, 2,4-Di-tert.-butylphenol u. II. — Das Verf. läßt sich kontinuierlich durchführen. — Z. B. behandelt man 376 g

II in Ggw. von 11 g H₂SO₄ (98% ig) bei 60—70° mit einem Gas aus 18 (Mol-%) III, 7 n. Buten u. 75 weiterem Buten, bis die Gewichtszunahme einer Adsorption von 4 Moll. III entspricht, erhitzt das Gemisch dann 2 Stdn. auf 150°, kühlt es ab, trennt das feste I in der Zentrifuge ab, schickt die Fl. in die Butylierungsphase zurück u. wiederholt den Cyclus insgesamt 13 mal. 92,3% Gesamtausbeute an I, bezogen auf II u. III. (F. P. 947 232 vom 27/5. 1947, ausg. 27/6. 1949. E. Prior. 17/5. 1946.) DONLE. 1020

British Drug Houses Ltd., London, Großbritannien (Erfinder: W. Bradley und F. G. Sayer), Herstellung von *o*-Tolyläthern. Man bringt *o*-Kresol in alkal. Lsg. mit α -Monochlorhydrinen, bes. in Ggw. von hydroxylhaltigen Lösungsmitteln zur Reaktion. Der entstehende *o*-Tolyl- β -*g*-dioxypropyläther wird nach dem Ansäuern des Reaktionsgemisches durch Wasserdampfdest. gewonnen; F. 68—70°. (Schwed. P. 124 215 vom 3/9. 1946, ausg. 15/3. 1949. E. Prior. 27/5. 1946.) J. SCHMIDT. 1020

Distillers Co. Ltd. (Erfinder: Reginald Harold Hall und Denis Cheselden Ruin), England, Herstellung von Peroxyden von Alkylbenzolen, in denen die Substituenten aus einer oder mehreren Alkylgruppen bestehen u. von diesen mindestens eine in α -Stellung zum Benzolkern ein tert. C-Atom enthält. Man oxydiert in homogener wss. Phase eine Dispersion oder Emulsion eines KW-stoffs der allg. Zus. R''''_n-C₆H_{5-n}-CH₂R''', worin R' u. R'' Alkylreste, wie Methyl, Äthyl, Propyl oder Butyl; R''' Wasserstoff oder Alkyl, wie Methyl oder Äthyl, u. n eine ganze Zahl zwischen Null u. 5 (einschließlich) sind, mit mol. O₂ bei erhöhter Temperatur. Außer reinem O₂ können auch Gemische, wie Luft, bei n. oder erhöhtem Druck verwendet werden. Während der Oxydation wird die Temp. in der Nähe, doch etwas unterhalb des Kp. des azeotrop. Gemisches von Alkylbenzol u. W. gehalten. Das Mengenverhältnis zwischen Alkylbenzol u. W. wird so gewählt, daß man eine gute Emulsion des Öls in W. erzielt u. die Phasen unter den Reaktionsbedingungen nicht umgekehrt werden können. Emulgiermittel, wie Na-Stearat, können zugesetzt werden. Die Dispersion oder Emulsion wird kräftig gerührt u. durch kleine Mengen an Alkalihydrat oder -carbonat auf ein p_H von 7—11 gestellt. Die Oxydation zeigt anfänglich oft eine Inhibitionsperiode; diese wird jedoch bei Alkylbenzolen, die mit wss. Lsgg. von NaHSO₃ oder KMnO₄ vorgereinigt oder aus einer früheren Oxydation wiedergewonnen wurden, nicht beobachtet. — Z. B. rührt man ein Gemisch von 200 cm³ Isopropylbenzol, 400 cm³ dest. W. u. 0,3 g Na-Stearat kräftig bei 85°, leitet einen Strom von O₂ (95% ig) ein u. schiekt die nicht absorbierten Anteile der Gase kontinuierlich in die Lsg. zurück. Von Zeit zu Zeit gibt man etwas NaOH u. nach 14 Stdn. sind 13 Liter O₂ (n. Bedingungen) absorbiert. Nun wird das Gemisch gekühlt u. mit CO₂ gesättigt. Die sich abscheidende ölige Schicht enthält 69,4 g Isopropylbenzohydroperoxyd. — Weitere Beispiele für die Oxydation von Cymolgemischen u. sek. Butyltoluolgemischen. (F. P. 944 671 vom 3/4. 1947, ausg. 12/4. 1949. E. Prior. 8/4. 1946.) DONLE. 1030

Imperial Chemical Industries Ltd., London, Großbritannien (Erfinder: R. L. Heath), Wiedergewinnung von Terephthalsäure aus Polyestern. Abfallprodd. aus hochpolymeren Estern der Terephthalsäure, bes. Polyglykolester, die anderweitig nicht mehr verwendbar sind, werden einer starken Hydrolyse mit starken Mineralsäuren unterworfen, mit kochendem W. ausgezogen u. aus der Lsg. die Terephthalsäure über die Alkalisalze gewonnen. — Beispiele. (Schwed. P. 124 351 vom 28/3. 1947, ausg. 22/3. 1949. E. Prior. 28/3. 1946.) J. SCHMIDT. 1120

B. F. Goodrich Co., New York, übert. von: Thad M. Amacker, Baton Rouge, La., V. St. A., Chlorieren von Phthalsäureanhydrid durch Einleiten von Cl₂ in geschmolzenes Phthalsäureanhydrid in Ggw. von FeCl₃ u. eines Lösungsm., z. B. Tetrachloräthan oder *o*-Dichlorbenzol, bei 185—275°. Dabei entsteht Monochlor- bis Tetrachlorphthalsäureanhydrid. (A. P. 2 460 564 vom 11/9. 1946, ausg. 1/2. 1949.) F. MÜLLER. 1120

B. F. Goodrich Co., New York, übert. von: Thad M. Amacker, Baton Rouge, La., V. St. A., Herstellung von Monochlorphthalsäureanhydrid durch Rk. eines gasförmigen Gemisches von mol. Mengen Phthalsäureanhydrid u. Chlor bei 250—400° in Ggw. eines festen mehrwertigen Metallchlorids, wie z. B. von Th, Cu, Fe, Ca, Pt oder Cr. (A. P. 2 460 565 vom 11/9. 1946, ausg. 1/2. 1949.) F. MÜLLER. 1120

X. Färberei. Organische Farbstoffe.

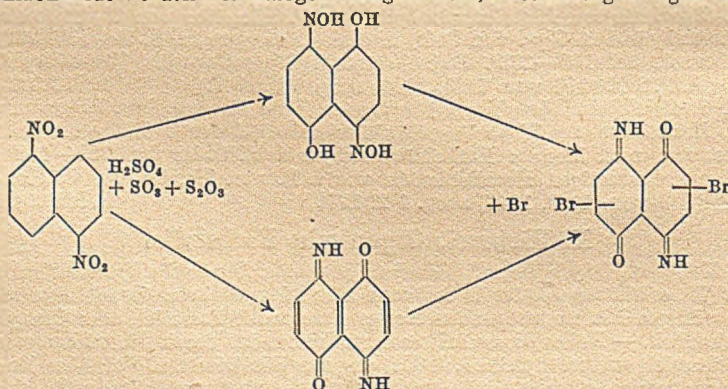
Ciba Akt.-Ges., Basel, Schweiz, Farbstoffgemische. Wertvolle Farbstoffe für Acetalkunstseide (E), erhält man dadurch, daß man rohe Dioxydinitroanthrachinone red. u. mit einer zur völligen Rk. ungenügenden Menge eines methylierenden oder benzylierenden Mittels behandelt. — Rohes Dioxydinitroanthrachinon, daß durch Dinitrieren von Anthrachinon, Behandeln mit methylalkoh. KOH, erneutes Dinitrieren u. Verseifen der α -ständigen Methoxygruppen erhalten wird u. noch etwas Oxymethoxydinitroanthrachinon enthält, red. man durch Kochen mit einem Überschuß von NaSH zu einem Gemisch isomerer Dioxydiaminoanthrachinone. 20 (Teile) dieses Gemisches verteilt man in 80 94% ig.

H₂SO₄, erhitzt nach Zugabe von 35 Methanol 3 Stdn. auf 135°, gießt die Lsg. nach dem Abkühlen in viel kaltes W., filtriert u. wäscht säurefrei. Man erhält nach dem Trocknen 20 eines Farbstoffgemisches, ein dunkles Pulver, in konz. H₂SO₄ rotbraun lösl., das E violettblau färbt. Analog erhält man aus rohem *Dinitrochrysin* (I) (erhältlich durch Nitrieren von 1,8-Dimethoxyanthrachinon bis zum Eintritt von 2-NO₂-Gruppen u. anschließende Verseifung der Methoxygruppen) ein Farbgemisch, dunkles Pulver, in konz. H₂SO₄ gelbbraun lösl., das E blau färbt. — Ein rohes Gemisch aus Dinitroanthrarufin u. I, das man durch Nitrieren eines Gemisches ca. gleicher Teile 1.5- u. 1.8-Dimethoxyanthrachinon bis zum Eintritt von 2 NO₂-Gruppen u. Verseifen der Methoxygruppen erhält, red. man mit NaSH zu den Diaminoverbb., verteilt 13,5 (Teile) des rohen Gemisches in 30 rohem *Kresol* (II), erwärmt nach Zugabe von 4 Benzylchlorid u. 3 wasserfreiem Na₂CO₃ 40 Min. auf 80°, dest. das II mit Wasserdampf ab, filtriert u. trocknet. Man erhält 15 eines Farbstoffgemisches, dunkles Pulver, in konz. H₂SO₄ gelbbraun löslich. (Schwz. PP. 259 347, 259 349 u. 259 350, sämtlich von 24/5. 1944, ausg. 16/6. 1949. Zus. zu Schwz. P. 251 123.) ROICK. 7059

Ciba Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Farbstoffgemische*. Blaue *Acetalkunstseiden* (E), Farbstoffe erhält man dadurch, daß man ein rohes Gemisch aus *Dinitroanthrarufin* (I) u. *Dinitrochrysin* (II) (vgl. hierzu vorst. Ref.) oder eines rohen *Dioxydinitroanthrachinon* (III) mit einer zur völligen Rk. ungenügenden Menge *Anilin* (IV) kondensiert u. die verbleibenden NO₂-Gruppen zu NH₂-Gruppen reduziert. — 10 (Teile) eines rohen Gemisches aus I u. II verteilt man in 25 IV, erwärmt 1 Stde. auf 70°, versetzt nach dem Abkühlen mit einem Gemisch von 30 konz. HCl u. 50 W., filtriert, wäscht den Rückstand neutral, red. ihn durch Eintragen in eine Lsg. von 30 NaSH (27% ig) in 70 W., kocht 1 Stde. unter Rückfluß, kühlt auf 70° ab, versetzt mit 8 NaHCO₃, filtriert u. wäscht neutral. Man erhält 8,7 eines Farbstoffgemisches, dunkles Pulver, in konz. H₂SO₄ gelbbraun lösl., das E blau färbt. — Ähnlich erhält man aus III ein Farbstoffgemisch in Form eines dunklen Pulvers, das E rotstichig marineblau färbt. (Schwz. PP. 259 348 u. 259 351, beide vom 24/5. 1944, ausg. 16/6. 1949. Zus. zu Schwz. P. 251 123.) ROICK. 7059

Ciba Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Anthrachinonabkömmling*. Ein 1-Amino-4-anilinoanthrachinon, das in 2-Stellung einen austauschbaren Substituenten enthält, behandelt man mit Mitteln, die den austauschbaren Substituenten durch eine Mercaptogruppe zu ersetzen imstande sind u. hierauf mit Mitteln, die die β-γ-Dioxypropylgruppe einzuführen vermögen. — Der erhaltene *1-Amino-4-anilinoanthrachinon-2-[β-γ-dioxypropyl]-thioäther*, dunkelblaues Pulver, in verd. H₂SO₄ schmutzig grünlichblau u. bei höherer Konz. rotstichig blau, sowie in Aceton blau lösl., färbt *Acetalkunstseide* kräftig u. lichteucht blau. — Man erhitzt 100 (g) 1-Amino-4-anilino-2-bromanthrachinon, 300 cm³ Methanol, 75 cm³ W., 0,75 Soda, 200 cm³ NaSH-Lsg. (24,6 vol.-% ig + 3,6% Na₂S), 100 cm³ 40 vol.-% ig. NaOH u. 50 S 5 Stdn. in einem Eisenautoklaven auf 90°, dest. den Alkohol ab, spült mit 400 cm³ 1% ig. Sodalsg. nach, fällt das Mercaptan mit 200 NaCl aus, filtriert, wäscht mit 800 cm³ einer 20% NaCl u. 1% Soda enthaltenden Lsg. von S-Ionen frei u. erwärmt nun das Mercaptan sofort in 1000 cm³ 1% ig. Sodalsg. mit 30 cm³ Glycerinchlorhydrin, bis die Lsg. farblos wird (bei ca. 70°), filtriert u. wäscht kalt mit Wasser. (Schwz. P. 259 352 vom 13/1. 1944, ausg. 1/6. 1949. Zus. zu Schwz. P. 253 480.) ROICK. 7059

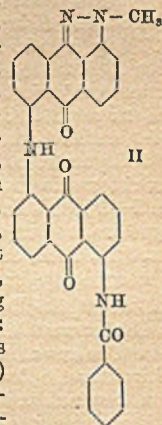
Sandoz A. G., Schweiz, *Herstellung neuer Halogenderivate von Naphthochinonimiden*. Naphthochinonimide werden mit Halogenierungsmitteln, zweckmäßig in Ggw. von Kata-



lysatoren, behandelt. Die Herst. der Imide u. ihre Halogenierung kann gleichzeitig erfolgen. Als Ausgangsstoffe benützt man bes. 1.5- u. 1.8-Dinitronaphthalin u. ihre β-Substitutions-

prodd.; sie werden vorzugsweise mit S₂O₃ in Ggw. von H₂SO₄ oder mit Metall u. Säure red., die Halogenierung kann unter UV-Bestrahlung erfolgen. Die Rkk. entsprechen wahrscheinlich dem vorst. Schema. — Blau oder violett gefärbte Verb., die im allg. in W. unlösl. u. in A. lösl sind u. als *Farbstoffe oder Farbstoffzwischenprodd.* verwendet werden. — Z. B. suspendiert man 50 g 5.8-Dioxy-1.4-naphthochinonimid in 1000 g Eissig, erhitzt unter Rühren zum Sieden, gibt 42,4 g Br₂ u. 0,1 g J₂ zu, erhitzt 6 Std. unter Rückfluß weiter, kühlt auf 70—80° ab, filtriert, engt im Vakuum auf 100 cm³ ein, gießt in Eis-W.-Gemisch, isoliert den dunkelblauen Nd., der nach der Analyse ein Dibromderiv. ist. — Weitere Beispiele für die Red. von 1.5-Dinitronaphthalin u. Bromierung zu einer Dibromverb.; von 2-Chlor-1.5- u. gleichzeitig -1.8-dinitronaphthalin zu einer dunkelblauen, Cl u. Br enthaltenden Substanz; Herst. von Gemischen aus Tri- u. Tetrabromnaphthochinonimiden, die *Cellulose* blaugrau färben, usw. (F. P. 941 996 vom 19/2. 1947, ausg. 26/1. 1949. Schwz. Priorr. 20/2. 1946 u. 30/1. 1947.)

Ciba Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Küpfenfarbstoffe*. Behandelt man das durch mehrstd. Erhitzen von 1-Amino-5-benzoylaminoanthrachinon (Ia) u. 5-Chlor-N-methyl-1.9-pyrazolanthron (I) in Naphthalin unter Zugabe der bei der Anthrimid-Herst. üblichen Kondensationsmittel erhaltliche Reaktionsprod. der Zus. II, F. 318—320°, mit AlCl₃-Kondensationsmitteln, wie AlCl₃-NaCl, AlCl₃-Pyridin-Chlorhydrat, AlCl₃-Pyridin-Schmelzen oder SO₂-Additionsprodd. von AlCl₃ um, so erhält man einen *Baumwolle* (A) aus rotbrauner alkal. Hydrosulfatküpe (K) rein u. sehr echt orange färbenden Farbstoff. — In eine dünne homogene Schmelze, die aus 75 (Teilen) trockenem gepulvertem AlCl₃ u. 15 trockenem NaCl unter Überleiten von SO₂ erhalten wird, trägt man bei 80° 12 I ein, rührt unter weiterem SO₂-Einleiten noch 1 Side. bei 90—100°, rührt die Schmelze in ein Gemisch von 1000 W. u. 270 NaOH 36° Bé ein, kocht auf, macht mit HCl kongosauer, saugt ab, wäscht, kocht den Rückstand mit 1000 10% ig. HCl aus, saugt ab, wäscht neutral, trocknet u. reinigt gegebenenfalls durch Umküpen. Der Farbstoff, der sich in konz. H₂SO₄ blau löst, stellt ein dunkles Pulver dar. — Analog erhält man die folgenden Farbstoffe aus den Kondensationsprodd. aus: I u. 1-Amino-4-benzoylaminoanthrachinon (Ib) (F. 378—380°), färbt A aus roter K rotbraun; 5-Chlor-N-isopropyl-1.9-pyrazolanthron (F. 170—172°) u. Ib (F. 340—342°), färbt A aus rotbrauner K orange; 5-Chlor-N-äthyl-1.9-pyrazolanthron (F. 152—154°) u. 1-Amino-8-benzoylaminoanthrachinon (F. 328—330°), färbt A aus roter K orange; u. 8-Chlor-N-isopropyl-1.9-pyrazolanthron (F. 158—160°) u. Ib (F. 280—282°), färbt A aus roter K gelbbraun. (Schwz. PP. 2618 65—261 869, sämtlich vom 1/2. 1946, ausg. 1/9. 1949. Sämtlich Zus. zu Schwz. P. 256 236.)



ROICK. 7069

XIa. Farben. Anstriche. Lacke. Naturharze.

A. van der Werth, *Zur Technologie der Gewinnung und Veredelung von Harz*. Patentübersicht auf dem Gebiet der Harzherst.- u. -veredelungsverf.; im einzelnen sind besprochen die Harzgewinnung von lebenden Bäumen, aus totem Holz mit alkal. Lsgg., mit organ. Lösungsmitteln u. nach sonstigen Verf., Reinigen der Harze von Farbstoffen, Holzteilen usw.; Veredlung durch Salzbdg., Veresterung u. a. chem. Einw., bzw. durch apparative Maßnahmen. (Seifen-Öle-Fette-Wachse 75. 380. 17/8. 399—400. 31/8. 420—22. 14/9., 441—43. 28/9. 1949.)

SEIFERT. 7140

Donald A. Sutton, *Die Chemie der Kongo-Kopale*. 1. Mitt. *Herkunft, Eigenschaften und Zerlegung des Rohharzes*. Nach einer Übersicht über die bisher über *Kongokopal* (I) vorliegende Literatur werden eigene Vers. über die Zus. von I mitgeteilt. Danach ist I ein sehr viel komplexeres Gemisch, als bisher angenommen wurde, u. enthält Substanzen von fl. Sesquiterpenen bis zu hochmol. Polycarbonsäuren. Durch Se-Dehydrierung konnte aus bestimmten Anteilen 1.2.5-Trimethylnaphthalin gewonnen werden. Die neuen Erkenntnisse machen eine Revision der zur Zeit über die Vorgänge beim Verkothen von Kopalen mit Leinöl geltenden Anschauungen nötig.

Versuche: Der angewandte I hatte folgende Kennzahlen: C 79,1—79,4%, H 10,5 bis 10,75%, D₄²⁵ = 1,045; n_D²⁵ = 1,536; [α]_D²⁵ = 48°; SZ. 115. I wurde durch Extraktion mit Ae. in Extrakt (II) u. unlösl. Rückstand (III) zerlegt. Aus II wurden durch Fällen mit Pae. Säuren (IV) isoliert, die nach Überführen in die Bleisalze mittels A. in einen lösl. (V) u. einen unlösl. (VI) Anteil getrennt wurden. Aus V wurde eine *Säure* C₃₀H₄₈O₃ (F. 140—155°, *Methylester*, C₃₁H₅₀O₃, F. 60—75°) erhalten aus VI andere Säuren, die als *Methylester* fraktioniert wurden, aber nicht näher untersucht wurden. Das Filtrat von IV wurde durch Alkaliextraktion in einen sauren (VII) u. einen neutralen (VIII) Anteil zerlegt. Aus VII nach Veresterung mit Methanol-p-Toluolsulfosäure durch 7 tägiges Stehen-

lassen u. Moleküldest. der *Kongosäuremethylester*, $C_{21}H_{34}(O_2)_2$ (IX), Öl, $Kp_{0.05}$ 140—141°, $n_D^{25} = 1,4980$; $D_4^{25} = 0,9838$; $[\alpha]_D^{25} = -32,5^\circ$. *Dihydro-IX*, $C_{21}H_{36}O_2$, aus IX in Eisessig-Methanol mit PtO_2/H . IX-Hydrochlorid, $C_{21}H_{35}O_2Cl$, aus IX mit HCl in Ae. bei 0°, dickes Öl. — 1.2.5-*Trimethylnaphthalin*, aus IX mit Se bei 300°. Styphnat, Kristalle aus A., F. u. Misch.-F. 129—130°. Pikrat, $C_{13}H_{14} \cdot C_6H_5O_7N_3$, Kristalle aus A., F. 138 bis 140°. — Aus VIII wurden erhalten eine Mischung neutraler, O-haltiger Prodd. u. ein *Sesquiterpen* (X), $C_{15}H_{24}$, Kp_3 101°; $[\alpha]_D^{25} = -10^\circ$. *Dihydro-X*, $C_{15}H_{26}$, aus X mit PtO_2/H_2 in Eisessig. X-Dihydrochlorid, $C_{15}H_{26}Cl_2$, aus X mit HCl in Ae., Öl; $n_D^{25} = 1,5020$; $D_4^{25} = 1,055$. Scheidet beim Stehen Kristalle ab, aus PAe., F. 78—80°. — III wurde mit Ae.-Methanol 1:1 behandelt u. ein Rückstand (XI) u. eine Lsg. (XII) erhalten. Aus XII fallen bei Methanolzugabe *polymere Säuren*, $(C_{30}H_{48}O_3)_n$ aus, die mit Diazomethan die *Methylester*, $(C_{31}H_{50}O_3)_n$, F. 130—180°, Mol.-Gew. 9160—12900 geben. Pyrolyse gibt 1.2.5-Trimethylnaphthalin. — XI besteht ebenfalls aus Säuren, $(C_{30}H_{48}O_3)_n$. (J. chem. Soc. [London] 1949. 676—82. Teddington, Middlesex, Paint Res. Stat.) K. FABER. 7142

New Wrinkle, Inc., Wilmington, Del., übert. von: Enrique L. Luaces, Dayton, O., V. St. A., *Schrumpflacke*. Man behandelt Baumwollsamens-, Mais- oder Erdnußöl mit 20% ig. alkoh. NH_3 -Lsg. bzw. der alkoh. Lsg. eines Alkalihydroxyds, bes. Na-Äthylat, im Molverhältnis 1:4 bis 1:5 in der Siedehitze am Rückflußkühler, lagert dadurch die nichtkonjugierten Doppelbindungen in der Fettsäure in konjugierte um (Kontrolle durch Best. der SZ, des Dienwertes oder spektroskop. Unters.) u. stellt aus 102 (Teilen) der aus der anfallenden Alkalisäure gewonnenen Fettsäure mit einem mehrwertigen Alkohol, bes. 60 Glycerin u. einer Polycarbonsäure, bes. 120 Phthalsäureanhydrid, bei 400° F (bes. in nichtoxydierender Atmosphäre) ein Harz her, das, nach Abkühlen auf ca. 350° F mit 0,5—3% Co-Naphtthenat, in einem KW-stoff gelöst, einen mit zäher, harter, gleichmäßig geschumpfter Oberfläche auf trocknenden Lack liefert. (A. P. 2 465 243 vom 23/1. 1942 u. 3/11. 1945, ausg. 22/3. 1949.) ASMUS. 7117

Ciba Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Reinigungsmittel*. Man verwendet zum Reinigen von alkaliempfindlichen Materialien, z. B. Lackanstrichen auf Eichenholz, zur Entfernung von Ölfarbananstrichen bes. auf Leinölbasis auf Unterlagen, wie Holz, Kunstharz, Metall usw., schwach alkal. Pasten, die durch Vermischen von natürlichen Prodd., die neben Lignin noch Zersetzungsprodd. der Cellulose enthalten (Torf, Braunkohle, gegebenenfalls im Gemisch mit Holzhydrolyselignin; Teilchengröße $< 0,05$ mm), mit einer wss. Lsg. einer alkal. reagierenden Verb. (Alkali-, Erdalkalihydroxyde, NH_3 , Na_2CO_3) erhältlich sind u. die zweckmäßig mindestens ein organ. Lösungsm. (A., Methanol, Aceton, Diacetonalkohol, Mesityloxyd [I], Isophoron, Dioxan, chlorierte Aromaten, Lsgg. von Paraffin in Bzl. usw.) in gelöster oder emulgierter Form u. ferner gegebenenfalls desinfizierende oder bleichende Zusätze enthalten. Um den geforderten Feinheitsgrad der ligninhaltigen Prodd. zu erreichen, müssen sie vorgetrocknet werden, bis sie ihre Elastizität verlieren. Die Pasten werden auf die zu reinigenden Gegenstände aufgetragen oder mit Preßluft aufgespritzt u. nach kurzer Zeit, gegebenenfalls erst nach völligem Eintrocknen, wieder entfernt. Man kann z. B. 6 (Teile) eines bei 110—120° vorgetrockneten Torfmulls mit 2 gepulvertem NaOH, 25 (Volumenteilen) I u. 30 W. zu einer Emulsion verarbeiten u. erhält eine Paste, die z. B. eine Polyvinylackschicht von einer Glasunterlage nach Auftragen in einer Schichtdicke von 1—2 mm u. 1std. Wirkenlassen mittels Schwamm u. W. bequem zu entfernen gestattet. — Weitere Beispiele. (Schwz. P. 261 542 vom 24/7. 1946, ausg. 16/8. 1949. Zu. zu Schwz. P. 251882) STARGARD. 7121

XIb. Polyplaste (Kunstharze. Plastische Massen).

Karl Ziegler, *Über neuartige organische Katalysatoren*. Azoisobuttersäurenitril (I; $C_5H_9N_3$) wird als Katalysator für Additions- u. Polymerisations-Rkk. an Stelle von Peroxyd-katalysatoren benutzt. I u. seine aus Cyclohexanon dargestellte Analogon dienen in der Kunststoff-Industrie als sogenannte „Porophore“ zur Herst. von feinporigen u. lockeren Schaumstoffen. Bei der therm. Zers. von I entstehen unter N_2 -Abspaltung 2 Radikale $(CH_3)_2 \cdot C \cdot CN$, die zwar schnell dimerisieren, bei geeigneten Reaktionsbedingungen sich aber an Vinylverb. addieren bzw. deren Polymerisation bei Temp. von 60—80° (bei O_2 -Ausschluß bereits bei Raumtemp.) katalysieren. Auch C_2H_4 wird durch I bei 50—60° zu lockerem pulverigem Polyäthylen polymerisiert. Zusatz von I bewirkt Addition von CCl_4 bzw. $CHCl_3$ sowie von Aldehyden (untersucht wurden $CH_3 \cdot CHO$ u. $C_6H_5 \cdot CHO$) an C_2H_4 u. a. (α -) Olefine. Bei 50—60° u. einem Anfangsverhältnis $CH_3 \cdot CHO : C_2H_4 = ca. 1:1$ werden $CH_3 \cdot CO \cdot (CH_2)_n \cdot CH_3$ ($n = 1-5$) erhalten. Die von amerikanischen Autoren berichtete explosive Zers. bei der Umkristallisation von I (zwecks Reinigung) läßt sich durch geeignete Handhabung, vor allem durch Vermeidung jeglicher Temperatur-

erhöhung, vollkommen verhindern. (Brennstoff-Chem. 30. 181—84. 15/6. 1949. Mühlheim-Ruhr, KWI für Kohlenforsch.)

KLASSE. 7170
 Howard S. Bergen, *Weichmacher, das X in Kunststoffen*. Überblick über Wichtigkeit, Prüfung u. Anwendung von Weichmachern in der Kunststoffindustrie. (Off. Digest Federat. Paint Varnish Product. Clubs 1949. 72—79. Febr. Monsanto Chem. Co., V. St. A.)

W. WOLFF. 7170
 Heinrich Berger, *Über die Verwendung von Trikesylphosphat in Kunststoffherzeugnissen. Ein Beitrag zur Frage über die „Gifigkeit von Igelit“*. (Kunststoffe 39. 65—66. März 1949. Ludwigshafen/Rh.)

K. MEIER. 7170
 E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: Gerald M. Whitman, Claymont, und Samuel L. Scott, Wilmington, Del., V. St. A., *Polymerisieren von Äthylen* (I). Man polymerisiert I unter Ausschluß von W. in Ggw. von fl. NH₃ bei 150—300°, bes. 200—275° u. 500—10000 at, bes. 700—1500 at in Ggw. von 0,005—5% eines Katalysators aus Metallen der 2. Gruppe des Period. Syst., wie Ba, Ca, Mg, Zn u. Cd, zu einem festen Produkt. In ein Druckgefäß aus rostfreiem Stahl, das mit N₂ ausgespült ist u. 5 Teile metall. Ca enthält, preßt man I unter 75 at ein u. schüttelt den Autoklaven. Während 8,25 Stdn. wird die Temp. auf 248—252° u. der Druck auf 825—980 at gehalten. Der gesamte Druckabfall beträgt 845 at. Das Gefäß wird nun gekühlt u. der Überschuß an I abgelassen. Man erhält 90,2 eines schwammigen, weißen, festen Prod., F. 90—92°, mit einer inneren Viscosität („intrinsic viscosity“) von 0,43 (0,125% ig. Lsg. in Xylol bei 85°). — Weitere Beispiele unter Verwendung von Mg-Spänen, Zinkstaub u. Cd-Pulver als Katalysatoren. — Die in der Regel wachsähnlichen weichen Polymerisate dienen als Klebmittel in plast. Schichtkörpern, für Glas, Papier, Textilien, Imprägniermittel für wasserabweisende Überzüge, Schmierölzusätze usw. (A. P. 2 467 245 vom 5/2. 1946, ausg. 12/4. 1949.)

KONARSKY. 7173
 Cie. de Produits Chimiques & Électrométallurgiques Alais, Froges & Camargue (Erfinder: Fournier, Hardouin und Thiesse), Frankreich, *Herstellung von niedrigviscosen, in Dichloräthan usw. löslichem Polyvinylchlorid*, durch Polymerisation von Vinylchlorid (I) unter Druck im Autoklaven, dad. gek., daß man diesen mit I (gasförmig) von einem Druck, der unterhalb des Sättigungsdrucks liegt, beschickt. Die Temp. liegen bei 20—100° u. der Arbeitsdruck bei 1—10 at. — Z. B. gibt man in einen Autoklaven 1000 (Teile) W., 5 K-Stearat, 5 K-Persulfat u. 0,5 KOH, erwärmt ihn auf 58° u. verbindet ihn mit einem 20° warmen, mit I gefüllten Gefäß, was einen Druck von 3—4 at gibt. Nach 14 Stdn. gewinnt man das in Aceton sehr leicht lösl. Polymere als 14% ig. Emulsion. — Ein weiteres Beispiel. (F. P. 946 750 vom 31/1. 1945, ausg. 13/6. 1949.)

DONLE. 7173
 E. I. du Pont de Nemours & Co. und Frederick L. Johnston, V. St. A., *Polyvinylfluoridmassen für Spritzguß*. Man setzt als Wärmestabilisierungsmittel 0,1—5 Gew.-% einer mit Formaldehyd reagierenden Verb. zu. Als solche eignen sich bes. N-Verbb., die ein ersetzbares H-Atom an N gebunden enthalten, z. B. prim. oder sek. Amine, vor allem prim. u. sek., aliphat. Amine. Der Erweichungspunkt von Polyvinylfluorid soll unterhalb des Kp. dieser Verbb. liegen. Am besten bewährt sich Dicyclohexylamin (I). — Beispiele für die Anwendung von Harnstoff, I, Hexamethylenbischarnstoff, Biuret, Monoacetyl-, Monobenzylharnstoff, Cyanamid, Dicyandiamid, Diäthylentriamin, Melamin, Difurylamin; auch von Phenolen, z. B. p-Aminophenol. (F. P. 941 139 vom 23/1. 1946, ausg. 3/1. 1949. A. Prior. 19/11. 1943.)

DONLE. 7173
 E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: Gelu Stoff Stamatoff, Nutley, N. J., V. St. A., *Herstellung von Polyvinylalkohol* aus Polyvinylacetat (I). Man erhitzt einen wasserfreien aliphat. Alkohol (z. B. Methanol) mit einem sauren Katalysator (z. B. H₂SO₄) auf 50—60°, fügt dann während ca. 1/5 (45 Min.) der gesamten Reaktionsdauer (z. B. 4 Stdn.) die Gesamtmenge I, unter gleichmäßigem Rühren, hinzu u. behält die Temp. von 50—60° bis zum Ende der Rk. bei. Die angewandte Menge des sauren Katalysators beträgt 1—2,5% des Gewichts des ganzen Reaktionsgemisches. Das Prod. eignet sich bes. als Zwischenschicht von Sicherheitsglas. (A. P. 2 478 431, vom 7/6. 1946, ausg. 9/8. 1949.)

BRÖSAMLE. 7173
 Monsanto Chemical Co., St. Louis, Mo., übert. von: Richard D. Dunlop, Longmeadow, Mass., V. St. A., *Wärmehärtende Polyvinylacetalmischungen*. Die wärmehärtende M. besteht bes. aus einem Gemisch von 100 (Teilen) eines Polyvinylbutyraldehydacetalarzes (I) [mit 16—20 Gew.-% Oxygruppen (berechnet als Polyvinylalkohol), weniger als 3% Acetatgruppen (berechnet als Polyvinylacetat) u. Rest Butyraldehydacetat], 5—25 eines öllösl. p-Butylphenol-Formaldehyd-Kondensationsprod. u. 0,1—0,6 eines Äthyläthers eines Methylolmelamins, der mit den anderen Bestandteilen mischbar ist, gegebenenfalls unter Zusatz von Füllmitteln u. Pigmenten. — 100 I, 50 Butyricinoleat (II) u. 17 Plastifizierungsmittel SC (III) (Glykolester von pflanzlichen Ölsäuren) werden

bei 100—120° in einem Mischapp. zu einer homogenen plast. M. verarbeitet u. dann 10 Phenolharz (IV) (erhältlich durch alkal. Kondensation gleicher Mol-Mengen von p-tert. Butylphenol u. CH₂O) zugemischt. Nach dem Abkühlen der M. auf 80° gibt man 0,5 Tetraäthyläther des Tetramethylolmelamins zu. Das Prod. ist homogen transparent gummiartig u. plast. u. kann verformt, in der Strangpresse verarbeitet, kalandriert oder in Lösungsmitteln gelöst werden. — Weitere Beispiele. Die Reaktionsprodd. dienen zur Herst. von Formkörpern, Zwischenschichten in Sicherheitsglas, Überzügen auf Holz, Geweben Papier u. dgl. (A. P. 2 466 399 vom 15/10. 1943, ausg. 5/4. 1949.)

KONARSKY. 7173

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Gordon T. Vaala, Wilmington, Del., V. St. A., *Härten von Polyvinylacetatharzen* mit einer OH-Zahl von wenigstens 60 durch Erhitzen mit 1—90 Gew.-% eines Melamin-CH₂O-Alkohol-Reaktionsprod. auf 100 bis 200°. — Man stellt eine homogene Mischung aus 100 (Gewichtsteilen) *Polyvinylbutyral* (OH-Z. 155) u. 28 einer 50%ig. Lsg. von mit Butanol modifiziertem Melamin-CH₂O-Harz in 800 denaturiertem A. her, zieht Cu-Draht durch die Mischung, trocknet u. heizt 20 Min. bei 155°. Der Überzug haftet fest u. ist unlösl. in Alkohol. Die Massen dienen zur Herst. von Klebmitteln, Überzügen, selbsttragenden Platten, Filmen u. Formwaren aller Art. (A. P. 2 458 451 vom 18/6. 1943, ausg. 4/1. 1949.)

PANKOW. 7173

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: Emmette Farr Izard, Kenmore, N. Y., V. St. A., *Acetalpolymere*. Man polymerisiert ungesätt. Acetale (I) allein oder mit anderen polymerisierbaren Verbb. (*Vinylverbb.*, *Acrylsäurederiv.*, *Styrol*, *Isobutylene*, *Äthylen*, *Butadien*, *Chloropren*). Als I sind genannt *Acroleinacetal* (I) (Allyliden-diäthoxyd), *Allylidenäthoxydchlorid*, *Acroleinbutyral*, *Methacrolein*, *Crotonaldehyd*, *Zimtaldehyd*, *Phenylacroleinacetal*. Durch saure Hydrolyse kann die Aldehydgruppe im Polymeren abgespalten werden. Sind in dem Polymeren noch freie OH-Gruppen vorhanden, so entstehen mit den bei der Verseifung frei werdenden Aldehyden unter Vernetzung unlösl. u. unschmelzbare Produkte. Sind solche OH-Gruppen nicht im Mol. vorhanden, kann man solche enthaltende Stoffe, wie Cellulose, partiell substituierte Cellulosederiv., Glykolellulose, Polyvinylalkohol, Glycerin, Glykol, Polythioalkohole, den Polymeren zusetzen u. dann die Acetalgruppe verseifen. — Man erhitzt 4 (Gewichtsteile) Vinylacetal (II) u. I mit 0,05 Benzoylperoxyd am Rückfluß 40 Stdn. u. erhält ein beim Erkalten festes Polymeres, das in Methanollsg. mit wenigen Tropfen konz. HCl kurz erhitzt ein in W., Methoxyäthanol oder A. unlösl. Prod. gibt. Man kann im Polymeren auch zunächst alkal. die Estergruppen u. dann sauer die Acetalgruppen verseifen. Sind hierbei OH-Gruppen im Überschuß vorhanden, so bleibt das Prod. in W. quellbar u. kann mit Aldehyden ganz oder teilweise acetalisiert werden. Die nicht verseiften Polymeren dienen zur Herst. von Platten, Filmen, Verpackungsmaterial, Rohren, Fäden, Borsten, Garnen, Überzügen; sie können mit Cellulosederiv. gemischt, verformt u. beide sauer verseift werden. Die wasserlösl. alkal. Verseifungsprodd. (III) dienen als Klebstoffe für Cellophan, Papier, Gewebe, als Schlichte für Garne, wie Nylon, als Schutzüberzüge, in polarisierenden Apparateilen, als Ersatz für Wursthüllen, holländ. Gewebe; sie können mit Viscose gemischt, versponnen u. im sauren Bad koaguliert u. vernetzt oder koaguliert, gereckt u. erst dann vernetzt werden. Sie können auch, wie Polyvinylalkohol, heiß gezogen u. als Schrupfhüllen verwendet werden. III können auch mit Farbstoffzwischenprodd., die mit Aldehyd reagierende Gruppen enthalten, umgesetzt werden u. sind bei Verff. der Farbphotographie wertvoll. III sind auch zur Herst. von Ag-Halogenid-Dispersionen geeignet. Die I-II-Mischpolymeren dienen auch als Verankerungsmittel für wasserempfindliche Überzüge auf in organ. Lösungsmitteln lösl. Grundstoffen. Letztere Mischpolymerisate kann man im Mol-Verhältnis I: II wie 1: 2 bis 1: 20 herstellen. (A. P. 2 467 430 vom 6/3. 1945, ausg. 19/4. 1949.)

PANKOW. 7173

Wingfoot Corp., Akron, O., übert. von: Joy G. Lichty, Stow, O., V. St. A., *Herstellung von α,β -Dihalogenacrylsäureestern und ihre Polymerisation*. Man spaltet durch Pyrolyse aus Trihalogenpropionitrilen Halogenwasserstoff ab u. behandelt das erhaltene Dichloracrylnitril mit Alkoholen in wss. HCl-Lösung. Man kann auch Dichloracrylylchlorid mit Alkoholen umsetzen. — Man leitet 3840 g α,α,β -Trichlorpropionitril in 130 Min. bei 415—460° durch ein elektr. beheiztes Eisenrohr, das einen Kohleüberzug besitzt, u. mit Quarzkugeln, die ebenfalls mit Kohle überzogen sind, gefüllt ist. Das Kondensat wird von Hydrochinon dest. u. gibt α -Chloracrylnitril (ca. 12%), α,β -Dichloracrylnitril (I) (ca. 80%) u. etwas Trichlorpropionitril. — Man erhitzt 250 cm³ 95%ig. A., 107 cm³ konz. H₂SO₄, 122 g I, 1 g Hydrochinon u. 1 g Diphenylphenylendiamin 18 Stdn. am Rückflußkühler, gießt das kalte Prod. in 300 cm³ W., trocknet die untere Schicht u. destilliert. *Äthyl- α,β -dichloracrylat* (II) hat Kp.₅₀ 93—98°. — Weitere Beispiele behandeln die Herst. von *n-Butyl- α,β -dichloracrylat*, Kp.₂₁ 106°, D.₄²⁰ = 1,199; n_D²⁰ = 1,4692. — *Isopropyl- α,β -dichloracrylat*, Kp.₃₅ 93—98°. — *Isobutyl- α,β -dichloracrylat*, Kp.₂₅ 101—106°. Diese Ester;

ebenso die von α,β -Dibromacrylaten oder gemischten Chlorbromacrylaten können mit anderen polymerisierbaren Stoffen mischpolymerisiert werden, z. B. mit *Butadienen*, *Chloropren*, *Cyanopren*, *Styrol*, *Acrylnitril*, *Vinylidenchlorid*. — Man hält eine Emulsion aus 25,6 g II, 38,4 g Butadien, 2,4 g Na-Laurylsulfat in 40 cm³ W., je 2 cm³ 10%ig. NaCN-Lsg. u. CH₃CHO, 1 cm³ 4-n H₂SO₄, 2,12 g NaBO₃, 1,92 g CCl₄ mit End-pH 6,95 39 Stdn. bei 38° (A. P. 2 469 833 vom 10/9. 1943, ausg. 10/5. 1949.) PANKOW. 7173

Lockheed Aircraft Corp., Burbank, Calif., übert. von: **Eli Simon**, Los Angeles, und **Melvin F. George Jr.**, Hollywood, Calif., V. St. A., *Kleben von Methylmethacrylatharz aneinander oder an andere Gegenstände mittels des Teilpolymerisats*, wie man es z. B. durch Lösen von polymeren Methylmethacrylat in monomerem erhält. Man reinigt die zu verklebende Fläche mit einem Lösungsm. wie A., deckt die andere Oberfläche ab, überzieht mit dem Klebmittel, schützt gegen Staub u. verpreßt, so daß keine Blasen entstehen u. überschüssiger Klebstoff entfernt wird, worauf der Klebstoff z. B. durch Belichtung polymerisiert wird (A. P. 2 458 032 vom 26/1. 1942, ausg. 4/1. 1949.) PANKOW. 7173

N. V. de Bataafsche Petroleum Mij., Holland, *Herstellung von Kunstharzmassen*, bes. als Formgegenstände, aus einem überwiegenden Anteil *Polymethacrylsäuremethylester*, ferner einem Copolymeren aus *Methacrylsäuremethylester* (I) mit einem Vinylhalogenid u./oder einem Copolymeren aus I u. einem Vinylidenhalogenid. — Z. B. stellt man durch Emulsionspolymerisation ein Copolymeres aus 65 (Gewichtsteilen) *Vinylchlorid* u. 35 I her, zerkleinert das Prod., fügt etwas Farbstoff u. 0,2% trockenes Benzoylperoxyd zu. Dann mischt man 68 dieser M. mit 32 I zu einer plast. M. u. verarbeitet sie in einer Gipsform auf künstliche Gebisse, Knöpfe, Handgriffe, Billardkugeln, Lineale usw. (F. P. 942 028 vom 20/2. 1947, ausg. 27/1. 1949. Holl. Priorr. 16/6. u. 2/9. 1944.) DONLE. 7173

Falk & Co., Carnegie, Pa., übert. von: **John W. Church**, Mount Lebanon, Pa., V. St. A., *Herstellung von plastischem Polystyrol*. Man polymerisiert Styrol in wss. Emulsion mit Casein oder Glycinin (z. B. aus Sojabohnen; sogenannte Alhaphprotein) u. gibt zu dem Polymeren ein Plastiziermittel. — Man gibt 30 (Gewichtsteile) Alhaphprotein zu 100 W. von 210° F., dann dazu etwas Na-Tetraborat u. rührt bis zur Homogenität. Hierzu gibt man nach Abkühlen 100 W. u. langsam 375 Styrol mit 0,2 Gew.-% Benzoylperoxyd, u. nach guter Verteilung 900 W., worauf in 45 Min. auf 180° F. geheizt wird. Die Reaktionsmischung wird 48 Stdn. bei 170—200° F. gehalten. Dünne Fl. mit schwammartigem Polymeren, die nach dem Mahlen eine homogene wss. Dispersion bildet, die im Mischer mit einem Plastiziermittel wie Methylstearat bei ca. 160° F. gemischt u. aus dem das W. danach entfernt wird. (A. P. 2 460 976 vom 15/8. 1944, ausg. 8/2. 1949.) PANKOW. 7173

California Research Corp., San Francisco, Calif., übert. von: **Ludwig H. Dimpfl** und **William E. Elwell**, Berkeley, Calif., V. St. A., *Polystyrol-Chlorwachs-Mischung*. Man mischt hartes *Polystyrol* (I) mit 35—70% chloriertem Wachs, z. B. chloriertem Petroleum-KW-stoffwachs („yellow slack wax“) (II), das 42% Cl enthält. Eine Mischung aus 75 (Gew.-%) I u. 25 II ist nicht homogen, hart u. wachsigartig, eine mit 50% I u. entsprechend II ist klar, biegsam, zäh wie Schuhleder, eine mit 45% I rückprallend, mit reversibler Elastizität, mit 40% I zeigt sie einen weiten Bereich reversibler Elastizität, mit 35% I ebenso, jedoch et was geringere Zugfestigkeit, mit 30% I geringe Zugfestigkeit, Oberfläche trocken, mit 25% I desgl., Oberfläche klebrig. Die Mischungen mit mehr als 60% II eignen sich zur Herst. von Schläuchen, als biegsame Überzüge u. Kabelisolierungen für Niederspannungsströme. (A. P. 2 469 107 vom 11/12. 1945, ausg. 3/5. 1949.) PANKOW. 7173

Allied Chemical & Dye Corp., New York, N. Y., übert. von: **David F. Gould**, Riverton, N. J., V. St. A., *Polymerisieren von Ölen*, wie sie bei der Fraktionierung von Teeren wie Steinkohlen-, Wassergas-, Ölgasteer oder aus Tropföl, Koksofendestillaten u. Petroleumfraktionen (Kp. 135—205°) erhalten werden. Man reinigt durch alkal. u. saure Wäsche u. entfernt Cyclopentadien durch Kontakt mit verd. H₂SO₄ oder durch Fraktionierung u. behandelt das Material möglichst unter wasserfreien Bedingungen mit einem Katalysator aus unaktiviertem absorbierendem Ton (Bentonit, Fullererde u. HCOOH oder Oxalsäure) bei 80—120°. Die entstehenden *Cumaron-Inden-Styrolharze* sind heller als die bisher hergestellten. — Rohes Tropföl „Hi-flash“, naphtha, Kp. 165—205°, aus dem Säuren u. Basen entfernt sind, wird 1 Stde. bei Raumtemp. mit 3 Vol-% 50° Bé H₂SO₄ gerührt, das Öl wird durch Absetzen abgetrennt u. mit wss. NaOH neutralisiert, bei 1 inch Druck destilliert. 200 (Gewichtsteile) des Öls, 4 60%ig. HCOOH u. 20 Bentonit werden 4 Stdn. unter CO₂ Durchleiten bei 100° gehalten, filtriert, mit NaOH neutralisiert u. mit W. gewaschen. Man dest., wobei ein Prod. vom F. 134,5° erhalten wird. (A. P. 2 460 692 vom 24/6. 1943, ausg. 1/2. 1949.) PANKOW. 7173

Allied Chemical & Dye Corp., New York, N. Y., übert. von: **Harry L. Allen**, Philadelphia, Pa., und **Earl G. Kerr**, Haddonfield, N. J., V. St. A., *Herstellung thermisch härtender Kunstharze* durch Rk. von *Cumaron*, *Inden* u. ihrem Homologen, der gleichen Gewichtsmenge *Phenol*, CH₂O u. einem sauren Polymerisationskatalysator wie H₂SO₄. Das harz-

artige Prod. kann mit Härtemitteln, wie Alkali u. Hexamethylentetramin, gemischt u. in den unlösl. u. unschmelzbaren Zustand übergeführt werden. Die Harze dienen zur Herst. von Überzügen oder Rohren, zum Imprägnieren von Gewebe, Papier u. dgl. — 80 (Gewichtsteile) Phenol, 75 37%ig, wss. CH₂O-Lsg., 38 Steinkohlentcerölfraction vom Kp. 172—193° u. 2,15 20%ig. H₂SO₄ werden auf 90° geheizt u. 2½ Stdn. bei 96° gehalten. Man dest. bei 3 inch bis 160° u. erhält ein Harz vom F. 117°, unlösl. in Bzl. u. trocknenden Ölen, lösl. in A. u. 1:1 A.-Bzl.-Mischung. 44,25 des Harzes mischt man mit 4,45 Hexamethylentetramin, 44 Holzmehl, 3 Diatomeerde, 2 Farbstoff, 0,75 Montanwachs, 1 Schmiermittel (Ca-Stearat) u. 0,55 Kalk bei 230—300° F auf der Differentialwalze, mahlt das Fell zu einem feinen Pulver, formt u. härtet bei 170° unter 4500 lbs/sq.in. (A. P. 2 460 724 vom 31/10. 1945, ausg. 1/2. 1949.) PANKOW. 7173

Neville Co., Pittsburgh, Pa., übert. von: Lyle M. Geiger, Edgewood, Pa., V. St. A., Herstellung alkohollöslicher mit Phenol modifizierter Cumaron-Indenharze. Rohe Solventnaphtha (I) wird zur Entfernung reaktionshindernder Teersäuren mit verd. Mineralsäure behandelt, gewaschen, mit Phenolen gemischt, die mit den ungesätt. Bestandteilen von I reagieren, die Mischung getrocknet u. bei nicht mehr als ca. 110° mit akt., 5—30% W. enthaltendem Ton zu einem alkohollösl. mit Phenol modifizierten Harz umgesetzt. — 400 (gal) I mit 60% polymerisierbaren Anteilen werden 4 Stdn. mit 50 einer 20 Gew.-%ig. H₂SO₄ gerührt, dekantiert, 2mal mit 50 W. u. 50 7 Gew.-%ig. Na₂CO₃ gewaschen, mit 100 Kresol versetzt, 1 Stde. mit einem 36 Stdn. bei 180—200° getrockneten „Super Filtrol“-Ton (II) bei 55—65° getrocknet, filtriert, mit 175 lbs feuchter II versetzt u. 11 Stdn. bei 80—90° gerührt. Nach dem Filtrieren erhält man ein alkohollösl., sehr helles Harz u. etwas alkohollösl. Schweröl. (A. P. 2 466 889 vom 18/8. 1945, ausg. 12/4. 1949.) PANKOW. 7173

XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

Jacques Clouaire, *Physikalische Betrachtungen über die Elastizität des Kautschuks*, 1. Mitt. Die Hysteresis. Je nach der Temp., der Schnelligkeit u. der Stärke der untersuchten Verformungen können mehrere ganz verschied. Erscheinungen für die Entstehung der Hysteresis verantwortlich sein, die der Kautschuk jedesmal zeigt, wenn er zeitlich veränderlichen Beanspruchungen unterworfen wird, nämlich bleibende Verformung, innere Reibung u. Kristallisation. Bei schnellen Deformierungen von geringer Größe wie beispielsweise im Gebiet der Schwingungen beruht die beobachtete Energieabnahme auf innerer Reibung. Bei langsamen Verformungen großen Ausmaßes wie in der Zerrcißmaschine spielt die Kristallisation die erste Rolle, u. die bekannten Erscheinungen, die diese hervorruft, lassen sich mathemat. durch die Integralgleichungen von VOLTERRA ausdrücken. (Vgl. auch C. 1949. II. 1457.) (Rev. gén. Caoutchouc 26. 626—30. Sept. 1949.) OVERBECK. 7220

Jean Le Bras und André Salvetti, *Haben mechanische Zugkräfte Einfluß auf die Oxydierbarkeit von Kautschuk?* Zur Klärung der Frage, ob Zugkräfte auf Kautschuk nur die Oxydation erhöhen durch von ihnen hervorgerufene Erhitzung oder ob sie einen Einfl. auf die Oxydation selbst haben, wurden mit Hilfe besonderer Vorr. Verss. unternommen zur Auffindung etwaiger Veränderungen in der Geschwindigkeit der Oxydation, sowohl an Proben mit verschied. Verlängerung wie auch an Proben mit wiederholten Biegungen oder wiederholten Dehnungen. Es wurden keine bedeutsamen Unterschiede bemerkt, was beweist, daß mechan. Zug auf Kautschuk dessen Oxydierbarkeit nicht verändert, wenigstens nicht innerhalb der bei diesen Verss. angewandten Spannungen, die sich etwa mit den beim prakt. Gebrauch der Gummiwaren vorkommenden Spannungen decken. Wie von ECCHER (vgl. C. 1941. I. 832) nachgewiesen wurde, entstehen Reißbildungen nur durch Ozonwirkg. auf Kautschuk. Bei den neuen Verss. waren, eben wegen Ausschaltung von Ozonwirkg., in keinem Falle die typ. Biegerisse zu beobachten, was indirekt die Beobachtungen ECCHERS bestätigt. (Rev. gén. Caoutchouc 26. 10—14. Jan. 1949.) ESCH. 7220

W. Späth, *Dielektrischer und mechanischer Verlustfaktor von Natur- und Kunstkautschuk*. Der Begriff des „mechan. Verlustfaktors“ (V) $\text{tg } \delta = \frac{1}{E/R}$ (R = innerer Reibungswiderstand, E = E-Modul) wird eingeführt, woraus sich die prozentuale Rückprallhöhe z zu $\text{tg } \delta = \frac{1-Z}{Z}$ u. $Z = \frac{1}{1+R/E}$ ergibt. Die Temperaturabhängigkeit des aus Rückprallverss. errechneten V wird für Naturkautschuk, Buna S u. Buna SS kurvenmäßig dargestellt. (Kautschuk u. Gummi 2. 311—12. Okt. 1949.) PANKOW. 7220

Yves Le Bihan und Louis-Paul Spanjaard, *Anwendung der Heizung durch Induktion und durch dielektrische Verluste in der Gummiindustrie*. Bei Heizungen unter Benutzung hochfrequenter Ströme erfolgt die Hitzeblgd. in der M. selbst; leitende Körper, in einem

veränderlichen magnet. Feld angeordnet, werden durch Induktion erhitzt; bei nichtleitenden Körpern, die in einem veränderlichen elektr. Feld untergebracht werden, wird durch dielektr. Verluste erhitzt; in beiden Fällen ist die Erhitzung äußerst schnell, die erzielten Hitzgrade sind begrenzt durch die angewandte Kraft u. durch die Größe der Verluste; Erhitzung durch dielektr. Verluste erfolgt z. B. bei Koagulation von Latex, Trocknung von Latexgummiwaren, Anwärmung vor Vulkanisation in Formen, beim Formheizen, bei Herst. von Schwammgummi, bei Regenrathserz., beim Gewebetrocknen. Induktionsheizung benutzt man zum Vorheizen großer Eisenkerne für Druckwalzen, ferner zur Trennung von Metall-Gummi-Abfall. (Rev. gén. Caoutchouc 26. 15—20. Jan. 1949.)

ESCH. 7220

General Aniline & Film Corp., New York, N. Y., übert. von: Carl E. Barnes, Belvedere, N. J., V. St. A., *Emulsionspolymerisation von Butadienen* oder deren Mischungen mit anderen polymerisierbaren Verb. mittels Seifen von Fettsäuren mit ca. 12—18 C-Atomen im Mol. u. in Ggw. eines indifferenten wasserlösl. organ. Lösungsm. für die Seife (niedere Alkohole, Aceton, Äthylenglykol oder dessen Monoäther, Dioxan, Glycerin u. a.). — 38 (Volumenteile) W., 24 3%ig. wss. H₂O₂, 100 5%ig. wss. NH₄-Oleat-Lsg., 20 Gewichtsteile Styrol u. 60 Butadien werden im geschlossenen Gefäß 9 Stdn. bei 60—65° geschüttelt. Man erhält mit verd. Essigsäure ein öliges Polymeres, nach 96std. Polymerisation ein *kautschukartiges Polymeres*. Letzteres erhält man bei Zusatz von 12 Aceton bereits nach 9std. Polymerisation. — Weitere Beispiele u. a. für die Polymerisation von Chloropren. (A. P. 2 470 065 vom 11/8. 1944, ausg. 10/5. 1949.)

PANKOW. 7237

Advance Solvents & Chemical Corp., New York, N. Y., übert. von: Gerry P. Mack, Jackson, Heights, N. Y., V. St. A., *Emulsionspolymerisation von Butadienen oder Mischungen von Butadienen mit anderen polymerisierbaren Verbindungen* mit Hilfe eines Emulgators u. eines Emulsionsstabilisators, der ein sulfoniertes Kondensationsprod. von wenigstens einem arom. KW-stoff mit 2—3 Ringen mit einem niederen Aldehyd ist; zweckmäßig setzt man zu dieser Emulsion noch einen Polymerisationsregulator, wie Dodecylmercaptan. — 460 (Gewichtsteile) Diphenyl werden bei ca. 80° mit 200 konz. H₂SO₄ sulfoniert; das Prod. wird mit 160 37 $\frac{1}{2}$ %ig. wss. CH₂O unter Rühren bis zur völligen Rk. des CH₂O erwärmt, 0,25 dieses Kondensationsprod., 80 W., 2 Na₂S₂O₈, 5 K-Stearat, 3 Na-Abietat u. 100 2,3-Dimethylbutadien-(1,3) werden 20 Stdn. bei 50° erhitzt. Man erhält einen stabilen Latex. Weitere Beispiele betreffen die Herst. von Emulsionsstabilisatoren aus Naphthalin, Anthracen u. Terphenyl u. die Polymerisation von Butadien (I) mit Styrol, Acrylnitril, Isopren oder 2-Methylpentadien (II), von 2-Chlorbutadien-(1,3) mit Myrcen u. von I mit II u. Styrol oder Acrylnitril. (A. P. 2 470 629 vom 30/10. 1944, ausg. 17/5. 1949.)

PANKOW. 7237

Monsanto Chemical Co., St. Louis, Mo., übert. von: Monte C. Throdahl, Nitro, W. Va., V. St. A., *Vulkanisieren von Butadienkautschuk* mit 0,1—1% eines Mercaptans (Äthyl-, Propyl-, Butyl-, Amylmercaptan, Mercaptoessigsäure, Benzyl-, Xylylmercaptan, Thio- β -naphthol, Thiophenol, -kresol, Tetrahydronaphthylmethylmercaptan, Mercaptoethyl-naphthalin, 1-Mercaptoethyl-4-isopropylbenzol oder -2,4,6-trisopropylbenzol, p-tert.-Butylmercaptobenzol) zusammen mit Dixanthogendisulfid als Vulkanisiermittel. Man vulkanisiert z. B. eine Mischung von 100 (Gewichtsteilen) Buna S, 40 Ruß, 3 ZnO, 4 Mineralrubber, 3 Weichmacher, 4 Äthylxanthogendisulfid, 1,75 N-Cyclohexyl-2-benzothiazylsulfenamid u. 0,1 Xylylmercaptan 60 Min. bei 141,5°. Biegeiförmigkeit u. Elastizität sind verbessert. (A. P. 2 462 572 vom 22/9. 1944, ausg. 22/2. 1949.)

PANKOW. 7237

Standard Oil Development Co., Del., übert. von: Joseph F. Nelson, Elizabeth, N. J., V. St. A., *Einbringen von Antioxydationsmitteln in Isobutylenkautschuk*. Isobutylen (I) bzw. 1 (Teil) einer Mischung aus 60—99,5 (Gew.-%) I u. 0,5—40 eines Polyolefins mit 4—10 C-Atomen (bes. Isopren) in bis zu 10 eines bei der Reaktionstemp. fl. organ. Verdünnungsmittels mit weniger als 5 C-Atomen (z. B. KW-stoff bzw. Halogenalkyl, bes. CH₂Cl) wird bei —40 bis —160° durch Vermischen mit der Lsg. eines FRIEDEL-CRAFTS-Katalysators in einem organ. Lösungsm. mit niederm F. polymerisiert, das Reaktionsgemisch mit dem in fein zerteilter Form vorliegenden Polymeren unter Rühren in heißes W. gegeben, das 0,5—6% (berechnet auf Polymerisat) unlösl. Seife (z. B. Zn-Stearat), ein Netzmittel (z. B. niedermol. Alkohol) u. 0,1—1,5% (auf Polymerisat) nichtflüchtiges Antioxydationsmittel (z. B. arom. Amin, Aminophenol, Diarylamin oder 2,4,6-Trialkylphenol, bes. 2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol oder Phenyl- β -naphthylamin) suspendiert enthält, wodurch unter Aufschwämmen der Katalysator inaktiviert u. ausgewaschen, das fein zerteilte Polymere im W. aufgeschlämmt u. mit der im W. suspendierten Substanz in Berührung gebracht wird, u. schließlich abgetrennt, während die flüchtigen Bestandteile zurückgewonnen u. dem Prozeß wieder zugeführt werden. Durch das Einbringen eines Antioxydationsmittels unmittelbar nach der Polymerisation wird die sonst beim Trocknen

des Polymerisates in erheblichem Umfang stattfindende Depolymerisation u. damit eine Verschlechterung der Eigg. des Prod. vermieden. — Beispiele. Apparat. (A. P. 2 462 123 vom 14/8. 1945, ausg. 22/2. 1949.) ASMUS. 7237

Standard Oil Development Co., übert. von: John Rehner jr., Westfield, und Paul J. Flory, Cranford, N. J., V. St. A., *Weichmacher oder Plastiziermittel für Tieftemperaturmischpolymerisate, wie Butylkautschuk*, bestehend aus organ. Peroxyden (Benzoyl-, Tetralinperoxyd, Ascaridol), die vorzugsweise in Mengen von 0,1—1%, aber auch bis zu 8% angewandt werden. Weniger wirksame Peroxyde können auch in Mengen von 12% zugesetzt werden. (A. P. 2 462 674 vom 22/10. 1943, ausg. 22/2. 1949.) PANKOW. 7237

Standard Oil Development Co., übert. von: Wilbur F. Fischer, Roselle Park, N. J., V. St. A., *Verarbeiten von Butylkautschuk*. Man vulkanisiert das Tieftemperaturmischpolymerisat (I) aus einem Isoolefin, wie Isobutylen, u. einem Diolefin mit 4—12 C, plastiziert es danach von neuem, mischt es mit unvulkanisiertem I, formt u. vulkanisiert. Hierdurch werden gewisse Fehler bei der üblichen Verarbeitung (Porosität, Quellung usw.) vermieden. — 100 (Teile) eines Polymeren aus 99,55 Isobutylen u. 1,45 Isopren (Mol.-Gew. 80000), 5 ZnO, 3 Stearinsäure, 1,5 S u. 1 Tuads werden unter Druck vulkanisiert, plast. gewalzt u. z. B. pro 30 oder 120 des Vulkanisats mit 100 I, 5 ZnO, 3 Stearinsäure, 1,89 oder 3 S, 1,25 oder 2 Tuads u. gegebenenfalls 30 Gastex-Ruß gemischt u. 90 Min. bei 307° vulkanisiert. (A. P. 2 458 843 vom 1/1. 1943, ausg. 11/1. 1949.) PANKOW. 7237

J. Le Bras et A. Delalande, *Les dérivés chimiques du caoutchouc naturel*. Paris: Dunod. 1950. (XXIV + 485 S.) fr. 1880,—.

XV. Gärungsindustrie.

Fr. Seiler, *Zusammensetzung von 1947 er Naturweinen des Moselweinbaugebietes*. (Dtsch. Wein-Ztg. 85. Wein u. Rebe 110—13. 15/3. 1949. Trier.) KIELHÖFER. 7554

H. Roleff, *Trübungserscheinungen in 1947 er Weinen*. Auch blaugeschönte 1947 er Weine neigen zu Trübungen, bes. in der Wärme (2—3 Tage bei 30°). Die Unters. des Trubes ergab neben Spuren von Fe u. Cu hauptsächlich Ca, daneben organ. Bestandteile. Auch wurde ein erhöhter SiO₂-Geh. der Trubasche festgestellt. Es wird im Ca die Ursache der Trübungen erblickt u. vermutet, daß dies aus dem Flaschenhals stammt. Eine Gelatine-Tannin-Schönung wirkt nicht trübungsverhindernd. (Dtsch. Wein-Ztg. 84. Wein u. Rebe 263—64. Sept. 1948. Trier, Chem. Unters.-Amt.) KIELHÖFER. 7554

C. Schmid, (unter Mitarbeit von K. Th. Nestle), *Trübungserscheinungen in 1947 er Weinen. Eine Erwiderung auf die Veröffentlichung von H. Roleff*. (Hierzu vgl. vorst. Ref.) Wenn ein Angriff auf Flaschenglas durch Weinsäure schon bei Zimmertemp. erfolgen würde (wie ROLEFF bei den 1947 er Weinen behauptet), dann würde das Flaschenglas nach 3tägiger Wärmebehandlung des Weines bei 30° nicht widerstandsfähig gegen weitere Angriffe, u. die Trübungsneigung könnte durch eine solche Behandlung nicht verschwinden. Vf. hält auch die geringen analyt. Unterschiede im Ca-Geh. nicht für ausreichend, um daraus einen Einfl. des Flaschenglases auf die Entstehung dieser Trübungen zu folgern. Gegen eine solche Annahme spricht ferner die Feststellung von KIELHÖFER über die Rk. dieser trübbildenden Stoffe mit Tannin u. über das Auftreten der Trübungen in Weinen, die noch nie mit Glas in Berührung waren. (Dtsch. Wein-Ztg. 85. Wein u. Rebe 41—42. 30/1. 1949. Glashütte Achern/Baden u. Karlsruhe.) KIELHÖFER. 7554

E. Kielhöfer, *Die 1948 er Jungweine im Weinbaugebiet der Mosel*. (Dtsch. Wein-Ztg. 85. 100—01. 15/3. 1949. Trier.) KIELHÖFER. 7554

H. Schellenberg, *Auskleidung von Getränkebehältern*. Es wird die Auskleidung von Drucktanks mit Glasemail, Kunststoffüberzügen (Emallit, Irgonit, Amercoat u. a.), Gaschellüberzug (asphaltähn. M.) besprochen, ferner Al-Tanks mit Schutzüberzügen. Ursache von Defekten an Drucktanks. (Schweiz. Z. Obst- u. Weinbau 58. 385—90. Okt. 1949. Steinebrunn, Radix A. G.) KIELHÖFER. 7554

Jules Schlör, *20 Jahre Praxis in der Drucktanksauskleidung*. Die schmelzbaren aufgestrichenen Überzüge wie Mammüt u. Gaschell sind bei Drucktanks gasdurchlässig. Bei der Entspannung des Tanks entstehen durch das Nachgeben der Auskleidungshaut bei schneller Verminderung des CO₂-Drucks CO₂-Blasen in der Auskleidung. Hier bilden sich Infektionsherde, bes. für bakterielle Infektionen des eingelagerten Mostes. Deshalb sind die eingebrannten u. porenfreien Schutzüberzüge wie Glasemail oder Emallit vorzuziehen. (Schweiz. Z. Obst- u. Weinbau 58. 417—19. Nov. 1949. Menziken.) KIELHÖFER. 7554

Svenska Jästfabriks Aktieföretaget, Stockholm, Schweden (Erfinder: N. R. Normander), *Vorbehandlung von stärkehaltigen Stoffen für die Vergärung auf Alkohol oder für die Verzuckerung*. Man behandelt die Ausgangsstoffe, wie Kartoffeln oder andere Wurzelfrüchte,

mit Wärme zwecks Zerstörung unerwünschter Bakterien u. Aufschluß der Stärke, z. B. durch Erwärmen auf zunächst ca. 75° u. anschließenden Aufschluß mit Druckdampf bei ca. 100—140°, worauf unter Druckminderung die noch vorhandenen Zellen gesprengt werden. Der bei der Entspannung freierwende Dampf wird zur Aufheizung von weiteren Ausgangsstoffen ausgenützt. Die Entspannung erfolgt vorzugsweise in Zyklonapparaten u. kann auch stufenweise vorgenommen werden. — Vorrichtung. (Schwed. P. 124 345 vom 4/10. 1946, ausg. 22/3. 1949.) J. SCHMIDT. 7537

Ernest Kurt Metzner, Los Angeles, Calif., V. St. A., *Herstellung von Alkohol*. Alkohol, bes. A., wird aus der aufgelockerten M. von vergorenen Fruchtpreßrückständen (auch Schalen, Samen u. Stengeln) durch Einblasen von Wasserdampf oder heißem Gas, z. B. bei einer Temp. < Kp. von A., ausgetrieben u. dann kondensiert. — Vorr.; 3 Zeichnungen. (A. P. 2 459 951 vom 22/9. 1945, ausg. 25/1. 1949.) B. SCHMIDT. 7537

XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel.

W. Rudolph, *Die Verwertung der Meeresrohstoffe*. Der Wal liefert ca. 20% Fett u. 50% Fleisch. Das ca. 80% Protein enthaltende Walmehl wird als Futtermittel oder zur Herst. von Eiweißhydrolysaten verwertet. Aus den Fischleberölen werden Vitamin A u. D bzw. Wirkstoffkonzentrate, ferner ein mit dem natürlichen Vitamin E ident. Antoxydans für das Vitamin A, weiterhin Industrieprodd. hergestellt. Die Erzeugung von Fischinsulin gewinnt immer mehr an Bedeutung. Algen dienen als Futterpflanzen, ferner zur Herst. von Alginsäure, Jod u. Agar. Die Seeschlickverwertung als Düngemittel ist ein wichtiges Problem. (Natur u. Nahrung 3. 1—2. Okt. 1949.) HÄBEL. 7630

K. Täufel, *Gefrier-Vakuum-Trocknung als Verfahren zur Herstellung von hochwertigen Lebensmittel-trockenkonserven*. (Natur u. Nahrung B. 3. Nr. 3/4. 22—23. Febr. 1949. Potsdam-Rehbrücke, Inst. für Ernährung u. Verpflegungswiss.) v. KRUEGER. 7636

Kurt Heintze und Walter Facius, *Kritisches über Brotaufstrichmittel*. Bericht über die Unters. zahlreicher Berliner Brotaufstriche. Die am meisten verwendeten Rohstoffe sind: Extraktionsrückstände der Ölfrüchte (Raps, Lein, Mohn, Senf), Hefe, Fischfleischabfälle, Molkenprodd., Rückstände der Sirupgewinnung aus Zuckerrüben, Obstresten. Vff. stellen folgende Richtlinien für solche Brotaufstriche auf: mindestens 20% Nährstoffe, davon die Hälfte, bei Hefeprodd. $\frac{3}{4}$, sollen aus Protein bestehen, Fettgeh. 1,5—2%. Bei süßen Aufstrichen ist ein Extraktgeh. von 10% zu fordern. Den Anforderungen an Geschmackswert, Streichfähigkeit, Konsistenz u. Haltbarkeit ist weitgehend Rechnung zu tragen. (Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. 45. 153—54. Juni 1949. Berlin-Dahlem, Inst. für Ernährung u. Verpflegungswissenschaft.) GRIMME. 7648

C. H. F. Fuller, *Kuchen als Nahrungsmittel*. Besprechung von Haltbarkeit, Stellung in der Gesamternährung als hoch calor. Nahrungsmittel, Zus. im Vgl. zu anderen Nahrungsmitteln. (Chem. and Ind. 1949. 771—72. 5/11.) HAEVECKER. 7675

E. G. Hallsworth und V. M. Lewis, *Ascorbinsäure in Kohl*. Vff. stellten fest, daß bei Kopfkohl der Geh. an Ascorbinsäure am höchsten in den Herzblättern u. im Mark ist; in den Außenblättern ist er auch ziemlich hoch, dazwischen findet sich eine Zone mit niederem Gehalt. Ganz allg. nimmt der Ascorbingeh. vom Stecklingszustande bis zur Reife ständig ab, am meisten nach der Herzbildung. Durch starke Besonnung steigt der Geh. im reifen Kohl. Eine Beziehung zwischen Kopfgröße u. Ascorbinsäuregeh. ist nicht sicher nachweisbar. (Emp. J. exp. Agric. 17. 28—36. Jan. 1949. Sidney, Univ.) GRIMME. 7690

H. Weiß, *Neuere praktische Erfahrungen bei der Verarbeitung von Hülsenfrüchten*. Bericht über Stoffe u. Vorgänge, die den charakterist. Geschmack roher u. gekochter Hülsenfrüchte hervorrufen. (Getreide, Mehl Brot 3. 134—35. Juli 1949. Hamburg.) HAEVECKER. 7694

László Benedek und Margit Richter, *Über den Rohfasergehalt der Paprikamahlprodukte*. Die Würzwrkg. der Paprikamahlprodd. beruht nur auf den Eigg. der Fruchtwand, dagegen hat der in den Prodd. in wechselnden Mengen vorhandene gemahlene Samen lediglich farbvertiefende Wrkg. durch seinen Ölgehalt. Der Rohfasergeh. der Mahlprodd. aus Fruchtwand ist mit ca. 28,3% der höchste, die Werte sinken proportional dem Samengeh. des Prod. auf ca. 20,5—21,8% ab. Sichere Schlüsse auf die mengenmäßige Zus. der Mahlprodd. sind aber aus dem Rohfasergeh. allein nicht möglich. Die Festlegung zulässiger Rohfaserhöchstwerte mit z. B. 21% ist unzweckmäßig, da gerade die höchwertigen, überwiegend aus Fruchtwand hergestellten Delikatē- u. Edelsüßmahlprodd. den höchsten Rohfasergeh. haben. (Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. 89. 168—72. April 1949. Budapest, Ungar. Chem. Inst. u. Zentralversuchsstat.) HARTIG. 7714

C. Griebel, *Durch Pilzbefall verdorbene Paprikapulver*. Das in Papierbeuteln in Kleinhandelsgeschäften länger lagernde Paprikapulver verliert oftmals die Fetttropfchen u. die leuchtende Farbe. Als Ursache erkannte Vf. den „*Paprikapilz*“, eine regellose Anhäufung einzelliger Sporen vom Aussehen der Schimmelpilzsporen, die zu kugelförmigen Gebilden, 15—60 μ groß (Abb.), angereichert u. oftmals von einer zarten Hülle umgeben sind. Ein spezif. Geruch der befallenen Pulver fehlt. Die Kultur des Pilzes ist bis jetzt nicht gelungen. Es wird eine Infektion erst beim Abpacken des Paprikapulvers in Beutel angenommen. Ein Zusammenhang zwischen den öfter beobachteten Milben oder dem Brotkäfer (*Sitidrepa panicea* L.) einerseits u. dem Pilzaufreten andererseits wurde nicht beobachtet. (Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. 89. 18—21. Jan. 1949. Berlin, Inst. für Lebensmittel-, Arzneimittel- u. gerichtliche Chemie des Magistrats.) NAGEL. 7714

David Le Roi, *Ultraviolette Bestrahlung der Milch*. UV-Bestrahlung erhöht den Vitamin-D-Geh. u. verringert vorhandene Bakterien bis zu 98%. — Bei den üblichen Verff. wird die Milch entweder beim Fließen über eine gekühlte Fläche bestrahlt oder die Milch fällt aus einem Verteiler als dünner Film in 5 Sek. über die innere Oberfläche eines Zylinders. Eine zentral angebrachte UV-Lampe bestrahlt prakt. ohne Strahlenverlust. — Beim SCHEIDT-Verf. erfolgt die Bestrahlung durch eine Argon-Röhre. Das SCHOLL-Verf. bestrahlt mit Hg-Dampflampe. (Milk Ind. 30. 66—68. Nov. 1949.) BALLSCHMIETER. 7756

W. E. Stringer, *Molkenverwertung*. Angabe der Zus. u. Übersicht über die vielseitigen Verwendungsmöglichkeiten der Molke sowie Beschreibung der neuesten techn. Verff. u. Vorr. zur Herst. von Trockenmolke. (Food Ind. 21. 892—95. Juli 1949. Oneanta, N. Y.) REIF. 7756

Walther Kundrat, *Neue Züchtungsverfahren für *Penicillium camemberti**. Für die Züchtung von Camembert-Edelschimmel werden zwei Nährböden beschrieben. Auf sterilen Kartoffelstückchen von 7—10 mm Kantenlänge bildet sich die doppelte Konidienzahl wie auf einem Gemisch von Molken u. synthet. Agar (1:1). Zur Herst. des zweiten Nährbodens wird Molke im Dampftopf erhitzt, bis das Eiweiß ausgefällt ist, u. filtriert. Pergamentpapierscheiben vom Durchmesser der verwendeten PETRI-Schalen werden in der filtrierten Molke im Dampftopf erhitzt, dann in sterile PETRI-Schalen gelegt u. autoklaviert (120°, 1 at). Jede Platte wird darauf mit 2—3 cm³ Molkenabschwemmung von *Penicillium camemberti* versetzt. Auf diesem Molke-Pergamentpapiernährboden tritt keine Steigerung der Konidienzahl ein. Die Decke kann mit steriler Pinzette eingerollt werden u. in sterilen Gläsern versandt werden. Am Bestimmungsort kann der Schimmel am einfachsten durch 3maliges Schütteln mit W. abgeschwemmt werden. Hierbei gehen 1—2% der Konidien verloren. (Milchwissenschaft 4. 23—24. Jan. 1949. Weihenstephan, Süddt. Wiss. u. Forschungsanst. f. Milchwirtschaft, Bakteriolog. Inst.) CARLS. 7760

Heinrich Maaß, *Über Versuche zur Herstellung von Käse mit Labaustauschstoffen*. Durch Anwendung mikrobiol. Verff. gelang es, aus gewissen Pilzen u. Bakterien stark labwirkende Prodd. zu züchten, die allein oder in Verb. mit Labferment zur Käseerei bestens geeignet sind. So ließ sich mit dem 1:16000fachen Enzym „Azolon M“ der Firma KALLE & Co. A. G. pasteurisierte Magermilch bei 30,5° in 30 Min. dicklegen u. auf Käse verarbeiten. Nach abgeschlossener Reifung der Käse wird abschließend berichtet werden. (Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. 44. 216—17. Okt. 1948.) GRIMME. 7760

Heinrich Maaß, *Über Versuche zur Herstellung von Käse mit Labaustauschstoffen*. (Hierzu vgl. vorst. Ref.) Die mit „Azolon M“ 1:16000 hergestellten Gouda-Halbfettkäse ergaben einen in n. Ausbeute anfallenden Schnittkäse (Lagerzeit 5 Wochen) mit folgenden Eigg.: Geschmack etwas pikanter als Holländer Käse, Geruch rein, innere Farbe hellgelb, Lochung rund bis oval, gleichmäßig im Teig verteilt, Löcher jedoch etwas zahlreicher als bei Holländer Käse, Teig nicht brockelig. Die Rinde war frei von Rissen, aber etwas schmierig. — Bei der Herst. von Tilsiter Käse wurde ein Prod. erzielt, das bis auf eine etwas zu weiche Konsistenz vollkommen n. war. Auch die Verff. zur Herst. von Camembert verliefen vielversprechend. — Die Verff. werden fortgesetzt (Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. 45. 173. Juli 1949.) GRIMME. 7760

K. Nehring, *Die Wirkung verschiedener Sicherungszusätze bei der Einsäuerung von Futterpflanzen*. Bericht über Silageverff. mit verschied. Futtergemengen mit Zusatz von Amaril (Ameisensäure), Kofersalz (La-Formiat + NaNO₂) u. dem Bakterienimpfpräp. des Azotogen-Institutes in Dohna. Hierbei haben sich die beiden ersteren bestens bewährt, das Bakterienpräp. fiel dagegen ab. (Dtsch. Landwirtsch. 3. 114—16. Aug. 1949. Rostock, Landw. Vers.-Station.) GRIMME. 7780

P. G. Swann, *Herstellung von hochwertiger Kohlsilage*. Als beste Silagepflanze spricht Vf. den Marktammkohl an; das Saatfeld muß durch starke K₂O- u. N-Düngung gut vorbereitet werden. Gute Kohlsilage hat bei einem Rohproteingeh. von 20,8% einen Stärkewert von 55 in der Trockensubstanz. Futterration ca. 50 lbs/Kuh. (Agriculture [London] 56. 262—63. Sept. 1949.) GRIMME. 7780

A. Bondi, R. Etinger und H. Meyer, *Der Pantothen säuregehalt von Geflügel futtermitteln*. Nach der durch die Vff. modifizierten Methoden von NEAL-STRONG wurde der Pantothen säuregeh. von 58 Materialien tier. u. pflanzlichen Ursprungs untersucht. Die in regner. Jahreszeit gewachsenen Pflanzen ergeben einen geringeren Pantothen säuregeh. als die aus trockener Wachstumsperiode. Im Gegensatz zu den Konzentraten haben die an diesem Vitamin relativ armen Frischpflanzen als Geflügel futtermittel nur einen begrenzten Wert. (J. agric. Sci. 39. 104—09. Jan. 1949. Rehovoth, State of Israel, Agricultural Res. Station.)

FAHRENHOLZ. 7780

Taylor Instrument Cos., Rochester, N. Y., übert. von: John G. Ziegler, Walnut Creek, Calif., V. St. A., *Verfahren und Vorrichtung zum Heißbehandeln von Flüssigkeiten*. Man läßt die Fl. aus einem Behälter — gegebenenfalls unter bestimmtem Druck — durch ein mit Pumpe, Ventilen u. Erhitzungsgefäß ausgestattetes Röhrensystem, in welchem sie auf eine bestimmte Temp. erhitzt wird, fließen, befördert die erhitzte Fl. unter Aufrechterhaltung ihrer Temp. zu einer Ablaßstelle, leitet sie bei einem etwaigen Absinken der Temp. unterhalb jener bestimmten Temp. in den ursprünglichen Behälter zurück, unterbricht den Strom der Fl. durch das Syst., läßt neue Fl. hindurchfließen, wenn der Behälter ein bestimmtes Mindestvol. aufweist, bzw. ein bestimmtes Absinken des Druckes stattfindet, u. befördert die neue Fl. alsdann nach dem Hindurchfließen durch das erhitzte Syst. zu einer anderen Ablaßstelle. Verf. u. Vorr. finden z. B. beim Pasteurisieren von Milch, Tomatensaft oder Saft von Citrusfrüchten Verwendung. — 1 Zeichnung. (A. P. 2 472 998 vom 18/4. 1946, ausg. 14/6. 1949.)

RAETZ. 7635

Murray Deodorisers Ltd., Neuseeland, Francis S. Board und Ray P. Robichaux, V. St. A., *Vorrichtung zur kontinuierlichen Behandlung, besonders Pasteurisierung, von Milch, Rahm, Speiseölen, Fruchtsäften, Gemüsen usw. im Vakuum unter Lichtausschluß*. Man erwärmt z. B. Milch, die entrahmt werden soll, zunächst auf 43—71°, dann in einer Unterdruckkammer mit Wasserdampf auf 71—85° u. hält sie ca. 15 Min. bei dieser Temperatur. Dabei wird eine zuvor festgelegte Kontrolle der Wirksamkeit von Enzymen, wie Lipase oder Phosphatase, unter Erhaltung der physikal. u. chem. Eigg. der Fl. durchgeführt. Die Fl. wird dann im Vakuum (z. B. 533—300 mm Hg) von Dämpfen u. Gasen befreit u. rasch abgekühlt. Der Einw. von Dampf kann die Milch in fein verteilter Form unterworfen werden; die Vorerhitzung läßt sich in Ggw. eines Oxydationsmittels, wie Luft, durchführen. Weiterverarbeitung auf Käse ist vorgesehen. — Viele Einzelheiten u. Varianten; Vorrichtungen. (F. P. 946 868 vom 16/5. 1947, ausg. 16/6. 1949. A. Prior. 17/5. 1946.)

DONLE. 7635

Western Condensing Co., San Francisco, Calif., übert. von: Reginald E. Meade und Paul D. Clary jr., Appleton, Wis., V. St. A., *Verarbeitung von Molke*. Gewöhnliche (Milchzucker, Säure, Milcheiweiß u. Eiweißabbauprod., bes. Peptide u. freie Aminosäuren, sowie Asche liefernde Mineralstoffe enthaltende) Molke wird durch einen Kationenaustauscher (bis p_H auf 2 oder darunter gesunken ist) u. anschließend durch einen Anionenaustauscher (bis p_H wieder auf 6—7,5 gestiegen ist) (beides gegebenenfalls wiederholt) geschickt. Durch die Behandlung mit diesen Austauschern werden die ascheliefernden Mineralstoffe u. die (Amino-) Säuren der Molke zum größten Teil entfernt. So veränderte Molke kann dann allen üblichen Wärme- oder Hitzebehandlungen (Sterilisieren, Pasteurisieren, mehr oder weniger weitgehendes Entwässern, z. B. Konzentrieren oder Sprühtrocknen zu Pulver) unterworfen werden, ohne daß die sonst auftretenden nachteiligen Folgen des Mineralstoffgeh. (Bräunen durch Proteinzerst.) u. des Geh. an Säure u. Eiweißabbauprod. (Koch- u. Stallgeruch) eintreten. Mit Ionenaustauschern vorbehandelte Molke [Trockensubstanz: 86,5% Milchzucker, 11,5% (Nichtcasein-) Protein, 2% ascheliefernde Mineralstoffe] kann durch Evakuieren bis auf 20—50% Trockensubstanz konz. werden, ohne daß Ca-Phosphat ausfällt. Beim Lagern der konz. Molke fällt höchstens etwas feinkrist. Milchzucker aus, der sich bei Verdünnung aber leicht wieder löst. Wird die mit Ionenaustauschern vorbehandelte Molke ohne oder nach vorheriger Konz. durch Versprühen getrocknet, erhält man ein lockeres, loses, nicht zusammenbackendes, nichthygroskop. Pulver, das sich in Fl. leicht wieder dispergieren läßt. Verwendungsgebiete dieser in Geruch, Geschmack, Aussehen u. Lagerfähigkeit verbesserten Molke bzw. Molkenprod. sind die üblichen. (A. P. 2 465 906 vom 6/6. 1945, ausg. 29/3. 1949.)

SCHREINER. 7757

Sugar Creek Creamery Co., Danville, Ill., und Cherry-Burrell Corp., Chicago, Ill., übert. von: Herman C. Horneman, Danville, Ill., V. St. A., Ralph V. Hussong, Urbana, Sidney N. Quam, Danville, Ill., und Bernard W. Hammer, Oakland, Calif., V. St. A., *Butterherstellung*. 30—40% ig. Rahm wird unter vermindertem Druck der Einw. von direktem Dampf bei einer Temp. oberhalb des Sättigungsdruckes ausgesetzt. Dann wird der Rahm bei einer Temp. oberhalb des F. des Milchfettes zentrifugiert. Das jetzt als kontinuierliche Phase vorliegende Milchfett wird durch Zentrifugieren abgetrennt, mit einer Salzlg. u.

Aromastoffen versetzt, abgekühlt u. wie üblich zu Butterstücken verformt. Vorr. dazu. (A. PP. 2 466 894 vom 6/12. 1940 u. 2 466 895 vom 13/12. 1941, beide ausg. 12/4. 1949.)

OVERBECK. 7759

VII. Fette. Seifen. Wasch- und Reinigungsmittel usw.

K. L. Weber, *Gedanken, Erfahrungen und Anregungen aus dem Gebiet der Seifen und Parfümerie*. Allg. Ausführungen über Formgebung, Färbung, Vielgestaltigkeit der Darbietung, Verpackung u. Benennung von Erzeugnissen der Seifen- u. kosmet. Industrie, sowie über die durch die Schaffung der neuen waschakt. Stoffe u. Emulgatoren entstandene Lage. (Seifen-Oele-Fette-Wachse 75. 368—69. 17/8.; 387—88. 31/8. 1949.)

SEIFERT. 7910

John Seaman, *Seifen und synthetische Waschmittel. Eine Übergangsperiode der Waschmittelindustrie*. Allg. Betrachtungen über die durch den Mangel an Speisefetten u. -ölen hervorgerufene Lage der Produktion von Seifen u. synthet. Waschmitteln. Der Anteil der letzteren wird auf 10—20% der Seifenerzeugung geschätzt. Folgen der Fettverknappung: Vordringen der synthet. Waschmittel auf Spezialgebieten, Verarbeitung schlechterer Öle u. Fette auf Seifen, Anwendung moderner, entsprechender Spaltverff. (Spaltgrade über 98% in weniger als 2 Stdn.; Fettsäuren heller als Ausgangsmaterial), Steigerung der Synth. von Fetten u. Fettsäuren. (Soap, Perfum. Cosmet. 22. 1218—20. 1222. Nov. 1949.)

SEIFERT. 7912

A. Lawrence Waddams, *Synthetische Reinigungsmittel*. Übersichtsarbeit über die besonderen Eigg. u. die Wirksamkeit der synthet. Reinigungsmittel unter Berücksichtigung des Reinigungsvorganges. Hinweise bzgl. der industriellen u. der häuslichen Belange werden gegeben. (Chem. and Ind. 1949. 783—88. 12/11.)

P. ECKERT. 7912

H. Janistyn, *Lanolin und Wollfettalkohole*. Hinweis auf die irrtümliche Bezeichnung *Wollfett* (*Lanolin*), obwohl es ein Wachsgemisch ist. Die unverseifbaren „Wollfett“-Anteile sind kein Wachs (*Wollwachs*), sondern ein Gemisch verschied. Alkohole. Besprechung der Eigg. (Geruch u. Aussehen) u. kennzeichnenden chem. Zus., bei der die Ggw. von *Cholesterin* bes. bedeutungsvoll ist. Anwendung zu Emulsionen. (Parfümerie u. Kosmetik 30. 30—31. 34. Mai 1949.)

FREYTAG. 7924

Richard Neu, *Die gewichtsanalytische Bestimmung der Kieselsäure*. Vf. empfiehlt zur quantitativen Best. der SiO_2 in Wasch- u. Reinigungsmitteln den Aufschluß der Analysesubstanz mit einem Gemisch von Ammonchlorid u. Ammonsulfat. (Seifen-Oele-Fette-Wachse 75. 215—16. 11/5. 1949. Mannheim-Neckarau.)

SEIFERT. 7942

Svenska Cellulosa Aktieföretaget, Stockholm, Schweden (Erfinder: **G. R. Hellerqvist** und **R. Johansson**), *Gewinnung von unverseifbaren Bestandteilen aus Sulfatseife*. Die Sulfatseifen werden mit einem Lösungsm. für die unverseifbaren Anteile extrahiert. Hierbei geht ein Teil des Lösungsm. in die Seifenlsg. über. Diese wird dann mit mehr als der äquivalenten Menge Säure versetzt, worauf man das Extraktionsmittel vorzugsweise unter Zusatz von Wasserdampf abdestilliert. (Schwed. P. 124 202 vom 28/9. 1946, ausg. 15/3. 1949.)

J. SCHMIDT. 7911

General Biochemicals, Inc., Chagrin Falls, O., übert. von: **Joseph M. Tabor**, East Islip, **Howard F. Seibert**, Mason, Mich., und **Paul R. Frohring**, Bainbridge, Md., V. St. A. *Direkte Gewinnung von trockenem Seifenpulver aus verseifbaren Fetten und Ölen*, die unverseifbare öllösl. Stoffe enthalten. Der Fettstoff wird unter vermindertem Druck von weniger als 355 mm mit überschüssigem wss. Verseifungsmittel verseift. Dabei werden die entstehenden Gase u. Dämpfe abgesaugt; außerdem wird das in den Seifenklumpen eingeschlossene W. durch die bei der Verseifung entwickelte Wärme verdampft u. dabei das Gut zerkleinert. Es wird unter Vakuum solange weitergerührt, bis das Seifengemisch wasserfrei ist. Danach werden die unverseifbaren Stoffe mittels eines Lösungsm. aus der Seife extrahiert; der Extrakt wird abgelassen u. der restliche Teil des Lösungsm. wird unter vermindertem Druck u. unter Zuleiten eines trockenen Dampfstromes unter Rühren entfernt. Man erhält ein trockenes Seifenpulver. — 1 Blatt Zeichnungen. (A. P. 2 469 753 vom 24/1. 1946, ausg. 10/5. 1949.)

F. MÜLLER. 7913

Wyandotte Chemicals Corp., übert. von: **Thomas E. Corrigan**, Wyandotte, Mich., V. St. A., *Staubfreies, homogenes, alkalisches Reinigungsmittel*. Eine innige Mischung gleicher Gewichtsteile trockenes NaOH (10—20-Maschen-Feinheit) u. Na_2CO_3 (der größte Teil nicht über 100-Maschen-Feinheit) wird zwischen Druckwalzen (ca. 8 inch ø, ca. 27 Umdrehungen/Min.) zu plättchenförmigen Flocken (ca. 1 inch Dicke) gepreßt, die in der Hammermühle zu kleineren Flöckchen (der größte Teil nicht unter 20-Maschen-Feinheit) zerbrochen werden. Der danach abgeseibte Staub wird der Ausgangsmischung wieder zugegeben. Schüttgewicht des staubfreien Endprod. ca. 0,933. Weitere Mischung-

beispiele: 1. Na-Metasilicat (M) + Na-Orthosilicat, 2. NaOH + M + Tri-Na-Phosphat + geringe Menge Harz, 3. NaOH + M + Tetra-Na-Pyrophosphat, 4. NaOH + Na-Hexametaphosphat + ZnO in geschmolzenem NaOH. (A. P. 2 463 680 vom 31/3. 1945, ausg. 8/3. 1949.) SCHREINER. 7917

Nathan Awerbuch, Paris, Frankreich, *Herstellung künstlicher Wachse* in Form unlösl. Nichtalkalifeifen. Fette, Harze, Fettsäuren, pflanzliche oder tier. Wachse werden mit Nichtalkalien, wie Mg, Ca, Sr, Ba, Al, Ti, Sn, Zn, Pb, in wasserunlösl., aber in Terpentinöl, white spirit u. dgl. lösl. Seifen übergeführt, die als Ersatz für Natur- u. Kunstwachse dienen können. — Die Herst. erfolgt durch Umwandlung einer entsprechenden Alkali-seife mit einem geeigneten Nichtalkalimetallsalz. Beispiel: Man bereitet eine Seife aus 10 kg Stearin mit 2 kg NaOH in wss. Lsg., zers. dann mit einer 3,5 kg ZnCl₂ enthaltenden Lsg., wäscht den Nd. mehrmals mit W. u. schm. ihn, gegebenenfalls zusammen mit einem Mineralwachs. — Beispiel für die direkte Verseifung: Man schm. 10 kg Bienenwachs, gibt 2 kg CaO zu u. erhitzt auf 180—200°. Analog kann Stearin mit MgCO₃ oder Kolophonium mit Pb₃O₄ behandelt werden. (F. P. 944 520 vom 17/3. 1947, ausg. 7/4. 1949.) DONLE. 7925

Hilda Goldschmidt geb. Alexander und Élie Lantz, Frankreich, *Reinigungsmittel für Parkettböden, Leder und dergleichen*, auf Grundlage von nichtcycl. KW-stoffen oder ihren Chlorderiviv., wie Dichlormethan oder -äthan. Weitere Zusätze sind Gemische von Toluol oder white spirit u. dgl. mit einem Alkohol; Mittel, die verdickend wirken u. die Verdampfung verhüten. — Z. B. verd. man 500 g Paraffin mit 9 Liter Toluol bei 50—60°, gibt 10 Liter Methyl- oder Äthylalkohol zu u. gießt die M. unter Rühren in 80 Liter α,β -Dichloräthan ein. — Methylcellulose, Tragant, Agar-Agar, Alginat usw. sind als Dickungsmittel brauchbar. (F. P. 946 678 vom 7/5. 1947, ausg. 10/6. 1949.) DONLE. 7927

XVIIIa. Holz. Cellulose. Zellstoff. Papier. Papierdruck. Celluloid. Linoleum.

S. V. Sergeant, *Das Schäumen von Holzzellstoffsuspensionen*. Gegenstand der Ausführungen ist die Feststellung der Ursachen der Schaumbldg. von Holzzellstoffsuspensionen sowie die Isolierung der hierfür verantwortlichen Stoffe. Die Zellstoffsuspension wurde nach einer besonderen Vorbehandlung in einem Meßzylinder eine bestimmte Zeit geschüttelt u. dann die Schaumhöhe ermittelt. Untersucht wurden Sulfitzellstoff u. Holzschliff. Geschüttelt wurde in Leitungswasser, in dest. W. u. mit Alaun behandeltem Leitungswasser. Weiter wurde der Heißwasserextrakt mit u. ohne Zusatz von verd. Säuren einer Prüfung unterzogen. Weitere Verss. werden angeführt. (Paper-Maker Brit. Paper Trade J. 118. 32—34 u. 36—37. Juli 1949.) P. ECKERT. 7974

Börje Steenberg, *Die Fließkunde des Papiers*. 1. Mitt. *Die praktische Bedeutung der Papier-Rheologie*. Inhaltlich ident. mit der in C. 1950. I. 1296 referierten Arbeit. (Paper-Maker Brit. Paper Trade J. 118. 258—59. Okt. 1949.) UMSTÄTTER. 7984

Paul Lagally, *Ein Beitrag zur Herstellung nassfester Papiere mit Hilfe von Melaminharzen*. (Vgl. C. 1949. II. 931.) Behandelt wird die Imprägnierfähigkeit verschiedenartiger Sulfitzellstoffe (Tabelle) sowie die Faseraffinität für Melaminderivate. Es wurde dabei gefunden, daß die ungebleichten Zellstoffe im allg. besser imprägnierbar sind als die gebleichten. Ferner wird auf die Imprägnierung, ihre technolog. Anwendungen sowie auf weitere Anwendungsmöglichkeiten eingegangen. Genaue Arbeitsvorschriften über die Auflösung des Harzes u. dessen Zusatz zur Papiermasse werden gegeben. Ferner werden die technolog. Eigg. der mit Melaminharzen hergestellten Papiere besprochen. (Papier 3. 428—34. 30/11. 1949. Zentrallabor. der Aschaffenburger Zellstoffwerke.) P. ECKERT. 7986

XVIII b. Textilfasern.

—, *Potentiometrische Methode zur Bestimmung des Säure-, Verseifungs- und Harzsäurewertes von Tallöl*. Es wird vorgeschlagen, bei der Titration von Tallöl den Endpunkt, der wegen der dunklen Farbe der Lsgg. nur schwierig zu erkennen ist, durch die p_H-Best. festzulegen. Es ergaben sich für jede der im Titel genannten Bestimmungen typ. Kurven, deren Wendepunkte den Endpunkt der Titration anzeigen. (Seifen-Oele-Fette-Wachse 75. 199—200. 27/4. 1949.) SEIFERT. 8006

Charles H. Lindsley, Earl K. Fischer und Joseph H. Brant, *Röntgenstrahlenmikroradiographie von Fasern und Geweben*. Zur Mikroradiographie von Einzelfasern eignen sich Röntgenstrahlen (5—17,5 kV, 1—3 Å). Es konnten klare Abbildungen von Baumwolle, Acetat- u. Viscosefasern, Wolle, Nylon, Bast- u. Glasfasern erhalten werden. Der Abstand zwischen Röntgenrohr u. Objekt soll mindestens 20 mal so groß sein wie zwischen Objekt u. photograph. Platte. Die Absorption der Fasern kann durch Imprägnierung von 10 bis 20% PbS so stark erhöht werden, daß einzelne Fasern neben einem großen Überschuß

unbehandelter Fasern erkannt werden. Noch absorbierende Kunstseidefasern lassen sich durch Zugabe von Mattierungsmitteln zur Viscose herstellen. Derartige Fasern sind zur Markierung von textilen Verarbeitungsprozessen geeignet. (Textile Res. J. 19. 686—98. Nov. 1949. Virginia, Inst. für Textiltechnologie.) ZAHN. 8040

Gladys G. Clegg, *Eine mikroskopische Untersuchung abgetragener Textilien*. Textilien aus Baumwolle, Leinen, Wolle, Kunstseide u. Seide wurden mkr. (Färberkk.) u. viscosimetr. an den intakten u. abgetragenen Stellen untersucht. Die Ergebnisse wurden durch Tabellen u. Mikrophotos sowie durch colorierte Zeichnungen wiedergegeben. Obwohl Textilien während ihres Gebrauchs verschied. chem. Schädigungen durch Wäsche, Licht u. Atmosphäre ausgesetzt werden, beruht der Verlust der Gebrauchsfähigkeit bes. auf mechan. Schädigung der einzelnen Fasern, wobei bei allen Faserarten derselbe Mechanismus gefunden wurde (Transversales Faserbrechen durch Biege- u. Drehspannungen). (J. Textile Inst. 40. T 449—80. Aug. 1949. Brit. Cotton Ind. Res. Assoc.) ZAHN. 8040

Helmut Wakeham und Nancy Spicer, *Porengrößenverteilung in Textilien. Eine Untersuchung von windfesten und wasserabstoßenden Baumwollgeweben*. Die in einer früheren Mitt. (vgl. Sept. 1949 Textile Res. J.) beschriebene Quecksilber-Druckmeth. zur Best. der Porengrößen in Textilien wurde zur Analyse von 14 dichten Geweben verwendet, die wasserdicht ausgerüstet worden waren. Zwischen Porengröße u. -Volumen u. der Luft- u. Wasserdurchlässigkeit konnten quantitative Beziehungen nachgewiesen werden. (Textile Res. J. 19. 703—10. Nov. 1949. Charlottesville, Virg., Inst. Textile Techn.) ZAHN. 8044

Trevor Williams, *Verwertung eines Abfallproduktes*. Kurze Hinweise über die techn. Verwertung der bei der Flachsgewinnung anfallenden Abfallstoffe. (Dtsch. Textilgewerbe 1. 244—45. Sept. 1949.) P. ECKERT. 8050

M. Kehren, *Olein oder Mineralöl als Schmelze in der Reißwoll- und Streichgarnindustrie?* 2. Mitt. (1. vgl. C. 1938. I. 2280.) Gegenstand der Arbeit ist der experimentelle Nachweis der Notwendigkeit der Rückkehr zum Olein an Stelle der bisher verwendeten fettfreien mineralöhlhaltigen Präpp. als Schmelzmittel. Besprochen werden die Ursachen, die zu Beanstandungen bei der Verwendung ungeeigneter Schmelzmittel führen. In diesem Zusammenhang werden eine Reihe von Auswaschvers. mit den verschiedensten Waschmitteln (tabellar. Zusammenstellung) durchgeführt, deren Ergebnisse eingehend diskutiert werden. Hingewiesen wird ferner auf die heute im Ausland gebräuchlichen Schmelzmittel. Abschließend äußert sich Vf. noch über das Emulsionsolein. (Melliand Textilber. 30. 537—39. Nov.; 593—97. Dez. 1949.) P. ECKERT. 8060

C. S. Whewell, A. Charlesworth und R. L. Kitchin, *Einige neuere Versuche über die Ausrüstung von Wollstoffen*. Untersuchung der Ausrüstungsverf. von Tuchen auf chem. Grundlage. Besprochen wird die Reinigung der Rohware, bes. die Entfernung der Schmelzmittel, wobei auf die Bedeutung des p_H -Wertes der Waschflotte hingewiesen wird. Weiter eingegangen wird auf den Walkprozeß u. auf die schrumphständige Ausrüstung. In diesem Zusammenhang werden die verschied. Cl-Behandlungsverf. beschrieben u. die Abhängigkeit der Cl-Aufnahme vom p_H -Wert wird an Hand von Kurven diskutiert. Auch der Einfl. des Cl auf die Wollsubstanz findet Erwähnung. (J. Textile Inst. 40. 769—83. Aug. 1949.) P. ECKERT. 8060

Kurt H. Meyer, C. Haselbach, H. J. Woods und W. T. Astbury, *Keratinfasern*. Auf ihr elast. Verh. untersucht werden die gequollenen Schwanzhaare (Dicke 1—1,5 mm) eines ind. Elefanten, gequollene Polyvinylchloridfasern sowie vulkanisierte Gummifäden (Länge 12 cm, Dicke 3 mm). Als Quellmittel für das Elefantenhaar kann Alkali, Ameisensäure oder Thioglykolsäure verwendet werden. Der zur Durchführung der Vers. benutzte App. (schemat. Darstellung) so wie dessen Arbeitsweise werden beschrieben. Die Berechnungsgrundlage wird behandelt (Formel). Ferner wird eine Tabelle der verschiedenen Tempp. angeführt. Es wurde gefunden, daß bei dem gequollenen Keratinhaar die die Drehmomentswerte bei verschied. Elastizität bewirkenden Kräfte gleicher Art wie bei den Vergleichsmustern sind. — Diskussion. (Nature [London] 164. 33—34. 2/7. 1949. Genf, Univ., Labor. of organ. and inorgan. Chem., u. Leeds, Univ., Text. Physic. Labor., Dep. for Textil-Ind.) P. ECKERT. 8066

Arnulf Sippel, *Die Veränderung von Reißfestigkeit und Polymerisationsgrad bei Kunstfasern durch Bestrahlung und der Zusammenhang dieser Erscheinungen mit dem molekularen Feinbau, insbesondere bei Cellulose(derivaten)*. In den Kunstseiden sind die einzelnen Cellulosemoll. durch Wasserstoffbrücken zu Kristalliten verbunden, wobei häufig ein Makromol. gleichzeitig zwei Kristallite als „Kristallitbrücke“ verbindet. Bei Zugbeanspruchung werden zunächst die ersten Nebenvaleanzkräfte überwunden, was zu einem Aneinandervorbeigleiten der im Kristallit parallelliegenden Moll. u. damit zu plast. Verformung u. plast. Anteil der Bruchdehnung führt. Bei der vor dem Bruch auftretenden elast. Verformung werden dagegen auch die Hauptvalenzen der Kristallitbrücken beansprucht. Da bei UV-Bestrahlung der Fasermaterialien eine Erniedrigung des Durch-

schnitts-Mol.-Gew. also ebenfalls eine Spaltung von Hauptvalenzketten stattfindet, wird angenommen, daß die für die Reißfestigkeit wichtigen Hauptvalenzbindungen mit den lichtempfindlichen Bindungen ident. sind, so daß der prozentuale Anteil der „Kristallitbrücken“ aus neu abgeleiteten mathemat. Beziehungen zwischen Reißfestigkeit u. Polymerisationsgrad erschlossen werden kann. Es ergibt sich, daß nur maximal 0,5% der Cellulose aus den die Festigkeit tragenden Kristallitbrücken besteht, mithin diese auch nur etwa 10—20% der gesamten Reißfestigkeit bedingen, in Übereinstimmung mit der Tatsache, daß auch nur ein Bruchteil der Gesamtdehnung als elast. Dehnung auftritt. (Kolloid-Z. z. Z. verein. Kolloid-Beih. 112. 80—84. Febr./März 1949. Freiburg i. Br. Deutsch. Azetat-Kunstseiden-A.G. „Rhodiaseta“, Forschungslabor.) WALTER SCHULZE. 8070

—, *Mattkunstseiden*. Beschrieben wird die Herst. von Mattkunstseide durch Zusatz des Pigmentes zum Zellstoffbrei. (Dtsch. Textilgewerbe 1. 243. Sept. 1949.) P. ECKERT 8072

—, *Fortschritte auf dem Gebiet der hochpolymeren Chemie*. Allg. gehaltene kurze Ausführungen über *Nylon* u. *Terylene*. Es wird auf die Bedeutung der Faserstruktur (amorphe u. geordnete Bereiche) hingewiesen. Ferner werden die Kettenbildg. sowie die physikal. Eigg. der Fasern besprochen. (Dyer, Text. Printer, Bleacher, Finisher 102. 82—83. 29/7. 1949.) P. ECKERT. 8080

—, *Neues Hitzeausrüstungsverfahren für Nylon und andere synthetische Fasern*. Zur Steigerung des Ausrüstungseffektes wird das Textilgut durch eine luftbeheizte Kammer geführt, wobei die Geschwindigkeit der Bewegung zur Temp. in einem ganz bestimmten Verhältnis stehen muß. Die Temp. wird dabei etwas unterhalb des F. der entsprechenden vollsynthet. Faser gehalten. Das Verf. wird von der TRIANGLE FINISHING CORP., Johnstown, New York, ausgeübt. Die ausgerüsteten Textilien werden mit der Bezeichnung „Trianzized“ versehen. (Brit. Rayon Silk J. 26. Nr.304. 74. Sept. 1949.)

P. ECKERT. 8080

Karl Gösswald, *Methoden der Prüfung von Textilien auf Termitenfestigkeit im fabrikenen und im Gebrauchsstand*. Zur Unters. gelangten Stoffe aus Naturseide, Schafwolle, Viscose-, Kupfer- u. Acetatseide u. PeCe-Fasern sowie Mischgewebe aus Naturseide-Baumwolle u. Vistra-Baumwolle. Die Stoffproben wurden gleichzeitig mit je 20 Altlarven der mediterranen Termiten *Calotermes flavicollis* versetzt. Die Durchführung der Verss. erfolgte bei Tropenklima (98—99% relative Luftfeuchtigkeit bei 27°), während 15 Tagen. Es hat sich gezeigt, daß Wollstoffe eine bemerkenswerte Beständigkeit besitzen, während Stoffe aus Viscose- bzw. Kupferseide bes. stark befallen werden. Demgegenüber weisen vollsynthet. Fasern eine bemerkenswerte Widerstandsfähigkeit hinsichtlich des Termitenfraßes auf. Acetatstoffe werden viel weniger befallen als Viscosestoffe. Baumwollstoffe sind relativ resistent. Halbseide-Satin zeigt geringfügige Fraßstellen, dagegen halten Vistra-Stoffe dem Termitenfraß nicht stand. Nach Ansicht des Vf. läßt sich die Widerstandsfähigkeit gegen Termitenbefall durch Kombination geeigneter Rohmaterialien, durch die Art der Verarbeitung (Gewebeart) sowie durch eine Nachbehandlung steigern. Weiter untersucht wird der Einfl. des Lagerns u. des Gebrauches der Stoffe, u. zwar unter der Einwirkg. von feuchtwarmer Luft, W., Beschmutzung u. Wäsche. Aus den Versuchsergebnissen kann entnommen werden, daß unter diesen Bedingungen die Widerstandsfähigkeit ganz beträchtlich herabgesetzt werden kann. Weitere Einzelheiten bes. hinsichtlich der Versuchsdurchführung u. der Versuchsergebnisse werden besprochen (20 Abb.) — Ein umfassendes Schrifttum wird angeführt. (Z. angew. Entomol. 31. 99—134. März 1949. Würzburg, Zoolog. Inst. der Univ.)

P. ECKERT. 8070

Andreas Agster, *Textilchemische Untersuchungsmethoden*. 4. Mitt. *Quantitative Bestimmung der Faserstoffe*. (3. vgl. C. 1949. II. 819.) Nachstehende quantitative Trennungsmethh. werden besprochen: Trennung von Baumwolle u. Wolle nach dem Ätznatronverf. u. dem H₂SO₄-Verf.; von Baumwolle u. Zellwolle bzw. Kunstseide (aus Viscose oder Kupfer) nach dem Ameisensäure/ZnCl₂-Verf. nach MARSCHALL; von Wolle u. Zellwolle bzw. Kunstseide (nur Viscose- oder Kupferseide); von Baumwolle u. Naturseide nach dem Ätznatron u. dem Kupferglycerin-Natron-Verf.; von Wolle u. Naturseide nach dem H₂SO₄-Verf., dem Kupferglycerin-Natron-Verf. u. dem Ameisensäure/ZnCl₂-Verf.; von Naturseide u. Zellwolle bzw. Kunstseide (nur Viscose- oder Kupferseide); von Acetatfaser-Mischgespinnten mit Aceton bzw. Eisessig oder Ameisensäure/ZnCl₂; von Caseinfasern u. Wolle nach dem Pepsin/HCl-Verf. von HARTUNG bzw. nach dem Trypsin-Verf. von KIRRET; von Caseinfasern u. pflanzlichen Fasern (Baumwolle oder Viscose- bzw. Kupferfaser); von Flockenbast u. Zellwolle bzw. Kunstseide (nur Viscose- oder Kupferfasern) nach dem SCHWERTASSEK-Verfahren. Fern wird die Trennung dreifacher Mischgespinnte: Wolle, Baumwolle, Viscose- bzw. Kupferfasern; Wolle, Baumwolle u. Naturseide; Wolle, Viscose- bzw. Kupferfaser u. Acetatfaser; Wolle, Caseinfaser u. Viscose bzw. Kupferfaser, behandelt. Die genauen Analysenbedingungen werden angegeben. (Textil-Praxis 4. 504—08. Okt. 1949. Reutlingen, Staatl. Technikum für Textilindustrie.) P. ECKERT. 8096

—, *Die Bestimmung des Nylongehaltes.* Zur Best. des Nylongeh. in Mischgespinsten wird die Faserprobe in geeigneter Weise mit 90%ig. Ameisensäure behandelt, in der wohl Nylon, nicht aber die Viscosefaser, Baumwolle oder Wolle lösl. sind. Die genaue Bestimmungsmeth. wird beschrieben. (Dyer, Text. Printer, Bleacher, Finisher 101. 344—45. 25/3. 1949.) P. ECKERT. 8116

Monsanto Chemical Co., St. Louis, Mo., übert. von: Donald H. Powers, Winchester, und Elmer H. Rossin, Melrose, Mass., V. St. A., *Behandeln von Textilstoffen.* Zwecks Appretierung von Textilstoffen, wie Fasern, Garnen oder Geweben, behandelt man das Gut mit der wss. Lsg. eines Alkylenpolyamins, wie Äthylendiamin, Diäthylentriamin oder Tetraäthylenpentaamin, u. eines Ammonium- oder Aminalsches eines Mischpolymerisates aus gegebenenfalls substituierten Styrolen u. Maleinsäureanhydrid oder Teilsternen des letzteren; das Alkylenpolyamin setzt man dem Salz des Mischpolymerisates in Mengen von 5—30% (auf das Gewicht des Salzes bezogen) zu. Es erfolgt eine Ablagerung des Salzes auf dem Textilgut in einer Menge von 2—15 Gewichtsprozenten. Der so behandelte Stoff wird getrocknet, die Behandlungsmittel setzen sich miteinander um u. bilden auf der Ware ein unlösl. Harz. Die Imprägnierung erfolgt zweckmäßig bei einer Temp. unterhalb 110° F u. das Trocknen durch kurzes Erhitzen bei 200—300° F. Man erhält auf diese Weise auf dem Textilgut steife, waschbeständige Überzüge, die nicht abstäuben. Das neue Verf. eignet sich bes. auch zum Schlichten von Kettgarnen, wodurch das Verweben der letzteren wesentlich erleichtert wird. — 5 Beispiele. (A. P. 2 469 407 vom 1/12. 1945. ausg. 10/5. 1949.) RAETZ. 8033

American Bemberg Corp. und Hugo Hofmann, V. St. A., *Kontinuierliche Herstellung von synthetischen Fasern, besonders Viscose- oder Kupferseide.* Die parallel ausgerichteten, frisch gefällten Fäden werden durch eine Reihe kommunizierender Behandlungsbäder knapp unter dem Flüssigkeitsspiegel geradlinig einer Sammelvorr. zugeführt. Die Fil. können sich im Gegenstrom zu den Fäden bewegen. — Beispiele, Zeichnungen. (F. P. 945 488 vom 10/4. 1947, ausg. 5/5. 1949. A. Priorr. 23/4. 1946 u. 12/2. 1947.) DONLE. 8073

Borden Co., New York, N. Y., übert. von: John R. Calhoun, Bainbridge, und Thomas M. Buzzo, Unadilla, N. Y., V. St. A., *Luftblasenfreie Proteinlösungen.* 908 (g) körniges Casein wird langsam mit 3400 W. bei Zimmertemp. in einem Vakuumgefäß verrührt. Nach Anlegen eines Vakuums wird das Rühren 30 Min. lang fortgesetzt. Nach Herst. des Druckausgleiches werden 250 NaOH-Lsg. (10%ig.) hinzugefügt u. dann wird bei geringer Bewegung auf 170° F erhitzt. Bei ungefähr 150° F werden 23 Tributylcitrat zur Verhinderung des Schäumens u. 18 Konservierungsmittel zugesetzt. Bei Erreichen von 170° ist die Lsg. im wesentlichen frei von Luftblasen. An Stelle von Tributylcitrat kann Terpeninöl, Octylalkohol oder Tributylphosphat verwendet werden (A. P. 2 469 546 vom 7/1. 1947, ausg. 10/5. 1949.) KISTENMACHER. 8079

Eastman Kodak Co., Rochester, N. Y., übert. von: Joseph B. Dickey und Theodore E. Stannin, Rochester, N. Y., V. St. A., *Herstellung und Polymerisation von Fluoracetoxyacrylonitrilen* CH₂:C(CN).OOC·CXF₂ (X = H, F oder Cl). Man erhält sie durch Rk. von β-Halogen-α-oxypropionitril mit Trifluor-(II), Difluor- oder Difluorchloressigsäureanhydrid. — Herst. von α-Trifluoracetoxyacrylonitril (I): Man läßt 50 g β-Chlor-α-oxypropionitril u. 150 g auf dem Wasserbad miteinander reagieren. Das erhaltene β-Chlor-α-trifluoracetoxypropionitril wird mit überschüssigem Diäthylanilin behandelt. — 10 g I werden bei 50° mit 0,01 g Benzoylperoxyd zu einem gelblichen zähen Polymeren polymerisiert, das verseift u. in die entsprechenden Amide u. Ester überführt werden kann. — Man kann diese Nitrile auch mit anderen ungesätt. Verb. wie Vinylhalogeniden, Vinylestern, Styrol, p-Cyanstyrol, o-Acetaminostyrol, p-Sulfamidostyrol, Methacrylsäureestern, Acrylsäureestern, Acrylonitril, Vinylketonen, Vinylsulfonamid, Isobutylen; Malein- oder Fumarsäureamiden, -estern oder -halbnytrilen polymerisieren. Verarbeitung auf Filme, Fäden, Röhren, Felle. (A. P. 2 464 120 vom 14/3. 1946, ausg. 8/3. 1949.) PANKOW. 8081

Imperial Chemical Industries Ltd., James Tennant Dickson, Royden Lewis Heath und Reginald John William Reynolds, England, *Einbringen von Pigmenten oder Delustrierungsmitteln in lineare superpolymere Ester,* die einen hohen F. u. in geschmolzenem Zustand eine hohe Viscosität haben. Man gibt die Stoffe als Dispersion in einer flüchtigen, nichtwss. Fl., wie Glykol oder Dioxan, den polyesterbildenden Ausgangsstoffen oder einem aus ihnen hergestellten niedrigmol. Prod. zu u. kondensiert bis zur Entstehung der Polyester. Es kommen bes. Ester in Betracht, die durch Erhitzung von Glykolen HO(CH₂)_nOH (n gleich einer ganzen Zahl von 2—10) mit Terephthalsäure(deriv.) erhalten werden u. zu orientierbaren Fasern versponnen werden können. An Pigmenten usw. sind TiO₂, ZnS, BaSO₄, Talk, Glimmer, Kaolin, Ruß, Phthalocyanine, Ultramarinblau u. a. m. genannt.

Ihre Teilchengröße soll nicht mehr als $1-5 \mu$ betragen. — Z. B. zerkleinert man 10 (Teile) TiO_2 mit 115 Äthylenglykol 3 Tage in einer Kugelmühle, erhitzt 2,45 der erhaltenen Dispersion mit 60 *Terephthal säure dimethylester*, 115 Glykol u. 0,01 MgO im N_2 -Strom unter Rühren, hält das Gemisch 4 Stdn. bei 197° , läßt die Temp. dann auf 277° steigen, vermindert den Druck auf 0,3 mm Hg, dest. während weiterer 6 Stdn. das Glykol an u. verarbeitet die cremefarbige M. auf gleichmäßig matte Fasern. — Weitere Beispiele. (F. P. 943 861 vom 17/3. 1947, ausg. 7/3. 1949. E. Prior. 28/3. 1946.) DONLE. 8081

Corning Glass Works, übert. von: **Martin Emery Nordberg**, Corning, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Geweben aus feuerfesten Glasfasern* durch Auslaugen von nicht kieselsäurehaltigen Stoffen aus den Fasern. Ein Silicatglas mit nicht mehr als 75% SiO_2 u. wenigstens einem Oxid aus der Gruppe Be, Mg, Ca, Zn, Sr, Cd, Ba, B, Al, Ti, Zr, Th wird geschmolzen u. es werden in üblicher Weise Fasern mit einem Durchmesser nicht über 0,001 inch hergestellt. Aus den Fasern werden durch Incinanderflechten Gewebe gefertigt. Diese Gewebe werden in ein neutrales oder saures Auslaugebad gebracht, das einen p_H -Wert nicht größer als 7 aufweist. Die Auslaugezeit beträgt 10 Min bis 1 Stde. je nach der Säurekonz. u. der Temp. in dem Auslaugebad, dessen Auslaugeschwindigkeit durch Erhöhung der Säurekonz. u./oder Erhöhung der Temp. vergrößert wird. Die nicht kieselsäurehaltigen Bestandteile werden dadurch aus den Fasern ausgezogen. So weisen z. B. Fasern aus einem Glas aus 61,9% SiO_2 , 28,6% Na_2O u. 9,5% ZrO_2 nach Auslaugen mit einer wss. Lsg. aus HCl u. Nachwaschen mit reinem W. eine Zus. von 88% SiO_2 , 12% ZrO_2 u. 0,25% Na_2O auf. Die so behandelten Fasern sind porös, können aber durch Erhitzen zu nicht porösen Glasfasern umgewandelt werden. So erreicht man diese Wiederversicherung bei Fasern aus etwa 97% SiO_2 u. 3% Al_2O_3 durch Erhitzen von 10 Min. bei 800° oder von mehreren Stdn. bei 600° . Ein so behandeltes Gewebe ist sehr wertvoll als Isoliermaterial bei Temp. von $400-1200^\circ$. Es weist eine verbesserte elektr. Widerstandsfähigkeit u. einen niedrigen Leistungsfaktor u. einen vergrößerten Hitzewiderstand auf. Auch zeigt solch Gewebe eine hohe chem. Beständigkeit. (A. P. 2 461 841 vom 26/1. 1944, ausg. 15/2. 1949.)

BEWERSDORF. 8083

G. N. Kukin, A. N. Solowjew, W. I. Budnikow, A. I. Dmitrijew, A. A. Strepelchew, T. A. Modestowa und A. D. Platowa, Lehrbuch der Faserstoffe. Textilfasern. Moskau-Leningrad, Gislisgprom. 1949. (434 S.) Rbl. 14,.—. [russ.]

Bruno Lunak, *Die Unterscheidung der Textilfasern. Qualitative und quantitative Analyse von Faserstoffmischungen*. Mitteilungen aus dem Institut für Textil-Maschinenbau und Textilindustrie an der Eidgenössischen Technischen Hochschule in Zürich. Herausgegeben von Prof. Dr. Ing. E. Honegger. Zürich. Leemann. 1949. 2. Aufl. 143 S. m. 288 Mikrophotographien u. 12 Tabellen. sfr. 30,—. Nach dem Erscheinen des Buches im Jahre 1945 ist nunmehr die 2., erw. Aufl. herausgekommen. Neu aufgenommen bzw. erweitert wurden die Abschnitte über die mechan. Eig., die Hygrokopazität, den Brechungskoeff., die Doppelbrechung, die Einbettungsmittel, die Kontrasteinbettungen u. die Wollickenmessung. Ferner wurde die Zahl der Fasern durch einige neue Kunstfasern ergänzt. Das Buch, das sich durch die Reichhaltigkeit seines Inhaltes, bes. aber auch durch dessen sachliche u. prakt. Anordnung auszeichnet, macht es dem Benutzer leicht, sich in dem oft recht schwierigen Gebiet der Faserstoffanalyse durchzufinden. Alles in allem ein wertvolles Hilfsmittel in der Hand des Fachmannes. F. ECKERT.

XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

H. G. Wolfhard und W. G. Parker, *Verdampfungsvorgänge in einem brennenden Kerosinsprühstrahl*. Die Verdampfung von Kerosintröpfchen in einem feinen Sprühstrahl, der in ruhiger Umgebung von Raumtemp. in einem gewissen krit. Abstand von der Düse brennt, wird diskutiert. Theoret. Erwägungen führen zu dem Schluß, daß unter den Versuchsbedingungen keine merkbare Verdampfung der Tröpfchen vor der erwärmten Flammenzone eintritt. Diese Zone ist zwar sehr engbegrenzt, doch genügt die Verweilzeit für eine Verdampfung sehr kleiner Tröpfchen, die dann in das Gas diffundieren können. Photograph. Aufnahmen solcher in die Flammenzone eindringender Tröpfchen bestätigen die Überlegungen. (J. Inst. Petrol. 35. 118—25. Febr. 1949.) FREE. 8128

—, *Die Grundlage von Schwebereaktionen*. Die moderne chem. Technik führt Rkk. zwischen festen u. gasförmigen Stoffen im sogenannten Schwebezustand durch. Dabei werden die festen Teilchen in ständiger wirbelnder Strömung gehalten, wodurch die Einw. der Reaktionskomponenten bes. innig ist u. die Leistungen stark ansteigen. — Anwendungsbeispiele: Vergasung fester Brennstoffe, katalyt. Rkk. in der Gasphase mit festen Katalysatoren. (Coke and Gas 11. 64—68. Febr. 1949.) F. SCHUSTER. 8148

Hans Sachsse, *Die chemische Verarbeitung des Ferngases*. 2. Mitt. (1. vgl. C. 1949. II. 1144.) Verarbeitung von Ferngas auf Acetylen u. Synthesegas. C_2H_2 -Herst. aus CH_4 nach dem Lichtbogen- u. Sauerstoffverfahren. Techn. Einzelheiten des zweitgenannten Verfahrens. Vgl. des Carbid-, Lichtbogen- u. Sauerstoffverfahrens. (Chemie-Ing. Techn. 21. 129—35. April 1949. Ludwigshafen a. Rh.) F. SCHUSTER. 8156

Dietrich Witt, *Austauschstoffe für die Schwefelreinigung des Stadtgases*. Eisenoxydschlamm der Wasserwerke läßt sich bei genügend hohem Fe-Geh. u. mit einem Feuchtigkeitsgeh. um 30% als optimalem Wert an Stelle von Lux- oder Lautamasse zur Trockenreinigung in Gaswerken benutzen. Die an sich bestehenden Schwierigkeiten mit der Massebeschaffung für die Trockenreinigung lassen die Naßreinigung zur Entfernung von H₂S aus dem Gas heute bes. wichtig erscheinen. (Gas u. Wasserfach 90. 645—48. 30/12. 1949. Volta Redonda.) F. SCHUSTER. 8172

Felix Heinemann, *Neuere amerikanische Petroleumpatente*. Überblick (Kurzberichte). (Petroleum [London] 12. 14—15. 42—43. Febr. 1949. Philadelphia.) PANGRITZ. 8186

W. A. Goldstein, *Temperaturmessung und Temperaturkontrolle*. Es werden die in der Erdölindustrie gebräuchlichen Methoden, die auf der Änderung von Dimensionen, Dampfdruck, elektr. Widerstand, thermoelektr. Kraft, Farbe, Oberflächenstrahlung u. Zustand beruhen, beschrieben u. hinsichtlich ihres Meßbereichs u. ihrer Genauigkeit miteinander verglichen. (Petroleum [London] 12. 55—60, 76. März 1949.) STRINER. 8186

W. W. Japasskurt, *Versuch zur Verbrennung von Daschawsk-Naturgas in den Kesseln der Zuckerraffinerie von Chodorow*. Das Naturgas wird zunächst von den suspendierten festen Teilchen u. W. befreit u. dann unter einem Druck von 0,2—0,4 at in Brennern verbrannt, deren Kopf aus einem feuerfesten Schamottenetz besteht. Das Heizgas hat nachst. Daten: 98,37% C₂H₆, davon 98—99% Methan; 1,19% N₂; 0,19% CO₂; 0,25% O₂; oberer Heizwert 9500—9600 cal/Nm³, unterer Heizwert 8400—8600 cal/Nm³; Flammpunkt 800—850°. (Сахарная Промышленность [Zucker-Ind.] 23. Nr. 2. 23—26. Febr. 1949.) R. RICHTER. 8188

A. F. Dobrjanski, A. I. Bogomolow und I. W. Schkljar, *Katalytischer Einfluß des Gesteins bei der Veränderung der Zusammensetzung des Erdöls*. Es wird der Einfl. der Temp. u. der in der Natur vorkommenden Katalysatoren bei der Umwandlung des ursprünglichen Rohmaterials in überwiegend Naphthene, bei tiefergreifender Veränderung arom. KW-stoffe u. Methanderiv. enthaltendes Erdöl besprochen. Die aus komplizierten Stoffen entstehenden niedriger mol., einfacheren Prodd. verdanken ihre Bldg. einer Disproportionierung von H im Erdöl, u. man braucht seine Zuflucht nicht zu einer Bldg. von H₂ in den Tiefen der Erde oder ähnlichen Hypothesen zu nehmen. Nach Vff. war eine Umwandlungstemp. von 200—250° wahrscheinlich. Die daraufhin angestellten Verss. ergaben bei einem Zylinderöl bei 250° in Ggw. von aktiviertem Askanit (Bentonit), daß kaum Gasentw. oder Verharzung bemerkbar war, im Gegensatz zum Crackverf. keine ungesätt. Verbb. entstanden, die relativen Mengen an Methan-, Naphthen- u. arom. KW-stoffen sich änderten u. vor allem niedriger sd. Öle entstanden. Man hat danach in Bestätigung der Ansicht der Vff. unter diesen Bedingungen, die in der Natur gegeben sein können, Bldg. einfacherer Stoffe aus komplizierteren polycycl. Verbb. unter Decyclisation u. Neuverteilung von H anzunehmen.

Versuche: Zu Zylinderöl wurde der Katalysator u. RASCHIG-Ringe zur besseren Verteilung hinzugefügt; es bestand aus den Fraktionen 27,0%, Kp. 400—450°, 41,4%, Kp. 450—500°, 30,9%, Kp. 500—550°, 0,7%, Kp. über 550°+ Destillationsverlust. Nach 70std. Erhitzen auf 250 (± 10)° u. n. Druck wurde ein Öl erhalten, welches aus den Fraktionen 4,5%, Kp. 200—350°, 25%, Kp. 350—400°, 45,0%, Kp. 400—450°, 16,9%, Kp. 450 bis 500°, 5,5%, Kp. 500—550° u. 3,1%, Kp. über 550° Verlust bestand. Das Öl enthielt vor bzw. nach dem Erhitzen 23,9% bzw. 18,0% arom. KW-stoffe, 27,8% bzw. 51,8% Naphthene, 48,8% bzw. 30,2% Methanderivate. Hierbei wurde der Geh. an arom. KW-stoffen mittels des Anilinpunktes bestimmt, während die Sulfonierungsmeth. mittels konz. H₂SO₄ 32,7% vor, 20,0% nach dem Erhitzen ergab. (Журнал Прикладной Химии [J. angew. Chem.] 22. 1124—32. Okt. 1949. Allunions-wiss. Erdöl-Forschungsinst. für geolog. Schürfen.) KNOBLOCH. 8188

—, *Quellen organischer Lösungsmittel*. Auszug aus einem Bericht von J. L. EDGAR über die Möglichkeiten der Gewinnung von Lösungsmitteln durch selektive Oxydation von KW-stoffen aus Naturgasen u. Raffinerie-Restgasen. (Chem. Age 60. 897. 18/6. 1949.) F. SCHUSTER. 8194

G. Free, *Die Crackverfahren*. Überblick über die wichtigsten Verff. u. die dabei angewendeten Katalysatoren an Hand der Patentliteratur. (Brennstoff-Chem. 30. 398—400. 17/11. 1949. Ludwigshafen/Rhein, BASF.) KLASSKE. 8196

H. Hoog, *Brennstoffsynthese und andere katalytische Verfahren in Westdeutschland*. Überblick über die in Deutschland techn. ausgeführten Verff. der katalyt. Hochdruckhydrierung nach PIER, der FISCHER-TROPSCH-Synth., der OXO-Synth. u. der Aromatenoxydation mit Luft unter Zusatz von Co oder Mn nach dem I. G.-Verfahren. (Chem. Weekbl. 45. 201—03. 26/3. 1949.) FREE. 8198

—, *Vergasung von US-Kohlen. Eine neue Anlage für Ölsynthese.* Die neue KOPPERS-Anlage vergast Staubkohle zu Synthesegas. Es schließt die Gasreinigung an, die eigentliche Ölsynth. in der Gasphase u. die Aufbereitung der Produkte. (Chem. Age 60. 924—25. 25/6. 1949.)
F. SCHUSTER. 8198

Alfred Clark, Anthony Andrews und Harold W. Flemming, *Zusammensetzung von synthetischem Benzin.* Die Arbeit beschreibt einen Teil der Ergebnisse von Vers., bei welchen ein aus CO u. H₂ hergestelltes synthet. Bzn. eine in einer Kolonne befindliche Schicht von Silicagel durchlief. Nach Angaben über die Ausgangsmaterialien u. der angewandten Analysenmeth. folgt eine genaue Beschreibung der hier verwendeten Durchflußkolonnen mit Zeichnung. Von diesen stufenförmig gebauten Kolonnen war die eine mit einem Fassungsraum von 2200 cm³ Silicagel aus Glas, die andere aus rostfreier Stahl mit einem Fassungsraum von 4400 cm³ u. mit Kühlmantel versehen. Der Durchlauf von 11 verschied. Bzn.-Fraktionen führte zu einem Zerfall in die folgenden 4 Typen: Paraffine, Olefine, Aromaten u. sauerstoffhaltigen Verbindungen. Als Ergebnis der Absonderung dieser Typen wurden die folgenden neuen Kenntnisse über den Charakter der Bzn.-Fraktionen gewonnen: 1. 40—50% Vol.-% der C₅, C₆ u. C₇-Fraktionen bestehen aus geradkettigen 1-Olefinen. 2. Durch Infrarotabsorption wurden in den ersten 6 Bzn.-Fraktionen 15 verschied. arom. Verb. als vorhanden festgestellt. 3. Es ist in den meisten dieser Fraktionen ziemlich überzeugend die Anwesenheit geringer Mengen von Diolefinen bewiesen. (Ind. Engng. Chem. 41. 1527—32. Juli 1949. Bartlesville, Okla., Phillips Petroleum Company.)
DIETL. 8200

H. G. Göttner, *Mängel und Grenzen des Viscositätsindex.* Es wird zunächst eine Übersicht über die Entw. des Viscositäts-Index (V. I.) gegeben u. einzelne Vorschläge besprochen: Alter V. I., verbesserter V. I., V. I.-Zonen, kinemat. V. I. u. unabhängiger V. I. Anschließend wird eingegangen auf das Viscositätssystem, den Temperaturbereich seiner Gültigkeit, bes. eingehend auf das Bezugs- u. Bewertungssystem. Schließlich werden die für den V. I. zu beachtenden Einschränkungen hinsichtlich seiner Anwendbarkeit erörtert. Es sollte der kinemat. V. I. bevorzugt werden. Der V. I. kann dort angewandt werden, wo der Öltyp beurteilt werden soll, aber nur in dem Bereich, für den er experimentell gesichert u. frei von Anomalien ist. (Brennstoff-Chem. 30. 314—19. Sept. 1949. Hannover.)
EDLER. 8212

E. V. Paterson, *Fortschritte auf dem Gebiet der Schmierung.* Die Laboratoriumsteife für Schmiermittel gestatten nur eine ungenügende Beurteilung u. geben keinerlei Bild hinsichtlich ihres Dauerverh. bei Schmierung von Verbrennungsmotoren. Von diesem Gesichtspunkt aus wurden in England neuerdings 2 Prüfmaschinen entwickelt, die SUNBURY- u. die neue RICARDO-Maschine, die beide entsprechend den Spezifikationen des INST. OF PETROLEUM konstruiert sind. Die WAUKESHA MOTOR COMP. hat einen Motor entwickelt, der durch ein im Kolben befindliches Thermolement in einfacher u. billiger Weise beurteilen läßt, ob u. wann ein Öl im Flugmotor Ringstecken verursacht. Der BEAKER-Korrosionstest an Ni-Cd-Lager kann Aufschluß über die Korrosionseig. von Ölen gegenüber verschied. Lagermetallen geben. Eine andere Prüfmaschine, die ähnlich einer Flügelpumpe konstruiert u. mit einem 3 PS-Motor gekuppelt ist, läßt das Öl 1000 Stdn. bei 80° u. 69 at zirkulieren. Nach je 100 Stdn. wird eine Ölprobe (2 oz.) analysiert. Alle 250 Stdn. öffnet man zwecks Überprüfung die Pumpe. Nach Beendigung des Vers. werden die Flügel zur Feststellung von Korrosionsverlusten gewogen. Die Bestrebungen bei der Ölprüfung gehen dahin, Vorr. zu bauen, die den Bedingungen der Praxis möglichst nahe kommen. Bei Fahrvers. (13000 Meilen) wurde gefunden, daß die Motor-konstruktion größeren Einfl. auf die Schlammbldg. hat als die Ölqualität. Pb-Tetraäthyl im Treibstoff begünstigt die Schlammbldg. nicht merklich, Additivzusatz vermindert sie, gibt aber Anlaß zum Klemmen der Einlaßventile. Rotationsventile können vorteilhaft sein. Dialkylselenide sind Sulfiden als Oxydationsverhinderer überlegen. Synth. Schmieröl soll keine Ablagerungen bilden. Die Wrkg. der Hochdruckschmiermittel soll von elektrostat. Kräften u. von ihrer Korrosivität beeinflusst werden. Angaben über die Viscositätsänderung unter Drucken von 100—2000 at für verschied. Schmiermittel u. über Korrosionsverhinderer für Bolzen u. Schrauben in Werkstücken, deren Wrkg. mehrere Jahre anhalten soll. (Petrol. Times 53. 783—84. 9/9. 1949.)
FREE. 8220

A. R. W. Baddeley, A. H. Nissan und F. H. Garner, *Suspension von Ruß in Kohlenwasserstoffen.* 1. Mitt. Vortrag. Die Reinigungswrkg. u. Aufnahmefähigkeit für Kohlenstoff in koll. Suspension durch Öle wird in Parallele gesetzt zu der Wrkg. von Seifen u. neueren synthet. Reinigungsmitteln. In beiden Fällen spielen Fragen der Oberflächenaktivität eine wesentliche Rolle. Während in KW-Stoffen mit den n. Beimengungen elektrolyt. Wirkungen kaum in Frage kommen, dürften in gebrauchten Ölen geringe Wassermengen die Probleme der Dispergierung des Kohlenstoffs komplizieren. Vff. bestimmten die Sedimentationsgeschwindigkeit von Rußen (Thermase: 0,3 μ ; Micronex: 0,028 μ) in

Toluol in Abhängigkeit von dem Zusatz eines oberflächenakt. Stabilisators (Ca-Naphtthenat). Herst. der Suspension unter Anwendung von Ultraschall ergab Teilchengröße von ca. $1,5 \mu$ gegenüber $6-10 \mu$ bei mechan. Rührung oder Schütteln von Hand. Die Sedimentationsgeschwindigkeit ist bei einer Probe nicht konstant, sondern verlangsamt sich mit abnehmender Teilchengröße der Rußpartikel. Vff. betonen die scharfe Abgrenzung der Suspension gegen die überstehende Lösung. In der C-freien Lsg. wurde der Geh. an restlichem Naphtthenat auf dem Wege über die Messung der Oberflächenspannung einer Probe im LANGMUIR-Trog bestimmt. Diese Meth. war empfindlicher als die Zerlegung des Ca-Salzes mit HCl u. Titration des [Cl⁻] nach Trocknung des CaCl₂ im Vakuum. — Nach der gleichen Meth. wurden die Adsorptionsisothermen für Ca-Naphtthenat an den Rußen aufgenommen. Die Sättigungskonzentration wurde dabei zu 0,188% Ca-Naphtthenat bestimmt, unabhängig von der angewandten Rußmenge (0,1—1,0 g/25 ml Lsg.). Diese Konz. zeigt gleichzeitig die beste Stabilisatorwrkg., so daß, nach weiteren Unters., die optimalen Stabilisatormengen für Kolloidsuspensionen aus Messungen der Adsorptionsisothermen bestimmt werden könnten. — Die Ggw. von 37 mg W. verlangsamt die Absetzgeschwindigkeit u. bewirkt außerdem eine bleibende Trübung der Fl. durch feinste Kohleteilchen. — Diskussion. (J. Inst. Petrol. 35. 141—70. März 1949.) OHLERICH, 8220

C. Kröger, *Das Oxydationsverhalten von Kohlenwasserstoffen*. 6. Mitt. *Die Wirkung von Antioxydanzien bei der Schmieröloxydation*. Mit einer der früher verwendeten Kreislaufapp. angepaßten Mikroapp. für 1 g Öl u. 0,01 g Zusatzstoff wurde das Oxydationsverh. eines nicht hydrierten synthet. Schmieröls in O₂-Atmosphäre bei 150 u. 175° untersucht. Als Maß der O₂-Aufnahme diente der nach Einstellung des Höchstdruckes bei der Versuchstemp. eintretende Druckabfall. Für verschied. aliph. u. arom. Zusätze ist die O₂-Aufnahme A nach der Gleichung: $A = a + b$ (a = Druckabnahme in Torr/10 Min.) u. das Wirkungsverhältnis ν angegeben. Zusammenfassend ergibt sich, daß arom. Zusätze wirksamer als aliph. sind. Von bes. Wirksamkeit sind die NH₂-, NO-, HO-, HS- u. S-Substituenten. Durch Eintritt eines zweiten Substituenten, bes. in p-Stellung, wird die Wrkg. verstärkt. Bei Stellungsisomeren ist die α - gegenüber der β -Stellung wirksamer. Derivv. kondensierter Ringsysteme (Anthracen) zeigen gegenüber unkondensierten gesteigerte Wirksamkeit. Monomethylaminoverbb. sind ausgesprochene Antioxydantien. (Erdöl u. Kohle 2. 389—96. Sept. 1949.) FREE, 8220

Robert Schnurmann, *Thermoelektrische Versuche mit Schmiermitteln für extrem hohe Drucke*. Ein Höchstdruckschmiermittel soll die Reibungskraft noch bei Lagerdrucken von mindestens $1,5 \cdot 10^4$ kp/cm² herabsetzen u. Verformung der reibenden Oberfläche vermeiden. Zur Unters. der Schmierwrkg. wurde die Temperaturerhöhung einer sich unter Belastung auf einer gehärteten Stahlfläche drehenden Stahlkugel thermoelekt. als Funktion der Belastung gemessen. Es ergab sich, daß dem Schmiermittel zugesetzte höchstdruckwirksame Komponenten die Reibungskraft verringerten u. den Bereich der Normaldrucke vergrößerten, in dem Reibungskraft u. Normaldruck proportional sind. Die Ergebnisse mit verschied. Zusätzen, wie Zn-Naphtthenat, Pb-Oleat, geschwefelten Ölen, chlorierten Verb. usw., zeigten, daß es eine optimale Konz. für das Zusatzmittel gibt. Nach Ansicht des Vf. setzt es die elektrostat. Komponente der Reibungskraft herab, läßt aber andererseits das Schmiermittel korrodierend werden u. damit die Reibungskraft wachsen. Die Durchmesser der Druckspuren waren minimal bei einem Mineralöl mit einigen % Zusatzmittel. Der Reibungseinfl. dünner Metallfilme auf Metalloberflächen mit u. ohne Öl wird beschrieben. (J. appl. Physics 20. 376—83. April 1949. Manchester, Oil Refinery, Phys. Dep.) LINDBERG, 8220

R. Halder, *Beiträge zur Prüfung des Schmierverhaltens*. (Vgl. C. 1950. I. 821.) Der Zusammenhang zwischen Reibungszahl u. Verschleiß wird untersucht. Es ist zu unterscheiden zwischen langsamem u. stetigem Metallabrieb einerseits u. Verschleiß beim Fressen andererseits. Zur Unters. der Neigung zum Fressen wurden drei verschied. Prüfmaschinen verwandt, die auch die Durchführung von Reibungsmessungen gestatten. Außerdem wurden zwei eigene Geräte zur Unters. des stetigen Metallabriebs verwendet. Bei allen Versuchsergebnissen fällt die starke Temperaturabhängigkeit auf. Im allg. nimmt die Reibungszahl mit der Temp. zu, ebenfalls der Verschleiß, bes. bei synthet. Estern, Rizinusöl u. Rüböl im Gegensatz zu manchen KW-stoffölen. Oberflächenrauigkeit kann Verschiebung in der Bewertung der Schmierstoffe bedingen, wahrscheinlich infolge der durch die Rauigkeiten auftretenden hohen Temperatur. Veränderungen der Gleitgeschwindigkeit u. der spezif. Flächenbelastung bleiben ohne Einfl. auf die Gütereihenfolge. Sehr bedeutsam ist beim stetigen Metallabrieb der Einfl. der Werkstoffe. Leichtmetall zeigt die größten Unterschiede zwischen den einzelnen Ölen. Es gibt Schmierstoffe, die eine große Affinität zu Eisen besitzen, z. B. Rüböl u. solche, die eine bes. Verwandtschaft zu gehärtetem Stahl aufweisen, z. B. gewisse S-halt. Ester. Dieses Verh. ist auf die durch die Härtung bewirkte Veränderung der Kristallform zurückzuführen. Ebenfalls

zeigt sich ein großer Einfl. der Werkstoffe bei den Reibungsmessungen. Al läßt die größten Unterschiede erkennen, dann folgt Messing. Reines Sn ist gegenüber verschied. Ölen indifferent. Mit der Temp. nimmt die Reibungszahl (vom Ag, Fe, Pb) in der angegebenen Reihenfolge zu. Die hohen Reibungszahlen bei Al mit vielen Ölen deuten auf schlechte Laufeig. mit den üblichen Schmierstoffen hin. Bei Verwendung mehrerer Prüfgeräte ist es in vielen Fällen möglich, Voraussagen für die Praxis zu machen. Es wurde beobachtet, daß eine hohe Reibungszahl einem geringem Metallabtrag entspricht, u. daß ein hoher Metallabtrag eine geringe Neigung zum Fressen bedingt. Polare Substanzen u. chem. akt. Stoffe vermeiden bzw. verringern den Freßverschleiß in seiner Wirkung. Es wurden Vers. gemacht, bei denen einem farblosen Schmierstoff Temperaturfarben zugesetzt wurden. Bei niedriger Belastung wurden hierbei Temp. $>250^{\circ}$ festgestellt (Öl- u. Lagertemp. $<100^{\circ}$). Aus den gewonnenen Erkenntnissen werden allg. Grundsätze für die Schmierstoffprüfung aufgestellt, von denen bes. erwähnenswert ist, daß ein zu bestimmender Effekt möglichst direkt gemessen werden sollte. (Brennstoff-Chem. 30. 306—12. Sept. 1949. Memmingen.) EDLER. 8220

Karl Krenkler, *Zur Kenntnis der bituminösen Stoffe. 2. Mitt. Die Eigenschaften der Bitumen in Abhängigkeit vom Micellaufbau.* (1. vgl. C. 1950. I. 144; vgl. auch C. 1949. II. 716.) An Hand eines bereits entwickelten Strukturbildes der bituminösen Stoffe wird versucht, eine Reihe charakterist. Eig. der Bitumen u. bes. die für die Praxis wichtigen Unterschiede der verschied. Typen zu erklären. In diesem Zusammenhang wird das Viscositätsverh. der Bitumen sowie die Eig. der asphaltreichen Bitumen behandelt. Die Erdölharzmicelle u. die Micelle der hochasphalt. Bitumen können als entgegengesetzte Pole aufgefaßt werden. Die erstere besitzt nur eine wenig ausgeprägte Micellorientierung, die durch schwache zwischenmol. Kräfte, infolge der verhältnismäßig niedrigmol. Bestandteile, bedingt ist. Die Micelle der hochasphalt. Bitumen ist durch ausgeprägte Micellkräfte gek., hervorgerufen durch die hochmol. Bestandteile dieser Bitumen. Diese beiden Grundformen gestatten die Ableitung der wichtigsten Eig. der Bitumen. (Straßen- u. Tiefbau 3. 305—11. Okt. 1949. Stuttgart.) P. ECKERT. 8224

G. W. Himus und G. C. Basak, *Analyse von Kohlen und kohlenstoffhaltigen Materialien mit hohem Gehalt an Mineralbestandteilen.* Teilt man Kohle oder Ölschiefer in Fraktionen von niedrigem u. solche von hohem Mineralgeh., so besteht eine lineare Abhängigkeit zwischen dem Aschengeh. u. dem Geh. an C, H, N u. S. Durch Extrapolation auf den Aschengeh. Null ist es möglich, die Elementarzus. der Reinkohlensubstanz zu ermitteln. Außerdem läßt sich das Verhältnis von wahrem Geh. an Mineralbestandteilen zu Aschengeh. errechnen. Die Übereinstimmung der so erhaltenen Ergebnisse mit denen nach PARR ist gut, ausgenommen bei hohem Geh. an S u. Carbonaten in den Mineralbestandteilen; in letzterem Fall ergibt die Formel von PARR unbrauchbare Werte. (Fuel 28. 57—65. März 1949. London, Imp. Coll. of Science and Technol.) F. SCHUSTER. 8246

J. H. Förch, *Das Nehmen von Momentgasproben.* An in die Gasleitung eingesetzten T-Stücken werden Fußballblasen angesetzt, die mittels Wasserstrahlpumpe plattgesaugt sind; bei Öffnung des das Ansatzstück der Blase verschließenden Quetschhahns füllt sich die Blase bei 10cm Wassersäule Überdruck innerhalb 2 Sekunden. Eine Abnahme des Geh. an „schweren KW-stoffen“ in der Gasprobe ist nach 2 Stdn. nicht feststellbar, die Zus. der übrigen Gase ist sogar nach 8 Stdn. unverändert. Die Vorteile werden erläutert. (Chem. Weekbl. 45. 496. 30/7. 1949. Amsterdam.) R. K. MÜLLER. 8250

B. Dupuis, *Beitrag zu den Analysenmethoden von Hochofen- und Koksofengas.* Bei Analysen von Hochofen- u. Koksofengas wurde nach den üblichen Bestimmungen für Methan im Eudiometer in Frankreich ein Geh. von ca. 1% festgestellt, während aus Amerika u. England immer ein niedrigerer Geh. mitgeteilt wird. Durch Änderung der Best. (Verbrennung über einem Katalysator auf der Basis CuO bei 800°) ist nunmehr auch nur ein Geh. von 0,1—0,3% ermittelt worden. (Rev. Métallurg. 46. 210—13. April 1949.) BAEDECKER. 8250

Norman D. Coggeshall und Alvin S. Glessner jr., *Ultravioletabsorptionsanalyse der Naphthaline.* Meth. zur Best. von Naphthalin (I), α - (II) u. β -Methylnaphthalin (III) aus den zwischen 200 u. 250° sd. Fraktionen aromatenhaltiger Erdöle. In den Fraktionen mit Kp. bis 230° ist vorherrschend I u. kann gegebenenfalls darin allein bestimmt werden. Die Messung erfolgt in jedem Fall mit einem gewöhnlichen UV-Spektrographen unter Verwendung von 2,2,4-Trimethylpentan (Isooctan) als Lösungsm. bzw. Verdünnungsmittel (zum Eichn der App. mit reinen Substanzen bzw. zur Best. der Geh. von unbekanntem KW-stoffgemischen). Wird lediglich I bestimmt, so wird die Kurve der UV-Absorption zwischen 308,5 u. 318 $m\mu$ der zu untersuchenden Substanz mit Eichkurven verglichen (nötigenfalls durch Vgl. des bei 311 $m\mu$ liegenden Maximums eine Korrektur anbringen).

Die Best. aller 3 Komponenten geschieht durch Vgl. des für jede derselben charakterist. Absorptionsmaximums (I 311 μ , II 314 μ u. III 319 μ). Dauer einer Best. ca. $1\frac{1}{4}$ Stdn., Genauigkeit bei einem Gesamtgeh. an I, II u. III bis zu 30% ca. $\pm 0,2\%$. Paraffine, Naphthene, Monoolefine u. Diolefine mit nichtkonjugierter Doppelbindung (UV-Absorption $< 200 \mu$), konjugierte Diolefine (230 μ), Alkylbenzole u. polycycl. Aromaten mit nur einem Benzolring (z. B. Tetralin) (250—280 μ) u. einkernige Aromaten mit dazu in Konjugation liegender ungesätt. Seitenkette (z. B. Styrol) (290 μ) stören nicht, Acenaphthen u. Fluoren, die stören würden, sind durch Dest. (im Rückstand verbleibend) vorher abzutrennen. (Analytic. Chem. 21, 550—53. Mai 1949. Pittsburgh, Pa., Gulf Res. and Development Co.)

KLASSEKE 3252

F. Sepulchre, Paris, Frankreich, *Vergasung von Brennstoffen unter Zersetzung und Spaltung der gebildeten höheren Kohlenwasserstoffe*. Man führt die Vergasung in einem Schachtofen durch, wobei im unteren Teil des Generators aus der Vergasungszone bes. durch konzentrierte Rohre die Gasabführung u. die Luftzuführung in größter Nähe nebeneinander erfolgen. Hierbei sollen die abziehenden Gase die Luft in das Vergasungszentrum ziehen u. so für eine gute Zers. der KW-stoffe u. anderen Teerbestandteile sorgen. Unterhalb dieser Zone wird noch etwas Sekundärluft zugeführt, um restlichen Brennstoff aus den abwärts wandernden Aschen zu verbrennen. Diese Gase strömen dann ebenfalls der Hauptvergasungszone zu. (Schwed. P. 124 162 vom 12/6. 1945, ausg. 1/3. 1949.)

J. SCHMIDT. 8149

Akt.-Ges. Brown, Boveri & Cie., Baden, übert. von: **Adolf Meyer**, Kunsnacht, Zürich, Schweiz, *Treibgase für Gasturbinen*. Zur Herst. solcher Treibgase von ausreichendem Druck, einer die Schaufelung nicht gefährdenden Temp. u. der zur Verhütung von mechan. Zerstörung von Rohren u. Schaufeln nötigen Staubfreiheit dient ein Generator, dem von oben her mit Flußmitteln für die entstehende Schlacke versetzter Kohlenstaub zugeführt wird. Dieser gleitet über einen kugelförmigen, nach außen abfallenden Rost langsam in die fl. Schlacke unter dem Rost. Durch die Schlacke perlt Preßluft, durchströmt den Rost u. verbrennt bei dem herrschenden CO-CO₂-Gleichgewicht unvollständig die Kohle. Zur vollständigen Verbrennung zu CO₂, zur Kühlung u. zur Wirbelwindsichtung von mitgerissenen Kohleteilchen wird oberhalb des Rostes zusätzlich tangential Preßluft im Überschuß eingeführt. Aus der staubfreien Wirbelmitte entströmen die Treibgase. Ein mit Staub beladener Teil des Gases wird vom Wirbelrand abgezweigt u. von neuem unten in die Schlacke geblasen. Auch Herst. von Heizgasen für Überhitzer usw. — 1 Zeichnung. (A. P. 2 465 464 vom 21/3. 1946, ausg. 29/3. 1949. Schwz. Prior. 26/3. 1945.)

B. SCHMIDT. 8149

Standard Oil Development Co. und William W. Odell, V. St. A., *Gewinnung von Kohlenwasserstoffölen aus bituminösen Massen, wie Ölschiefer, Steinkohle, ölführenden Sanden usw. in kontinuierlichem Verfahren*. Man fluidifiziert das fein zerteilte Material mit Hilfe eines Gases, leitet es in eine von außen geheizte Zone, in der bis auf Verkohlungstemp. erhitzt wird, unterwirft die vorgeheizte M. als dichte u. turbulente, durch ein zweites, von unten aufsteigendes Gas fluidifizierte Schicht (mit gut definierter oberer Grenze) der Dest. in einer besonderen Zone, zieht die flüchtigen u. brennbare Gase enthaltenden Prodd. oben u. die verkohlten festen Anteile unten ab. Diese können z. B. mit Wasserdampf in einem Generator zu Heizgasen umgesetzt werden, die als Wärmequelle für die Vorheizzone verwendbar sind. — Weitere Einzelheiten, Beispiel, Vorrichtung. (F. P. 947 491 vom 3/6. 1947, ausg. 4/7. 1949. A. Prior. 1/11. 1946.)

DONLE 8181

Phillips Petroleum Co., Del., übert. von: **Cary R. Wagner**, Utica O., und **Martin A. Ryan**, Bartlesville, Okla., V. St. A., *Spültrübe für Tiefbohrungen*. Der alkal. Tonsuspension (p_H mindestens 7,8) wird als koll. Dispersionsmittel 0,5—3,0 lbs/barrel (0,3 bis 1,4 kg/160 Liter) alkalilösl. Al-Carboxyalkylcellulose zugesetzt, u. zwar in Form einer alkal. Lsg. (p_H 8—9) eines lufttrockenen Pulvers von Al-Carboxymethyl- oder -äthylcellulose. Der Spültrübe können ferner viscositätsbeeinflussende Mittel, wie NaOH, Phosphate u./oder Quebracho, sowie Beschwerstoffe (z. B. BaSO₄) zugegeben werden. — Der Al-Cellulosezusatz verhindert die Tonausflockung durch von der Spülung aufgenommene Salzverunreinigungen, beschleunigt die Bldg. abdichtender Filterkrusten auf der Bohrlochwandung u. ist daher bes. für Spülungen in Salz- u. Quellschieferformationen durchsetzende Rotary-Bohrungen geeignet. (A. P. 2 481 545 vom 11/8. 1947, ausg. 13/9. 1949.)

WÜRZ. 8191

Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, übert. von: **Eric V. Bergstrom**, Short Hills, N. J., V. St. A., *Verfahren und Vorrichtung zur Umwandlung von flüssigen Kohlenwasserstoffen in Ggw. einer festen Kontaktmasse, bes. zum Spalten, Hydrieren, Dehydrieren, Aromatisieren, Polymerisieren, Alkylieren, Isomerisieren, Reformieren u. Entschwefeln von KW-stoffen*. Dabei wandert das Kontaktmaterial in Form einer zusammenhängenden

M. durch den Reaktionsraum u. wird gleichzeitig mit den KW-stoffdämpfen oder -gasen zur Rk. in Berührung gebracht, u. zwar werden beide im Gegenstrom geführt. Der unten aus der Reaktionskammer abziehende Katalysator wird in den oberen Teil der Regenerierkammer geleitet, die er durchwandert, um danach umgekehrt wieder in den oberen Teil der Reaktionskammer zurückgeführt zu werden. Als Katalysatormaterial kommen bes. Tone, Bauxit, SiO₂, Al₂O₃, SiO₂-Al₂O₃ u. Trägerstoffe mit akt. Metalloxyden in Betracht. — Zeichnungen. (A. P. 2 458 498 vom 31/8. 1946 u. 2 458 499 vom 13/9. 1946, ausg. 11/1. 1949.) F. MÜLLER. 8201

Phillips Petroleum Co., Delaware, übert. von: Alfred Clark, Bartlesville, Okla., V. St. A., *Herstellung von Gasolin und Dieseltreibstoffen* aus CO u. H₂ in Ggw. eines FISCHER-TROPSCH-Katalysators bei 250—750° F u. einem Druck von 70—450 lbs/sq.in. unter Vermeidung der Bldg. wesentlicher Mengen an Leichtgasen u. schweren Rückständen. Das Gemisch wird fraktioniert u. bes. eine Fraktion mit C₃- u. C₄-KW-stoffen abgetrennt. Diese Fraktion wird polymerisiert u. das Polymerisationsprod. zerlegt in Leichtgase, Gasolin-KW-stoffe, Gasöle u. schwere Anteile. Die Gasolin-KW-stoffe werden in Ggw. eines Katalysators bei 600—800° F u. bei einem Druck von 10—1500 lbs/sq.in. isomerisiert. Die bei der Fraktionierung des Gemisches oberhalb 700° F übergehenden Anteile werden einer destruktiven Hydrierung unterworfen u. die schweren Anteile, die nach dem Gasöl übergehen, mit den Rückständen aus der Hydrierung vereinigt. u. bei 800—950° F u. 1000—10000 lbs/sq.in. hydriert. Fraktionierung des Hydrierungsgemisches liefert leichte Gase mit 1—4 C-Atomen, Gasolin, Gasöl u. schwere Rückstände. Gasöl u. die schweren KW-stoffe werden als Dieselöl verwendet, die Rückstände in die Hydrierung zurückgenommen. Die leichten KW-stoffe, Gasoline, Gasöle u. die schwereren Rückstände von der Polymerisation werden einer Polymerisation u. gleichzeitigen Isomerisation bei 800 bis 1200° F u. 1000—2500 lbs/sq.in. unterworfen, um im wesentlichen Gasolin-KW-stoffe zu erhalten. — Zeichnungen. (A. P. 2 467 966 vom 2/1. 1948, ausg. 19/4. 1949.) F. MÜLLER. 8201

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: Hollis L. Leland, Cranford, N. J., V. St. A., *Schneid- und Schmiermittel für die Metallbearbeitung*, bestehend aus einem Mineralöl, dem ein geschwefeltes Spermlöl oder anderes fettes Öl zugesetzt worden ist. Dieses wird hergestellt durch Erhitzen eines Gemisches aus 75—90 (%) eines fetten Öles, 10—20 Schwefel u. 0,0005—5 eines Alkylphenols, z. B. tert.-Octylphenol u. 2,6-Di-tert-butyl-p-kresol (I) bei 265—375° F ca. 1½ Stde., bis der Schwefel in Lsg. bleibt. — Man verwendet z. B. 36 (Gewichtsteile) Schwefel, 264 Spermlöl u. 0,03 I u. erhitzt 1½ Stde. bei 320° F — oder 12 Schwefel, 90 Spermlöl, 0,06 I u. 498 eines Mineralschmieröles u. erhitzt 1½ Stde. bei 320° F. (A. P. 2 467 137 vom 28/12. 1945, ausg. 12/4. 1949.) F. MÜLLER. 8221

Shell Development Co., San Francisco, übert. von: Harry J. Sommer, Lafayette, Calif., V. St. A., *Asphaltmasse*. Sie wird hergestellt aus bituminösen oder teerigen Stoffen u. je 0,1—2% S u. einem oleophilen aliphat. Monoamin mit 12—24 C-Atomen. Durch die Zusatzstoffe haftet die M. auf feuchten Oberflächen. Sie ist geeignet als Bindemittel für Straßenbeläge u. Fußböden, als Anstrich- u. Rostschutzmittel. (A. P. 2 478 162 vom 31/3. 1947, ausg. 2/8. 1949.) REINHART. 8229

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: August Holmes, Cranford, N. J., V. St. A., *Verbesserung der Haftfestigkeit von Asphalt an Muschelschalen*. Beim Bau von einfachen Asphaltstraßendecken, Garagen- oder Kellerfußböden usw. ist es oft erforderlich, Austern- oder andere Muschelschalenablagerungen zur Verarbeitung mit Asphalt zu verwenden. Zur besseren Haftfestigkeit des Asphalts an den Schalen werden diese mit einer 2—5%ig. wss. Lsg. von H₂SO₄, HCl, HNO₃ oder H₃PO₄ vorbehandelt. Dem asphalt. Bindemittel wird vor der Vermischung mit den Schalen noch ein Benetzungsmittel zugesetzt. Dieses besteht entweder nur aus einem aliphat. Amin mit einem lipophilen Radikal am N (Laurylamin) oder es wird zwecks noch besserer Haftfestigkeit außerdem eine organ. Säure mit wenigstens 8-CAtomen im Mol. (Oleinsäure) dem Asphalt beigegeben. Es wird auf diese Weise ein für lange Zeit ebener, staubloser, harter Oberflächenbelag erhalten. (A. P. 2 469 728 vom 17/10. 1945, ausg. 10/5. 1949.) BEWERSDOFF. 8237

A. W. Maloian, Die Analyse von Erdölprodukten. Baku, Asneftelsdat. 1949. (288 S.) Rbl. 14.—. [russ.]

XXI. Leder. Gerbstoffe.

P. Gourlay, *Die Rolle und Wichtigkeit der Temperatur bei der Lederherstellung und die Mittel zu ihrer Kontrolle*. Vf. empfiehlt die Verwendung des automat. arbeitenden Temperaturreglers „Thermoton“ (Abb.). Dieser ist überall einsetzbar, wo Fil. mittels Dampf auf bestimmte Temp. gebracht werden. (Rev. techn. Ind. Cuir 41. 29—33. 15/2. 1949.)

GIERTH. 8332

W. Hausam, *Sammelreferat über Häute- und Fellsalzung*. In vorliegender Veröffentlichung, die gleichzeitig den Fortschrittsbericht über Häute- u. Fellsalzung 1937—49 darstellt, behandelt Vf. die Anforderungen, die an Konservierungssalze bzgl. der Verunreinigungen zu stellen sind, u. bespricht die Salzaufnahme bei Kalb-, Rind- u. Schweins- haut bes. in ihrer Abhängigkeit vom Naturfettgeh., den Feuchtigkeitsgeh. der gesalzenen Haut bei der Lagerung, die Bakterientätigkeit u. den Hautsubstanzabbau u. die Lagerfähigkeit der gesalzenen Haut bei Kältelagerung. (Leder [Darmstadt] 1. 18—20. 15/1. 1950.) GIERTH. 8336

N. A. Michailow, *Elastizität von Leder bei der Deformation durch Reckung*. An Hand prakt. Verss. wird der Nachw. für die vom Vf. entwickelte Theorie erbracht, daß durch jede mechan. Verfestigung, z. B. Walzen, die Elastizität des Leders in gleicher Weise wie durch viscoso Füllmittel vermindert wird, während die Reckung, durch die die faserige Struktur des Leders zerteilt wird, die Elastizität erhöht. (Легкая Промышленность [Leichtind.] 9. Nr. 4. 16—17. April 1949.) R. RICHTER. 8340

Arthur Hirsch, *Bemerkungen zum Pastingverfahren*. Statt der üblichen Trocknung wird bei dem mit „Pasting“, mitunter auch mit „Speco“ bezeichneten amerikanischen Trockenverf. Schuhober- u. anderes nach Maß gehandeltes Leder durch Nageln u. Spannen mit Klebmassen auf senkrechte Glas- oder emaillierte Metallplatten aufgeklebt u. in Trockentunnels getrocknet. Gepastete Leder haben 5—10% höheres Flächenmaß, einen glatten Narben, geringe Zügigkeit u. festen Stand. Sie erfordern etwas sattere Gerbung u. einen um 25—50% stärkeren Fettlicker. (Leder [Darmstadt] 1. 12—14. 15/1. 1950.) GIERTH. 8340

F. Stather und H. Herfeld, *Über Diffusion und Bindung von synthetischen Austauschgerbstoffen*. 23. Mitt. *Untersuchungen zur Charakteristik pflanzlicher und synthetischer Gerbstoffe*. (22. vgl. C. 1944. II. 718.) Unter genau definierten Bedingungen wurden 24 als Austauschgerbstoffe anerkannte synthet. Gerbstoffe hinsichtlich Diffusionsgeschwindigkeit in die Haut, Bindungsgeschwindigkeit an Hautsubstanz, Bindungsgröße bei maximaler Bindung u. Bindungsfestigkeit bei langanhaltendem Auswaschen untersucht. Die Diffusionsgeschwindigkeit wurde durch Ausmessen der durchgegerbten bzw. ungegerbten Zone des Leders ermittelt. Für die Bindungsgeschwindigkeit dienten im Gerbvers. nach verschied. Zeiten ermittelte Durchgerbungszahlen des Leders als Unterlage. Als Maß der Bindungsgröße wurden die Durchgerbungszahlen des Leders nach 16 Wochen Ausgerbung benutzt unter der Voraussetzung, daß die maximale Bindung in dieser Zeit erreicht ist. Die 4 Versuchsreihen ergeben bei den untersuchten Austauschgerbstoffen sehr unterschiedliche Befunde, die eine Einordnung der Prodd. hinsichtlich ihrer gerber. Eig. gestatten. Es handelt sich um folgende Marken: *Tanigan extra A, B, C, D, E, F*; *Gerbstoff QE, G 41, GB, KN, NR*; *Irganal AG I, B, HO, LV*; *Gerbstoff GM 55, GM 105 fl., GM 110 fl. u. pulv., GM 112 B pulv., GM 120 fl. u. pulv.*; *Syncofan B u. Syntannin V 2 RG*. (Gesammelte Abh. dtsh. Lederinst. Freiberg/Sa. 1. 5—18. 1949.) GIERTH. 8346

F. Stather und H. Herfeld, *Über den Einfluß des Alterns von pflanzlich und synthetisch gegerbtem Leder auf seinen Gehalt an gebundenem Gerbstoff II*. 24. Mitt. *Untersuchungen zur Charakteristik pflanzlicher und synthetischer Gerbstoffe*. (23. vgl. vorst. Ref.) In einer früheren Arbeit wurde festgestellt, daß bei mit den verschiedensten pflanzlichen Gerbextrakten gegerbten Hautpulverproben die Menge des irreversibel gebundenen Gerbstoffs mit zunehmender Lagerdauer, bes. bei erhöhter Temp., beträchtlich zunimmt. In vorliegender Arbeit untersuchen Vf. das Verh. einiger charakterist. Typen synthet. Extrakte im Vgl. mit den wichtigsten pflanzlichen Extrakten. Nach den Versuchsergebnissen tritt auch bei satter Ausgerbung des Hautpulvers bei Alterung, d. h. Lagerung bei 40°, durchweg eine Zunahme des Geh. an irreversibel gebundenem Gerbstoff ein, die prozentual beträchtlich ist. Bei Quebracho-, Eichenholz-, Valonea-Extrakt ist sie sehr viel größer als bei Fichtenrinden-Extrakt. Lignin-Extrakte weisen nur geringe Zunahmen auf. Synthet. Gerbstoffe zeigen unterschiedliche Zunahmen des irreversibel gebundenen Gerbstoffs, die aber durchschnittlich geringer sind als bei pflanzlichen Gerbstoffen. (Gesammelte Abh. dtsh. Lederinst. Freiberg/Sa. 1. 47—49. 1949.) GIERTH. 8346

Herausgeber u. verantwortlich für den Inhalt: Prof. Dr. Maximilian Pflücke, Potsdam, Kastanienallee 35, Fernsprecher: Potsdam 59 79 u. 71 91; für den Verlag: H. Kaesser, Berlin, Redaktion: Chefredakteure Dr. Eugen Klever u. Prof. Dr. Maximilian Pflücke, Potsdam-Babelsberg, Siemensstr. 13, Fernsprecher: Potsdam 71 91. Verlag: Akademie-Verlag GmbH, Berlin NW 7, Schiffbauerdamm 19 (Fernsprecher 24 55 71, Postcheckkonto Berlin 35 021) u. Verlag Chemie, GmbH, Weinheim/Bergstraße (Postcheckkonto Frankfurt a/M. 14 53 14 u. Berlin (West) 74 30, Fernsprecher: Weinheim 2017). Bestell-u. Verlags-Nr. dieses Heftes: 1007/121/21 I. Das Chemische Zentralblatt erscheint wöchentlich. Bezugspreis: vierteljährlich DM 62,50, Einzelheft DM 6,—, zuzüglich Porto- u. Versandkosten. Abbestellungen können nur bis 4 Wochen vor Quartalsende anerkannt werden, andernfalls wird das folgende Quartal noch beliefert. Verantwortlich für den Anzeigenteil: Curt F. W. Schreiber, Berlin. Druck: Deutsche Wertpapierdruckerei, Leipzig. M 301. — Lizenz 196.

Konstantinow 1814. Menzel 1864. Pearsall 1820. Schulz 1821. Telegdi 1815.
 Kottel 1902. Merck & Co., Inc. Pereira 1849. Seaman 1924. Terjung 1872.
 Kossel 1828. 1886. Perret 1830. Seely [1892]. Teusch 1873.
 Kotscheschcow Messeld 1881. Petrow 1838. Seemann 1903. Tewksbury 1841.
 1809. Metz 1871. Phillips Petroleum Sells 1920. Thelsmann 1867.
 Kramers, H.A. [1821] Metzner 1921. Co. 1910. 1934. Seid 1829. 1870.
 Kramers, W. J. 1812. Meurisse [1876.] Selowditsch 1828. Thimann [1876].
 Krautkrämer, H. Meyer, H. 1923. Selwood 1823. Thöne 1876.
 1904. Meyer, K. H. 1926. Sepulchre 1934. Thomas 1897.
 Krautkrämer, J. Michaelis 1875. Sergeant 1925. Timmis 1848.
 1904. Michaelis 1880. Servant 1820. Titan Co. A/S 1895.
 Krems 1841. Michailow, N. A. Shafar [1876]. Titus 1862.
 Krenkler 1938. 1936. Shapiro 1816. Todess 1828.
 Kriehoff 1897. Michailow, W. W. Shell Development Tombeck [1891].
 Kröger 1922. * 1825. Co. 1935. Tompkins, E. R.
 Kroneberg, 1873. Migotina 1833. Plate 1809. 1827.
 Krumlauf 1900. Millenet [1897]. Platewa [1929]. Siedentopf 1819. Tompkins, P. C.
 Kudrjawzew 1834. Miller, H. J. 1903. Pjatzki [1908]. Siegbahn 1817. 1886, 1887.
 Künstcher 1904. Miller, P. H. 1822. Pomerantz 1814. Signer 1866. Toms 1865.
 Küster 1870. Mining Process & Potapenko 1822. Simanouti 1832. Trotter 1874.
 Kukin [1929]. Patent Co. 1890. Pots 1872. Sippel 1926. Tachernomordik
 Kulling 1827. Mitchell 1817. Powers 1809. Slatopolskaja 1871. 1870.
 Kundrat 1922. Mizushima 1832. Proell 1879. Smith, A. J. 1903. Turnbull 1900.
 Kunin 1834. Modestowa [1929]. Protzman 1865. Smith, G. B. L. 1841. Turner [1890].
 Kuschnysky 1881. Modeslova 1822. Prue 1812. Smith, R. A. 1828. Udowenko 1833.
 Kutscher 1875. Molgnard 1812. Purdue Research Smith, R. R. 1843. Ulrich 1904.
 Lagally 1925. Molinari [1895]. Foundation 1910. Smith-Rose [1810]. Universal Oil Pro-
 Lang, A. 1837. Mond Nickel Co. Putz 1904. S. A. des Anciens ducts Co. 1909.
 Lang, W. 1877. Ltd. 1905. Pyridium Corp. 1884 Etablissements Vand 1837.
 Langenbeck [1867]. Monsanto Chemical Radmacher [1813]. Skoda à Pizen Vandage 1895.
 Lantz 1925. Co. 1915. 1919. Ramon [1872]. Vannotti 1908.
 Laplanche 1899. 1928. Rasumowski 1809. 1891.
 Laptew 1878. Moon [1821]. Renz 1849. Soc. An. des Etab-
 Lardy 1870. Moore 1864. Renzoni 1905. lissements Jacob Verde 1815.
 Laschkarew 1822. Morino 1832. Reutow 1809. Holtzer 1905. Vickers, Inc. 1892.
 Laschko 1829. Morris 1908. Reynolds 1928. Co., Inc. 1934. Vickersy 1835.
 Lawrence 1893. Morrish 1816. Reynolds Metals Co. Soourkes 1869. Vlscontini 1862.
 Le Bihan 1918. Mousseron 1842. 1891. Spahr 1918. Voigt 1809.
 Le Bras 1918. [1920]. Mühlmann 1881. Ricca 1812. Spanjaard 1918. Waddams 1844.
 Lee [1886]. Münzel 1880. Richter, F. [1867]. Spicer 1926. Waffer 1917.
 Lees 1903. Müller 1876. Richtert, M. 1921. Spredbury [1826]. Wakeham 1926.
 Lelpe 1897. Munters 1897. Riethmann 1830. Ssalnikow 1811. Wall 1865.
 Leonhardt 1879. Murray Deodorisers Rlgaut 1903. Ssolowjew, A. N. Walther, H. 1878.
 Le Roi 1922. Ldt. 1923. Robertson 1847. [1929]. Walthor, O. 1868.
 Leventhal 1810. N. V. de Bataafsche Ssolowjew, J.I. 1809. Wardrop 1868.
 Levy, E. 1871. Petroleum Mij. 1917. Saossedow 1879. Waser 1836.
 Levy, H. A. 1886. N. V. Philips' Gloel- Roginsky 1827. Waeserfallen 1881.
 1887. lampenfabrieken 1805. Rohrback 1836. Standard Oil Deve- Watanabe 1832.
 Lewis 1921. 1905. Roleff 1920. lopment Co. 1895. Webb 1908.
 Liebhafsky 1829. N. V. Veenendaal- Rolls Royce Ldt. 1909. 1919. 1920. Weber 1924.
 Lnd 1827. sche Sajat-en Vijf- 1905. 1906. 1934. 1935. Welß, H. 1921.
 Linderström-Lang schachtfabriek 1815. Stather, F. 1936. Weiss, M. T. 1820.
 1887. voorheen Wed. Rosengart 1869. Stather, G. [1886]. Weiss, P. 1844.
 Lindsley 1925. D. S. van Schup- Rudolph 1921. Stavely 1863. Wetkamp 1841.
 Lockheed Aircraft pen & Zoon 1885. Rüdiger 1905. Steenberg 1925. Wenzel 1872.
 Corp. 1917. Nachod 1895. Runtl 1842. Stephenson, E. F.M. Werth, van der 1913.
 Lognowa 1897. Natansson 1821. Russel 1822. 1844. Westinghouse Brake
 Lomer 1837. National Lead Co. Sachse 1929. Stephenson, R. J. & Signal Co. Ltd.
 Lonza Elektricitäts- 1891. Sadauskis 1815. 1894. 1892.
 werke & Chemische Naumann 1873. Salvetti 1918. Wethington 1823.
 Fabriken A.-G. Nanz 1809. Sanders 1899. Whetmill 1926.
 1909. Naves 1852. 1854. Sanderson 1896. Whitmore 1841.
 1855. 1856. 1857. Sandoz [1876]. Wicke 1819.
 Lossler 1896. 1858. 1859. 1880. Sandoz Akt.-Ges. Wiebelhaus 1870.
 Lowe 1847. 1861. 1882. 1912. Stringers jr. [1890]. Willard 1818.
 Lucien 1840. Nehring 1922. Santen, van 1823. Strepechew [1929]. Williams jr., R. R.
 Lumb 1893. Nekrassow [1897]. Sard 1814. Stringer 1922. 1810.
 Luniak [1929]*. Nestle 1620. Ströder 1869. Ströhfeld 1902. Williams, T. 1926.
 Luttringer 1813. Neu 1924. Stubbs 1833. Willson 1828.
 Lutzenko 1809. Neumann [1890]. Schäfer 1901. Stupotschenko 1813. Wingfoot Corp. 1916.
 Ma 1813. Neville Co. 1918. Schauff 1902. Sus 1864. Winogradsky [1899].
 Maas 1922. New Wrinkle, Inc. Schellenberg 1920. Sues 1810. Winter 1822.
 McCauley 1879. 1914. Scherberg 1816. Sugar Creek Crea- Wintersteiner 1864.
 MacKee 1848. Nickels 1908. Scherrer 1817. mery Co. 1923. Witheridge 1899.
 Mackie 1848. Nicolas 1899. Schilling 1810. Sutton 1913. Witt, D. 1930.
 Madansky 1818. Nissan 1931. Schllow 1834. Svenska Cellulosa Witt, T. W. De 1817.
 Maglio 1843. Nobles 1816. Aktiebolaget 1924. Wolf 1897.
 Magnesium Electron Ltd., 1906. Noonan 1824. Svenska Elektro- Wolfhard 1929.
 Ltd. 1906. Noyons [1890]. Schiltenheim 1809. mekaniska Indu- Wolfkowitzsch 1897.
 Mahlich 1901. Odell 1934. Schkljar 1930. striktiebolaget Woo 1816.
 Malojan [1935]. Oesper 1809. Schklör 1920. 1892. Woods 1926.
 Mandeville 1816. Ohlinger 1817. Schmid, C. 1920. Svenska Jästfabriks Wooten 1848.
 Mantgold [1827]. Ollvert-Mandala Schmid, G. 1813. Aktiebolaget 1920. Wright 1835.
 Mantz 1881. 1834. Schmidt 1879. Swann 1922. Wyandotte Chemi-
 Mann 1897. Olmer 1819. Schmidt, H. W. 1880. Swartout 1887. cals Corp. 1924.
 Mardaschew 1869. Owen 1817. Schneider 1903. Sweo 1896. Wyard 1819.
 Marschner 1841. Palmer 1901. Schnurmenn 1932. Swoboda 1865. Young 1888.
 Marsh 1831. Paneth 1816. Schoenemann 1809. Szwarc 1811. Zaffarano 1817.
 Marx 1889. Parker 1929. Schoelfeld 1823. Täufel 1921. Zankel 1904.
 Mason 1840. Parshad 1821. Schreier 1875. Tanberg 1891. Zeides 1817.
 Massenbach, v. 1873. Parsons 1826. Schrodt 1825. Taylor, F. S. [1810]. Ziegler 1914.
 Matthews 1871. Partridge 1881. Schuftan 1891. Taylor, T. I. 1818. Ziegler, J. G. 1823.
 Medwedew 1866. Paterson 1931. Taylor Instrument Zimmermann jr. 1832.
 Mcler 1862. Pawlek 1901. 1902. Zimmerman jr. 1832. Zimmermann jr. 1832.
 Melssachowitsch 1879. Payne 1818. Schulman 1823. Zschledrich 1881.
 Meißner 1809.

CHEMIKER oder Industriepotheke

zur Entwicklung von organ-chemischen Grundstoffen für pharm.Präparate nach vorliegenden Unterlagen von pharm. Betrieb in Mitteldeutschland. Handschriftliche Bewerbung mit Lebenslauf, Lichtbild und Zeugnisschriften unter Angabe des frühesten Eintritts und der Gehaltsforderungen erbeten unter

Ch. 343 an die Anzeigen-Abteilung des Akademie-Verlages, Berlin NW 7.

Chemisches Zentralblatt Nachdruck des Jahrganges 1944

Um den Wünschen unserer Bezahler nachzukommen, werden nunmehr auch die Vierteljahresbände des Jahrganges 1944 nachgedruckt. Der Vierteljahresband für das 1. Quartal wird voraussichtlich im Mai 1950 erscheinen (Preis DM 55.—). Wir bitten, Vorbestellungen möglichst umgehend vorzunehmen.

Akademie-Verlag, Berlin NW 7

Suchen Sie einen Chemiker?

oder Chemikalien, Maschinen, Spezialapparaturen, Rezepte, Verfahren, antiquarische chemische Literatur oder dergl.?

Dann lassen Sie

Anzeigen im Chemischen Zentralblatt

erscheinen. Anzeigen-Preisliste bitten wir anzufordern.

**Akademie-Verlag, Berlin NW 7
Verlag Chemie, Weinheim
Bergstraße**

Neuerscheinung!

***Kurt Thinius* Wissenschaftlich-technische Fortschrittsberichte auf dem Gebiet der nichthärtbaren Kunststoffe 1942-1945**

Das Werk hat sich die Aufgabe gestellt, einen kritischen Übersichtsbericht über die wissenschaftlich-technischen Arbeiten auf dem Gebiet der Kunststoffe zu geben, wie sie in der Zeitschriften- und Patentliteratur des In- und Auslandes in den Jahren 1942 bis Ende 1945 etwa ihren Niederschlag fand. Für einige Gebiete sind Hinweise der eigenen experimentellen Arbeiten des Verfassers mitgeteilt. Die Forschungsberichte wenden sich gleichmäßig an den auf dem Gebiet der plastischen Massen und seiner Industrie wissenschaftlich oder praktisch tätigen Chemiker, Ingenieur oder Techniker. Der Verfasser hat durch seine außerordentlich weitsichtige Sammeltätigkeit alles berücksichtigt, was in bezug auf Neuerung und Fortschritte zu berichten ist.

VIII und 468 Seiten,
broschiert DM 28,—
gebunden DM 29,—
(Bestell- und Verlags-
nummer 5033)

Akademie-Verlag · Berlin NW 7