

# Chemisches Zentralblatt

Vollständiges Repertorium für alle Zweige der reinen und angewandten Chemie

im Auftrag der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin, der Akademie der Wissenschaften zu Göttingen und der Gesellschaft Deutscher Chemiker

herausgegeben von  
Prof. Dr. Maximilian Pfücke

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

121. Jahrgang  
1950



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

## Inhalt

A. Allgemeine und physikalische Chemie . . . . .	2881	H. Angewandte Chemie . . . . .	2954
A <sub>1</sub> Atombausteine, Atome, Moleküle . . . . .	2882	I. Allgemeine chemische Technologie . . . . .	—
A <sub>2</sub> Elektrizität, Magnetism., Elektrochemie . . . . .	2887	II. Feuerschutz, Rettungswesen . . . . .	2964
A <sub>3</sub> Thermodynamik, Thermochemie . . . . .	2892	III. Elektrotechnik . . . . .	2964
A <sub>4</sub> Grenzschiefforschung, Kolloidchemie . . . . .	2893	IV. Wasser Abwasser . . . . .	2956
A <sub>5</sub> Strukturforschung . . . . .	2894	V. Anorganische Industrie . . . . .	—
B. Anorganische Chemie . . . . .	2895	VI. Silicatchemie, Baustoffe . . . . .	2957
C. Mineralogische und geologische Chemie . . . . .	2896	VII. Agrilkulturchemie, Schädlings-	
D. Organische Chemie . . . . .	2897	bekämpfung . . . . .	2959
D <sub>1</sub> Allgemeine und theoretische organische		VIII. Metallurgie, Metallographie, Metall-	
Chemie . . . . .	2897	verarbeitung . . . . .	2960
D <sub>2</sub> Präparative organ. Chemie, Naturstoffe		IX. Organische Industrie . . . . .	2965
Mono- u. Oligosaccharide, Glykoside . . . . .	2908	X. Farberel., Organische Farbstoffe . . . . .	2970
Alkaloide . . . . .	2915	XI. a) Farben, Anstriche, Lacke, Natur-	
Terpene . . . . .	2916	harze . . . . .	2972
Natürliche Farbstoffe . . . . .	2920	b) Polyplaste (Kunsthharze, Plast-	
Gallensäuren, Sterine . . . . .	—	Massen) . . . . .	2975
Hormone, Vitamine, Antibiotica . . . . .	2920	XII. Kautschuk, Guttapercha, Balata . . . . .	2980
Andere Naturstoffe . . . . .	2922	XIII. Ätherische Öle, Parfümerie, Kosmetik . . . . .	2982
D <sub>3</sub> Makromolekulare Chemie . . . . .	2922	XIV. Zucker, Kohlenhydrate, Stärke . . . . .	2983
E. Biologische Chemie, Physiologie, Medizin . . . . .	2926	XV. Garungsindustrie . . . . .	—
E <sub>1</sub> Allgemeine Biologie und Biochemie . . . . .	2926	XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel . . . . .	2984
E <sub>2</sub> Enzymologie, Gärung . . . . .	2928	XVII. Fette, Seifen, Wasch- u. Reinigungs-	
E <sub>3</sub> Mikrobiol., Bakteriolog., Immunolog. . . . .	2930	mittel, Wachse, Bohnermassen usw. . . . .	—
E <sub>4</sub> Pflanzenchemie und -physiologie . . . . .	—	XVIII. a) Holz, Cellulose, Zellstoff, Papier,	
E <sub>5</sub> Tierchemie und -physiologie . . . . .	2932	Papierdruck, Celluloid, Linoleum . . . . .	2985
E <sub>6</sub> Pharmakologie, Therapie, Toxikologie,		b) Textilfasern . . . . .	2986
Hygiene . . . . .	2939	XIX. Brennstoffe, Erdöl, Mineralöle . . . . .	2991
F. Pharmazie, Desinfektion . . . . .	2946	XX. Schieß- und Sprengstoffe, Zündmittel . . . . .	—
G. Analyse, Laboratorium . . . . .	2950	XXI. Leder, Gerbstoffe . . . . .	—
a) Elemente u. anorganische Verbindungen . . . . .	2951	XXII. Leim, Klebstoffe usw. . . . .	2997
b) Organische Verbindungen . . . . .	2952	XXIII. Tinte, Hektographenmassen u. a. . . . .	—
c) Bestandteile von Pflanzen und Tieren . . . . .	—	Spezialpräparate . . . . .	—
d) Medizinische u. toxikologische Analyse . . . . .	—	XXIV. Photographie . . . . .	2999

Bibliographien: 2882, 2887, 2892, 2894, 2926, 2928, 2930, 2946, 2950, 2954, 2985, 2984.



# CHEMISCHES ZENTRALBLATT

## Generalregister

Anfang 1951 beginnt nun das Erscheinen der Generalregister für die Jahre ab 1935. Dadurch wird den Benutzern des „Chemischen Zentralblattes“ das lange entbehrte, wohl vielfach durch Kriegseinwirkung verloren gegangene Material dieser Jahrgänge wieder zugänglich gemacht. Schriftleitung und Verlag haben sich bemüht, diese schwierige Aufgabe so schnell wie möglich zu lösen, damit allen Interessenten durch Anschaffung der Generalregister wieder ein vollständiges „Chemisches Zentralblatt“ auch für die Jahre 1935–1944 zur Verfügung steht.

Die einzelnen Teile der Generalregister werden etwa wie folgt erscheinen:

### Generalregister IX (1935–1939)

#### Teil IV: Sachregister

(Vorgesehen sind etwa 12–15 Lieferungen)

1. Lieferung wird im Mai/Juni 1951 erscheinen

(die weiteren Lieferungen werden etwa zweimonatlich folgen)

Preis je Lieferung etwa DM 55,—

### Generalregister X (1940–1944)

#### Teil I: Autorenregister

(Vorgesehen sind etwa 10 Lieferungen)

1. Lieferung wird im Januar/Februar 1951 erscheinen

(die weiteren Lieferungen werden etwa zweimonatlich folgen)

Preis je Lieferung etwa DM 60,—

#### Teil II: Patentregister

wird im Januar 1951 erscheinen

Preis etwa DM 35,—

Vorbestellungen bitten wir baldmöglichst aufzugeben

**AKADEMIE-VERLAG · BERLIN NW 7**

# DIE WISSENSCHAFT in der SOWJETUNION



Über alle neuesten Errungenschaften und Erfolge der

## CHEMIE

können Sie durch folgende, in der UdSSR in russisch erscheinende

### ZEITUNGEN und ZEITSCHRIFTEN

informiert werden:

	Im Jahr	Einzel
Biochemie .....	15,—	3,—
Mitteilungsblatt der Akademie der Wissenschaften der UdSSR .....	100,—	3,—
Berichte der Akademie der Wissenschaften der UdSSR .....	100,—	3,—
Zeitschrift für analytische Chemie .....	14,—	3,—
Zeitschrift für allgemeine Chemie.....	36,—	3,50
Zeitschrift für angewandte Chemie .....	36,—	3,50
Nachrichten der Akademie der Wissenschaften der UdSSR: Abteilung Chemische Wissenschaft..	27,—	5,—
Erfolge der Chemie.....	18,—	3,50

Abonnementsbestellungen für das Jahr 1951 nimmt jedes Postamt entgegen.

Die Postzeitungsliste enthält ebenfalls 230 weitere sowjetische Zeitungen und Zeitschriften, davon einige in Deutsch.

Einzelverkauf in Berlin, Leipzig, Weimar, Halle und Schwerin in den Verkaufsstellen der

MESH DUNARODNAJA KNIGA  
С М П У

GESCHÄFTSLEITUNG: BERLIN N 54

Brunnenstraße 188/190. Telefon: 42 05 82 und 42 15 65

# Chemisches Zentralblatt

1950. II. Halbjahr

Nr. 25

20. Dezember

## A. Allgemeine und physikalische Chemie.

**W. L. Gore**, *Neue Unterrichtserfordernisse für experimentelle Methoden*. Die Vorteile der neuen „statist. Methoden“ der Planung u. Auswertung von messenden Experimentalarbeiten, die Verwirrungen u. Fehler des bisherigen Vorgehens vermeiden, werden an einem Beispiel dargelegt. Vff. empfiehlt ihre Aufnahme in den Unterricht. (J. chem. Educat. 27. 419—21. Aug. 1950. Wilmington, Del., E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc.)

BLUMRICH. 6

**Charles D. Coryell** und **Nathan Sugarman**, *Die Annahme von neuen offiziellen Namen für Elemente*. Vgl. WICHERS, C. 1950. II. 2273. (J. chem. Educat. 27. 460—61. Aug. 1950. Cambridge, Mass., Inst. of Technol. u. Chicago, Ill., Univ.)

BLUMRICH. 12

**John L. Magee** und **Milton Burton**, *Elementarprozesse in der Strahlenchemie*. 1. Mitt. *Einige Betrachtungen über den Mechanismus des Elektroneneinfangs*. Die Aufnahme eines Elektrons durch ein Mol. wird als nicht adiab. chem. Prozeß betrachtet. Es werden Potential-Energie-Kurven angegeben, die nötig sind, um die beschriebene Meth. auf Wasserstoffsysteme anzuwenden. Vff. berechnen einen Oberflächenmuß für das  $H_3^+$ -Syst. (+ 1 Elektron) u. die Schnitte dieser Oberfläche mit den  $H_2(^3\Sigma)$  + H- u.  $H_2(^1\Sigma)$  + H-Oberflächen bis auf den geforderten Näherungsgrad. Weiterhin wird gezeigt, daß die Wahrscheinlichkeit einer strahlungslosen Elektronenaufnahme von einem positiven Ion um den Faktor  $10^6$ mal größer ist als die der Aufnahme unter Strahlung. Der Einfang eines Elektrons durch n.  $H_2^+$  führt mit größter Wahrscheinlichkeit zu einem n. u. einem angeregten H-Atom. Wirkt n.  $H_3^+$  als Acceptor, erfolgt eher ein Übergang zum  $H_2(^1\Sigma)$  + H- als zum  $H_2(^3\Sigma)$  + H-Zustand, infolge der merklichen Differenz der Aktivierungsenergie zwischen den beiden Prozessen. Der Übergang in  $H_2(^1\Sigma)$  + H führt zu sofortiger Dissoziation in 3 H-Atome. Die Elektronenaufnahme durch ein Ion eines komplizierten Mol. führt wahrscheinlich in den meisten Fällen zu sofortiger Dissoziation in 2 Teilchen, von denen eines angeregt ist. Zerfall in Radikale wird der Dissoziation in Moll. vorgezogen. (J. Amer. chem. Soc. 72. 1965—74. Mai 1950. Notre Dame, Ind. Univ., Dep. of Chem.)

E. JAHN. 15

**Daniel B. Murphy**, *Äquivalentgewichtsbestimmung durch Reduktion von Kupferoxyd. Eine abgeänderte Methode*. Aus Sicherheitsgründen wird das CuO in dem erhitzten Schiffchen nicht mit  $H_2$  sondern mit  $NH_3$  red.; das durch Erhitzen einer Mischung von  $NH_4Cl$  u. CaO in einem liegenden Reagenrohr entwickelt wird. (J. chem. Educat. 27. 463. Aug. 1950. Scranton, Pa., Univ.)

BLUMRICH. 16

**J. D. Lambert** und **E. D. T. Strong**, *Die Dimerisierung von Ammoniak und Aminen*. Aus den gemessenen 2. Virialkoeff. B (vgl. LAMBERT u. a., Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A 196. [1949.] 113) u. aus krit. nach der Gleichung von BERTHELOT (in ihrem Gültigkeitsbereich) berechneten Werten  $B_0$  wird die Gleichgewichtskonstante  $K_p = -RT/(B - B_0)$  u. aus deren Temperaturabhängigkeit die Wärmetönung für Dimerisierungen ermittelt. Für gasförmiges Ammoniak, Äthyl-, Methyl-, Diäthyl- u. Dimethylamin ergeben sich in dieser Reihenfolge von 3800 bis 2500 cal/Mol abnehmende Dimerisierungswärmen, während für Triäthyl- u. Trimethylamin-Dampf  $B = B_0$  ist, weshalb diese vollständig monomer zu sein scheinen. — Die Assoziationen werden auf Wirkungen von H-Brücken zurückgeführt u. mit den Zuständen von festem  $NH_3$  u. von  $H_2O$  verglichen. — Bloße Dipolanziehung ergibt zu kleine Dimerisierungswärmen. H-Brücken sind auch nach anderen Unterss. anzunehmen. (Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A 200. 566—72. 22/2. 1950. Oxford, Univ., Physical Chem. Labor.)

BLUMRICH. 22

**Theo Heumann**, *Über den Einfluß des Atom- bzw. Molvolumens auf die Bildung von Schmelzpunktminima bei lückenlosen Mischkristallreihen binärer Systeme*. Ausgehend von der Tatsache, daß durch den Einbau von größeren oder kleineren Atomen bzw. Moll. in ein Grundgitter dieses verzerrt u. die Bildungswärme dadurch im Sinne eines endothermen Energieaufwandes erhöht wird, erhält Vff. auf Grund thermodynam. Betrachtungen das Ergebnis, daß immer dann ein Minimum des F. in den lückenlosen Mischkristallreihen auftritt, wenn der Volumenunterschied der Partner bes. groß ist, unabhängig davon, ob es sich um endotherme (Entmischung im festen Zustand) oder exotherme Rkk. (Bldg. geordneter Phasen) handelt. Ferner ist nach Überlegungen, die an

einem einfach idealisierten Kristallmodell mit statist. Verteilung der Partner angestellt werden, das Auftreten von  $F_{\min}$  immer dann zu erwarten, wenn die höher schm. Komponente das größere Vol. besitzt. In Systemen ohne Minimum hat die höher schm. Komponente stets das kleinere Volumen. Die Ergebnisse werden an Hand des vorliegenden experimentellen Materials (23 Metallsysteme u. 60 Systeme von anorgan. Salzen mit Minimum, 15 Metallsysteme u. 35 Systeme von anorgan. Salzen ohne Minimum) diskutiert. Fast durchweg besteht Übereinstimmung zwischen Vers. u. Theorie, einige wenige scheinbare Ausnahmen werden näher besprochen. (Z. Naturforsch. 5a. 216—28. April 1950. Göttingen, Univ., Inst. für allg. Metallkunde.) FUCHS. 22

K. Ss. Kutateladse und W. I. Lutzenko, *Über den Anfangsgrad der Berührung von Stoffen, die in fester Phase reagieren*. Die Reaktionsgeschwindigkeit bei Stoffen in fester Phase, die aus chem. Wechselwrkg. u. Diffusionsgeschwindigkeit resultiert, ist abhängig vom Umfang der Berührungsflächen der Reagenzien u. der Länge des Diffusionsweges der letzteren. Eine experimentelle Analyse des Vf. zur Herst. feuerfester Erzeugnisse zeigte, daß die beobachtete Reaktionsgeschwindigkeit direkt proportional dem anfänglichen Berührungsgrad der reagierenden Teilchen innerhalb der Rohmassen ist. Für die Versuchsobjekte verwandte man feindisperses MgO-Material u. auf 0,06 mm-Korngröße gemahlene Bergkristall, woraus je ein 1. Forsteritgemisch = 2 MgO : SiO<sub>2</sub>, 2. Periklasgemisch = 10 MgO : SiO<sub>2</sub> u. 3. Gemisch mit Kieselsäureüberschuß MgO : SiO<sub>2</sub> angefertigt u. therm. Behandlung unterzogen wurde. (Огнеупоры [Feuerfeste Mater.] 15. 39—43. Jan. 1950.) V. MICKWITZ. 28

A. Kahn und H. E. Gunning, *Hydrazinbildung bei der Photolyse von Ammoniak bei 1849 Å und in der Reaktion von Ammoniak mit Hg 6(³P<sub>1</sub>)- und Hg 6(¹P<sub>1</sub>)-Atomen*. Beim Vers., die Ergebnisse von GEDYE u. RIDEAL (J. chem. Soc. [London] 1932. 1158) zu reproduzieren, wurden nur Spuren von Hydrazin erhalten. Die NH<sub>3</sub>-Photolyse bei 1849 Å ergibt größere Mengen an Hydrazin, das als Benzaldehydderiv. charakterisiert werden konnte. Dagegen ist die Ausbeute der Rk. von NH<sub>3</sub> mit Hg 6(³P<sub>1</sub>)- u. Hg 6(¹P<sub>1</sub>)-Atomen nur gering. (J. chem. Physics 18. 392—93. März 1950. Chicago, Ill., Inst. of Technol.) EVA JAHN. 30

J. Lamirand et M. Joyal, Chimie. Paris: Masson et Cie. (238 S.) fr. 340,—.

Quevrou, Rumeau, Lignon, La chimie au baccalauréat technique. Ire part. Paris: Libr. Delagrave. (216 S.) fr. 350,—.

### A<sub>1</sub>. Atombausteine. Atome. Moleküle.

K. V. Roberts, *Die Felddynamik*. 1. Mitt. *Klassische Behandlung*. Ausgehend von der klass. Näherung von WEISS zur Behandlung von BOSE- u. FERMI-Feldern mittels des LAGRANGE-Prinzips zeigt Vf. die Verknüpfung dieser Darst. mit den Wechselwirkungen der Felddynamik. Es gelingt eine klass. Ableitung der HAMILTONschen Wechselwrkg. u. damit eine Übersicht über den Aufbau der S-Matrix. Die dazu nur erforderlichen Rechnungen machen die Meth. für den prakt. Gebrauch wertvoll. (Physic. Rev. [2] 77. 146. 1/1. 1950. Bristol, England, Univ., H. H. Wills Phys. Labor. u. Cambridge, Kings Coll.) SPEER. 80

K. V. Roberts, *Die Felddynamik*. 2. Mitt. *Quantenmechanische Behandlung*. (1. vgl. vorst. Ref.) Vf. erweitert seine Behandlung der Felddynamik durch Anwendung des HEISENBERG- u. SCHRÖDINGER-Formalismus auf ein Syst., das auf einer 3-parametrischen, räumlichen Fläche definiert ist. (Physic. Rev. [2] 77. 146—47. 1/1. 1950.) SPEER. 80

Su-Shu Huang, *Variationsmethode der elastischen Elektronenstreuung durch neutrale Wasserstoffatome*. (Vgl. C. 1950. I. 375.) Es werden 2 Variationsmethoden zur Berechnung der Phasenänderung eines an einem neutralen Atom gestreuten Elektrons vorgeschlagen, die auf verschied. Formulierung des gleichen physikal. Prinzips, nämlich der stationären Eig. des Phasenwechsels, beruhen. In Anwendung auf die S-Streuung durch ein H-Atom werden die Phasenänderungen für verschied. kinet. Energien berechnet u. mit den von MORSE u. ALLIS (Physic. Rev. [2] 44. [1933.] 269) aus der Lsg. der FOCKschen Gleichung erhaltenen Resultaten verglichen. (Physic. Rev. [2] 76. 477—81. 15/8. 1949. Williams Bay, Wis., Univ. of Chicago, Yerkes Observ.) STEIL. 80

E. P. Hincks und B. Pontecorvo, *Über die Zerfallsprodukte des 2,2 μ Sekunden-Mesons*. Vff. untersuchen mittels GEIGER-MÜLLER-Zählrohren u. Verzögerungskoinzidenzmessungen die Durchdringung verschied. Absorber für geladene Teilchen, die aus dem Zerfall des 2,2 μ Sek.-Mesons entstehen. Es ergeben sich eine durchdringende u. eine weiche Komponente der Zerfallsstrahlung. Erstere ist bei Pb noch oberhalb 38 g/cm<sup>2</sup> nachweisbar, während letztere bei 20 g/cm<sup>2</sup> prakt. absorbiert ist. Nach Ansicht der Vff. rührt die harte Komponente als Bremsstrahlung von der aus geladenen Teilchen bestehenden weichen Komponente her. Die geladenen Teilchen sind Elektronen, deren M. durch-

weg geringer als 2 Elektronenmassen ist. Ihre mittlere Energie liegt oberhalb 25 MeV, aber unterhalb 50 MeV. Die Ergebnisse stützen den 1941 von NORDHEIM vorgeschlagenen Zerfallsprozeß Meson  $\rightarrow$  Elektron + 2 Neutrinos u. weisen für das negative  $\mu$ -Meson auf einen Spin von  $1/2 \hbar$ . (Physic. Rev. [2] 77. 102—20. 1/1. 1950. Chalk River, Ontario, Can., National Res. Council of Can.) SPEER. 85

E. Amaldi und G. Fedecaro, *Suche nach anomaler Streuung von  $\mu$ -Mesonen durch Nucleonen*. Streuung von  $\mu$ -Mesonen durch eine 6 cm dicke Fe-Platte um Winkel größer als  $18^\circ$  wurde mit einer Zähler-Hodoskop-Anordnung untersucht, die 2 Energiebänder zu unterscheiden erlaubt: Eines von 180 bis zu 300 MeV, das andere von 300 MeV bis ins Unendliche. Unter ca.  $2,5 \cdot 10^5$  durchdringenden Teilchen, die auf die streuende Platte fielen, wurden 3 gestreute Teilchen in jedem der erwähnten Energiebänder beobachtet. Eine obere Grenze für den Wirkungsquerschnitt der anomalen Streuung von  $\mu$ -Mesonen durch Nucleonen wird abgeleitet. (Helv. physica Acta 23. 93—102. 3/2. 1950. Rom, Istit. di Fisica della Univ., Centro di Studio per la Fisica nucl. del C.N.R.) CONRAD. 85

J. J. Lord und Marcel Schein, *Die Intensität der primären schweren Kerne in der Stratosphäre bei Nacht*. Die Unters. mit ILFORD G 5-Platten, die bei Ballonaufstiegen bis zu Höhen von 1—3,5 cm Hg Luftdruck gebracht wurden, ergab, daß die Intensität der  $\alpha$ -Teilchen u. der Protonen unwesentlich, die der schweren Kerne dagegen erheblich mit der Tageszeit schwankte. Die geringere Intensität bei Nacht könnte vielleicht damit erklärt werden, daß diese Komponente der Höhenstrahlung von der Sonne kommt. (Physic. Rev. [2] 78. 484—86. 15/5. 1950. Chicago, Ill., Univ., Dep. of Physics.) KIRSCHSTEIN. 85

H. D. Rathgeber, *Die Zenithwinkeländerung des Breiteneffektes der Höhenstrahlen*. Mit zwei engeren Zählerteleskopen u. einem dritten, das fast die gesamte Hemisphäre erfaßte, wurden Breiteneffekte von 20 bzw. 13% beobachtet. Der über alle Azimute gemittelte Breiteneffekt ist  $0,18 \cos^2 (1,2 \zeta)$ , wobei  $\zeta$  der Zenithwinkel ist. Die Zenithwinkeländerung bestätigt die Mehrfacherzeugung (durchschnittlich 3 Mesonen je Primärteilchen) von Mesonen durch prim. kosm. Strahlung. (Physic. Rev. [2] 77. 566—67. 15/2. 1950. Melbourne, Univ., Phys. Dep.) KIRSCHSTEIN. 85

M. Miesowicz, L. Jurkiewicz und J. M. Massalski, *Über die Beobachtung einer schwach ionisierenden Strahlung durch Messung der Höhenstrahlung in großen Tiefen*. Bei Koinzidenzmessungen mit einem vertikalen Zählerteleskop in einem Salzbergwerk (540 bzw. 660 m Wasseräquivalent) wurde festgestellt, daß die zweifachen Koinzidenzen etwa 1,4mal häufiger waren als die dreifachen. Daraus wird geschlossen, daß die Strahlung schwach ionisierend u. isotrop ist u. durch 0,5 cm Pb zur Hälfte absorbiert wird. Es sind wahrscheinlich  $\gamma$ -Strahlen von  $\sim 1$  MeV, die von natürlich radioakt. Substanzen stammen. (Physic. Rev. [2] 77. 380—83. 1/2. 1950. Krakau, Bergakad., Physikal. Labor.) KIRSCHSTEIN. 85

C. D. Jeffries, *Das in Kernmagnetonen ausgedrückte magnetische Moment des Protons*. Nach dem Vorschlag von ALVAREZ u. BLOCH (C. 1940. II. 7) führt Vf. zur Best. des Verhältnisses magnet. Moment des Protons  $\mu_N$ /Kernmagneton  $\mu_N$  zwei Verss. in dem gleichen homogenen magnet. Feld durch: im 1. wird die LARMOR-Frequenz  $\omega_L$  eines spinnenden Protons mittels der Meth. der Kerninduktion gemessen, während im 2. die Cyclotronfrequenz  $\omega_C$  eines umlaufenden Protons beobachtet wird. Dann ist  $\mu_N/\mu_N = \omega_L/\omega_C$ . (Physic. Rev. [2] 78. 83. 1/4. 1950. Stanford Univ.) SPEER. 90

E. L. Hahn, *Die von der freien Larmor-Präzession herrührende Kerninduktion*. Vf. führt das von BLOCH (C. 1946. I. 1526) vorgeschlagene Verf. zur Unters. von magnet. Kernmoment u. Kernspin an  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  in wss. Lsg. aus. Bei dieser magnet. Resonanzmeth. werden in einem starken, homogenen Magnetfeld kurze Impulse mit der LARMOR-Frequenz gegeben, worauf im Oscillographen ein exponentiell abfallendes Kerninduktionssignal erscheint, dessen Abklingzeit von den äußeren magnet. Inhomogenitäten u. der Relaxationszeit des Kernspins abhängt. Letztere Relaxationszeit wird durch die Atomgitterbedingungen bestimmt. (Physic. Rev. [2] 77. 297—98. 15/1. 1950. Urbana, Ill., Univ., Phys. Dep.) SPEER. 90

Aage Bohr und V. F. Weisskopf, *Der Einfluß der Kernstruktur auf die Hyperfeinstruktur von schweren Elementen*. Vf. betrachten den Einfl. der endlichen Kerngröße auf die Hyperfeinstruktur unter Beschränkung auf einfache Modelle des Kernmagnetismus. Vf. zeigen, daß die relative Verteilung von magnet. Spin- u. Bahnmoment auf das gesamte Kernmoment die Verteilung der magnet. Dipoldichte über das Kernvol. wesentlich bestimmt. Diese Verteilung ist daher von Kern zu Kern sehr verschieden. Vf. deuten auf dieser Grundlage die beobachtete Diskrepanz zwischen den Ergebnissen der Hyperfeinstrukturunterss. an Rb-Isotopen u. denen, die mittels der magnet. Resonanzmeth.

gewonnen wurden. (Physic. Rev. [2] 77. 94—98. 1/1. 1950. New York, Columbia Univ., Dep. of Phys. u. Cambridge, Mass., Inst. of Technol.) SPEER. 90

J. Hans D. Jensen und Peter Jensen, *Kerndipol-schwingungen und Resonanzen bei hohen  $\gamma$ -Energien*. Vff. prüfen an dem bisher vorliegenden Beobachtungsmaterial das von ihnen vorgeschlagene Modell zur Erklärung der Resonanzerscheinungen für  $\gamma$ -Energien um 20 MeV für ( $\gamma$ , x)-Prozesse (x = p, n, 2n u. Spaltung). Nach diesem Modell schwingen die Protonen als Fl. gegen die Neutronen-Fl., u. die Resonanzfrequenz ist proportional  $A^{-1/3}$  gegenüber  $A^{-1/6}$  nach der GOLDHABER-TELLER'schen Auffassung. Es ergibt sich allg. eine bessere Anpassung an die Beobachtungsergebnisse. (Z. Naturforsch. 5a. 343—44. Juni 1950. Heidelberg, Univ., Inst. für theoret. Physik u. Freiburg i. Br., Univ., Phys. Inst.) SPEER. 90

H. Frauenfelder, M. Walter und W. Zünti, *Winkelbeziehung zwischen aufeinanderfolgenden inneren Konversionselektronen*. Vorläufige Mitt. über die Darst. von  $^{197}\text{Au}$  durch K-Einfang von 25 Stdn.- $^{197}\text{Hg}$  u. Messung an Konversionselektronen mit zwei GEIGER-MÜLLER-Zählern. Die Zahl der Koinzidenzen in Abhängigkeit vom Winkel zwischen den Elektronenrichtungen läßt sich am besten durch die Formel  $1 + 0,24 \cos^2 \vartheta$  wiedergeben; wobei noch ein Glied mit  $\cos^4 \vartheta$  zu berücksichtigen ist. (Physic. Rev. [2] 77. 557—58. 15/2. 1950. Zürich, ETH.) KIRSCHSTEIN. 100

A. A. Broyles und B. Kivel, *Untere Reichweitengrenze für die Neutron-Proton-Wechselwirkung*. Die experimentellen Werte der Bindungsenergie u. des Quadrupolmomentes dienen zur Best. der unteren Reichweitengrenze der Neutron-Proton-Wechselwrg., die mit  $0,39 \text{ e}^2/\text{mc}^2$  unabhängig von der Gestalt des Potentialverlaufs ist. Nach Annahme der Vff. ist das Deuteron nur aus S- u. D-Wellenfunktionen aufgebaut, deren radiale Anteile reell sind. Das magnet. Moment des Deuterons bestimmt andererseits ebenfalls eine untere Grenze unter der zweifelhaften Annahme, daß die Momente von Proton u. Neutron im Deuteron erhalten bleiben u. daß relativist. Effekte zu vernachlässigen sind. Beobachtungsergebnisse erfordern, daß der prozentuale Anteil der D-Welle weniger als 5% beträgt. Das führt zu der unteren Reichweitengrenze  $0,61 \text{ e}^2/\text{mc}^2$ . (Vgl. auch C. 1950. II. 2521.) (Physic. Rev. [2] 79. 418. 15/7. 1950. Univ. of Florida.) SPEER. 100

Yoshihiro Nakano, *Die Winkelverteilung von D-D-Reaktionsprodukten*. Vff. stellt eine gegenüber der von KONOPINSKI u. TELLER gegebenen (Physic. Rev. [2] 73. [1948.] 822) verbesserte Formel für die Winkelverteilung von D-D-Reaktionsprodd. auf. Durch passende Wahl der Koeffizienten wird Übereinstimmung mit den Beobachtungen in allen Energiebereichen erzielt. (Physic. Rev. [2] 76. 981—82. 1/10. 1949. Sapporo, Japan, Hokkaido Univ., Dep. of Phys.) SPEER. 103

T. Grottdal, O. M. Lönsjö, R. Tangen und I. Bergström, *Über die  $^{24}\text{Mg}(p, \gamma)^{25}\text{Al}$ -Reaktion*. Zur Behebung der Unstimmigkeiten über die Rkk. Mg(p,  $\gamma$ ) Al (mit  $^{24}\text{Mg}$ ,  $^{25}\text{Mg}$ ,  $^{26}\text{Mg}$ ) wurden verschied. Proben von Mg mit Protonen bis zu 500 keV beschossen, wobei nur Resonanzen bei 222 u. 417 keV festgestellt wurden. Die dazugehörige Positronenaktivität gehört zur Rk.  $^{24}\text{Mg}(p, \gamma)^{25}\text{Al}$ . (Physic. Rev. [2] 77. 296—97. 15/1. 1950. Oslo, Univ. u. Stockholm, Nobel-Inst. für Physik.) KIRSCHSTEIN. 103

P. R. Bell, Boyd Weaver und J. M. Cassidy, *Die  $\beta$ -Strahlen von Kalium 40*. (Vgl. STOUT, C. 1950. I. 1185.) Mit einer angereicherten KCl-Probe, deren K-Anteil zu  $1,31 \pm 0,05\%$  aus  $^{40}\text{K}$  bestand, wurde das  $\beta$ -Spektr. von  $^{40}\text{K}$  mit einem Scintillationspektrometer (Anthracen) untersucht. Die Maximalenergie beträgt  $1,36 \pm 0,05 \text{ MeV}$ . (Physic. Rev. [2] 77. 399—400. 1/2. 1950. Oak Ridge, Tenn.) KIRSCHSTEIN. 103

P. R. Bell und J. M. Cassidy,  *$\gamma$ -Strahlen von Kalium 40*. (Vgl. SAWYER u. WIEDENBECK, C. 1950. II. 378.) Mit einem Anthracenzähler wurde die Energie der durch die  $\gamma$ -Strahlen von  $^{40}\text{K}$  im Zähler erzeugten COMPTON-Elektronen durch Vgl. mit entsprechenden Werten von  $^{24}\text{Na}$ ,  $^{65}\text{Zn}$  u.  $^{137}\text{Cs}$  gemessen; es ergab sich ein Mittelwert von 1,455 MeV. Die Zahl der emittierten Positronen ist, wie sich bei der Suche nach der Vernichtungsstrahlung ergab, geringer als 1% der K-Einfänge, die zu einem angeregten  $^{40}\text{Ar}$ -Kern führen. (Physic. Rev. [2] 77. 409—10. 1/2. 1950. Oak Ridge, Tenn., Nat. Labor.) KIRSCHSTEIN. 103

Donald C. Worth, *Messung der Neutronenspektren aus den Reaktionen  $^{40}\text{Ar}(d, n)$  und  $^{15}\text{N}(d, n)$  aus der Rückstoß-Koinzidenz-Absorption*. (Vgl. C. 1950. I. 2069.) Die Neutronen, die bei Beschuß von  $^{40}\text{Ar}$  bzw.  $^{15}\text{N}$  mit Deuteronen von 3,2 MeV gebildet wurden, erzeugten in 2  $\text{H}_2$ -gefüllten Proportionalzählern Rückstoßprotonen, welche in einem 2. Zähler Koinzidenzzählungen auslösten. Auf diese Weise wurden die Energien der Neutronen u. damit die Anregungsniveaus der Kerne  $^{41}\text{K}$  u.  $^{16}\text{O}$  bestimmt; bei der Rk.  $^{40}\text{Ar}(d, n)^{41}\text{K}$  waren die Q-Werte  $5,97 \pm 0,25$ ,  $4,63 \pm 0,20$ ,  $2,87$ ,  $1,57 \text{ MeV}$ , die Niveaus in  $^{41}\text{K}$   $0$ ,  $1,34 \pm 0,15$ ,  $3,10$ ,  $4,40 \text{ MeV}$ ; daraus folgt die Massendifferenz zwischen  $^{41}\text{K}$  u.  $^{40}\text{Ar}$ - $\Delta m = 0,99936 \pm 0,00027$  Masseneinheiten. Bei der Rk.  $^{15}\text{N}(d, n)^{16}\text{O}$  waren die Q-Werte  $10,9$



$\pm 0,5$ ,  $4,8 \pm 0,3$ ,  $1,55$  u.  $\sim 0,19$  MeV, die Niveaus in  $^{160}\text{O}$   $0, 6,1 \pm 0,3, 9,3$  u.  $\sim 10,7$  MeV. (Physic. Rev. [2] **78**. 378—81. 15/5. 1950. New Haven, Conn., Yale Univ., Sloane Physics Labor.)

KIRSCHSTEIN. 103

**D. N. Kundu, John L. Hull und M. L. Pool, Zuordnung und Zerfallschema des 6,75 Stunden-Molybdän.** Im Gegensatz zu früheren Beobachtungen ergibt ein Deuteronenbeschuß von Mo keinen meßbaren Betrag der 6,75 Stdn.-Mo-Aktivität. Vff. finden, daß diese Aktivität  $^{92}\text{Mo}$  zugeschrieben werden muß. Der Zerfall findet ohne Positronenemission u. ohne K-Einfang statt. Das Zerfallsschema wurde unter Verwendung von Absorptions- $\beta$ -Strahlspektrograph- u. Koinzidenzzählermessungen aufgestellt. Die Energien der 3 aufeinanderfolgenden  $\gamma$ -Emissionen betragen  $0,30, 0,70$  u.  $1,7$  MeV, von denen die 1. zu 90% der inneren Konversion unterliegt.  $^{92}\text{Mo}$  geht hierbei in einen langlebigen isomeren Zustand über. Vff. beobachten ebenfalls die der Umwandlung entsprechenden  $K_{\alpha}$ -Röntgenstrahlen. (Physic. Rev. [2] **77**. 71—74. 1/1. 1950. Kurze Mitt. hierzu Physic. Rev. [2] **77**. 743. 1/3. 1950. Columbus, O., Univ., Mendenhall Labor. of Phys.) SPEER. 103

**E. C. Mallary und M. L. Pool, Zuordnung und charakteristische Strahlungen der 14 Tage-Zinn-Aktivität.** Proben von elektromagnet. angereicherten Cd- u. Sn-Oxyden u. metall. Sn aus red. angereichertem Sn-Oxyd wurden mit schnellen Neutronen,  $10$  MeV-Deuteronen u.  $20$  MeV  $\alpha$ -Teilchen beschossen. Folgende, von den Vff. untersuchte Rkk. zeigen, daß die 14 Tage-Sn-Aktivität dem  $^{117}\text{Sn}$  mit einem isomeren Übergang zugeordnet werden muß:  $^{114}\text{Cd}(\alpha, n)$ ,  $^{116}\text{Sn}(d, p)$ ,  $^{118}\text{Sn}(n, 2n)$  u.  $^{117}\text{Sn}(n, n)$ ; in jedem Falle resultiert  $^{117}\text{Sn}$ . Der Wirkungsquerschnitt der letzten Rk. ist 1,8mal so groß wie der der vorletzten. Die charakterist. Strahlungen sind K- u. L-Umwandlungselektronen mit  $0,146$  u.  $0,171$  MeV, Röntgenstrahlen u. zu 50% innerlich umgewandelte  $0,175$  MeV  $\gamma$ -Strahlen. (Physic. Rev. [2] **77**. 75—76. 1/1. 1950. Columbus, O., Univ., Mendenhall Labor.)

SPEER. 103

**Catherine Chamié, Henriette Faraggi und Roger Nataf, Über die Aktivität von mit 6,5 MeV-Deuteronen bestrahltem Silber in Tiefen, die die Reichweite der Deuteronen überschreiten.** Überinandergelegte Ag-Blättchen von je  $21$  mg/cm<sup>2</sup> wurden  $30$ — $45$  Min. mit  $6,5$  MeV-Deuteronen einer Intensität von  $6 \mu\text{A}$  bestrahlt u. die Intensität der Strahlung sowie die Absorption der einzelnen Blättchen untersucht. Jenseits der Reichweite der Deuteronen wurden zwei Intensitätsmaxima bei etwa  $140$  mg/cm<sup>2</sup> u. zwischen  $160$  bis  $180$  mg/cm<sup>2</sup> beobachtet. WILSON-Aufnahmen u. chem. Trennung erlaubten die Identifizierung von  $^{107}\text{Cd}$  ( $6,67\text{h}$ ). Der Hauptteil der Strahlung der Intensitätsmaxima ist demnach dem Cd zuschreiben. Durch Messung der Al-Absorption konnte eine weitere Aktivität geringer Intensität mit der Halbwertszeit von  $13$  Stdn. beobachtet werden. Unters. der Ag-Blättchen mit Hilfe photograph. Platten ergaben die Gegenwart von Protonen bis zu einer Tiefe von  $300$  mg/cm<sup>2</sup>, entsprechend  $9$  MeV, die einer Rk. ( $d, p$ ), bes. der Rk.  $^2\text{H}(d, p)^3\text{H}$ , zugeschrieben werden kann. Es ist daher anzunehmen, daß sich das Cd in der Tiefe durch ( $p, n$ )-Rk. bildet u. an der Oberfläche durch ( $d, 2n$ )-Reaktion. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. **229**. 422—23. 8/8. 1949.)

GOTTFRIED. 103

**Mark G. Inghram und John H. Reynolds, Doppelter  $\beta$ -Zerfall von Tellur 130.** (Vgl. 1950. II. 734.) Vff. wiederholen ihre Unters. über den doppelten  $\beta$ -Übergang  $^{130}\text{Te} \rightarrow ^{130}\text{X}$  mittels der Meth. der isotop. Analyse von geolog. altem Te an Erzproben aus Mängfallberget, die  $70\%$   $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  enthielten, bei denen es unwahrscheinlich ist, daß die  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ -Kristalle durch neuere Störungen angegriffen waren. Die Isotopenverteilung zeigt Spitzen bei den Massenzahlen  $129, 130$  u.  $131$ . Zur Erklärung für  $^{129}\text{X}$  u.  $^{131}\text{X}$  durch ( $n, \gamma$ )-Prozesse muß angenommen werden, daß in der Nähe des Minerals U als Neutronenquelle vorhanden war, was durch ungewöhnlich große Mengen von Uranmineral (Tucholit) in dem Erzlager bestätigt wird. Eine auffallende Diskrepanz zeigt sich im Verhältnis  $^{129}\text{X}$  zu  $^{131}\text{X}$  in den Proben, eine mögliche Erklärung ist der Zerfall kleiner  $^{129}\text{J}$ -Mengen im Mineral. Für den Überschuß an  $^{130}\text{X}$  bleibt der doppelte  $\beta$ -Prozeß von  $^{130}\text{Te}$  mit einer Halbwertszeit von  $1,4 \cdot 10^{21}$  Jahren die einzige Erklärung. (Physic. Rev. [2] **78**. 822—23. 15/6. 1950. Chicago, Ill., Univ. u. Argonne Nat. Labor.)

SPEER. 103

**W. Ss. Schpinel und N. W. Forafontow, Konversion in den Untergruppen der L-Schale.** Das  $\beta$ -Spektr. von Th( $B + C + C'$ ) wurde mit einem Spektrographen hoher Auflösung aufgenommen. Zur Ermittlung der Koeffizienten der inneren Umwandlung in den Untergruppen der L-Schale wurde die Form der I-Linie mit der der L- und der F-Linie verglichen. Die letztere war infolge der Absorption in der Quelle wesentlich verbreitert. Für die Koeffizienten der inneren Konversion der  $238$  keV  $\gamma$ -Strahlung geben Vff. die folgenden korr. Werte an: K:  $100\%$ ;  $L_I$ :  $15\%$ ;  $L_{II}$ :  $0,75\%$ ;  $L_{III}$ :  $< 0,15\%$ ; M:  $3,2\%$ ; N:  $0,9\%$  u. vergleichen sie mit den Ergebnissen von FLAMMERSFELD (C. 1940. I. 1312). Vff. weisen darauf hin, daß ein Vgl. der Koeffizienten der L-Untergruppen mit der Theorie eine weitere, unabhängige Möglichkeit der Best. des Charakters u. des Multipols der

Strahlung liefern sollte. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 72. 49—52. 1/5. 1950. Moskau, Lomonossow-Univ.) WIEDEMANN. 103

Mitsuo Sakai und Saitaro Nakamura, *Eine neue Analysierungsmethode des  $\beta$ -Spektrums*. Die Meth. bezieht sich im wesentlichen auf den Bereich maximaler Energie. Folgende Ergebnisse liegen vor: Legt man die FERMI-Theorie zugrunde, so ergeben sich experimentell einige Abweichungen. Diese Abweichungen lassen keine Korrektur der in der Theorie erlaubten u. verbotenen Übergänge zu u. nehmen zu mit wachsendem Atomgewicht. Es ist daher nicht möglich, diese Abweichungen aus den verbotenen Korrekturfaktoren abzuleiten. Abschließend wird eine Erklärung dieses Effektes unter Beachtung COULOMBScher Kräfte versucht. (Physic. Rev. [2] 76. 967—69. 1/10. 1949. Tokyo Univ.) REICHARDT. 110

C. J. Borkowski und E. Fairstein, *Proportionalzählerspektrometer*. Die  $\beta$ -Spektr. von  $^{14}\text{C}$ ,  $^{35}\text{S}$ ,  $^{171}\text{Tm}$  werden mit einem Proportionszähler (Verstärkung durch Stoßionisation) untersucht. Die Halbwertsbreite der Photoelektronen, hervorgerufen durch 6,9 keV-Röntgenstrahlung, ist 17%. (Physic. Rev. [2] 77. 759. 1/3. 1950. Oak Ridge, National Labor.) REICHARDT. 112

B. R. Gossick, *Palladiumfilm als Anzeigegerät für schnelle Neutronen*. Vf. untersucht die Widerstandsänderung von dünnen Pd-Schichten, die auf keram. Material aufgebracht werden, um daraus ein Maß für die durch schnelle Neutronen absorbierte Energie zu erhalten. Paraffinbedeckte Pd-Schichten zeigten nach 15-täg. Bestrahlung im Oak Ridge-Meiler eine Widerstandsänderung von 48300  $\Omega$  auf 234  $\Omega$ , im Hochvakuum für 2 Min. einem  $\text{H}_2$ -Druck von 44 cm Hg ausgesetzt, von 51000 auf 252  $\Omega$  u. bei 900° in einen  $\text{N}_2$ -Strom von 50000 auf 200  $\Omega$ . Vf. schreibt dieses Verh. einer Red. des anfangs vorhandenen PdO zu, wobei darauf hingewiesen wird, daß Pd bei Redd. selbst als Katalysator wirkt. (Physic. Rev. [2] 77. 297. 15/1. 1950. Oak Ridge, Tenn., NEPA Div. of the Fairchild Eng. and Airplane Corp.) SPEER. 112

M. Freedman, B. Smaller und J. May, *Scintillationsuntersuchungen an Kaliumjodid*. Die Unterss. wurden im Hinblick auf die Fluoreszenzeig., die durch Tl variiert werden, durchgeführt. Es war möglich, die Emissionsbande, die der Verunreinigung zuzuschreiben ist, von der charakterist. Emission des reinen KJ zu trennen. Die Fluoreszenzausbeuten beider Emissionen sind eine Funktion der Temperatur. Messungen mit  $^{40}\text{K}$ -Strahlung am Kristall ergibt  $\lambda(\beta) = 3,92 \cdot 10^{-10}$  pro Jahr. (Physic. Rev. [2] 77. 759. 1/3. 1950. Argonne National Labor.) REICHARDT. 112

D. R. Bates und M. J. Seaton, *Theoretische Ansätze zur Entstehung der ionisierten Luftschichten*. Die Entstehung der ionisierten oberen Luftschichten ( $\text{E}$ ,  $\text{F}_1$  u.  $\text{F}_2$ ) unter der Einw. der UV-Sonneneinstrahlung wird theoret. behandelt. Dabei werden neuere Berechnungen über den absorbierenden Wirkungsquerschnitt des atomaren O u. des N zugrunde gelegt. Ausgewertet werden außerdem die neueren Erkenntnisse über das Emissionsspekt. der oberen Atmosphäre während der Dämmerung. (Proc. physic. Soc. Sect. B 63. 129—40. 1/2. 1950. London, Univ. Coll.) REUSSE. 113

Walter Becker und Walter Dieminger, *Der wirksame, mittägliche Rekombinationskoeffizient der  $\text{F}_2$ -Schicht, berechnet aus deren Grenzfrequenzverlauf während des MÖGEL-DELLINGER-Effektes am 19. Nov. 1949*. Vf. berechnen den wirksamen mittäglichen Rekombinationskoeff. aus der Ionisationszunahme der  $\text{F}_2$ -Schicht während des MÖGEL-DELLINGER-Effektes am 19/11. 1949 zu  $\alpha = 1,9 \cdot 10^{-19}$ . Es handelt sich um einen unteren Grenzwert. (Z. Naturforsch. 5a. 308—11. Juni 1950. Lindau/Harz, Max-Planck-Ges., Inst. für Ionosphärenforsch.) SPEER. 113

R. Frerichs, *Neue optische Gläser, die im Infrarot bis 12  $\mu$  durchlässig sind*. Vf. untersucht die opt. Eigg. von Gläsern mit  $\text{As}_2\text{S}_3$ -Zusatz im Infrarot. Es handelt sich um ein sehr klares, beständiges rotes Glas, das bei einer Dicke von 2,6 mm 45% der Strahlung zwischen Rot u. 8  $\mu$  hindurchläßt, während es bei 12  $\mu$  noch 21% sind. Der Brechungsindex beträgt für  $\text{N}_{\text{Li}}$  (rot) etwa 2,5. Das Glas erweicht bei 300°, dest. ohne Zers. bei 500° u. ist nicht hygroskopisch. Es kann im Pyrexrohr geschmolzen werden u. bildet mit verschied. Sulfiden bin. Gläser. (Physic. Rev. [2] 78. 643. 1/6. 1950. Northwestern Univ.) SPEER. 120

Andrée Gilles, René Bauplé, Jacques Romand und Boris Vodar, *Absorptionsspektren einiger optischer Materialien im fernen Ultraviolett*. Gemessen wurden die Extinktionskoeffizienten von synthet. Fluoriden verschied. Herkunft ( $\text{LiF}$ ,  $\text{NaF}$ ,  $\text{CaF}_2$ ), kristallisiertem u. geschmolzenem Quarz sowie von Korund zwischen etwa 1400 Å u. 2300 Å. Die Versuchsergebnisse sind graph. wiedergegeben. Korundblättchen parallel zur opt. Achse zeigten einen maximalen Extinktionskoeff. bei 1840 Å. Bei den Quarzen ergab sich für Rechtsquarze eine bessere Durchlässigkeit als für Linksquarze. Als geeignet für das untersuchte

Wellenlängengebiet erwiesen sich auch die geschmolzenen Quarze französ. u. deutscher Herkunft. Letztere sind unter dem Namen *Homosil* bekannt. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 229. 876—78. 2/11. 1949.) GOTTFRIED. 122

**Eduard Maurer und Heinrich Kolz**, *Die Čerenkov-Strahlung*. Zusammenfassender Bericht über Erzeugung u. Eig. der ČERENKOV(TSCHERENKOW)-Strahlung, Vgl. mit ähnlichen Erscheinungen (LILJENFELD-Leuchten, Aeonaeffekt), Theorie sowie Anwendungen der Strahlung. (Z. angew. Physik. D. 223—29. Mai 1950.) GOTTFRIED. 122

**Alexander Smakula**, *Farbzentren in Calciumfluorid- und Bariumfluoridkristallen*. Beim Bestrahlen von  $\text{CaF}_2$ - u.  $\text{BaF}_2$ -Kristallen mit Röntgenstrahlen (200 kV, 10 mA) tritt im Kristall eine gleichmäßige Färbung auf. Im Absorptionsspektrum (Bereich von 2200—10000 Å) dieser Farbzentren treten bei  $\text{CaF}_2$  Maxima bei 5800, 4000, 3350 u. <2200 Å u. bei  $\text{BaF}_2$  Maxima bei 6700, 4800, 3800 u. <2200 Å auf. Die Intensität der Maxima nimmt mit der Einwirkungsdauer der Röntgenstrahlen (0,5—5 Std.n.) zu. Die Absorptionsbanden unterscheiden sich zum Teil wesentlich von denen der Alkalihalogenuide. (Physic. Rev. [2] 77. 408—09. 1/2. 1950. Fort Belvoir, Va., Engineer Center, Engin. Res. and Development Labor.) FUCHS. 125

**Konrad Beyerle u. a.**, Über Gaszentrifugen. Anreicherung der Xenon-, Krypton- und der Selen-Isotope nach dem Zentrifugenverfahren. Weichheim/Bergstr. Verl. Chemie, 1950. (66 S.) 8° = Angewandte Chemie und Chemie-Ingenieur-Technik. Beih. 59. DM 9,60.

—, Les Spectres Moléculaires. Paris: Dunod. 1949. (177 S.) fr. 750,—.

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

**Bayard P. Peakes**, *Eine neue Theorie der Elektrizität*. (Vgl. C. 1950. I. 2316.) Elektronen entstehen nach Ansicht des Vf. nur in der Ggw. von Luft, z. B. bei Entladungen. Sie sollen nicht die Elementarträger der Elektrizität sein. Bei letzterer soll es sich um eine nicht näher gekennzeichnete Überschallwellenbewegung handeln, die bei einem Kontakt oder einer Potentialdifferenz zwischen zwei Punkten auftritt. (Physic. Rev. [2] 77. 424. 1/2. 1950. Northwestern Univ.) FAHLENBRACH. 130

**G. I. Finch**, *Dampf in der Ringentladung*. Vgl. C. 1950. I. 669. (Proc. physic. Soc., Sect. B 62. 533—50. 1/9. 1949.) HENTSCHEL. 133

**J. A. Schedling**, *Die Bewegung kleiner Metallpartikel mit 6 Freiheitsgraden in Luft im Raum um einen stromführenden Draht*. (Vgl. C. 1949. I. 1215.) Vf. berichtet über die Bewegung von kleinen Fe-Partikeln ( $10^{-5}$  bis  $10^{-4}$  cm Durchmesser), die in einem Lichtbogen erzeugt wurden, im magnet. Feld eines stromdurchflossenen Drahtes. Die Teilchen hatten teilweise nadelförmige Struktur, teilweise zeigten sie kugelförmigen Habitus. Wenn der Draht stromlos ist, beobachtet man Teilchen, die außer der BROWNSchen Bewegung nur die reine Fallbewegung im Gravitationsfeld ausführen, andere folgen außerdem den geomagnet. Kraftlinien. Bei Stromfluß im Draht bleiben die Partikel zum Teil in ihrer Bewegung unbeeinflusst, zum Teil erhalten sie Bewegungskomponenten entsprechend dem Magnetfeld des Drahtes. In einem zusätzlichen elektr. Feld erweisen sie sich teilweise als elektr. geladen. Die beobachteten Erscheinungen werden diskutiert. (Physic. Rev. [2] 76. 843—45. 15/9. 1949. Wien, Univ., I. Phys. Inst.) REUSSE. 133

**E. J. Murphy**, *Die Wechselstromleitung in Eis*. Vf. leitet, ausgehend von PAULINGS Theorie der Restentropie des Eises, einen Ausdruck für die Sättigungsleitfähigkeit des Eises bei hohen Frequenzen her. Das zugrunde gelegte Modell sieht ein Proton vor, das auf der Verbindungsgeraden der beiden angrenzenden O-Atome zwei schwingungsfreie Lagen annehmen kann u. so die polarisierbare Struktur des Eises bestimmt. Die Entfernung von den O-Atomen beträgt jeweils 0,99 Å, was zu einem Abstand der beiden Protonstellungen von  $1,6 \cdot 10^{-8}$  cm gegenüber  $0,39 \cdot 10^{-8}$  cm nach PAULINGS Theorie führt. Aus der zum Übergang der Protonen von einer in die andere Lage notwendigen Aktivierungsenergie läßt sich die Bindungsenergie von  $\text{H}_2$  im Eis zu 5,75 kcal/Mol in Übereinstimmung mit den Messungen der Sublimationswärme gewinnen. (Physic. Rev. [2] 79. 396—97. 15/7. 1950. Murray Hill, N. J., Bell Teleph. Labor.) SPEER. 135

**E. Conwell und V. F. Weisskopf**, *Theorie der Streuung durch Verunreinigungen in Halbleitern*. Nach den von LARK-HOROVITZ u. Mitarbeitern (C. 1946. I. 866) an Ge-Halbleitern ausgeführten Messungen kann die Temperaturabhängigkeit der spez. elektr. Leitfähigkeit  $\rho$  nicht nach der einfachen Theorie der Gitterstreuung erklärt werden. Vf. nehmen daher an, daß der Widerstand durch eine Streuung der Elektronen durch ionisierte Verunreinigungen bedingt ist. Unter der Annahme, daß die Streuung eines Elektrons durch ein solches Ion unabhängig von den übrigen Ionen ist, erhalten sie die Beziehung  $\rho = 211 \cdot \kappa^{-2} T^{-3/2} \ln(1 + 36 \kappa^2 d^2 k^2 T^2 e^{-4})$  ( $d$  = halber mittlerer Abstand zwischen den Ionen der Verunreinigung,  $\kappa$  = DE. des Halbleiters). Das Ergeb-

nis steht in qualitativer Übereinstimmung mit den l. c. beschriebenen Versuchen. (Physic. Rev. [2] 77. 388—90. 1/2. 1950. Rochester, N. Y., Univ.) FUCHS. 135

W. Shockley und J. Bardeen, *Energiebanden und Beweglichkeiten in einatomigen Halbleitern*. Auf Grund zum Teil unveröffentlichter Daten (für Diamant vgl. KLICK u. MAURER, C. 1950. II. 617, für Si PEARSON u. BARDEEN, C. 1949. I. 932) werden für die Beweglichkeiten (in  $\text{cm}^2/\text{Volt}\cdot\text{Sek.}$  bei  $295^\circ$  absol.) der Elektronen bzw. der Defektstellen in den einatomigen Halbleitern folgende Werte berechnet: *Diamant* 900 bzw.  $>200$ , *Si* 300 bzw. 100, *Ge* 3500 bzw. 1700, *Te* je 530. Die zugehörigen Energiebeträge (in eV) für die vollen bzw. die Leitfähigkeitsbänder betragen  $<30$  bzw. 8,8; 11,3 bzw. 6,5; 2,4 bzw. 1,7 u. je 2,4. (Physic. Rev. [2] 77. 407—08. 1/2. 1950. Murray Hill, N. J., Bell Telephone Labor.) FUCHS. 135

Dwain Bowen, *Theorie des elektrischen Widerstands von polykristallinem Graphit*. Die beobachtete Temperaturabhängigkeit des elektr. Widerstands von polykristallinem Graphit läßt sich durch eine Erweiterung der Theorie für Graphiteinkristalle von WALLACE (C. 1947. Erg.-Bd. 330) erklären, wobei 2 Annahmen zu machen sind. Die Leitfähigkeit der Graphitkristalle erfolgt vorwiegend in Richtung der Spaltebenen. Da diese nur teilweise in Richtung des Hauptstromes liegen, ergibt sich ein geometr. Umwegfaktor  $s$ , der für regellose Verteilung der Kristallite u. ein mittleres Verhältnis der Kristallabmessungen von 10 den Wert 7 annimmt. Ferner findet eine Streuung der Elektronenwellen an den gestörten Kristallgrenzflächen statt, deren Wahrscheinlichkeit pro Sek.  $10^{14}$  beträgt, wenn man die röntgenograph. bestimmte Teilchengröße zugrunde legt. Durch Addition dieser Wahrscheinlichkeit zu der durch die therm. Gitterschwingungen gegebenen u. Multiplikation mit dem geometr. Faktor  $s$  nimmt die WALLACE-Gleichung folgende Form an, wobei  $\tau_T$  u.  $\tau_B$  die reziproken Werte der Streuwahrscheinlichkeit von Gitter- u. Kristallfläche sind.  $\rho = (h^2 c s / 16 \pi e^2 k T \ln^2) (1/\tau_T + 1/\tau_B)$ . Die so ermittelte Kurve fällt zuerst zwischen Null u.  $300^\circ$  hyperbelähnlich ab, geht durch ein Minimum u. steigt dann wieder stärker als linear an. (Physic. Rev. [2] 76. 1878. 15/12. 1949.) SACHSE. 135

B. J. Rothlein und P. H. Miller jr., *Messung der Temperaturabhängigkeit der Austrittsarbeit von Silicium*. Änderungen der Austrittsarbeit eines Halbleiters konnten mit einer Genauigkeit von 0,05 V gemessen werden, wenn eine Platte desselben mit einer 2. Bezugsplatte zu einem Kondensator vereinigt wurde, durch den ein Elektronenstrahl geschickt wurde, der dann den Feldänderungen entsprechende Ablenkungen erfährt. Letztere wurden mittels einer äußeren Hilfsbatterie kompensiert u. damit im Nullverfahren gemessen. Die zu untersuchende Probe war durch Strom auf höhere Temp. aufheizbar. Ein gut entgasteter Überschuß- oder defektleitendes Si zeigte keine nachweisbare Änderung der Austrittsarbeit, wenn es schnell aus dem Gebiet der Eigenleitung auf Temp. der Störleitung abgekühlt wurde. Wurde Si mehrere Min. bei Zimmertemp. gehalten u. dann erneut auf  $800^\circ$  erhitzt, so fiel die Austrittsarbeit um 2—4 V, um bei erneuter Abkühlung innerhalb von 5 Sek. von 800 auf  $300^\circ$  wieder anzusteigen. Dieser Effekt war unabhängig von der Oberflächenbehandlung u. zwischen  $10^{-3}$  u.  $2 \cdot 10^{-7}$  mm unabhängig vom Druck. Er war jedoch auf Oberflächenerscheinungen zurückzuführen. Ähnliche Ergebnisse wurden an W gefunden, das über  $1500^\circ$  nach einigen Sek. einen Abfall der Austrittsarbeit um 1 V u. anschließend um 3—4 V zeigte, der ebenfalls, u. zwar innerhalb 30 Sek. umkehrbar war. Die Änderung von 1 V wurde auf Entfernung von Oxydschichten, die von 3—4 V auf die Bewegung von Verunreinigungen u. adsorbierten Gasen zurückgeführt. Beim Erwärmen auf  $1200^\circ$  trat nur der letztgenannte Effekt auf. (Physic. Rev. [2] 76. 1882. 15/12. 1949. Philadelphia, Univ., Randal Morgan Labor. of Phys.) SACHSE. 135

D. A. Wright, *Elektrische Leitfähigkeit von Oxydkathodenüberzügen*. Leitfähigkeitsmessungen an aktivierten Überzügen bestätigen die Ergebnisse der Theorie von VINK u. LOOSJES. Diese Theorie läßt auch Ba-Konz. von  $10^{10}$  Atomen pro  $\text{cm}^3$  zu. HALL-Effektmessungen ergeben  $10^{14}$  Elektronen pro  $\text{cm}^3$  bei  $1100^\circ$  K u. eine freie Weglänge von  $2 \cdot 10^{-5}$  cm. Dieses Ergebnis steht nicht im Widerspruch zur VINK-LOOSJES-Theorie; P-Leitfähigkeit tritt nicht in gut aktivierten Schichten auf, hierfür sind oxydierbare Verunreinigungen verantwortlich. Schnelles Vergiften oder Aktivierungseffekte bei niederen Temp. weisen auf die Bedeutung der Oberflächeneffekte hin. Es scheint, daß diese Effekte eher mit der Elektronen- sowie Lochbeweglichkeit als mit der Ionenbeweglichkeit in Verbindung stehen. (Brit. J. appl. Physics 1. 150—53. Juni 1950. Wembley, General Electric. Co.) REICHARDT. 135

Rudolf Frerichs, *Über die in CdS-Kristallen durch  $\gamma$ -Strahlung hervorgerufene Leitfähigkeit*. An 9 CdS-Kristallen wurde die Thermokraft gegen Cu im Dunkeln u. bei Bestrahlung mit sichtbarem Licht u.  $\gamma$ -Strahlen zwischen  $20$  u.  $70^\circ$  gemessen. Im Dunkeln

zeigten 8, bei Bestrahlung 9 Kristalle überwiegend Elektronenleitung. Die Thermokraft betrug  $7 \cdot 10^{-4}$  V/° bzw.  $1,6 \cdot 10^{-4}$  V/°. Messungen des Dunkelstroms zwischen 25 u. 100° ergaben  $\sigma_0 = 1,7 \cdot 10^{-3}$  mho/cm bei strenger Erfüllung des 1/T-Gesetzes u.  $\epsilon = 0,67$  eV, was etwa dem halben Wert der opt. Anregungsenergie entsprach. Diese Ergebnisse stehen im Einklang mit der vom Vf. aufgestellten Theorie, die sich durch Anwendung der Theorie sek. Photoströme von HILSCH, POHL u. SCHOTTKY auf die Kristallphosphormodelle von JOHNSON, SETZ, RIEHL u. SCHÖN ergibt. Für die Rückkehr des Kristalls in den Ausgangszustand bestehen hiernach 3 Möglichkeiten: Vereinigung der Elektronen mit einem Defektelektron unter Lichtemission, Rückkehr der Elektronen zu Störstellen u. Abgabe ihrer Energie an das Gitter (als Phonon), Bindung des Elektrons an Fangstellen, z. B. Gitterbaufehler u. innerkristalline Grenzflächen. Der nach längerer Bestrahlung sich einstellende Photostrom war der Wurzel aus der Bestrahlungsintensität sowie der Zahl  $n$  der Leitfähigkeitselektronen proportional u. folgte dem OHMSchen Gesetz, während die Lumineszenzintensität der Rekombinationsrate  $b \cdot n^2$  proportional war. Bei period. Bestrahlung mit  $\gamma$ -Strahlen (5 Sek. Halberiode) stieg der entsprechende Wechselstrom langsam auf einen Endwert an, weil zuerst die Fangstellen aufgefüllt werden mußten. Bei Wegnahme des Feldes stellte sich die Anfangsleitfähigkeit langsam wieder ein. Ein Kristall, der zur Loslösung der Elektronen aus den Fangstellen auf 100° erhitzt war, zeigte nach dem Abkühlen mit fl. Luft zuerst einen Dunkelstrom von weit unter  $10^{-13}$  A. Dieser stieg bei Bestrahlung mit  $\gamma$ -Strahlen (70 mm/Sek.) innerhalb 3 Sek. auf  $8 \cdot 10^{-13}$  A, nach weiteren 3 Stdn. auf  $1,5 \cdot 10^{-8}$  A, ohne daß der Endwert bereits erreicht war. Hierbei werden die Fangstellen langsam aufgefüllt, u. die Verweilzeit der Elektronen im Leitfähigkeitsband vergrößert sich. (Physic. Rev. [2] 76. 1869—75. 15/12. 1949. Evanston, Ill., Northwestern Univ.) SACHSE. 135

J. W. Stout und Lester Guttman, *Meissner-Effekt in supraleitenden Indium-Thalium-Legierungen*. Vff. untersuchen die mit der Supraleitfähigkeit verknüpften magnet. Eigg. von Einkristallen aus In-Tl-Legierungen. Der Tl-Geh. beträgt 5, 10, 15 u. 20%. Es zeigt sich, daß das Verh. dieser Legierungen vielmehr als bisher angenommen dem der reinen Metalle ähnelt, bes. wird auch der MEISSNER-Effekt beobachtet. Die einzelnen Proben unterscheiden sich durch die relative Feldstärkerhöhung, die notwendig ist, von Null bis zur vollständigen Durchdringung des magnet. Flusses zu gelangen. Diese Erhöhung wird mit steigendem Tl-Geh. größer. Die Ergebnisse stützen den Gedanken von SJOENBERG (Nature [London] 142. [1938.] 874), daß die Abweichungen im Verh. von Legierungen gegenüber dem reinen Metalle auf sek. Ursachen, wie z. B. Inhomogenitäten, beruhen. Diese Inhomogenitäten liegen jedoch oberhalb atomarer Größenordnungen. (Physic. Rev. [2] 79. 396. 15/7. 1950. Chicago, Ill., Univ., Inst. for the Study of Metals.) SPEER. 136

I. Šimon, *Oberflächenimpedanz von supraleitendem Zinn, Quecksilber und Blei bei 9200 MHz*. Von Sn (99,995% ig), Hg (chem. rein) u. Pb (99,998% ig) wurden für 9200 MHz ober- u. unterhalb der Übergangstemp. der Oberflächenwiderstand u. die Oberflächenreaktanzen gemessen u. daraus die stat. Eindringtiefen  $\lambda$  der LONDONschen Theorie berechnet. Die ( $\lambda$ , T)-Kurven steigen bei zunehmender Temp. sehr steil an (stärkster Anstieg bei Sn bei 3,7° abs., bei Hg bei 4,2° u. bei Pb bei 7,3°); bei fallender Temp. nähern sie sich einem Grenzwert, der sich durch Extrapolation auf T = 0 ergibt zu  $4,65 \cdot 10^{-6}$  bzw.  $7,3 \cdot 10^{-6}$  bzw.  $5,4 \cdot 10^{-6}$  cm. (Physic. Rev. [2] 77. 384—87. 1/2. 1950. Cambridge, Mass., Inst. of Technology, Res. Labor. of Electronics.) FUCHS. 136

R. S. Tebble, I. C. Skidmore und W. D. Corner, *Der Barkhausen-Effekt*. Verss. über den BARKHAUSEN-Effekt (Deutung u. Entstehung) an zylindr. ferromagnet. Proben (hartgezogenes Fe, grobkörniges Fe, geglühtes Ni) zeigen gute Wiedergabe der Anzahl u. Größe der Diskontinuitäten. Die Meth. ist empfindlicher als die früher (BUSII u. TEBBLE, C. 1949. I. 1215) genannte. Der Beitrag der diskontinuierlichen Prozesse zu der totalen Magnetisierungsänderung wird abgeschätzt (47—86%). Reversible Änderungen werden betrachtet, u. die Natur einer BARKHAUSEN-Diskontinuität wird im Hinblick auf andere Arbeiten über Gebietsstruktur diskutiert. (Proc. physic. Soc., Sect. A 63. 739—61. 1/7. 1950. Leeds, Univ., Phys. Dep.) KÖHN. 137

K. H. Stewart, *Gebietswallbewegung in einem Einzelkristall*. Zur Aufklärung der Bewegung von Gebietsgrenzen wurden Verss. an einem einzelnen Si-Fe-Kristall durchgeführt. Die Magnetisierungskurve zeigt einen großen BARKHAUSEN-Sprung, der die Existenz sehr großer Gebiete anzeigt u. gedeutet wird als Bewegung eines einzelnen Gebietswalles senkrecht zu seiner Ebene. Der Betrag der Magnetisierungsänderung ist proportional dem Überschuss des angelegten Feldes über ein bestimmtes krit. Feld u. nach Vf. abhängig von der Bremswrkg. von Wirbelströmen auf die Bewegung der Gebietswalle. (Proc. physic. Soc., Sect. A 63. 761—65. 1/7. 1950. Cambridge, Cavendish Labor.) KÖHN. 137

A. J. E. Welch, P. E. Nicks, Allan Fairweather und F. F. Roberts, *Natürliche ferromagnetische Resonanz*. Eine Unters. der komplexen Permeabilität von Mg-Ferrit u. verwandter Spinelle in Abhängigkeit von der Frequenz bis zu 10000 MHz führt zum Auffinden eines Resonanzmaximums mit geringer Dämpfung. Die gefundene Frequenzabhängigkeit läßt sich nach den Theorien von KITTEL u. von FRENKEL nur erklären, wenn man sie aus zwei Teilen mit drei verschied. Resonanzstellen, einzeln den genannten Theorien gehorchend u. im Größenverhältnis 3/1 stehend, zusammengesetzt denkt. Die zusätzliche Einw. eines Gleichfeldes bewirkt nur eine Beeinflussung des einen Anteils. (Physic. Rev. [2] 77. 403. 1/2. 1950. London, Imperial Coll. of Sci. and Technology, Dollis Hill, Post Office Res. Stat.) FAHLENBRACH. 137

M. H. L. Pryce, *Eine abgeänderte Störungsrechnung für ein paramagnetisches Problem*. Die üblichen theoret. Behandlungsverfahren von Störungsproblemen versagen dort, wo die Einflüsse zweiter Ordnung von der gleichen Größenordnung wie die erster Ordnung sind. Es wird ein Rechenverfahren beschrieben, das diese Verhältnisse erfaßt. Dieses Verf. wird auf die Berechnung der Energieniveaus paramagnet. Ionen in einem Kristall angewandt u. führt zu einer HAMILTON-Gleichung, aus welcher die STARK-Aufspaltung, der anomale g-Wert u. der temperaturunabhängige Paramagnetismus klar herauspringen. (Proc. physic. Soc., Sect. A 63. 25—29. 1/1. 1950. Oxford, Clarendon Labor.) FAHLENBRACH. 137

M. H. L. Pryce und K. W. H. Stevens, *Die Theorie der magnetischen Resonanzlinienbreiten in Kristallen*. Die paramagnet. Resonanzabsorption wird für den Fall berechnet, daß die Wechselwrkg. zwischen den Ionen groß ist gegenüber der Wechselwrkg. zwischen den Ionen u. dem Gitter. Dazu wird eine Theorie entwickelt, die imstande ist, die Linienverschiebungen u. das mittlere Quadrat. Mittel der Breiten der Resonanzabsorptionslinien zu berechnen für Fälle, wo die Spin-Gitter-Relaxationszeit groß ist gegenüber der Spin-Spin-Relaxationszeit. Bes. werden die Einflüsse der Kern-Hyperfeinstrukturen u. der Austauschkräfte bei der Ionenresonanz diskutiert. Obwohl eine quantitative Prüfung der Theorie mit den experimentellen Ergebnissen einer späteren Arbeit vorbehalten bleibt, läßt sich schon überblicken, daß der Gültigkeitsbereich der Theorie bei Temp. zu suchen ist, die groß gegenüber der CURIE-Temp. sind. (Proc. physic. Soc., Sect. A 63. 36—51. 1/1. 1950. Oxford, Clarendon Labor.) FAHLENBRACH. 137

W. D. Knight, *Der Einfluß des Elektronenparamagnetismus auf die Kernmagnetresonanzfrequenzen von Metallen*. Gegenüber der theoret. Vorhersage wird die magnet. Kernresonanzabsorption bei deutlich höheren Frequenzen beobachtet, z. B. bei <sup>7</sup>Li um 0,036%, bei <sup>207</sup>Pb um 1,2%. Diese Diskrepanz läßt sich mit der Annahme eines paramagnet. Zusatzes zum Magnetfeld am Kern erklären. Dieser paramagnet. Anteil kann jedoch nur von den Leitungselektronen herrühren u. wird auch nur dann verständlich, wenn angenommen wird, daß die Leitungselektronen sich in Energiezuständen befinden, die es erlauben, daß die Elektronen sich merkbare Zeit in Kernnähe aufhalten. Auf Grund dieser Vorstellungen wird eine quantitative Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen für <sup>23</sup>Na erzielt. (Physic. Rev. [2] 77. 746. 1/3. 1950. Brookhaven National Labor.) FAHLENBRACH. 137

Roger Newman, *Magnetische Protonenkernresonanzuntersuchungen an KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, KH<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub>, NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> und NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub>*. Aus der Kernresonanzabsorption in magnet. Feldern ist an H enthaltenden Kristallen geschlossen worden, daß die Protonenbewegung nicht wie therm. Bewegungen vor sich geht. Die Unters. bei 30 MHz u. im Temperaturbereich von 87—293° K an den obengenannten Salzen zeigen, daß sich die K- u. die NH<sub>4</sub>-Salze sehr verschieden verhalten. Die normaleren K-Salze, untereinander im Verh. der Kernresonanzabsorption ähnlich, besitzen Relaxationszeiten, die nur wenig von der Temp. abhängen u. bei Einkristallen keine Anisotropieerscheinungen zeigen. Die Relaxationszeiten der NH<sub>4</sub>-Salze gehen in Abhängigkeit von der Temp. durch zwei Minima, die den H-Atomen des NH<sub>4</sub> u. denen des Säurerestes zugeschrieben werden konnten. In diesen Fällen zeigt auch die Form der Absorptionslinien, bes. ausgeprägt unterhalb 100° K, eine zusammengesetzte Struktur, die durch Vgl. mit den NH<sub>4</sub>Cl- u. KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>-Linien ziemlich deutlich in die beiden Bestandteile (H des NH<sub>4</sub> u. des Säurerestes) analysiert werden kann. Eine theoret. Interpretation der Ergebnisse hinsichtlich der Protonenbewegungen in den Kristallen führt zur Annahme von quantenmech. Tunnelprozessen für die Protonen. (J. chem. Physics 18. 669—78. Mai 1950. Cambridge, Mass., Harvard Univ., Lyman Laborr.) FAHLENBRACH. 137

J. J. Fritz, *Grundzustandaufspaltungen in der Eisengruppe, besonders beim Kobalt(II)-Ion*. Die Anwendung der Kramerschen Regel. Die gemessenen magnet. Suszeptibilitäten bei Raumtemp. u. bei sehr tiefen Temp. (vgl. C. 1950. I. 1571) stehen mit den bisherigen Auffassungen über die Entartung des Grundzustandes u. die Größe der Spin-Bahnmoment-

Aufspaltung bei den Salzen der Eisenreihe bes. bei  $\text{Co}^{++}$  nicht in Einklang. Vf. nimmt daher an, daß der Grundzustand vierfach entartet ist u. die Spin-Bahnmoment-Wechselwrkg. tatsächlich geringer ist, als nach der VAN VLECKSchen Theorie angenommen wird, u. kommt dabei zu einer guten Übereinstimmung mit den Meßergebnissen. Eine Diskussion des Suszeptibilitätswertes bei 4° K von  $\text{CoSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NiSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  u.  $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  führt zu dem Ergebnis, daß nur  $\text{Co}^{++}$  eine KRAMERSche Entartung zeigt. (J. chem. Physics 18. 760—61. Mai 1950. State College, Pa., School of Chem. and Phys.)

FAHLENBRACH. 137

Jules A. Marcus, *Magnetische Eigenschaften von Zinklegierungen bei tiefen Temperaturen*. Untersucht wird der DE HAAS-VAN ALPHEN-Effekt u. die Temperaturabhängigkeit der Suszeptibilität bis herunter zu 14° K in Magnetfeldern zwischen 2,5 u. 11 Kiloersted an Einkristallen aus reinem Zn u. Zn-Legierungen mit bis zu 0,32 Atom-% Cu u. mit bis zu 0,26 Atom-% Al untersucht. Der Zusatz von Cu verschiebt die DE HAAS-VAN ALPHEN-Schwingungen zu höheren Magnetfeldern, erhöht ihre Frequenz u. die Amplitude bei starken Magnetfeldern u. vermindert die Amplitude bei kleinen Magnetfeldern. Der Zusatz von Al bewirkt in allen drei Eigg. eine Abnahme gegenüber dem reinen Zn. Bei allen Legierungen werden die anomalen Maxima u. Minima der Suszeptibilität parallel zur hexagonalen Achse des Zn wieder gefunden. Bei den Cu-Legierungen waren die Extremwerte geringer u. nach höheren Tempp. gegenüber dem reinen Zn verschoben. Bei den Al-Legierungen sind Maxima u. Minima zwar ähnlich wie beim reinen Zn, nur die mittleren Suszeptibilitätswerte an sich sind kleiner. (Physic. Rev. [2] 77. 750. 1/3. 1950. Northwestern Univ.)

FAHLENBRACH. 137

Georg Falk und Erich Lange, *Über die Widerstandspolarisation*. 1. Mitt. *Ihre experimentelle Abtrennungsmöglichkeit von anderen Polarisationsarten*. Die an einer stromdurchflossenen einfachen Elektrode auftretende Gesamtpolarisation kann sich theoret. aus der Widerstandspolarisation, der Aktivierungspolarisation u. der Konzentrationspolarisation zusammensetzen. Aus der eingehenden Diskussion des zeitlichen Verlaufs der 3 Polarisationsarten folgt, daß die Widerstandspolarisation auf Grund der verschied. großen Einstellgeschwindigkeiten von den beiden anderen Polarisationsarten müßte abgetrennt werden können; die entsprechenden mathemat. Beziehungen werden abgeleitet u. daraus die Einstellgeschwindigkeiten abgeschätzt. Zur experimentellen Prüfung dieser theoret. Ergebnisse wird an dem Syst.  $\text{Ag}/\text{AgJ}$  in  $m/100 \text{ AgClO}_4 + m/1000 \text{ HClO}_4 + \text{gesätt. NH}_4\text{ClO}_4$ -Lsg. teils unter Verwendung von Gleichstrom (Anwendung eines Kathodenoscillographen), teils von Wechselstrom (20 Hz—100 kHz) der Verlauf der Polarisation gemessen. Die Verss. zeigen, daß unter  $10^{-6}$  Sek. prakt. reine Widerstandspolarisation auftritt, während die sich anschließend langsamer ausbildende Polarisation zum Teil als Konzentrationspolarisation gedeutet werden kann. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 54. 132—45. März 1950. Erlangen, Univ., Physikal.-chem. Labor.)

FUCHS. 140

Pierre Van Rysselberghe, *Elektrochemische Thermodynamik und Kinetik der Wasserstoffüberspannung*. Ausgehend von der von KIMBALL, GLASSTONE u. GLASSNER (vgl. C. 1942. I. 14) gegebenen Struktur der Doppelschicht in der Nähe der Kathode wird folgender Verlauf des chem. Potentials  $V$  von  $\text{H}^+$  zugrunde gelegt: 1. An der Elektrode selbst Vorliegen elektr. neutralen Wasserstoffs als  $\text{H}$ ,  $\text{H}_2$  oder Metallhydrid;  $V$  hat hier ein Minimum. 2.  $\text{H}^+$ -Ionen, die durch die Elektronen der vorgenannten Lage 1 neutralisiert werden können;  $V$  hat ein Maximum. 3. Gleichgewicht zwischen adsorbierten  $\text{H}^+$ -Ionen u. freien  $\text{H}^+$ -Ionen in Lsg. mit einem zweiten Minimum von  $V$ . 4. Aktivierte  $\text{H}^+$ -Ionen, die adsorbiert oder desorbiert werden mit einem zweiten  $V$ -Maximum. 5. Schließlich freie  $\text{H}^+$ -Ionen in Lsg. (Minimum von  $V$ ). Es sollen also 2 Doppelschichten vorhanden sein, so daß die Protonen über 2 Potentialberge hinweg müssen. An der Elektrode finden folgende Rkk. statt:  $\text{H}^+ + e^- \rightarrow \text{H}$ ,  $\text{H} + \text{H} \rightarrow \text{H}_2$ ,  $\text{H}^+ + \text{M} + e^- \rightarrow \text{MH}$  (= Metallhydrid),  $\text{H}^+ + \text{MH} + e^- \rightarrow \text{M} + \text{H}_2$ ,  $\text{H} + \text{M} \rightarrow \text{MH}$ ,  $\text{H} + \text{MH} \rightarrow \text{M} + \text{H}_2$ ,  $\text{MH} + \text{MH} \rightarrow 2 \text{M} + \text{H}_2$ ,  $\text{H}$  (Metall)  $\rightarrow \text{H}$  (Lsg.),  $\text{H}$  (Metall)  $\rightarrow \text{H}$  (Gas),  $\text{H}_2$  (Metall)  $\rightarrow \text{H}_2$  (Lsg.) u.  $\text{H}_2$  (Metall)  $\rightarrow \text{H}_2$  (Gas). Auf dieser Basis wird eine neue Theorie der Wasserstoffüberspannung entwickelt; u. a. werden berechnet: Übergangskoeff. von ERDEY-GRUZ u. VOLMER (1930), Aktivierungsenergie u. Aktivierungsentropie des Entladungsvorganges, Existenz mehrerer TAFELScher Bereiche. Vf. betont, daß die abgeleiteten Beziehungen exakter sind als die nach den bisherigen Theorien erhaltenen. (J. chem. Physics 17. 1226—31. Dez. 1949. Eugene, Univ. of Oregon, Dep. of Chem.)

FUCHS. 143

H. Grayson-Smith und J. P. Stanley, *Ableitung des Frequenzspektrums von Kristallen aus Messungen der spezifischen Wärme*. Einer der Vff. hat eine gegenüber der von MONTROLL (C. 1946. I. 1674) einfachere Meth. zur Berechnung des Frequenzspektr. fester Körper aus den gemessenen Werten des Anteils der spezif. Wärme, der auf Gitterschwingungen zurückzuführen ist, entwickelt. Physikal. Bedeutung wird diese

Meth. aber erst haben, wenn genaue Messungen der spezif. Wärme, z. B. von Bi zwischen 2 u. 300° K auf die gleiche Weise an der gleichen Probe ermittelt, vorliegen, da sich das Frequenzspektr. sehr stark mit der spezif. Wärme ändert. (J. chem. Physics 18. 236. Febr. 1950. Alberta, Can., Univ., Dep. of Phys.) LINDBERG. 144

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

Ludwig Waldmann, *Zur Theorie des Lorentz'schen Gasmischs.* Vf. untersucht die Beziehungen zwischen Diffusionskoeff., Thermodiffusionsfaktor u. dem Wärmeleitkoeff. des Gemisches u. der reinen schwereren Komponente bei einem LORENTZ'schen Gasmisch mit beliebiger mol. Wechselwirkung. Zur Aufstellung 2 entsprechender Beziehungen ist es erforderlich, die Geschwindigkeitsverteilung der schweren Atome näherungsweise zu kennen. Vf. kann zeigen, daß sie die gleiche wie bei Abwesenheit der leichteren Komponente ist. (Z. Naturforsch. 5a. 322—27. Juni 1950. Mainz, Max-Planck-Inst. für Chem.) SPEER. 151

Ludwig Waldmann, *Eine stationäre Meßmethode für Diffusionskoeffizienten.* (Vgl. C. 1950. I. 1704.) Der Konzentrationsunterschied zweier laminarer u. paralleler Gasströme verschied. Zus., die ineinander diffundieren, klingt in Strömungsrichtung exponentiell ab. Das gleiche gilt für die Temperaturdifferenz, welche die Diffusion begleitet (stationärer Diffusionsthermoeffekt). Der Diffusionskoeff. ergibt sich aus deren Abklingrate. An Vers. mit der Diffusion Ar/N<sub>2</sub> wird die Meth. erprobt, während eine vom Vf. aufgestellte Beziehung zwischen gewöhnlicher u. Thermodiffusion innerhalb zunächst sehr weiter Fehlergrenzen an der Diffusion (10% H<sub>2</sub>, 90% N<sub>2</sub>)/N<sub>2</sub> bestätigt wird. (Z. Naturforsch. 5a. 327—30. Juni 1950. Mainz, Max-Planck-Inst. für Chem.) SPEER. 151

B. Weinstock, D. W. Osborne und B. M. Abraham, *Phasenbeziehungen in <sup>3</sup>He-<sup>4</sup>He-Lösungen.* Die Annahme von DE BOER (vgl. Physic. Rev. [2] 76. [1949.] 852), daß in einem <sup>3</sup>He-<sup>4</sup>He-Gemisch unterhalb des λ-Punktes 2 fl. Phasen existieren, der Dampfdruck gemäß der Phasenregel also unabhängig von der Konz. ist, wurde durch Messung des Dampfdruckes zweier Mischungen mit 20,3 bzw. 25,5% <sup>3</sup>He in <sup>4</sup>He im Temperaturbereich von 2,5—1,04° widerlegt. Daraus folgt, daß auch in <sup>3</sup>He-<sup>4</sup>He-Gemischen am λ-Punkt ein Phasenübergang 2. Art stattfindet, wie schon STOUT (C. 1950. II. 1913) angenommen hatte. (Physic. Rev. [2] 77. 400—01. 1/2. 1950. Chicago, Ill., Argonne Nat. Labor.) KIRSCHSTEIN. 151

Paul-A. Giguère, *Über die O-O-Bindungsenergie in Wasserstoffsperoxyd.* Krit. Überblick über die Arbeiten, die sich mit der Energie der O—O-Bindung befassen. Nach den neuesten Daten der „Tables of Selected Values of Chemical Thermodynamic Properties“ (herausgegeben vom NATIONAL BUREAU OF STANDARDS, Washington) ergeben sich für die Zersetzungswärme H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (g) = H<sub>2</sub>O (g) + ½ O<sub>2</sub> (g) — 25,97 kcal, für die Bildungswärme H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (g) = H<sub>2</sub> (g) + O<sub>2</sub> (g) 31,83 kcal u. für die Dissoziationswärme H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (g) = 2 OH (g) 51,95 kcal. Auf Grund dieser Werte würden sich nach dem Schema von PAULING (J. Amer. chem. Soc. 54. [1932.] 3570) für die O—O-Bindungsenergie im Wasserstoffsperoxyd 33,2 kcal ergeben. (Canad. J. Res., Sect. B 28. 17—20. Jan. 1950. Quebec, Laval Univ.) CORTE. 152

Ludovic Ouellet, Edouard Leger und Cyrias Ouellet, *Eine photoelektrische Untersuchung der kalten Ätherflamme.* Es wird eine Meth. beschrieben, nach der das Licht einer kalten Flamme als Funktion der Zeit gemessen wird. Die kalten Flammen einer Diäthyläther-Sauerstoff-Mischung wurden zwischen 180 u. 250°, 0—150 mm u. 5—95% Äther untersucht. Der pulsierende Blitz, der ca. 1 Sek. andauert, zeigt 2 u. manchmal mehr Maxima. Der Temperaturkoeff. konnte unter den vorliegenden Bedingungen vernachlässigt werden. Intensität u. integrale Emission wachsen mit der Konz. der Reaktionsteilnehmer an u. zeigen ein Maximum bei 50% Äther. Veränderungen im Druck u. der Zus. verursachen reguläre, aber beträchtliche Wechsel in den Formen der Oscillogramme. Die Licht- u. Druckimpulse folgen dicht aufeinander. Es wird angenommen, daß letztere vornehmlich therm. Ursprungs sind u. daß die Lichtintensitäten die augenblicklichen Reaktionsgeschwindigkeiten wiedergeben. Der Lichtblitz ist in größeren Gefäßen von längerer Dauer. In Ggw. der Reaktionsprodd. tritt er entweder nicht in Erscheinung oder emittiert die n. Lichtmenge. Abschließend wird eine vorläufige Analyse der quantitativen Ergebnisse gegeben. (J. chem. Physics 18. 383—90. März 1950. Quebec, Can., Laval Univ., Dep. de Chim.) E. JAHN. 157

R. Wallace Stewart und John Satterly, Textbook of Heat. 3rd. ed., rev. by H. N. V. Temperley. London: University Tutorial Press, Ltd., 1950. (IV + 420 S.) s. 9 d. 6.

A. G. Worthing und D. Halliday, Heat. New York: J. Wiley & Sons, Ing.; London: Chapman & Hall. (XII + 522 S.) s. 36.



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

**R. Haul**, *Molekularphysikalische Modellbetrachtungen zur Benetzung*. Die Betrachtungen werden an einem zweidimensionalen, aus kugelsymm. Moll. bestehenden Modell angestellt. Teils werden gleichgroße, teils verschied. große Moll. zugrunde gelegt, ferner wird gleich u. verschied. große Packungsdichte angenommen. Diskutiert werden: die zur Trennung der Fl. von 1 cm<sup>2</sup> der Festfläche aufzuwendende Adhäsionsenergie, Größe der freien Grenzflächenenergien fest/fl., fest/gasförmig u. fl./gasförmig, sowie Abhängigkeit des Randwinkels  $\vartheta$  von den räumlichen u. energet. Verhältnissen der Moleküle. Auf diese Weise lassen sich in folgenden Fällen qualitative Aussagen machen: Best. der Gleichgewichtstropfengestalt aus der Bindefestigkeit der Randmoll. u. aus dem Minimum der Grenzflächenenergiesumme; Zusammenhang zwischen  $\vartheta$  u. dem Verhältnis der zwischenmol. Adhäsions- u. Kohäsionskräfte; Benetzbarkeit verschied. Flächen eines Kristalls durch die eigene Schmelze (die dicht mit Moll. besetzten Flächen weisen — in Übereinstimmung mit experimentellen Daten — am ehesten unvollkommene Benetzbarkeit auf); Erniedrigung des F. durch Fremdstoffe; Bldg. von Flüssigkeitskeimen an festen Grenzflächen; YOUNG-DUPRÉ'sche Beziehung. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 54. 152—59. März 1950. Hamburg, Univ., Chem. Staatsinst.) FUCHS. 166

**D. J. Crisp**, *Die Stabilität der Strukturen an einer Flüssigkeitsoberfläche*. Ausgehend von geometr. Betrachtungen wird gezeigt, daß eine Lage paralleler, in gleichem Abstand angeordneter Haare von kreisförmigem Querschnitt einen Druckunterschied über eine Grenzfläche fl.-dampförmig aufrecht zu erhalten erlaubt. Dies erfolgt vermittels der Blasen, die sich bilden, wenn Kontaktwinkel  $>0$  zwischen der Fl. u. der Oberfläche der Haare auftreten. Eine theoret. Behandlung der auf ein solches Syst. wirkenden Kräfte zeigt, daß, wenn die Blasen in stabiler Lage sind, bevor der Mindestkrümmungsradius auf diese erreicht ist, einmal eine erhöhte vertikale Kraft in Richtung der angelegten Verschiebungskraft auf diese Haare wirkt u. sie weiter auseinanderschiebt; ferner tritt eine horizontale Verschiebung auf, die in verstärkender Weise auf die ursprüngliche Verschiebung wirkt. Die Größenordnung dieser Kräfte ist ähnlich denen infolge der anomalen Starrheit bei Strukturen der betrachteten Dimensionen. Diese Überlegungen zeigen die Bedeutung der Starrheit, wie sie für eine wasserdichte Struktur erforderlich ist u. weisen auf die Bedeutung der Haaranordnung bei in W. lebenden Insekten hin. Das Problem der Undurchlässigkeit gegen Regen u. der Wasserabweisung zeigt, daß die Anforderungen in beiden Fällen verschied. u. teilweise einander widersprechend sind. (Trans. Faraday Soc. 46. 228—35. März 1950. Briham, Devon.) HENTSCHEL. 166

**Terrell L. Hill**, *Statistische Mechanik der Adsorption*. 10. Mitt. *Thermodynamik der Adsorption an einem elastischen Adsorbens*. (9. vgl. C. 1950. II. 2166.) Unter Benutzung der in den vorangehenden Unterr. benutzten Berechnungsmeth. der statist. Mechanik werden Gleichungen abgeleitet, die sich bei der Auswertung experimenteller Angaben u. bei der Behandlung theoret. Modelle für die Adsorption eines einfachen Gases an einem (gedehnten) elast. Adsorbens als brauchbar erweisen. Dieses Problem zeigt große Ähnlichkeit mit der Thermodynamik der Adsorption eines gelösten Stoffes aus einer Lsg. an einem in die Lsg. eintauchenden adsorbierenden u. elast. Stoff (z. B. Myosinfaden). (J. chem. Physics 18. 791—96. Juni 1950. Bethesda, Naval Med. Res. Inst.) HENTSCHEL. 176

**T. N. Tschernikowa und Je. N. Gapon**, *Elektrolyten zwischen einer festen und flüssigen Phase*. 1. Mitt. *Die Adsorption von Silbersulfat durch Eisenhydroxyd*. Eisenhydroxyd (I) eines dialysierten Sols, das durch Hydrolyse von Eisenchlorid erhalten wurde, adsorbiert sowohl Ag- als auch SO<sub>4</sub>-Ionen. Die Adsorption der Ag-Ionen ist mit dem Ausfallen von AgCl verbunden. Die Adsorption von SO<sub>4</sub>-Ionen steht im Zusammenhang mit dem Austausch der Cl-Ionen der Micellen gegen die SO<sub>4</sub>-Ionen der Lösung. — I eines dialysierten Sols, das durch Hydrolyse von Eisennitrat erhalten wurde, bindet SO<sub>4</sub>-Ionen, nicht dagegen Ag-Ionen. Die Adsorption der SO<sub>4</sub>-Ionen beruht auf dem Austausch der Nitrationen der Micellen gegen die SO<sub>4</sub>-Ionen der Lösung. I eines dialysierten Sols, das durch Hydrolyse von Eisensulfat erhalten wurde, adsorbiert prakt. keine Ag-Ionen. Elektrodialysierte Gele von I adsorbierten prakt. weder die Ionen von Ag noch SO<sub>4</sub>-Ionen. Bei einer Gleichgewichtskonz. der Ag-Ionen von C<sub>Ag</sub> = 2 · 10<sup>-3</sup> g-Äquivalent/Liter beträgt die mol. Adsorption von Silbersulfat nicht mehr als 0,02 mg-Äquivalent Ag pro g Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. (Коллоидный Журнал [Colloid J.] 11. 120—26. März/April 1949. Moskau, Allunions-Gedroitz-Inst. für Düngemittel, landw. Bodenkunde u. Agrartechnik.) KORDES. 176

**I. Cornet**, *Ausdehnung des Montmorillonitgitters bei Wasseraufnahme*. Ermöglicht man montmorillonit. Tonen eine Hydratation durch Aufnahme von W. oder Wasserdampf, so quellen sie auf. Nimmt man nur eine eindimensionale Ausdehnung senkrecht zum Schicht-

gitter bei der Hydratation an, so kann mit Hilfe thermodynam. Analysen ein Schluß auf die zwischen den Schichtebenen waltenden Kräfte gezogen werden. Es zeigte sich, daß eine Gitterweitung vom trockenen Zustande bis zur Quellung auf ca. 3–4 kX beim Montmorillonit ungefähr konstante Kräfte zu überwinden hat; bei noch größerer Ausweitung verringern sich die Zwischengitterkräfte ungeradlinig. Die Meth. der thermodynam. Analyse gestattet also eine Best. derjenigen Kräfte, die die Moll. der Fl. ausüben. (J. chem. Physics 18, 623–26. Mai 1950. Berkeley, Calif., Univ. of California.) ZEDLITZ. 178

### A<sub>5</sub>. Strukturforschung.

**E. G. Steward**, *Ein  $\beta$ -Füllrohr für röntgenographische Einkristallaufnahmen bei erhöhten Temperaturen*. Beschreibung der Kamera. Das Prinzip beruht darauf, daß ein Kugel aus Ni-Blech um den Einkristall gleichzeitig als Heizelement sowie als Filter für die  $\beta$ -Strahlung von Cu dient. (J. sci. Instruments 26, 371–72. Nov. 1949. Wembley, Middlesex, General Electric Co., Res. Laborr.) GOTTFRIED. 181

**Orvil E. A. Bolduan und Richard S. Bear**, *Verwendung von kollimatisierenden Aperturen in Kleinwinkel-Röntgenbeugungskammern*. (J. appl. Physics 20, 983–92. Okt. 1949. Cambridge, Mass., Inst. of Technol., Dep. of Biol.) GOTTFRIED. 181

**M. E. Straumanis**, *Die Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten mit den Pulver- und Drehkristallmethoden und Anwendungen*. Ausführliche Beschreibung der vom Vf. u. LEVINS (Z. Physik 98, [1936.] 461) ausgearbeiteten Präzisionsmethode. Nachzutragen ist, daß die Kammer während der Aufnahmen in einem Thermostaten untergebracht ist. Die Meth. eignet sich neben der Präzisionsbest. von Gitterkonstanten zur quantitativen Best. von Ausdehnungskoeffizienten, zur Löslichkeitsbest. fester Phasen ineinander, zur Best. von Umwandlungspunkten u. zur Best. von Atom- u. Mol.-Gewichten. An Beispielen wird die Brauchbarkeit der Meth. nachgewiesen. Folgende Gitterkonstanten wurden bestimmt (25°): *Al* 4,04147 ± 0,00003 kX; *LiF* 4,01808 kX; *Pb* 4,94006 kX; *Sn* 5,81970 kX; *Bi* 4,53674 kX; *Mg* 3,20280 kX. Die AVOGADROSCHESCHE Zahl wurde zu 6,0594 ± 0,0011 bzw. 6,066 ± 0,015 festgelegt. Außerdem wurden die linearen Ausdehnungskoeffizienten von trigonalem *Se*, die Löslichkeitsgrenze von *WO<sub>3</sub>* in kub. *NaWO<sub>3</sub>* sowie einige Atom- u. Mol.-Gew. röntgenograph. bestimmt. (J. appl. Physics 20, 726–34. Aug. 1949. Rolla, Mo., Univ. of Missouri, School of Mines and Metallurgy.)

GOTTFRIED. 181

**N. F. Mott**, *Theorie des Kristallwachstums*. Diskutiert wird das Wachstum einer Kristallfläche aus der Dampfphase oder in Lsg., wobei der Grad der Übersättigung klein u. nahezu konstant über die Oberfläche ist. Die Dendritbildung wird nur kurz gestreift. Es wird eine Gleichung für die Wachstumsgeschwindigkeit  $WG = n \exp[-\pi a^2 \sigma^2 / (kT)^2] \ln \alpha$  abgeleitet, in der  $n$  die Anzahl der Moll. des Dampfes oder der gelösten Substanz, die in der Einheit der Zeit auf die Flächeneinheit auftreffen,  $a^2$  die Fläche auf der Oberfläche, die durch ein Atom besetzt wird,  $\sigma$  die Energie pro Längeneinheit der Stufen an den Grenzen des Randes u.  $\alpha$  den Grad der Übersättigung bedeuten, definiert durch  $\alpha = p/p_0$ , wo  $p$  den Druck des Dampfes u.  $p_0$  den Dampfdruck der festen Substanz darstellen. Diese Formel steht jedoch nicht in Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen. Eine Erklärung dieser Diskrepanz wurde von BURTON, CABRERA u. FRANK (vgl. C. 1950. I. 260) durch ihre Verschiebungstheorie gegeben, die ausführlich besprochen wird. (Nature [London] 165, 295–97. 25/2. 1950.)

GOTTFRIED. 190

**Louis Gold**, *Berechnung der Steifheitskoeffizienten von Beryllium aus Ultraschallmessungen in polykristallinen und Einkristallproben*. Mit Hilfe von Ultraschallstößen von  $10^{-6}$  Sek. Dauer u. einer Frequenz von 10 MHz (über die Meßmeth. vgl. HUNTINGTON, C. 1948. I. 872, u. PELLAM u. GALT, C. 1948. I. 1074) wurden von polykristallinem *Be* folgende Daten gemessen: Kompressionsgeschwindigkeit (longitudinale Welle)  $v_1 = 1,265 \cdot 10^6$  cm/Sek., Schergeschwindigkeit (transversale Wellen) 0,888  $\cdot 10^6$ , YOUNGSCHE Modul  $2,965 \cdot 10^{12}$  Dyn/cm<sup>2</sup>, Schermodul  $1,465 \cdot 10^{12}$  Dyn/cm<sup>2</sup>, Kompressibilität  $0,985 \cdot 10^{-12}$  cm<sup>2</sup>/Dyn, POISSONSCHE Verhältnis 0,0122, LAMESCHE KONSTANTE  $0,038 \cdot 10^{12}$  Dyn/cm<sup>2</sup>, charakterist. Frequenz des Kristallgitters  $2,96 \cdot 10^{13}$  Sek.<sup>-1</sup> (daraus charakterist. Temp. 1430° absol.); ferner für *Be*-Einkristalle  $v_1 = 1,31 \cdot 10^6$ . Aus diesen Daten wurden weiter auf Grund der hexagonalen Kristallstruktur von *Be* die Steifheitskoeffizienten (in Einheiten von  $10^{11}$  Dyn/cm<sup>2</sup>) berechnet zu:  $c_{11} = 30,8$ ,  $c_{33} = 35,7$ ,  $c_{44} = 11,0$ ,  $c_{12} = -5,8$  u.  $c_{13} = 0,87$ . Der Vgl. dieser  $c$ -Werte mit den entsprechenden für die ebenfalls hexagonalen Metalle *Mg*, *Zn* u. *Cd* (Literaturdaten) zeigt in allen Fällen übereinstimmende Größenordnungen. (Physic. Rev. [2] 77, 390–95. 1/2. 1950.) FUCHS. 200

## B. Anorganische Chemie.

**Ernst Jänecke**, *Über das Schmelz- und Erstarrungsbild des doppelt-ternären Systemes* ( $K_2 \cdot Na_2 \cdot Mg$ )( $Cl_2 \cdot SO_4$ ). Das untersuchte Syst. umfaßt die sechs Salze  $KCl$ ,  $NaCl$ ,  $MgCl_2$ ,  $K_2SO_4$ ,  $Na_2SO_4$ ,  $MgSO_4$  u. deren Gemische. Ein Gesamtzustandsbild des Syst. ist konstruierbar, da 4 der vorkommenden 5 Grenzsysteme konstant sind. Das fünfte, bisher nicht untersuchte Syst.  $K_2Na_2Mg(SO_4)_3$  ist mit ziemlicher Genauigkeit aus den drei, die bin. Sulfate umfassenden Salzgemischen konstruiert worden. Vf. gibt die folgenden Systeme mit Zustandsbild u. Diskussion der auftretenden Gemische, Eutektika usw.: a) ( $Na_2 \cdot K_2$ )( $Cl_2 \cdot SO_4$ ); b) ( $K_2 \cdot Mg$ )( $Cl_2 \cdot SO_4$ ), enthält das tetragene Doppelsalz  $K_2MgCl_2(SO_4)_2$  „Anhydrokainit“, das röntgenograph. vom Langbeinit  $K_2Mg_2(SO_4)_3$  nicht unterschieden werden kann. c) ( $Na_2 \cdot Mg$ )( $Cl_2 \cdot SO_4$ ); d) ( $K_2 \cdot Na_2 \cdot Mg$ ) $Cl_2$ ; das Chloridgrenzsystem wird mit Diagramm diskutiert (vgl. auch ABRAMOW, *Металлургия* [Metallurgie] 10. [1935.] 90). e) ( $K_2Na_2Mg$ ) $SO_4$ ; das Sulfatgrenzsystem ist noch nicht untersucht, doch gibt Vf. ein nach den bekannten bin. Grenzsystemen konstruiertes Zustandsbild. Das Gesamtsyst. ( $K_2 \cdot Na_2 \cdot Mg$ )( $Cl_2 \cdot SO_4$ ) ist durch ein reguläres Prisma wiederzugeben. Das Syst.  $K_2Cl_2 \cdot Na_2Cl_2 \cdot MgSO_4$  ergibt sich als Schnitt durch das Prisma u. wird bes. diskutiert. Ausführliche Diskussion der auftretenden Eutektika, Dreisalzpunkte, Dreisalzkurven u. Viersalzpunkte. (Z. anorg. Chem. 261. 213—25. März 1950. Heidelberg, Univ.) HALDER. 296

**Norbert G. Schmahl und Wolfgang Hennig**, *Über die Löslichkeit von Calciumcarbonat in tertiären Citraten*. Vf. untersuchten die auffallende Löslichkeit von  $CaCO_3$  in tert. Citraten unter Annahme eines komplexen sek.  $CaCit^-$ -Ions. Es wurden die Löslichkeiten von  $CaCO_3$  in tert. Ammoniumnitrat unter Ausschluß des  $CO_2$  der Luft bei Ca-Konz. von 0,005—0,02 mol. bestimmt. Im Filtrat wurde das gelöste Ca als Oxalat sowie der  $pH$ -Wert ermittelt. Für den Lösungsvorgang muß man die Gleichung  $CaCO_3 + Me_3Cit + H_2O = Me[CaCit] + MeHCO_3 + MeOH$  ( $Me = NH_4, K$  oder  $Na$ ) annehmen. Daher ist bes. auf bicarbonatfreies  $CaCO_3$  zu achten. Unter der Annahme des  $CaCit^-$ -Komplexions berechnen Vf. die Gesamtkonz. an gelöstem  $Ca^{++}$ -Ion mit Hilfe des Löslichkeitsprod. des  $CaCO_3$  sowie der Dissoziationskonstanten von  $HCO_3^-$  u.  $CaCit^-$ . Im untersuchten Konzentrationsbereich läßt sich statt  $\Sigma Ca = [Ca^{++}] + [CaCit]^-$   $\Sigma Ca \approx [CaCit]^-$  schreiben. Damit ergibt sich die Beziehung  $[Ca^{++}] = L_{CaCO_3} \cdot [Cit^{3-}] \cdot (1 + [H^+]/K_{HCO_3^-}) \cdot 1,00301/K_{CaCit^-}$ . Die an Hand dieser Formel berechneten  $[Ca^{++}]$ -Werte sind tabellar. den experimentell gefundenen  $Ca^{++}$ -Konz. gegenübergestellt. Beide zeigen hinreichende Übereinstimmung. Setzt man  $[Ca^{++}]$  für die Gesamtkonz. von Ca, so zeigen die berechneten Werte Abweichungen mindestens um den Faktor 20. (Z. anorg. Chem. 261. 135—41. März 1950. Marburg/Lahn, Univ., Forsch.-Inst. für Metallchem. u. Pharmakolog. Inst.) HALDER. 297

**L. M. Foster**, *Die angebliche Komplexität von festem Aluminiumchlorid*. Die Beobachtungen von SMITS u. MEIJENING (Z. physik. Chem., Abt. B 41. [1938.] 98) über das scheinbar anomale Verdampfen u. Schmelzen von  $AlCl_3$  wurden qualitativ bestätigt, jedoch kann deren Komplexitätstheorie die Ergebnisse nicht befriedigend erklären. Vf. nimmt an, daß die Verdunstung von  $AlCl_3$  sehr langsam verläuft, ein therm. Gleichgewicht im festen Zustand existiert wahrscheinlich nicht. Es konnten weder Anzeichen für die Existenz mehrerer  $AlCl_3$ -Komponenten erhalten werden, noch wurde eine Trennung in 2 Pseudophasen wahrgenommen. (J. Amer. chem. Soc. 72. 1902—05. Mai 1950. New Kensington, Pa., Al-Res. Labor.) EVA JAHN. 302

**W. Hieber und E. Böckly**, *Über Metallcarbonyle*. 48. Mitt. *Neue Substitutionsreaktionen an Nickel- und Kobaltcarbonylen: Metallisonitrile*. (47. vgl. C. 1950. II. 2533.) Es wird über Veress. an  $Ni(CO)_4$  (I) u.  $[Co(CO)_4]_2$  (II) berichtet, die CO-Gruppe der Carbonyle durch Isonitrile zu ersetzen. Läßt man Methylisonitril (III) im Hochvakuum bei tiefen Temp. auf eine gefrorene äther. Lsg. von I kondensieren, so bildet sich beim Auftauen *Nickelmonocarbonyltrimethylisonitril* ( $CCNi(CN \cdot CH_3)_3$ ) (IV) in blaßgelben Kristallen, die chem. sehr beständig sind u. erst oberhalb  $110^\circ$  sich therm. zersetzen. Bei der Rk. von Phenylisonitril (V) mit I werden alle 4 CO-Gruppen ersetzt unter Bldg. gelber Nadeln aus *Nickeltetraphenylisonitril*,  $Ni(CN(C_6H_5))_4$ , das chem. noch beständiger als IV ist. Therm. Zers. bei Temp.  $>105^\circ$ . Die Rkk. mit II ergeben nur gemischte Typen. Die Substitution von CO in II durch III führt zu braungelben Prismen des analog wie II dimeren *Kobaltmonocarbonyltrimethylisonitrils*,  $[(OC)Co(CN \cdot CH_3)_3]_2$ , die gegenüber chem. Angriffen etwas empfindlicher als IV sind. Durch V werden nur 2,5 Mol CO in II ersetzt unter Bldg. von gelbbraunen Rhomboedern der Verb. *Dikobalttricarboxylpentaphenylisonitril*,  $(OC)_2Co_2(CN \cdot C_6H_5)_5$ , die wieder relativ beständig sind u. sich beim Erhitzen oberhalb  $80^\circ$  zersetzen. Die gleiche Verb. entsteht auch bei der Rk. von Kobaltcarbonylquecksilber,  $[Co(CO)_4]_2Hg$  mit V. Durch analyt. Best. der CO-Gruppen mit Pyridin-J<sub>2</sub>-Lsg., von Ni bzw. Co, C, H u. N werden die Formeln bestätigt. (Z. anorg. Chem. 262. 344—52. Juni 1950. München, TH, Anorgan.-chem. Labor.) WEITBRECHT. 347

## C. Mineralogische und geologische Chemie.

**Massimo Fenoglio**, *Geochemische Beobachtungen über die Anwesenheit von Nickel in den peridotitischen Serpentin der piemontesischen Alpen*. Die Peridotite u. Serpentine des Gebietes Monte Viso-Monte Rosa wurden auf ihren Mineralgeh. u. dieser auf die Ggw. von Ni geprüft. Die gleichen Radien von Mg u. Ni, aber auch der annähernd gleich große des  $\text{Fe}^{2+}$  ergaben denn auch einen weitgehenden Ersatz dieser Elemente in den untersuchten Mineralien. Die Prüfungen erstreckten sich vor allem auf *Olivin, Pyroxen, Picoit, Hornblende, Glimmer, Pyrit, Magnetit, Pentlandit* u. andere. Die unterschiedliche Verteilung dieser Minerale auf die Peridotite u. Serpentine wird besprochen, es folgen Zahlenangaben u. Rückschlüsse auf die Genese. (Atti Accad. naz. Lincei, Rend., Cl. Sci. fisiche, mat. natur. [8] 8. 282—85. April 1950. Turin, Univ., Mineral. petr. Inst.) ZEDLITZ. 378

**Marc Barbaron**, *Optische Konstanten des Calcits bei tiefer Temperatur*. Gemessen wurden die Brechungsindizes  $N_o$  u.  $N_e$  des Calcits in dem Temperaturbereich von 0—200° für die grüne Linie 5460 Å. Für  $N_o$  wurden bei -200, -150, -100, -50 u. 0° 1,66167, 1,66180, 1,66187<sub>5</sub>, 1,66190, 1,66192<sub>3</sub> erhalten. Für  $N_e$  bei den gleichen Temp. 1,48596, 1,48646, 1,48700, 1,48758, 1,48818. Die daraus berechneten Doppelbrechungen betragen 0,17571, 0,17534, 0,17487<sub>5</sub>, 0,17432 u. 0,17374<sub>5</sub>. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 229. 875—76. 2/11. 1949.) GOTTFRIED. 380

**G. O. Wild und H. Biegel**, *Untersuchung von Diopsid*. Spektroskop. untersucht wurde ein grünlichgelber Diopsid, wahrscheinlich aus den italien. Alpen. Für die grüne Farbe ist Cr, für den schwach gelblichen Farbton V verantwortlich. (Gemmologist 18. 263. 267. Nov. 1949.) GOTTFRIED. 380

**P. Kokkoros**, *Ktenasit, ein Zink-Kupfer-Sulfat aus Lavrion (Griechenland)*. Es wird ein neues Mineral von der Erzgrube Kamareza in Lavrion (Attika) beschrieben. Es sind blaugrüne, tafelförmige Kristalle, bis 1 mm groß. Sie bilden radialgruppierte Aggregate auf Smithsonit. Sie sind tafelig nach (0 0 1) u. nach [0 1 0] manchmal [1 1 0] gestreckt. Monoklin, Gitterkonstanten  $a = 11,16$ ,  $b = 6,11$ ,  $c = 23,74$  Å,  $\beta = 84^{\circ}25'$ ,  $C_{2h}$ , D. 2,969. Die Röntgendiagramme sind von denen des morpholog. ähnlichen *Serpierit* verschieden. Optik:  $2V = 51^{\circ}$ ,  $n_{\gamma} = 1,623$ ,  $n_{\beta} = 1,613$ ,  $n_{\alpha} = 1,571$  (berechnet), Härte 2—2,5. Auf Grund einer Mikroanalyse wird die Formel  $3(\text{Cu}, \text{Zn})\text{O} \cdot \text{SO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  angenommen, die allerdings ein  $D_{\text{röntg}}$  3,18 ergeben würde u. daher als fraglich bezeichnet wird. Als Name wird *Ktenasit* vorgeschlagen. (Tschermaks mineralog. petrogr. Mitt. [3] 1. 342—46. 1950. Thessaloniki, Griechenland, Univ., Mineralog. Inst.) HILLER. 380

**A. I. Perelman**, *Palygorskit in fossilen und relikten Wüstensalzböden Mittelasiens*. In fossilen Solonchaltböden wurde ein Mineral gefunden, welches der Gruppe Palygorskit zuzuweisen ist. Dieses Mineral ist wahrscheinlich aus Tonmineralien der Montmorillonitgruppe entstanden. Die Erforschung der fossilen Böden hat für die Mineralogie der Böden deshalb Bedeutung, weil unter den konstanten Bedingungen dieser Böden eine langsame Kristallisation der hochdispersen Mineralien erfolgt, die eine bessere Identifikation dieser Mineralien ermöglicht als die Bldg. koll. Mineralien im Laufe der gegenwärtigen Verwitterung. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 71. 541 bis 543. 21/3. 1950.) JACOB. 380

**A. Hedlik**, *Zur Kenntnis von Pandermit und Colemanit*. Da *Pandermit* u. *Colemanit* in der Literatur teils als ident., teils als verschied. Minerale bezeichnet werden, wurden von *Colemanit* aus San Bernardino (Californien) u. *Pandermit* aus Azizichi (Kleinasien) Pulveraufnahmen gemacht. Diese zeigen mit Sicherheit, daß es sich um zwei verschied. Mineralarten handelt. (Tschermaks mineralog. petrogr. Mitt. [3] 1. 419—21. 1950. Wien, Univ., Mineralog. Inst.) HILLER. 380

**Herbert Harold Read**, *Betrachtungen über die Zeit im Plutonismus*. Zusammenfassender Vortrag. (Quart. J. geol. Soc. London 105. 101—56. 19/11. 1949.) GOTTFRIED. 382

**Ivar Hessland**, *Kalkhaltige Frischwassersedimente vom nördlichen Bohuslän*. Geol.-paläontolog. Untersuchung. (Ark. Mineralog. Geol. 1. 103—67. 1950. Upsala, Univ., Inst. of Paleontology.) GOTTFRIED. 393

**W. W. Epstein und L. W. Anferowa**, *Jahrescyclen bei Veränderungen der Schlammmineralisation des Karatschi-Sees*. Die gegenseitigen Umwandlungen der Mineralsalze ineinander in Form von jahrescycl. Veränderungen wurden von Vff. im Verlaufe von 12 Jahren beobachtet. Die Hauptkomponenten des Schlammes sind die Ionen Na, Mg, Cl,  $\text{SO}_4$ , die Mengen an Ca, K, Br u.  $\text{CO}_3$  sind demgegenüber unbedeutend. Nach seiner chem. Zus. ist der Schlamm zur I. Klasse nach KURNAKOW zu zählen. Die Cyclen werden durch Difusion, Seespiegelschwankungen, Frosteintritt merklich beeinflußt. Es wurde speziell

die im Winter erfolgende Abscheidung von *Mirabilit* beobachtet. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 72. 65—68. 1/5. 1950). v. WILPERT. 395

Elisabeth Jérémine und Maurice LeJubre, *Über einen am 26. Februar 1947 bei Seldoubourak im Hoggar (Zentralsahara) gefallenen Meteoriten*. Die mkr. Unters. ergab als Hauptbestandteil *Olivin*, daneben in geringeren Mengen kleine *Feldspat*leichen, *Bronzit*, *Klinobronzit*, *Glas* u. sehr selten *Klinohypersthen*. Unters. im Auflicht ergab das Vorhandensein von *Troilit*, das zuweilen *Pyrrhotin* u. *Magnetit* einschließt. Die chem. Analyse dieses Chondriten lieferte die folgenden Werte in %: SiO<sub>2</sub> 35,30, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1,35, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 3,20, FeO 11,10, MnO 0,23, MgO 24,15, CaO 1,80, Na<sub>2</sub>O 0,65, K<sub>2</sub>O 0,28, TiO<sub>2</sub> 0,13, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0,25, H<sub>2</sub>O<sup>+</sup> 0,03, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,23, Fe 18,20, Ni 1,48, Co 0,15, S 1,68; D. 3.692. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 229. 425—27. 8/8. 1949.) GOTTFRIED. 396

## D. Organische Chemie.

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

Orville Thomas, *Die Struktur der Carboxylgruppe*. Die nach den verschied. Methoden bestimmten Werte für  $r_1$  (Länge der Doppelbindung C=O) u. für  $\alpha$  (Winkel zwischen  $r_1$  u.  $r_2$ ) stimmen zwar gut überein, jedoch liegen für die Länge der Einfachbindung  $r_2$  stark voneinander abweichende Werte vor. Auf Grund von Betrachtungen über die Kräfte u. die Schwingungen innerhalb der COOH-Gruppe u. zwischen dem C- u. dem H-Atom in der *Ameisensäure* kommt Vf. zu einem Mittelwert für  $r_1$  von  $1,27 \pm 0,01$  Å, für  $r_2$   $1,34 \pm 0,01$  Å u. für  $\alpha$   $126 \pm 1^\circ$ . (J. chem. Physics 18. 761. Mai 1950. Aberystwyth, Wales, Univ. Coll., Edward Davies Chem. Laborr.) KIRSCHSTEIN. \*15

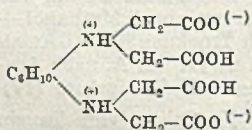
G. Schwarzenbach, H. Ackermann und P. Ruckstuhl, *Komplexe*. 15. Mitt. *Neue Derivate der Iminodiessigsäure und ihre Erdalkalikomplexe. Beziehungen zwischen Acidität und Komplexbildung*. (14. vgl. C. 1950. I. 1205.) Folgende Deriv. der Iminodiessigsäure wurden auf ihr Komplexbildungsvermögen gegenüber Erdalkalitionen u. dessen Zusammenhang mit Acidität u. Struktur untersucht: *Methyliminodiessigsäure* (I, Anion-, Im<sup>-</sup>), *Nitritotriessigsäure* (II),  $\beta$ -*Alanin-N-diessigsäure* (III), *Taurin-N-diessigsäure* (IV), *Aminoethylphosphonsäure-N-diessigsäure* (V) u.  $\beta$ -*Aminoäthylphosphonsäure-N-diessigsäure* (VI), von denen I u. II schon früher (vgl. 1. u. 2. Mitt. C. 1946. I. 911 u. 912) beschrieben wurden. Die aus den Titrationskurven ermittelten scheinbaren Ionisationskonstanten ( $pK$ -Messungen mit Wasserstoffelektrode in HARNED-Kette ohne fl. Phasengrenze, 0,1nKCl als Lösungsm.) ermöglichen Schlüsse auf die Struktur u. auf acidifizierende Wrkg. einzelner Gruppen: Die  $pK$ -Werte der Carboxylgruppen ( $pK_1$  zwischen 1,8 u. 2,1,  $pK_2$  zwischen 2,3 u. 2,5, nur III höher) lassen sich mit einer Betainformel erklären, doch macht die geringe Differenz der Werte  $pK_2 - pK_1$  die Annahme nötig, daß sich das Tautomeriegleichgewicht zwischen Aminosäure- u. Betainform im Verlauf der Ionisation des 1. oder des 2. Protons verschiebt. Die Acidität der Phosphonatgruppe  $-PO_3H^-$  ist hoch ( $-\overset{+}{N}H \cdot (CH_2COO)_2$  wirkt acidifizierend), Sulfonat wirkt auf das Ammoniumproton acidifizierend, Phosphonat hat entgegengesetzte Wirkung. — Die Komplexbildungskonstanten wurden aus den Titrationskurven der 6 Säuren in Ggw. von überschüssigem Erdalkalisalz, MCl<sub>2</sub>, ermittelt. Die Komplexbldg. führt zu Partikeln der Zus.  $[M(Im)]$  usw., nur bei den Phosphonsäuren entstehen zunächst bei der Ionisation des 3. Protons Hydrogenkomplexe  $[MH(Pim)]^-$ , erst bei Austritt des 4. Protons die n. Komplexe  $[M(Pim)]^{2-}$ . Die Hydrogenkomplexe haben, wie aus den Komplexbildungs- u. Aciditätskonstanten geschlossen wird, das Proton an der Iminodiacetatgruppe u. das Metall an der Phosphonatgruppe. Durch Einführung der Gruppen  $-COO^-$ ,  $-SO_3^-$  u.  $-PO_3^{2-}$  werden im Vgl. zur Substanz I die Komplexe stabilisiert, u. zwar bes., wenn die Substituenten in  $\alpha$ -Stellung eintreten; der Effekt ist bei  $COO^-$  viel größer als bei  $-SO_3^-$  u. bei  $-PO_3^{2-} > -COO^-$ . Bei den in  $\beta$ -Stellung substituierten Säuren besteht eine einfache lineare Beziehung zwischen der Haftfestigkeit eines Ammoniumprotons u. derjenigen eines Metallions; die Basizität des N-Atoms wirkt sich auf die Komplexbldg. der verschied. Metalle verschied. aus.

Versuche:  $\beta$ -*Alanin-N-diessigsäure* (III), C<sub>7</sub>H<sub>11</sub>O<sub>6</sub>N, aus dem Na-Salz von  $\beta$ -Alanin durch Kondensieren mit 2 Mol Na-Chloracetat unter langsamem Zusatz von 2 Mol NaOH bei  $p_H$  nicht über 10—11, Eindampfen u. Verestern mit absol. Methanol + HCl, Behandeln mit Ag-Oxyd, Dest. des freien Aminoesters nach Trocknen mit Al-Amalgam, Verseifen mit Ba(OH)<sub>2</sub>, Fälln. des Ba mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. der Säure III mit A. nach Auszentrifugieren der Lsg., Kristalle aus verd. C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH. — *Taurin-N-diessigsäure* (IV),  $\overset{+}{N}H_2-CH_2-CH_2-\overset{+}{N}H(CH_2COOH)_2$ , durch Kondensation des Na-Salzes von Taurin mit Chloracetat entsprechend III u. Reinigen von IV über das Ag-Salz, aus verd. A. feine Nadelchen. —  $\beta$ -*Aminoäthylphosphonsäure-N-diessigsäure* (VI), HO<sub>3</sub>P-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-

$\text{NH}(\text{CH}_2\text{COOH})_2$ , aus der nach FINKELSTEIN (C. 1948, I. 212) aus  $\beta$ -Brompropionsäure-ester über Carbäthoxyäthylphosphonsäure gewonnenen  $\beta$ -Aminoäthylphosphonsäure durch Kondensation mit Chloracetat, Zusatz von Pb-Acetat nach Neutralisieren u. Zerlegen des Blei-Nd. mit  $\text{H}_2\text{S}$ , aus W. Kristalle. — *Chlormethylphosphonsäuredichlorid*,  $\text{Cl}-\text{CH}_2-\text{POCl}_2$ , aus Polyoxymethylen u.  $\text{PCl}_3$  im Bombenrohr (Vorsichtsmaßnahmen im Original) erst bei 100°, dann 20 Stdn. bei 200°; nach Abdest. des  $\text{PCl}_3$  2malige Dest. im Vakuum, Kp.<sub>10</sub> 83–86°. — *Chlormethylphosphonsäure* (VIII),  $\text{Cl}-\text{CH}_2-\text{PO}_3\text{H}_2$ , aus vorst. Verb. durch Hydrolyse auf Eis, Eindampfen u. Trocknen im Vakuum, schöne Kristalle. — *Aminomethylphosphonsäure-N-diessigsäure* (V),  $\text{H}_2\text{O}_3\text{P}-\text{CH}_2-\text{NH}(\text{CH}_2\text{COOH})_2$ , aus den Di-Na-Salzen von VIII u. Iminodiessigsäure auf dem Wasserbad bei allmählichem Eintragen von 1 Mol NaOH in sehr großen Abständen; nach 8 Tagen wird das Reaktionsgemisch neutralisiert, mit Pb-Nitrat gefällt, Nd. mit  $\text{H}_2\text{S}$  zerlegt, Kristalle aus  $\text{H}_2\text{O}$ . — *N-Methylaminomethylphosphonsäure-N-diessigsäurebetain* (VII),  $\text{H}_2\text{O}_3\text{P}-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})_2$ , aus vorst. Verb. mit Dimethylsulfat + KOH, Fälln. mit Pb-Nitrat (nach Neutralisieren) u. Zerlegen des Nd. mit  $\text{H}_2\text{S}$ ; durch Zusatz von A. wird ein Öl gefällt, das beim Stehen auf dem Wasserbad kristallisiert. — Die Verbb. IV–VIII werden durch Neutralisationskurven charakterisiert. (Helv. chim. Acta 32. 1175–86. 15/6. 1949. Zürich, Univ., Chem. Inst.) V. DECHEND. \*17

H. Ackermann und G. Schwarzenbach, *Komplexone*. 16. Mitt. *Die Bestimmung der Bildungskonstanten besonders stabiler Komplexe der Iminodiessigsäurederivate*. (15. vgl. vorst. Ref.) Zur Best. der Bildungskonstanten sehr stabiler Chelatkomplexe, die nach der bei weniger stabilen Komplexen angewandten Meth. (durch Best. des Gleichgewichts einer Austausch-Rk. zwischen Metallion u. H-Ion mittels  $p_{\text{H}}$ -Messung) wegen ungünstiger Gleichgewichtslage nicht möglich ist, wird der Austausch des Metalls von Chelatkomplex mit einem Hilfskomplex herangezogen, dessen Gleichgewichtskonstante aus einer Neutralisationskurve ermittelt werden kann; aus dieser kann die Bildungskonstante berechnet werden. Als Hilfskomplex wird ein Chelatkomplex gewählt, dessen bas. Partner mehrere Ligandgruppen trägt; als geeignet zum Komplexpartner wird das *Triaminotriäthylamin* („tren“)  $\text{N} = (\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2)_3$  gefunden. Die Neutralisationskurve der dreiprotonigen *Kationsäure*  $[\text{H}_3 \text{tren}]^{3+}$  ist wiedergegeben; aus ihr werden die scheinbaren Ionisationskonstanten von  $\text{H}_3 \text{tren}^{3+}$ ,  $\text{H}_2 \text{tren}^{2+}$  u.  $\text{H} \text{tren}^+$  berechnet. Aus den Neutralisationskurven von  $\text{H}_3 \text{tren}^{3+}$  in Ggw. äquimol. Mengen von  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  u.  $\text{Cu}^{2+}$  werden die Bildungskonstanten der *Schwermetallkomplexe*  $\text{M}(\text{tren})^{2+}$  dieser Metalle berechnet. — In einem Gemisch von Chelatkomplex (z. B. Nitrilotriacetatkomplex) u.  $\text{H}_3 \text{tren}^{3+}$  erfolgt bei Zusatz von  $\text{OH}^-$  Austausch des Metalls zum tren gemäß  $\text{H}_3 \text{tren}^{3+} + \text{MX}^- \rightleftharpoons \text{M}(\text{tren})^{2+} + \text{HX}^- + 2\text{H}^+$ . Aus der Neutralisationskurve dieses Vorganges wird seine Gleichgewichtskonstante u. aus ihr die Bildungskonstante des Schwermetallkomplexes berechnet. So werden die Bildungskonstanten der Zn-Komplexe von *Nitrilotriessigsäure* ( $\log KZ_n X = 10,49$ ),  $\beta$ -*Alanindiessigsäure* (10,07), *Taurindiessigsäure* (7,05) u.  $\beta$ -*Aminoäthylphosphonsäurediessigsäure* (11,24) erhalten (0,1n KCl als Lösungsm.). Bei *Äthylendiamintetraessigsäure* (Anion =  $\text{Y}^{4-}$ ) kann man selbst in alkal. Lsg. den Komplex  $\text{MY}^{2-}$  nicht mit tren umsetzen; hier gibt man zum Gemisch von  $\text{MY}^{2-}$  u.  $\text{H}_3 \text{tren}^{3+}$  noch ein zweites Metallion  $\text{M}'$  hinzu (bes. geeignet Erdalkalium), das mit tren keinen Komplex bildet; dann erfolgt Austausch gemäß  $\text{H}_3 \text{tren}^{3+} + \text{MY}^{2-} + \text{M}'^{2+} \rightleftharpoons \text{M}(\text{tren})^{2+} + \text{M}'\text{Y}^{2-} + 3\text{H}^+$  u. die Gleichgewichtskonstante dieser Rk. u. aus ihr die Bildungskonstante der Äthylendiamintetraacetatkomplexe  $\text{MY}^{2-}$  können berechnet werden (Werte für  $\text{ZnY}^{2-}$ ,  $\text{FeY}^{2-}$  u.  $\text{CuY}^{2-}$ ). Bzgl. Einzelheiten der Berechnungen muß auf das Original verwiesen werden. (Helv. chim. Acta 32. 1543–54. 1/8. 1949. Zürich, Univ., Chem. Inst.) V. DECHEND. \*17

G. Schwarzenbach und H. Ackermann, *Komplexone*. 17. Mitt. *Die Diaminocyclohexan-N,N'-tetraessigsäuren als Komplexbildner für Erdalkalien*. (16. vgl. vorst. Ref.) Die durch Kondensation von 1,2-Diaminocyclohexan mit Chloressigsäure (durch die I. R. GEIGY AKT.-GES.) dargestellte *1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure* (I), die sich durch die Fähigkeit zum Herauslösen von Kalkseife aus Textilien auszeichnet, sowie die entsprechenden 1,3- (II) u. 1,4-Verbb. (III) werden auf ihr Komplexbildungsvermögen untersucht. Die Verbb. verhalten sich einheitlich, I hat wahrscheinlich cis-Struktur, die 1,2- u. 1,4-Verbb. sind in W. sehr schwer lösl., II ist gut lösl., I u. II werden nach Umkristallisieren aus W. u. Trocknen im Vakuum bei 100° wasserfrei, III wird mit 1 Mol  $\text{H}_2\text{O}$  erhalten. Es werden in 0,1n KCl als Lösungsm. mit der H-Elektrode in Verb. mit einer HARNED-Kette die



4 Aciditätskonstanten  $K_1, K_2, K_3, K_4$  der 3 Säuren bestimmt, ferner die scheinbaren Ionisationskonstanten in Ggw. von überschüssigem Erdalkalium, wobei für die beiden letzten Konstanten neue Werte ( $K_3'$  u.  $K_4'$ ) erhalten werden. Aus den Neutralisationskurven der 3 Tetraessigsäuren in Ggw. einer äquimol. Menge Erdalkalichlorid wird die Aciditätskonstante  $K_{ac-K_2}$  der Hydrogenkomplexe  $MHY^-$  u. aus diesen u.  $K_3, K_4, K_3'$  u.  $K_4'$  die Bildungskonstante der Komplexe  $MHY^-, MY^{-2}$  u.  $M_2Y$  ( $M = Mg$  oder  $Ca$ ) berechnet. — Die Aciditätskonstanten sind bei den cycl. Diamintetraessigsäuren ähnlich wie bei den offenkettigen Verbindungen. Nur die Werte für  $p_{K_2}$  u.  $p_{K_4}$  sind bei I groß, woraus geschlossen wird, daß sich die Carboxylgruppen gegenseitig nahestehen u. daß das 4. Proton im Ion  $HY^{-3}$  in Form einer H-Brückenbindung zwischen den N-Atomen gebunden ist. Die Hydrogenkomplexe  $CaHY^-$  entsprechen in ihrer Stabilität den einfachen Iminodiacetatkomplexen; abweichend von diesen sind sie bei II u. III weniger sauer als  $H_2Y^{-2}$ . Der n. Komplex  $CaY^{-2}$  ist bei I auffallend stabil; seine Bildungskonstante ist  $10^{12,5}$  gegenüber  $10^{10,5}$  bei der Äthylendiamintetraessigsäure. Dagegen sind die Komplexe  $MY^{-2}$  von II u. III wesentlich instabiler ( $K_{K_2}$  für II um 8 Zehnerpotenzen kleiner als für I), während bei den offenkettigen Tetraessigsäuren die Stabilitätsabnahme bei den entsprechenden Verbb. wesentlich kleiner ist. Die cycl. Verb. II vermag noch ein 2. Metallion aufzunehmen unter Bldg. eines bimetal. Komplexes  $M_2Y$ . (Helv. chim. Acta 32. 1682—89. 1/8. 1949.)

V. DECHEND. \*17

M. I. Schachparonow, *Löslichkeit von d-Campher in organischen Lösungsmitteln*. Es wurde die Löslichkeit von *d-Campher* in 6 organ. Lösungsmitteln (Toluol,  $CCl_4$ , Essigsäure, Methylalkohol, Glykol u. 96,5%ig. Ameisensäure) nach dem visuell-polytherm. Verf. von BERGMANN im Temperaturgebiet von ca.  $-25^\circ$  bis  $+50^\circ$  bestimmt. Eine hierbei angenehme Beziehung zwischen der Löslichkeit u. der DE. des Lösungsm. festzustellen, gelang nicht, jedoch gaben die Kurven Hinweise auf Entstehung der Verbb.: *Campher*· $2C_6H_5CH_3$  u. *Campher*· $2CCl_4$ . Die Ergebnisse sind in Diagrammen u. einer Tabelle zusammengestellt. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 20. (82.) 300 bis 303. Febr. 1950.)

V. WILPERT. \*21

B. A. Raschkowan und W. M. Lebedewa, *Einfluß von Zusätzen organischer Verbindungen auf die Geschwindigkeit des Seifenbildungsprozesses*. 1. Mitt. *Einfluß von Zusätzen aromatischer Oxyverbindungen auf die Verseifungsgeschwindigkeit von Baumwollöl durch Ätzkali (Wirkung von Phenol)*. 100—200 g Baumwollöl wurden in Ggw. von Phenol bei bestimmter Temp. ( $40-80^\circ$ ) mit vorgewärmter 51%ig. KOH-Lsg. unter Umrühren versetzt u. in verschied. Zeitabständen davon Proben entnommen, die mit 20%ig. HCl versetzt wurden. Der %-Geh. an verseiftem Öl wurde durch Titration der freien Fettsäuren bestimmt. Es zeigt sich, daß das Phenol die Emulsionsverseifung beschleunigt, bes. bei steigender Konz. (0,06—1,00 g). Bei Temperatursteigerung (von  $40$  auf  $80^\circ$ ) wurde eine Verlangsamung (von 15 Min. auf mehrere Stdn.) beobachtet: die Stabilität der Emulsion nimmt ab, die Viscosität wird herabgesetzt, so daß eine Verlangsamung der Emulsionsverseifung eintritt. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 20. (82.) 253—57. Febr. 1950.)

V. WILPERT. \*28

B. A. Raschkowan und W. M. Lebedewa, *Einfluß von Zusätzen organischer Verbindungen auf die Geschwindigkeit des Seifenbildungsprozesses*. 2. Mitt. *Katalytische Wirkung von aromatischen Oxyverbindungen auf die Geschwindigkeit des Seifenbildungsprozesses*. (1. vgl. vorst. Ref.) Naphthol hat als Zusatz eine stärkere katalyt. Wrkg. als Phenol: das Stadium der Emulsionsverseifung von Baumwollöl wird beschleunigt, jenes der verzögerten Verseifung fällt aus. Hydrochinon u. Pyrogallol verzögern die Emulsionsverseifung. Pyrogallol wirkt anomal durch seine Oxydationsprodukte. Im selben Sinne, ja sogar noch etwas ausgesprochener wirken auch Resorcin u. Brenzcatechin (Verzögerung der Verseifung). Mit dem Anwachsen der Anzahl der Oxygruppen im Mol. der organ. Verb. sinkt demnach ihre katalyt. Wrkg., oder bei Zunahme des Gewichtsverhältnisses KW-stoffradikal: Oxygruppen steigt die katalyt. Wrkg., sie steigt auch mit steigender Oberflächenaktivität der untersuchten Stoffe an der Phasengrenze Alkalilsg./Öl: Naphthol 0,25, Phenol 0,03, Hydrochinon 34,89, Resorcin 31,2 Dyn/cm Grenzflächenspannung. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 20. (82.) 258—60. Febr. 1950.)

V. WILPERT. \*28

B. A. Raschkowan und W. M. Lebedewa, *Einfluß von Zusätzen organischer Verbindungen auf die Geschwindigkeit des Seifenbildungsprozesses*. 3. Mitt. *Katalytische Wirkung von Alkoholen und Aldehyden der Fettreihe auf die Geschwindigkeit des Seifenbildungsprozesses*. (2. vgl. vorst. Ref.) Zusätze von Äthyl-, Butyl-, Isoamylalkohol beschleunigen die Emulsionsverseifung von Baumwollöl scharf, wobei die katalyt. Wrkg. dieser Alkohole mit steigender Oberflächenaktivität (im Verhältnis zur Phasengrenze KOH/Öl) gleichfalls ansteigt; die entsprechenden Werte sind 22,62—8,27—4,96 Dyn/cm für 0,5%ig. A. u. äquimol. Butyl- u. Isoamylalkoholmengen. Bei höheren Homologen verläuft die Emul-

sionsverseifung rascher. Das Stadium der verlangsamten Verseifung verschwindet bei höherem A.-Geh. (0,4% A.-Zusatz verkürzte dieses Stadium von 2,5 auf 1 Stde., bei 1% A. fiel das Stadium aus). Temperatursteigerung beschleunigt zwar die „beschleunigte Verseifung“, für die Emulsionsverseifung jedoch liegt die optimale Temp. bei 60° (sie erfährt bei 100° wieder eine Verzögerung). Im Stadium der „Vorverseifung“ liegen dieselben Verhältnisse vor wie für die beschleunigte Verseifung, sie sind jedoch weit schwächer ausgeprägt. — Zusätze von *Acet-* u. *Formaldehyd* bei der Verseifungs-Rk. wirkten katalyt. noch viel ausgeprägter beschleunigend als die Alkohole. Am stärksten war das bei 1,4 g Acetaldehyd als Zusatz zu 100 g Öl bei 40° zu beobachten. Die Aldehyde sind daher vorzügliche Katalysatoren bei der „kalten“ Verseifung. Die Aldehyde dispergieren auch die Emulsion viel stärker: bei Acetaldehydzusatz hatten die meisten Tröpfchen einen Durchmesser von weit unter 1  $\mu$ , bei Zusatz der Alkohole wurden 2  $\mu$ , ohne Alkoholzusatz über 10  $\mu$  gemessen. (*Журнал Общей Химии* [J. allg. Chem.] 20. (82.) 261—65. Febr. 1950.) V. WILPERT. \*28

M. A. Govinda Rau und K. Venkataraman, *Dipolmomente der Resonanzstrukturen und die ultravioletten Absorptionsmaxima des Anthracens*. Im UV-Absorptionsspektr. von Anthracen sind zwei gut ausgeprägte Banden ( $\lambda_{\max}$  3800 Å u.  $\lambda_{\max}$  2500 Å) zu unterscheiden. Vff. zeigen an Hand von Dipolmessungen u. den abgeleiteten Eigg. der verschied. Resonanzstrukturen sowie am Vgl. des Absorptionsspektr. des 9-Anthracenaldehyds, daß die Annahme von JONES (Trans Farad. Soc. 67. [1945.] 2127), daß nämlich die langwellige Bande einem elektr. Moment, das hauptsächlich vertikal ( $y$  = Bande) orientiert ist, zuzurechnen, berechtigt ist. (Current Sci. 19. 9—10. Jan. 1950. Madras, Univ., Coll. of Techn., u. Bombay, Univ., Dep. of Chem. Techn.) ZIMMER. \*118

P. P. Schorygin, *Intensität der Linien der Kombinationslichtstreuung (Raman-Spektrum) und die Probleme der organischen Chemie*. Übersichtsarbeit mit 103 Literaturangaben. (*Успехи Химии* [Fortschr. Chem.] 19. 419—44. Juli/Aug. 1950. Moskau.) KIRSCHSTEIN. \*120

William C. Schneider, *Die Strukturen von Cyanamid und Carbodiimid*. Vf. benutzt die Best. der elektr. Momente von Cyanamid (I) u. seiner bzw. der Derivv. von Carbodiimid (II) zum Nachw. eines etwaigen Tautomerieverhältnisses zwischen I u. II. Aus der prakt. Übereinstimmung der Momente von I (4,52 D) u. Diisopropylcyanamid (4,76 D) gegenüber Diisopropylcarbodiimid (2,08 D) wird die Existenz eines tautomeren Gleichgewichtes beider Isomeren als unwahrscheinlich betrachtet. Dabei resultiert das relativ große Dipolmoment des I von Resonanzerscheinungen in der Struktur der Cyangruppe, wie durch vergleichende Betrachtung an verschied. substituierten Derivv. qualitativ verständlich gemacht wird. Eine Ausnahme bildet hierbei der Übergang zum Dicyandiamid mit einem unverhältnismäßig großen Moment (8,16 D). Dieses Ergebnis steht im besten Einklang mit dem von HUGHES (C. 1940. II. 2874) vorgeschlagenen mesomeren obenst. Strukturen. Für II wird die asymm. Struktur nachgewiesen u. auf die damit verbundene Möglichkeit der Trennung in opt. Antipoden aufmerksam gemacht. (J. Amer. chem. Soc. 72. 761—63. Febr. 1950. Stamford, Conn., Amer. Cyanamid Co., Stamford Res. Laborr.) WISSEROTH. \*131

L. I. Awramenko und R. W. Lorenzo, *Reaktionen von freiem Hydroxyl mit Aldehyden*. Als Beitrag zur Aufklärung des Mechanismus des Brennvorganges der KW-stoffe wurde die Geschwindigkeitskonstante der Rk. von OH mit Formaldehyd  $-\text{OH} + \text{CH}_2\text{O} = \text{H}_2\text{O} + \text{H} + \text{CO}$  bzw.  $\text{HCO} \rightarrow \text{H} + \text{CO}$  bei 346—489° absol. Temp. bzw. OH mit Acetaldehyd  $-\text{OH} + \text{CH}_3-\text{CHO} = \text{H}_2\text{O} + -\text{CH}_2-\text{CHO}$  bzw.  $\text{CH}_3-\text{CO}-$  bei 326—482° absol. Temp. ermittelt. Hinsichtlich der Arbeitsweise, der App. u. der Berechnung wird auf frühere Arbeiten (C. 1948. II. 1029 u. C. 1950. I. 1055) verwiesen. Da bei der Rk. mit  $\text{CH}_2\text{O}$  kein Temperaturgang der Rk. zu bemerken u. die Aktivierungsenergie durch die angewendete Meth. mit einer Genauigkeit von  $\pm 500$  cal bestimmbar ist, wird angenommen, daß sie 1000 cal. nicht überschreitet; Vff. rechnen mit 500 cal/Mol. Für die Aktivierungsenergie der Rk. mit  $\text{CH}_3\text{CHO}$  wird 4000 cal/Mol gefunden. Es ergeben sich die beiden Formeln:  $K_{\text{CH}_2\text{O}} = 10^{-18} \sqrt{T} e^{-500/RT}$  u.  $K_{\text{CH}_3\text{CHO}} = 2,5 \cdot 10^{-12} \sqrt{T} e^{-4000/RT} \text{ sec}^{-1} \text{ cm}^3$ . (*Доклады Академии Наук СССР* [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 69. 205—07. 11/11. 1949. Inst. für chem. Physik der Akad. der Wiss. der UdSSR.) R. KNOBLOCH. \*157

I. S. Courtney-Pratt, *Direkte optische Messung der Länge von organischen Molekülen*. Unter Anlehnung an TOLANSKY (Multiple Beam Interferometry of Surfaces and Films, Oxford Univ. Press, 1948) wurde eine Meth. zur direkten Messung der Länge von organ. Moll. entwickelt, die darin besteht, daß auf eine Glimmerplatte eine monomol. Schicht



der zu untersuchenden Substanz aufgebracht u. hierauf auf beide Seiten der Probe im Vakuum Ag aufgedampft wird, bis die Reflexionskoeffizienten größer als 90% sind. Aus den bei Beleuchtung auftretenden Interferenzringen läßt sich die Länge des Mol. bestimmen. Messungen an monomol. Schichten von *Stearinsäure* u. *Oktosansäure* ergaben eine befriedigende Übereinstimmung mit den auf röntgenograph. Wege erhaltenen Abständen. (Nature [London] 165. 346—48. 4/3. 1950. Cambridge, England, Univ., Dep. of Physical Chem., Res. Labor. for the Phys. and Chem. of Rubbing Solids.) GOTTFRIED. \*181

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

George W. Watt, *Reaktionen organischer und metallorganischer Verbindungen mit Lösungen von Metallen in flüssigem Ammoniak*. Umfassende Übersicht mit 449 Literaturangaben. (Chem. Reviews 46. 317—79. April 1950. Austin, Univ. of Texas, Dep. of Chem.) ZIMMER. 450

Stina Stållberg-Stenhagen und Einar Stenhagen, *Untersuchungen von strukturell mit Phthiocerol verwandten Kohlenwasserstoffen. Synthese des linksdrehenden Enantiomorphen des 4-Methyltritriacontans*. (Vgl. J. biol. Chemistry 173. [1948.] 383.) Vff. synthetisierten (—)-4-Methyltritriacontan (—)-I u. vergleichen das therm. Verh. u. die Kristallstruktur von (—)-I mit DL-I u. Phthioceran (II). Die opt.-akt. Form besitzt drei verschied. Modifikationen; zwei von ihnen sind ident. mit der Hoch- u. Tieftemperaturform des DL-I bzw. II. Vff. zeigen, daß die Hochtemperaturform von DL-I eine rac. feste Lsg. u. II ganz oder teilweise racemisiert ist. Die Resultate lassen erkennen, daß die Unterschiede im F. zwischen DL-I u. II durch kleine Mengen eines höheren Homologen von II hervorgerufen werden. Schließlich zeigen Vff. noch, daß Phthiocerol eine seiner funktionellen Gruppen an oder in  $\alpha$ -Stellung zu dem C-Atom trägt, mit dem die Methylgruppe verbunden ist.

Versuche: D(—)-21-Methyltetracosanol-(I), C<sub>25</sub>H<sub>52</sub>O (im Original C<sub>24</sub>H<sub>50</sub>O, Mol.-Gew. 354,6), durch Red. von D(—)-21-Methyltetracosensäure (Darst. noch nicht veröffentlicht) in Ae. mit 10%ig. LiAlH<sub>4</sub>-Lsg., aus PAc. Platten, F. 59,6—59,8°,  $[\alpha]_D^{22} = 0,9^0$  (c = 3,8% in Chlf.); 82% (Ausbeute). — (—)-1-Iod-21-Methyltetracosan, C<sub>25</sub>H<sub>51</sub>I (im Original C<sub>24</sub>H<sub>49</sub>I, Mol.-Gew. 464,6) aus vorst. Alkohol mit J<sub>2</sub> u. rotem P während 4 Stdn. bei 145°, aus A. Mikrokristalle, F. 43,2—43,5°,  $[\alpha]_D^{21} = 0,7^0$  (c = 4,2% in Chlf.); 88%. — D(—)-8-Keto-30-methyltritriacontan, C<sub>34</sub>H<sub>68</sub>O, durch Alkylierung von 3-Ketodecansäuremethylester in sd. Methyl-n-propylketon mit vorst. Jodid in Ggw. von K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> während 22 Stdn. u. Hydrolyse u. Ketonspaltung mit KOH in W.-CH<sub>2</sub>OH während 30 Stdn. bei 50°, F. 65,0—65,2° u. 57,1°; die niedrigrschm. Form ist nur in der Nähe des F. beständig;  $[\alpha]_D^{23} = 0,7^0$  (c = 5,5% in Chlf.); 52%. — (—)-4-Methyltritriacontan(—)-I, C<sub>34</sub>H<sub>70</sub>, durch CLEMMENSEN-Red. des vorst. Ketons, aus Aceton, F. 60,5—60,7°, E. 58,4°, erneuter F. 58,5—58,6°; aus Chlf., F. 61,6—61,8,  $[\alpha]_D^{23} = 0,6^0$  (c = 4,8% in Chlf.). Die röntgenograph. Unterss. der Kristalle von (—)-I, DL-I u. II werden angegeben. (J. biol. Chemistry 183. 223—29. März 1950. Upsala, Univ., Inst. of Med. Chem.) ZIMMER. 510

Wilkins Reeve und Alexander Sadle, *Die Reaktion von Propylenoxyd mit Methanol*. PETROW (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 14. [1944.] 1038; 18. [1946.] 1206) u. CHITWOOD u. FREURE (J. Amer. chem. Soc. 68. [1946.] 680) haben die Rk. von Propylenoxyd mit Methanol u. mit A. unter Zusatz von bas. u. saurem Katalysator, sowie ohne diese untersucht. Der Bau der Prodd. wurde durch Abbau festgestellt. Vff. stellen nun von diesen Prodd. 2-Methoxypropanol-(I) (IV) durch Red. von  $\alpha$ -Methoxypropionsäureäthylester u. 1-Methoxypropanol-(2) (II) durch Red. von Methoxyaceton (I) dar. Ein Vgl. der physikal. Eig. dieser Prodd. mit denjenigen der aus Propylenoxyd u. Methanol erhaltenen Verbb. ergab, daß bei der bas. Kondensation II entsteht, bei der sauren II u. IV. Sie bilden mit W. azotrope Gemische.

Versuche: Methoxyaceton (I), Darst. nach GAUTHIER [1909] aus Methoxyacetonitril u. CH<sub>3</sub>MgBr, Kp. 114,5—115,5°; Ausbeute 20%. p-Nitrophenylhydrazon, C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 108—109° (W.). 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>N<sub>4</sub>, F. 157—159° (A.). — 1-Methoxypropanol-(2) (II): 5,5 g I in Ae. mit H<sub>2</sub> bei 140° u. 400 at über 2 g RANEY-Ni red.; Ausbeute 3 g; Kp.<sub>760</sub> 118, n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4038, D.<sub>20</sub> 0,923. 3,5-Dinitrobenzoat, C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 84 bis 85° (Bzn. u. CH<sub>3</sub>OH).  $\alpha$ -Naphthylurethan, F. 71—73° (Bzn.). —  $\alpha$ -Methoxypropionsäure, Kp.<sub>25</sub> 103—106°. Äthylester (III), Kp.<sub>760</sub> 140—142°; 54%. — 2-Methoxypropanol-(I) (IV), C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>; III in über Na gereinigtem Dioxan mit H<sub>2</sub> bei 250° u. 400 at über Cu-Chromit-Katalysator hydrieren; Kp.<sub>755</sub> 130—130,2°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4070, D.<sub>20</sub> 0,938. 3,5-Dinitrobenzoat, C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 96,5—97° (Bzn.).  $\alpha$ -Naphthylurethan, C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>O<sub>2</sub>N, F. 60—60,5° (PAc.). — Die zum Vgl. nach PETROW u. CHITWOOD u. FREURE dargestellten Verbb. II u. IV zeigten folgende Eig.: II: A) Aus Propylenoxyd mit bas. Katalysator: Kp.<sub>765</sub> 118,5 bis 119°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4034, D.<sub>20</sub> 0,922. 3,5-Dinitrobenzoat, F. 84—85°.  $\alpha$ -Naphthylurethan, F. 72—73°. B) Aus Propylenoxyd mit saurem Katalysator: Kp.<sub>750</sub> 118,3°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4034, D.<sub>20</sub> 0,920. 3,5-Dinitrobenzoat, F. 83,5—84,5°.  $\alpha$ -Naphthylurethan, F. 72—73°. — IV:

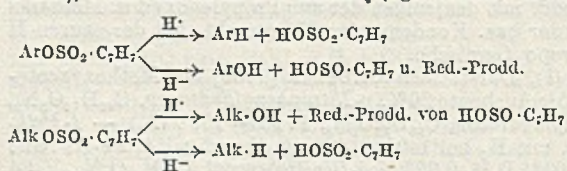
Aus Propylenoxyd mit saurem Katalysator: Kp.<sub>758</sub> 130—130,5°,  $\eta_{sp}^{20}$  1,4076, D.<sub>20</sub> 0,938. 3,5-Dinitrobenzolat, F. 95,5.  $\alpha$ -Naphthylurethan, F. 60—60,5°. (J. Amer. chem. Soc. 72. 1251—54. März 1950. College Park, Univ. of Maryland, Laborr.) MOTSCHMANN. 570

A. N. Nessmejanow und N. K. Kotschetkow, *Aus dem Gebiet quecksilberorganischer Verbindungen*. 44. Mitt. *Eigenschaften der Halogenacetylenide des Quecksilbers und die Konjugation einfacher Bindungen*. (43. vgl. Известия Академии Наук СССР, Отделение Химических Наук [Nachr. Wiss. Akad. UdSSR, Abt. chem. Wiss.] 1949. 305.) Ziel der vorliegenden Arbeit war, zu zeigen, daß in den quasikomplexen Verbb. die Möglichkeit des Erscheinens einer neuen Bindung zwischen C<sub>(1)</sub> u. C<sub>(2)</sub> unter Bldg. von Acetylen oder eines Olefins eng mit dem Vorhandensein einer Konjugation C<sub>(1)</sub>—Hg u. C<sub>(2)</sub>—X (X=OH, Cl) verbunden ist. Da im Quecksilberbischloroacetylenid (I) (CCl : C)<sub>2</sub>Hg, u. Quecksilberbisbromoacetylenid (II), (CBr : C)<sub>2</sub>Hg, eine neue C<sub>(1)</sub>—C<sub>(2)</sub>-Bindung nicht möglich ist, — es sei denn, Kohlenstoff entstände — sollte bei ihnen keine Konjugation im obigen Sinne vorliegen. Die Verss. ergaben, daß I u. II sich gegenüber typ. Reagenzien auf quasikomplexe Verbb. anders verhalten als solche, u. zwar wie Acetylenide von Hg, so daß von einer Konjugation keine Rede sein kann. Bei der Rk. von II mit Phenylmagnesiumbromid wurden *Diphenylquecksilber* (III), *Phenylquecksilberbromid* (IV) u. *Bromoacetylenmagnesiumbromid*, CBr : C · MgBr, nachgewiesen durch Überführung in Brompropionsäure (V), CBr : C · CO<sub>2</sub>H, erhalten. Es wird gezeigt, daß sich Quecksilberbischloroacetylenid (VI) analog verhält.

Versuche: I + Triphenylphosphin, in Bzl. oder A. bei Zimmertemp. keine Reaktion. — II + Triphenylphosphin, beim Erwärmen in Bzl. auf dem Wasserbad keine Reaktion. — II + 20%ig. wss. KCN-Lsg. entwickelte CBr : CH; die Lsg. enthielt nach der Rk. 92% des Hg der Einwaage (als HgS bestimmt). — II + 10%ig. HCl, Entw. von CBr : CH; die Lsg. enthielt 91,2% des Hg der Einwaage. — II + KJ in wss. Lsg. auf dem Wasserbad, Entw. von CBr : CH; die Rk. war nach 2 Stdn. noch unvollständig. II + C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>MgBr; nach 3std. Kochen in Ae. u. Sättigen mit CO<sub>2</sub> wurden III (F. 124°), IV (F. 275°) u. V (F. 84—85°) erhalten. — VI + C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>MgBr; nach 3std. Kochen in Ae. u. Sättigen mit CO<sub>2</sub> wurden III u. Phenylpropionsäure (F. 135—136°) erhalten. (Известия Академии Наук СССР, Отделение Химических Наук [Nachr. Akad. Wiss. UdSSR, Abt. chem. Wiss.] 1949. 587—91. Nov./Dez. Moskau, Lomonossow-Univ.) R. KNOBLOCH. 950

V. Sten Andersen, *Oxydation von Benzol durch Wasserstoffsuperoxyd mit Ferriionen als Katalysator*. Während MERZ u. WATERS (C. 1950. II. 1920) die Oxydationswrkg. von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + Fe<sup>++</sup> auf Bzl. auf die Anwesenheit von freien Hydroxylradikalen zurückführen, nimmt Vf. eine Zers. von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> durch Fe<sup>+++</sup> nach Fe<sup>+++</sup> + HO<sub>2</sub><sup>-</sup> ⇌ FeOH<sup>++</sup> + O an. Die Oxydation von Bzl. wird folgendermaßen erklärt: In erster Phase oxydieren die freien O-Atome das Bzl. zu Phenol. Später wird das Phenol zu dunkelgefärbten Verbb. oxydiert, wahrscheinlich Chinone oder Chinhydrone, die schließlich zu CO<sub>2</sub> u. Oxalsäure abgebaut werden. (Acta chem. scand. 4. 207—08. 1950. Kopenhagen, Univ., Physikal.-chem. Inst.) CORDS. 1010

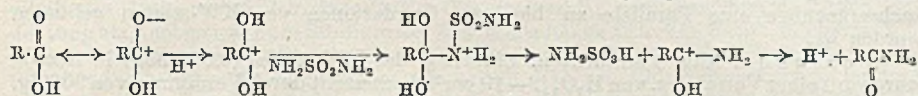
G. W. Kenner und M. A. Murray, *Die Reduktion von Toluol-p-sulfonsäureestern*. Während die RANEY-Ni-Hydrierung von *Toluol-p-sulfonsäureylestern* zu arom. KW-stoffen u. die der *Alkyler* zu Alkoholen führt (vgl. J. chem. Soc. [London] Suppl. Issue 1949. Nr. 1 S 178), liefert die Red. mit LiAlH<sub>4</sub> (vgl. SCHMID u. KARRER, C. 1950. I. 2357) Phenole



bzw. sauerstofffreie aliph. Verbb., wobei eine Analogie zu der Rk. von GRIGNARD-Verbb. festzustellen ist. Vf. fassen daher LiAlH<sub>4</sub> als Lieferant von nebenst. Hydridionen auf. Mit dieser Auffassung decken sich viele Rkk. des LiAlH<sub>4</sub> u. die Tatsache, daß unpolarisierte Doppelbindungen nicht angegriffen werden. *Strychninmethosulfat* (I) liefert mit LiAlH<sub>4</sub> *Strychnidin* (II): >N<sup>+</sup>CH<sub>3</sub> II<sup>-</sup> → >N + CH<sub>4</sub>. Die von SCHMID u. KARRER angeführten Ausnahmen dürften auf ster. Hinderung beruhen.

Versuche: II, C<sub>21</sub>H<sub>21</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, aus 4,6 g I durch langsame Zugabe zu 1,14 g LiAlH<sub>4</sub> in Tetrahydrofuran, ½std. Schütteln, 1½std. Kochen, Eingießen in Eiswasser, Zugabe von Chlf., Filtration. Chloroformextraktion des alkalisierten Filtrats u. Waschen des Festen mit Chlf.; Ausbeute 2 g; aus Äthoxyäthanol, F. 258° (Vakuum, kor.), [α]<sub>D</sub><sup>19</sup> - 63° ± 3° (c = 1,5, Chlf.). (J. chem. Soc. [London] 1950. 406. Jan. Cambridge, Univ., Chem. Labor., u. London, Univ., Royal Holloway Coll.) NITZSCHKE. 1040

A. W. Kirssanow und Ju. M. Solotow, *Neues Verfahren zur Herstellung von Amid*en von Carbonsäuren direkt aus den Säuren. Bei Umsetzung von Benzoesäure (I) u. Sulfamid (II),  $\text{NH}_2\text{SO}_2\text{NH}_2$  in äquimol. Mengen durch vorsichtiges Erhitzen auf  $125^\circ$  werden je 10—50% Benzamid u. Benzonitril gebildet. Bei Umsetzung in wasserfreiem Pyridin gelingt die Überführung von I in das Amid zu 84%. Die Ausboute der Rk., die bei Verwendung von 0,01 g/Mol I u. 0,02 g/Mol II in 5 ml Pyridin in 15—20 Min. beendet ist, läßt sich wesentlich erhöhen, wenn sie durch 3std. Erhitzen auf dem Wasserbade durchgeführt wird. In gleicher Weise wurden (in %) erhalten: *p*-Nitrobenzamid (95), *m*-Nitrobenzamid (84), *o*-Chlorbenzamid (96), Acetamid (84), Palmitinsäureamid (ca. 82), Phenylacetamid (70). Die Rk. zwischen Carbonsäuren u. II verläuft wahrscheinlich entsprechend der Veresterung der Säuren mit Alkoholen nach dem beigefügten Schema, wobei ein



N-Atom des II die Rolle des O-Atoms des Alkohols übernimmt. Hierbei wird zunächst ein Anlagerungsprod. durch Rk. des positiv geladenen C-Atoms der Carbonsäure mit einem N-Atom des II gebildet, das hierbei in den 4bindigen, eine Ladung enthaltenden Zustand übergeht. Als Protonspender kann anfänglich die Carbonsäure selbst u. anschließend die Sulfaminsäure dienen. (Журнал Общей Химии [J. allg. Chem.] 19. (81.) 2201—07. Dez. 1949. Dnepropetrowsk, Metallurg. Stalin-Inst., Lehrst. für organ. Chem.)

FÜRSTER. 1110

Thomas C. Bruice, *Eine verbesserte Synthese des 2,4-Diacetoxymercurianilins*. Die Ausbeuten bei der Darst. von 2,4-Diacetoxymercurianilin (I) schwanken sehr stark mit dem  $pH$ -Wert; bei  $pH$  4,25 erhält man I in 93,5%ig. Ausbeute. Bei etwas höherem  $pH$ -Wert erhält man ein durch *p*-Acetoxymercurianilin stark verunreinigtes u. schwer zu trennendes Präp.; bei niedrigeren  $pH$ -Werten entsteht hauptsächlich I-Acetat.

Versuche: I,  $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_4\text{NHg}$ . Zu 470 g Eisessig werden unter Rühren allmählich 251 g  $\text{NaHCO}_3$  u. 3,2 Liter W. gegeben ( $pH$  dieser Lsg. 4,30), danach werden noch 318,6 g Hg-Acetat zugefügt ( $pH$  4,25); jetzt werden unter ständigem Rühren 93 g Anilin zuge tropft u. das Reaktionsgemisch 48 Std. im Dunkeln stehengelassen, wobei I ausfällt; es wird filtriert u. I durch häufiges Waschen mit heißem W. gereinigt, F.  $209^\circ$ ; I wurde durch Überführen in 2,4-Dibromacetanilid, F.  $146^\circ$ , identifiziert. Vf. weist bes. darauf hin, daß bereits geringe Abweichungen von den vorgeschriebenen Mengen wesentlich die Ausbeuten herabsetzen. (J. Amer. chem. Soc. 72. 1398. März 1950. Los Angeles, Univ. of Southern California, Dep. of Chem.)

ZIMMER. 1300

William S. Emerson, *Die Reaktionen des monomeren Styrols*. Gesamtübersicht mit 816 Literaturangaben. (Chem. Reviews 45. 183—345. Okt. 1949.)

HERR. 1400

William S. Emerson, *Die Darstellung substituierter Styrole unter Ausschluß der das Kohlenwasserstoffgerüch betreffenden Methoden*. Übersicht. — 231 Literaturangaben. (Chem. Reviews 45. 347—83. Okt. 1949.)

HERR. 1400

R. Ja. Lewina und B. M. Gladstein, *Umsetzung von Cyclopropankohlenwasserstoffen mit Quecksilberoxydsalzen*. Bei der Umsetzung von 1,1,2,2-Tetramethylcyclopropan (I) mit wss. Hg-Acetat wurde 1-Acetoxymercuri-2,2,3-trimethylbutanol-(3) (II),  $\text{C}_6\text{H}_{17}\text{O}_2\text{HgOH}$ , erhalten; F.  $69—70^\circ$ , Ausbeute 76%, leichtlös. in W., Ac., Chlf., Bzl. u. Petroläther. Durch Zugabe einer gesätt. wss. KCl-Lsg. zu einer wss. Lsg. von II wird 1-Chlormercuri-2,2,3-trimethylbutanol-(3) (III),  $\text{C}_6\text{H}_{17}\text{HgClOH}$ , gebildet; F. aus Ligroin  $115—116^\circ$ . III wird auch bei der Umsetzung von I mit einer konz. wss.  $\text{HgCl}_2$ -Lsg. erhalten. — Die Rk. von III mit 2%ig. Na-Amalgam führt zur Bldg. von 2,2,3-Trimethylbutanol-(3)-Hydrat,  $(\text{C}_6\text{H}_{17}\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . F.  $80^\circ$ , Kp.  $131—132^\circ$ . — Durch Einw. von Hg-Acetatlg. auf 2,3,3-Trimethylbuten-(1) wird 1-Acetoxymercuri-2,3,3-trimethylbutanol-(2) erhalten, F. aus A.  $100,7—101,5^\circ$ . Das erhaltene Addukt gibt bei Einw. in  $\gamma$ -Stellung mercurierten Alkoholen anlagern. Diese Spaltung des Trimethylenringes kann zur Identifizierung von Cyclopropan-KW-stoffen u. zur Synth. von in  $\gamma$ -Stellung mercurierten Alkoholen dienen. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 71. 65—68. 1/3. 1950. Moskau, Lomonossow-Univ.)

TROFIMOW. 1810

J. W. Cook und R. Schoental, *Katalysierte Wasserstoffperoxydoxydation aromatischer Kohlenwasserstoffe*. 1. Mitt. Vf. oxydieren Bzl. (I), Naphthalin (II), Phenanthren (III),

*Anthracen* (IV), *1,2-Benzanthracen* (V), *1,2;5,6-Dibenzanthracen* (VI), *Chrysen* (VII), *Pyren* (VIII) u. *3,4-Benzpyren* (IX) mit MILAS-Reagens ( $H_2O_2$  in tert.-Butanol u.  $OsO_4$  als Katalysator). Das Reagens wurde mit Aceton verd., da die Löslichkeit der polycycl. KW-stoffe in tert.-Butanol nur gering ist. Aceton hat, wie Kontrollverss. ergaben, auf den Reaktionsmechanismus keinen Einfl.; obgleich Vff. stets die Bldg. des cycl. trimeren *Acetonperoxyds*, F. 94—95°, beobachteten. An V wurden Oxydationsverss. ohne Zusatz von  $OsO_4$  unternommen; die Proben blieben mehrere Wochen unverändert; durch Zusatz von *Methylaminhydrochlorid* trat Oxydation ein. Nach zwei Monaten konnten *1,2-Benzanthrachinon*-(9.10) u. *Phthalsäure* isoliert werden; analoge Resultate wurden mit *Hämatin* erhalten. — Als Oxydationsprodd. wurden cis-Diole, Chinone u. Säuren — durch Ringöffnung entstanden — isoliert. Vff. weisen bes. darauf hin, daß durch ihre Versuchsergebnisse eine Parallele zu biochem. Oxydationen von KW-stoffen gefunden worden ist.

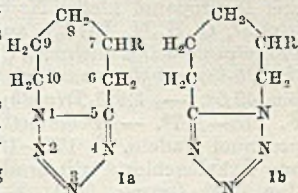
Versuche: Allg. Vorschriften. Eine Lsg. des KW-stoffes (0,001 mol.) in Aceton wurde mit einer Vorratslg. von  $H_2O_2$  (2—10 cm<sup>3</sup>), hergestellt durch Verdünnen von 90% ig.  $H_2O_2$  mit tert.-Butanol bis zu einem Geh. von 20—40%, u. soviel  $OsO_4$ , daß eine Konz. von 0,05—0,1% resultierte, versetzt. Eine Rk. machte sich durch eine Schwarzfärbung (niedrige Os-Oxyde) bemerkbar; durch Zusatz von weiterer  $H_2O_2$ -Lsg. wurde diese beseitigt. Wegen der Vielzahl der Reaktionsprodd. wurde eine quantitative Erfassung sämtlicher Oxydationsprodd. nicht versucht. Zur Isolierung der Oxydationsprodd. wurde im Vakuum bei 40—50° eingedampft, wobei Lösungsmittel,  $OsO_4$  u. flüchtige Stoffe abdest.; es hinterblieb ein gelbes Öl, das mit  $NaHCO_3$ -Lsg. behandelt u. mit Bzl. extrahiert wurde; harzige Stoffe blieben ungelöst, diese lösen sich erst in NaOH, wurden aber nicht weiter identifiziert, da sie keine krist. Derivv. ergaben. Die Benzolextrakte wurden chromatographiert u. in Ausgangsprod. u. Chinone getrennt; bei sämtlichen KW-stoffen bildeten sich tiefgefärbte Zonen aus; die ihnen zugrunde liegenden Prodd. wurden ebenfalls nicht bestimmt. Der Bicarbonatextrakt wurde angesäuert u. die gebildeten Säuren als Methylester, hergestellt durch Behandeln mit äther. Diazomethan, identifiziert. — Oxydation von I: Nach einigen Monaten Bldg. eines Nd. von *Atloschleimsäure*,  $C_6H_{10}O_8$ , Zers. bei 197°; *Äthylester*, F. ca. 150°; *Methylester*, F. 170°. *O-Tetraacetylalloschleimsäuremethylester*,  $C_{16}H_{22}O_{12}$ , durchscheinende rhomb. Prismen, F. 205—206°. Aus einem weiteren Ansatz wurde aus der Carbonatlg. *Mesoweinsäure* isoliert, *p-Bromphenacylmesotartrat*,  $C_{20}H_{16}O_8Br_2$ , F. 198—200°. Außerdem wurde *Oxalsäure* nachgewiesen. — Oxydation von II: Reaktionsdauer 18 Tage; nachgewiesen wurde *Phthalsäure* (*Anhydrid*, F. 137°); bei kürzerer Reaktionszeit entstanden wahrscheinlich noch *Naphthochinone*. — Oxydation von III: Reaktionsdauer 26 Tage; isoliert wurden *cis-9,10-Dioxy-9,10-dihydrophenanthren*, F. 178°; *Phenanthrenchinon*, F. 206—207°; *Diphensäure*, F. 228—230°, u. *9-Phenanthrol*, F. 148°. — Oxydation von VII: Reaktionsdauer 3 Wochen; isoliert wurden *1,2-Chrysenchinon*, F. 237—238°, u. Spuren anderer Produkte. — Oxydation von IV: Bereits nach 4 Tagen hatten sich lange Nadeln von *Anthrachinon* gebildet, F. 275°. — Oxydation von VIII: Reaktionsdauer 1 Woche; es entstanden eine Anzahl von *Chinonen*, die auch durch chromatograph. Adsorption nicht vollständig getrennt werden konnten. Identifiziert wurden *3,8-* u. *3,10-Pyrenchinon*, wahrscheinlich auch *1,2-Pyrenchinon*. Nach einer Reaktionszeit von 1 Jahr wurde der gebildete Nd. als *Naphthalin-1,4,5,8-tetracarbonsäuredianhydrid*, F. 360°, erkannt; aus dem *Ag-Salz* entstand mit  $CH_3J$  der *Tetramethylester*,  $C_{18}H_{16}O_8$ , F. 196—198°. — Oxydation von V: Nach 3—4 Tagen entstanden rote Kristalle von *1,2-Benzanthrachinon*-(3,4), F. 260—262° (Chlf.), daraus mit o-Phenylendiamin das entsprechende *Chinoxalin*,  $C_{24}H_{14}N_2$ , blaßgelbe Nadeln, F. 256—257°. Aus der Mutterlauge ließen sich noch *1,2-Benzanthrachinon*-(9.10) (X), orangefarbene Nadeln, F. 167—168°, u. *cis-3,4-Dioxy-3,4-dihydrobenzanthracen*, F. 201—205°, isolieren. Aus dem Bicarbonat- auszug wurde noch *2-Phenyl-naphthalin-3,2'-dicarbonsäure*,  $C_{16}H_{12}O_4$ , F. 245°, gewonnen; *Dimethylester*,  $C_{20}H_{16}O_4$ , Plättchen, F. 86—87,5°; *Ketosäuren*, die durch Rk. mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin nachgewiesen wurden, konnten nicht identifiziert werden. Wurde  $OsO_4$  durch *Methylaminhydrochlorid* oder *Hämatin* ersetzt, entstand ebenfalls X. — Oxydation von VI: Wegen der Schwerlöslichkeit von VI wurde bei 70° gearbeitet; Reaktionszeit 3—4 Tage; es bildete sich *1,2;5,6-Dibenzanthrachinon*-(3,4), rote Nadeln, F. 325°; aus der Mutterlauge wurde *1,2;5,6-Dibenzanthrachinon-9,10*, gelbe Nadeln, F. 246°, isoliert. Der Bicarbonat- auszug enthält *2-Phenylphenanthren-3,2'-dicarbonsäure*, F. 307 bis 309° (Aceton); *Dimethylester*,  $C_{24}H_{18}O_4$ , F. 144—145° (A.). — Oxydation von IX: Es wurden wahrscheinlich die *5,10-*, *5,8-*, *6,7-Chinone* gebildet; letzteres,  $C_{20}H_{10}O_2$ , bildet orangefarbene Nadeln, F. 240° (Zers.); entsprechendes *Chinoxalin*,  $C_{26}H_{14}N_2$ , F. 318° (Zers.). (J. chem. Soc. [London] 1950. 47—54. Jan. Glasgow, Univ.) ZIMMER. 2600

H. Burton und P. F. G. Prail, *Thiele-Acetylierung von 2-Methyl-1,4-naphthochinon. Eine Synthese von Phthiocol*. Vff. acetylieren Chinone in Ggw. von  $HClO_4$  (vgl. CRAM,

C. 1950. II. 1112 u. MACKENZIE u. WINTER, C. 1949. II. 633). — 1,4-Naphthochinon wurde in einigen Min. bei Zimmertemp. quantitativ in 1,2,4-Triacetyl-naphthalin übergeführt. — 1 Mol 2-Methyl-1,4-naphthochinon gibt nach 20 Min. mit 0,3 Mol Katalysator nur 43% 1,3,4-Triacetyl-2-methylnaphthalin, F. 158—159° (CH<sub>3</sub>OH). Alkal. Hydrolyse des Triacetats führte über die Trioxyverb. zum 3-Oxy-2-methyl-1,4-naphthochinon (Phticol), F. 173° (CH<sub>3</sub>OH). (Chem. and Ind. 1950. 92—93. 4/2. London, Univ., King's Coll. of Household and Social Science.) FAASS. 2700

Elinor Ware, *Die Chemie der Hydantoine*. Synthesen, Eig. u. Verwendung. — 638 Literaturangaben. (Chem. Reviews 46. 403—70. Juni 1950.) HERR. 3102

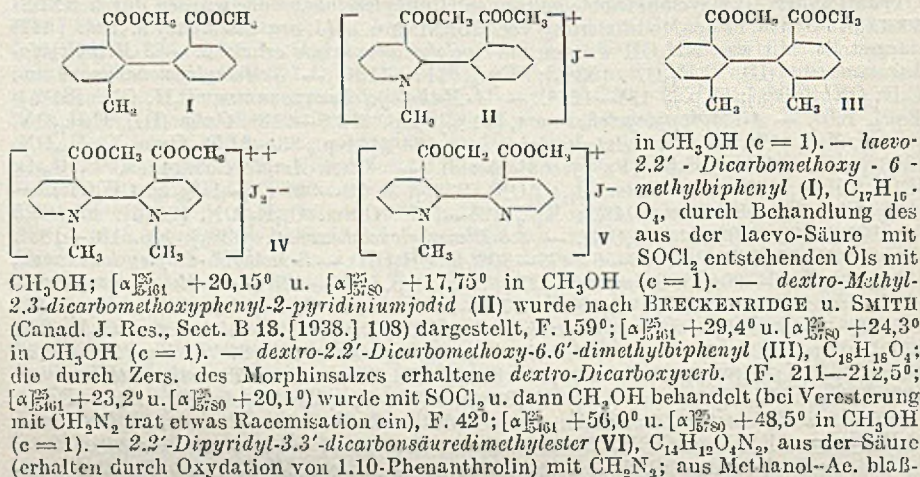
Edward K. Harvill, Carleton W. Roberts und Robert M. Herbst, *Die Synthese von alkylierten Pentamethylentetrazolderivaten*. Tetrazolverb., vor allem bicycl., haben Bedeutung als Analeptica. Zum Studium der Zusammenhänge zwischen Konst. u. pharmakol. Wrkg. werden alkylierte Pentamethylentetrazole durch Behandlung eines entsprechend substituierten Cyclohexanonoxims mit NaN<sub>3</sub> u. Chlorsulfonsäure in inertem Lösungsm. (vgl. Ung. P. 114 061) dargestellt. Dabei sind, wenn von asymm. substituierten, z. B. 3-Alkyloxy-cyclohexanonoximen ausgegangen wird, isomere Verb. Ia bzw. Ib zu erwarten; die Konst. der jeweils nach Reinigung vorliegenden Form wurde nicht ermittelt u. von Ia abgeleitet. Aus 3,5-Dimethyl- u. 4-Alkyloxy-cyclohexanonoximen kann jeweils nur 1 Vertreter entstehen; die Verb. aus 2-Methylcyclohexanonoxim (II) wird 10-Methylpentamethylentetrazol sein, da nach UNGNADE u. McLAREN (J. org. Chemistry 10. [1945.] 29) die BECKMANN-Umlagerung von II unter Spaltung zwischen C<sub>(1)</sub> u. C<sub>(2)</sub> u. nicht zwischen C<sub>(1)</sub> u. C<sub>(6)</sub> erfolgt. — Da die Rk. zu Pentamethylentetrazolen unter denselben Bedingungen verläuft wie die BECKMANN-Umlagerung, kann eine gemeinsame Zwischenstufe angenommen werden im Sinne von SMITH (vgl. C. 1948. II. 28), ein Iminocarbeniumion RN=C<sup>+</sup>R', das durch Addition eines H<sup>+</sup> an die OH-Gruppe des Oxims unter Bldg. von W. oder durch Herausziehen der OH-Gruppe als OH<sup>-</sup> entsteht. — Durch die Einführung schon von einer einzigen CH<sub>3</sub>-Gruppe in das Pentamethylentetrazolsyst. wird die Wasserlöslichkeit erheblich herabgesetzt, bei mehreren Alkylgruppen ist sie prakt. aufgehoben. Über die pharmakol. Wrkg. wurde von GROSS u. FAETHERSTONE (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 87. [1946.] 291) berichtet. Die Verb. sind im allg. Stimulantien für das Zentralnervensyst.; im Gegensatz zu Tetramethylentetrazolverb. wird die Wrkg. durch Polyalkylierung nicht erhöht. In 8-Stellung ist die stimulierende Wrkg. am besten bei Substitution durch Isopropyl u. tert.-Butyl. 8-Cyclohexylpentamethylentetrazol hat sedative Wirkung. — Während die Pentamethylentetrazole in wss. Lsg. neutral reagieren, weder mit Säuren noch mit Basen Salze bilden u. im allg. die für N-Basen charakterist. Rkk. nicht geben, bilden sie gut lösl. Quartärsalze mit Benzolsulfonsäuremethylester u. mit CH<sub>3</sub>J, wobei die analept. Wrkg. verschwindet.



Versuche (Ausbeuten in [ ]): Die substituierten Cyclohexanone wurden zum Teil aus den entsprechenden Alkyloxy-cyclohexanonoximen durch katalyt. Hydrierung oder durch Oxydation der Alkyloxy-cyclohexanole gewonnen. Dialkyloxy-cyclohexanone wurden durch KNOEVENAGEL-Synth. in der Modifizierung von HORNING u. a. (J. org. Chemistry 9. [1944.] 547) dargestellt. Mit wss. NH<sub>2</sub>OH wurden die Cyclohexanonoxime erhalten. — 2-Methylcyclohexanonoxim (II), C<sub>7</sub>H<sub>13</sub>ON, [53%]; Kp.<sub>22</sub> 117—118°. — 3-Methylcyclohexanonoxim, C<sub>7</sub>H<sub>13</sub>ON, [60%]; Kp.<sub>25</sub> 121—122°. — 4-Methylcyclohexanonoxim, C<sub>7</sub>H<sub>13</sub>ON, [81%]; Kp.<sub>20</sub> 115°. — 4-Isopropylcyclohexanon, [91%]; Kp. 212,5—213°. Oxim (III), C<sub>9</sub>H<sub>17</sub>ON, [92%]; Kp.<sub>6</sub> 117°. — 4-tert.-Butylcyclohexanon, [84%]; Kp.<sub>6</sub> 83—84,5°. Oxim, C<sub>11</sub>H<sub>19</sub>ON, [85%]; F. 137,5—138,5° (Propylendichlorid). — 4-tert.-Amylcyclohexanon, C<sub>11</sub>H<sub>20</sub>O, [61%]; Kp.<sub>11</sub> 109—111°. Oxim, C<sub>11</sub>H<sub>21</sub>ON, [92%]; F. 98—99° (75—80% ig. CH<sub>3</sub>OH). — 4-Cyclohexylcyclohexanon, [94%]; Kp.<sub>6</sub> 125—127°. Oxim, C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>ON, [96%]; F. 103,5 bis 104,5° (75—80% ig. CH<sub>3</sub>OH). — 3,5-Dimethylcyclohexanon, [89%]; Kp. 181—182°. Oxim, C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>ON, [87%]; F. 63—64° (75—80% ig. CH<sub>3</sub>OH). — 3-Methyl-5-äthylcyclohexanon, [86%]; Kp. 200—201,5°. Oxim, C<sub>9</sub>H<sub>17</sub>ON, [73%]; Kp.<sub>11</sub> 127—128°. — 3-Methyl-5-n-propylcyclohexanon, C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O, [83%]; Kp. 217,5—219°. Oxim, C<sub>10</sub>H<sub>19</sub>ON, [68%]; Kp.<sub>11</sub> 139 bis 140°. — 3-Methyl-5-isopropylcyclohexanon, [73%]; Kp. 216—217°. Oxim, C<sub>10</sub>H<sub>19</sub>ON, [90%]; Kp.<sub>11</sub> 134—136°. — 3-Methyl-6-isopropylcyclohexanon, [85%]; Kp. 204—207°. Oxim, C<sub>10</sub>H<sub>19</sub>ON, [83%]; F. 79—80° (75—80% ig. CH<sub>3</sub>OH). — 3,5,5-Trimethylcyclohexanon, [85%]; Kp. 187—188°. Oxim, C<sub>9</sub>H<sub>17</sub>ON, [92%]; F. 79—81° (75—80% ig. CH<sub>3</sub>OH). — Darst. der Pentamethylentetrazole nach Ung. P. 114 061, z. B. 8-Isopropylpentamethylentetrazol, C<sub>9</sub>H<sub>16</sub>N<sub>4</sub>, aus NaN<sub>3</sub> in ClCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Cl durch tropfenweise Zugabe von Chlorsulfonsäure, so daß die Temp. unterhalb 35° bleibt, Addition von III in ClCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Cl, wobei die Temp.

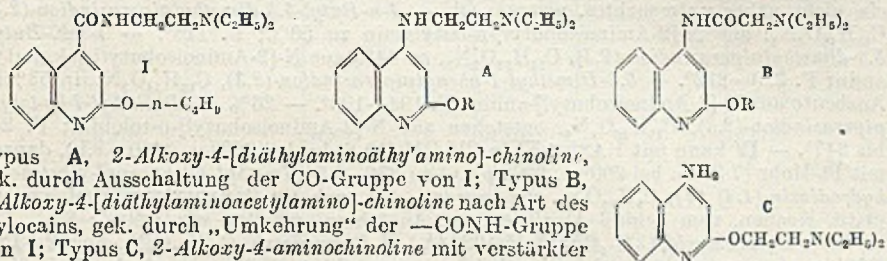
zwischen 35 u. 45° bleiben muß, Rühren bis zum Einstellen auf Zimmertemp., Zugabe von W., Neutralisieren der wss. Schicht, Ausziehen mit  $\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$ , 3std. Kochen des nach Abdest. verbleibenden Rückstandes mit 10% ig. HCl, Ausziehen mit  $\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$  u. Dest. [67%]; aus Ac.-Pae. kleine Nadeln, F. 48—49°. — Alle Pentamethylentetrazole sind lösl. in Ac.,  $\text{CH}_3\text{OH}$ , Isopropylalkohol, Bzl. u. Chlor-KW-stoffen, im allg. unlösl. in Pae. u. Wasser. Die Quartärsalze wurden in exothermer Rk. auf dem Wasserbad dargestellt. — 10-Methylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{N}_4$ , [61%]; Kp.<sub>15</sub> 185—186°; F. 31—32°. — 7-Methylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{N}_4$ , [63%]; F. 53—54° (Ac.-Pae.). — 8-Methylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{N}_4$ , [57%]; F. 43—44° (Ac.-Pae.). — 8-*sek.*-Butylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{N}_4$ , [50%]; aus Heptan-Propyldichlorid Prismen, F. 70—71°. — 8-*tert.*-Butylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{N}_4$ , [68%]; aus Isopropanol Nadeln, F. 132,5 bis 133°. Benzolsulfonsäuremethylesterverb.,  $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{O}_3\text{N}_4\text{S}$ , [71%]; aus Propyldichlorid Nadeln, F. 171,5—172,5°. — 8-*tert.*-Amylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{N}_4$ , [57%]; aus  $\text{CH}_3\text{OH}$  Nadeln, F. 73—74°. — 8-Cyclohexylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{N}_4$ , [51%]; aus Heptan Blättchen, F. 92—93°. — 7,9-Dimethylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{N}_4$ , [58%]; aus W. Blättchen, F. 156°. — 7-Methyl-9-äthylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{N}_4$ , [32%]; aus Isopropanol kleine Nadeln, F. 88,5—89,5°. — 7-Methyl-9-n-propylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{N}_4$ , [37%]; aus Isopropanol Prismen, F. 64,5—65,5°. — 7-Methyl-9-isopropylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{N}_4$ , [50%]; kleine Nadeln, F. 135° (Ac.-Pae.). — 7-Methyl-10-isopropylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{N}_4$ , [27%]; aus Ac.-Pae. Prismen, F. 49 bis 49,5°. — 7,9,9-Trimethylpentamethylentetrazol,  $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{N}_4$ , [72%]; aus W. Nadeln, F. 115—117°. — Pentamethylentetrazol-Jodmethylat,  $\text{C}_7\text{H}_{13}\text{N}_4\text{J}$ , [40%]; aus absol. Isopropanol Nadeln, F. 175—180°. Benzolsulfonsäuremethylesterverb.,  $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_3\text{N}_4\text{S}$ , [63%]; aus Äthylenchlorid glitzernde Platten, F. 145—146°. (J. org. Chemistry 15. 58—67. Jan. 1950. Orange, N. J., E. Bilhuber, Inc., Res. Labor.) NITZSCHE 3183

D. Aziz und J. G. Breckenridge, *Optische Stabilität bei Biphenyl-, Phenylpyridyl- und Bipyridylverbindungen*. Um weitere Erkenntnisse über die durch Rotationsbeschränkung um einfache Bindungen hervorgerufene Molekülasymmetrie zu erhalten, wurden die Racemisierungsgeschwindigkeiten der Verb. I—V bei 125° in Äthylenglykolmonomethyläther (Methylcellosolve) bestimmt. I wurde in ca. 30 Stdn. racemisiert (Halbwertszeit 336 Min.); II verhält sich ähnlich (Halbwertszeit 353 Min.). Bei III u. IV konnte keine Racemisierung beobachtet werden. V wurde in ca. 30 Min. racemisiert (Halbwertszeit ca. 10 Min.). Dieses Verh. entspricht vollkommen dem theoret. zu erwartenden. — 4-Methylphenanthrenchinon,  $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_2$ , durch Oxydation von 4-Methylphenanthren (Kp.<sub>0,2</sub> 170°) mit  $\text{CrO}_3$  in Essigsäure; nach Reinigung über die  $\text{NaHSO}_4$ -Verb. aus A. orange Kristalle, F. 167—167,2°. Liefert mit o-Phenylendiamin quantitativ das *Chinoxalin* ( $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{N}_2$ , F. 160,5—161°). Da HAWORTH (J. chem. Soc. [London] 58. [1932.] 1125) für beide Verb. niedrigere FF. angibt, untersuchen Vff. zur Zeit die Ursachen für diese Diskrepanz. — 2,2'-Dicarboxy-6-methylbiphenyl,  $\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{O}_4$ , durch Erhitzen von 4-Methylphenanthrenchinon in Eisessig mit  $\text{H}_2\text{O}_2$ ; aus wss.  $\text{CH}_3\text{OH}$  weiße Kristalle, F. 228—229°. *laevo-Form*; durch Zers. des in A. erhaltenen *Morphinsalzes* ( $\text{C}_{33}\text{H}_{34}\text{O}_7\text{N}\cdot\text{H}_2\text{O}$ , weiße Kristalle, F. 208°;  $[\alpha]_{\text{D}}^{25}$  -78,5° u.  $[\alpha]_{\text{D}}^{25}$  -69,4° in Eisessig, c = 1) mit kalter verd. HCl, F. 228° (erweicht bei 192° u. verfestigt sich dann wieder);  $[\alpha]_{\text{D}}^{25}$  -7,73° u.  $[\alpha]_{\text{D}}^{25}$  -6,95°



gelbe Prismen, F. 152°. — 1.1'-Dimethyl-3.3'-dicarbomethoxy-2.2'-bipyridylum-bis-methylsulfat, C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>12</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, aus vorst. Verb. mit Dimethylsulfat (2 Äquivalente) auf dem Dampfbad; aus CH<sub>3</sub>OH-Ae. weiße Kristalle, F. 208°. *Dijodid*, C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>J<sub>2</sub>, aus dem Sulfat mit KJ; aus CH<sub>3</sub>OH-Ae. orange Nadeln, F. 175°. *dextro-Dijodid* (IV), durch Zers. des  $\alpha$ -Bromcampher- $\pi$ -sulfonats (C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O<sub>12</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>Br<sub>2</sub>, aus Aceton-Ae. weiße Kristalle, F. 150 bis 154°;  $[\alpha]_{D}^{25}$  +74,5° u.  $[\alpha]_{D}^{20}$  +69,5° in CH<sub>3</sub>OH bei c = 0,5) mit KJ; gelbe Kristalle, F. 179—180°;  $[\alpha]_{D}^{25}$  +15,4° u.  $[\alpha]_{D}^{20}$  +13,3° in CH<sub>3</sub>OH (c = 0,5). — 1-Methyl-3.3'-dicarbomethoxy-2.2'-bipyridylumjodid, C<sub>13</sub>H<sub>15</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>J, durch Erhitzen von VI in Bzl. mit Dimethylsulfat (1 Äquivalent) u. Umsetzen des gebildeten Methylsulfats mit KJ; gelbe Flocken, F. 153—154°. Spaltung über das  $\alpha$ -Bromcampher- $\pi$ -sulfonat (C<sub>25</sub>H<sub>29</sub>O<sub>8</sub>N<sub>2</sub>SBr, aus Aceton-Ae. weiße Kristalle, F. 159—159,5°;  $[\alpha]_{D}^{25}$  -273° u.  $[\alpha]_{D}^{20}$  -206° in CH<sub>3</sub>OH bei c = 0,675) liefert das *dextro-Jodid* (V), aus Aceton-Ae. gelbe Kristalle, F. 136—137°;  $[\alpha]_{D}^{25}$  +10,0° u.  $[\alpha]_{D}^{20}$  +7,75° in CH<sub>3</sub>OH bei c = 0,39. — Alle FF. sind korrigiert. (Canad. J. Res., Sect. B 28. 26—33. Jan. 1950. Toronto, Ontario, Univ. of Toronto.) CORTE. 3221

J. Büchi, L. Ragaz und R. Lieberherr, *Über lokalanästhetisch wirksame Derivate des 2-Alkoxy-4-aminochinolins*. (Vgl. Helv. chim. Acta 32. [1949.] 1806.) Im Bestreben, neue u. weniger giftige Chinolinderiv. mit gleicher lokalanästhet. Wirksamkeit wie der des *Percains* (I) u. geringer Toxizität zu finden, wurden unter Variation der —CONH—Brücke u. der Basizität 3 Verbindungstypen (A—C) mit Homologen (n- u. iso-Reihe) hergestellt:



Versuche (FF. korr. u. auf dem Block bestimmt): 2-Isobutoxy-4-(diäthylaminoäthylamino)-chinolin, C<sub>19</sub>H<sub>29</sub>ON<sub>3</sub> (Typ A), aus 2-Isobutoxy-4-aminochinolin u. Diäthylaminoäthylehlorid durch Druckerhitzung mit K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> in Bzl. auf 150°; nach Entfernung Nebenprod. aus der sauren Lsg. des getrockneten Reaktionsprod. mit Ae. wurde die Base aus der alkalisierten Lsg. mit Ae. extrahiert u. im Hochvakuum dest.; Ausbeute 37%; hellgelbes Öl, Kp.<sub>0,05</sub> 156°. *Hydrochlorid*, hygroskop. körnige Kristalle, F. 137—139°; Gewebereizung (+); A.I. 3,4 u. 1,6. — Analog hergestellte *Homologe* mit Alkylrest R: R = CH<sub>3</sub>, Kp.<sub>0,05</sub> 142°; *Hydrochlorid*, F. 139—142°; ++, R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, Kp.<sub>0,05</sub> 166°; *Hydrochlorid*, F. 177—179°; + (+); A.I. 0,64 u. 1,0. R = C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, Kp.<sub>0,05</sub> 151°; *Hydrochlorid*, F. 165—167°; +; A.I. 2,2 u. 0,95. R = n-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>, Kp.<sub>0,05</sub> 160°; *Hydrochlorid*, F. 125—127°; (+); A.I. 4,2 u. 1,2. R = n-C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>, Kp.<sub>0,05</sub> 166°; *Hydrochlorid*, F. 140 bis 141°; (+); A.I. 2,8 u. 6,0. R = n-C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>, Kp.<sub>0,05</sub> 172°; *Hydrochlorid*, F. 105—179°; ++; A.I. 2,4 u. 4,6. R = n-C<sub>7</sub>H<sub>15</sub>, Kp.<sub>0,05</sub> 182°; *Hydrochlorid*, F. 113—114°; + (+); A.I. 2,0 u. 5,6. R = iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, Kp.<sub>0,05</sub> 147°; *Hydrochlorid*, F. 162—164°; (+); A.I. 3,4 u. 1,4. R = iso-C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>, Kp.<sub>0,05</sub> 177°; *Hydrochlorid*, F. 124—126°; ++; A.I. 4,8 u. 2,0. — 2-n-Propoxy-4-[chloroacetylaminomino]-chinolin, C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>Cl, aus 2-n-Propoxy-4-aminochinolin u. Chloroacetylchlorid durch Kochen mit Soda in Aceton; lange Nadeln aus Methanol + W., F. 140—141°; Ausbeute 90%. — Analog hergestellte *Homologe* mit Alkylrest R: R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, F. 160—161°. R = n-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>, F. 138—139°. R = n-C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>, F. 133—134°. R = n-C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>, F. 132—133°. R = n-C<sub>7</sub>H<sub>15</sub>, F. 126—127°. — 2-n-Propoxy-4-[diäthylaminoacetylaminomino]-chinolin, C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub> (Typus B), aus vorst. Verb. durch Kochen mit Diäthylamin; Ausbeute 69%; gelbes Öl, 2 mal im Hochvakuum dest., Kp.<sub>0,05</sub> 158°. *Hydrochlorid*, Nadeln, F. 200—201°; +; A.I. 1,5 u. 1,6. — *Homologe*: R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, F. 60°; *Hydrochlorid*, F. 188°; + (+); A.I. 2,5 u. 4,0. R = n-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>, F. 39°; *Hydrochlorid*, F. 179°; + (+); A.I. 4,4 u. 3,8. R = n-C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>, F. 65°; *Hydrochlorid*, F. 150°; + (+); A.I. 1,9 u. 4,2. R = n-C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>, F. 62°; *Hydrochlorid*, F. 139°; ++; A.I. 3,7 u. 1,5. R = n-C<sub>7</sub>H<sub>15</sub>, F. 44°; *Hydrochlorid*, F. 135°; + (+); A.I. 0,9 u. 1,2. — 2-[Diäthylaminoäthoxy]-4-aminochinolin, C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>ON<sub>2</sub> (Typus C), aus 2-Chlor-4-aminochinolin u. Diäthylaminoäthanol durch 10std.

Kochen mit Na in absol. Toluol; Ausbeute 41%; das gelbe ölige Reaktionsprod. gibt mit Ligroin Blättchen, F. 88—89°; *Hydrochlorid*, Kristalle aus A. + Ae., Doppel-F. 141 u. 193—195°; + (—); A.I. 1,9 u. 3,4. (Helv. chim. Acta 32. 2310—17. 1/12. 1949. Zürich, ETH, Pharm. Inst.; Bern, Dr. A. Wander A. G.) SCHULENBURG. 3221

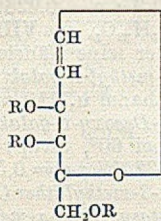
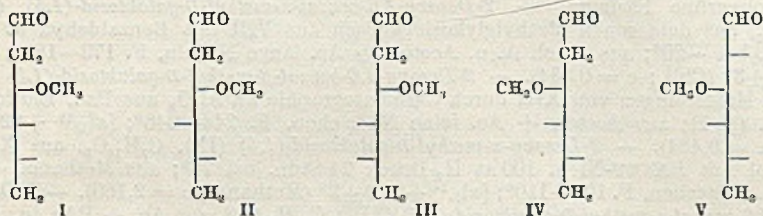
J. L. Riebsomer, *Die Synthese von Piperazindionen-(2.3) aus 1.2-Diaminen und Oxalestern*. Oxalsäure (II) gibt beim Erhitzen mit N-[2-Aminoisobutyl]-isopropylamin (II) nicht die Verb. I, sondern wenig *1-Isopropyl-1.4-dimethylimidazol-(2)*, indem nur 1 COOH-Gruppe unter Imidazolbildung reagiert u. aus der anderen CO<sub>2</sub> abgespalten wird. Bei dem Vers., I aus II u. III-Dimethylester darzustellen, wurde *5.5-Dimethyl-1-isopropylpiperazindion-(2.3)* (IV) in guter Ausbeute erhalten. Die Rk. läßt sich auf andere 1.2-Diamine mit einer prim. u. einer sek. Aminogruppe übertragen. Die erhaltenen Piperazindione sind unlösl. in Ae. u. mit neutraler Rk. lösl. in Wasser. Ihre Red. (nach CLEMMENSEN oder katalyt.) führt zu Monoketoverbb., die als einsäurige Basen titriert werden können.

Versuche: *5.5-Dimethyl-1-isopropylpiperazindion-(2.3)* (IV), C<sub>9</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, aus gleichm. Mengen II u. III-Dimethylester durch Erhitzen unter gleichzeitiger Abdest. von CH<sub>3</sub>OH, zuletzt auf 180°; Ausbeute 63%; F. 203° (Aceton). Als Nebenprod. entsteht ein nicht näher untersuchtes, viscoses Öl. — *1-n-Butyl-5.5-dimethylpiperazindion-(2.3)*, C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, aus N-[2-Aminoisobutyl]-n-butylamin zu 50%; F. 118°. — *1-sek.-Butyl-5.5-dimethylpiperazindion-(2.3)*, C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, zu 34% aus N-[2-Aminoisobutyl]-sek.-butylamin; F. 210—212°. — *5.5-Dimethyl-1-phenylpiperazindion-(2.3)*, C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, in 53%ig. Ausbeute aus N-[2-Aminoisobutyl]-anilin; F. 194—196°. — 26% *5.5-Dimethyl-1-[p-tolyl]-piperazindion-(2.3)*, C<sub>11</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, entstehen aus N-[2-Aminoisobutyl]-p-toluidin; F. 246 bis 247°. — IV kann mit RANEY-Ni in CH<sub>3</sub>OH (19 Stdn. bei 200° u. 2000 p.s.i.), danach mit Pt-Mohr (7 Stdn. bei 200° u. 2000 p.s.i.) zu 23% *5.5-Dimethyl-1-isopropyl-2-ketohexahydrodiazin-(1.4)* (V), C<sub>9</sub>H<sub>16</sub>ON<sub>2</sub>, red. werden, das auch bei CLEMMENSEN-Red. von IV (9std. Kochen, zum Schluß Alkalisieren u. Ausäthern) erhalten wird; 50%; Kp.<sub>20</sub> 152 bis 153°. *Hydrochlorid*, C<sub>9</sub>H<sub>19</sub>ON<sub>2</sub>Cl, F. 192° (A.). V-Benzoylverb., C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 152—153° (90%ig. A.); neutral. — *5.5-Dimethyl-1-isopropyl-2-keto-4-nitrosohexahydrodiazin-(1.4)*, C<sub>9</sub>H<sub>17</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub>, aus V in HCl u. NaNO<sub>2</sub> bei 0—5°; 75%; F. 115° (A.). — *1-n-Butyl-5.5-dimethyl-2-ketohexahydrodiazin-(1.4)*, C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>ON<sub>2</sub>, Darst. analog V durch CLEMMENSEN-Red.; 31%; Kp.<sub>6</sub> 155—157°. *Hydrochlorid*, C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>ON<sub>2</sub>Cl, F. 127—129°. — Ebenso *5.5-Dimethyl-2-keto-1-sek.-butylhexahydrodiazin-(1.4)*, C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>ON<sub>2</sub>; 23%; Kp.<sub>6</sub> 140—141°. *Hydrochlorid*, C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>ON<sub>2</sub>Cl, F. 175—176°. — Die beiden übrigen Piperazindione konnten nach CLEMMENSEN nicht in befriedigender Weise red. werden. (J. org. Chemistry 15. 68—73. Jan. 1950. Albuquerque, Univ. of New Mexico, Dep. of Chem.) NITZSCHKE. 3252

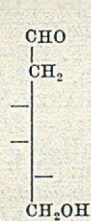
Ch. Tamm und T. Reichstein, *Synthese des 2-Desoxy-D-fucose-3-methyläthers und seine Identifizierung mit D-Diginose*. *Desoxyzucker*. 17. Mitt. (16. vgl. C. 1948. II. 1074.) Von den aus den natürlichen Herzgiften isolierten 4 Desoxyzuckern der Zus. C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub> ist die Konst. u. Konfiguration der D-Cymarose (I) bewiesen, die der L-Oleandrose (III) sehr wahrscheinlich gemacht durch Vgl. mit dem synthet. L-Desoxy-D-glucomethylose-3-methyläther (VISCHER, REICHSTEIN, C. 1945. I. 1132). Die Konst. u. Konfiguration der D-Diginose wird nunmehr durch Synth. als 2-Desoxy-D-fucose-3-methyläther (IV) erkannt. Für den 4. Desoxyzucker, die *Sarmentose* bleibt mithin nur II übrig, vorausgesetzt, daß sie die Konst. eines 2-Desoxymethylose-3-methyläthers besitzt. Die Synth. von IV wurde auf folgendem Wege durchgeführt: D-Galaktal-(1.5) (VI) wurde in die bekannte 2-Desoxy-D-galaktose (VIII) umgewandelt. Diese gab mit 3%ig. Methanol-HCl bei 20° ein sirupöses Glykosidgemisch (IX u. X), aus dem mit Benzaldehyd u. ZnCl<sub>2</sub> krist. 4.6-Benzal-α-methyl-2-desoxy-D-galaktosid-(1.5) (XIII) bereitet wurde. Daneben entstand noch ein Isomeres, vermutlich das β-Glykosid XV. Druckhydrierung von XIII mit RANEY-Ni führte zum freien α-Methyl-2-desoxy-D-galaktosid-(1.5) (IX), wobei als Nebenprod. die amorphe Hexahydroverb. XXII anfiel. Der aus XIII gewonnene Methyläther XII lieferte bei der Druckhydrierung mit RANEY-Ni ganz entsprechend den α-Methyl-2-desoxy-D-galaktosid-(1.5)-3-methyläther (XVIII) u. als Nebenprod. die Hexahydroverb. XI. Der aus XVIII durch Hydrolyse erhaltene freie Zucker XXI wurde durch Oxydation mit KMnO<sub>4</sub> zu D-Methoxyberneisäure abgebaut u. damit seine Konst. gesichert. Partielle Tosylierung von XVIII führt zu sirupösem XIX, das mit NaJ XVI gibt. Das aus XVIII mit einem Überschuß von Tosylchlorid in Pyridin erhaltene amorphe Rohprod., hauptsächlich aus XX bestehend, wurde mit NaJ in Aceton umgesetzt, das entstandene XVII mit H<sub>2</sub>, RANEY-Ni u. NaOH zu XXIII entjodet u. anschließend als Rohprod. mit Na-Amalgam desoxyliert, wobei der destillierbare α-Methyl-2-desoxy-D-fucosid-(1.5)-3-methyläther (XXIV) erhalten wurde.



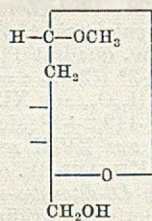
Seine Hydrolyse mit 0,1nH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 60° führte in rascher Rk. zum freien *2-Desoxy-D-fucose-3-methyläther* (IV), der aber nicht krist. erhalten werden konnte. Die bei der Oxydation mit Br<sub>2</sub>-W. entstandene 2,6-Bisdesoxyhexonsäure XXV wurde als  $\delta$ -Benzylthiuroniumsalz isoliert u. war ident. mit dem Oxydationsprod. der *D-Diginose*, dagegen verschied. von dem entsprechenden Umwandlungsprod. der Sarmenose. Auf die nahen Beziehungen zwischen Diginose (IV) u. Digitalose (V) wird hingewiesen.



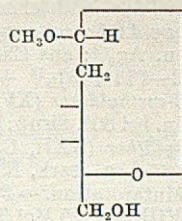
VI R = H  
VII R = Ac



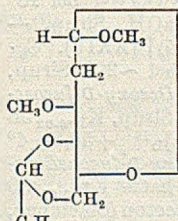
VIII



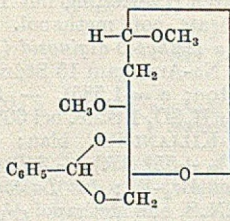
IX



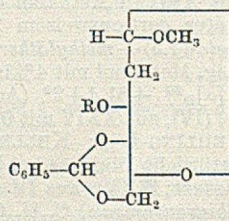
X



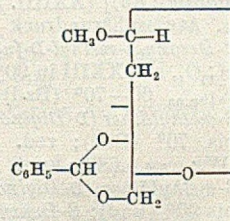
XI



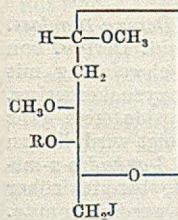
XII



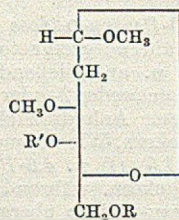
XIII R = H  
XIV R = Ts



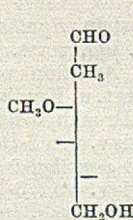
XV



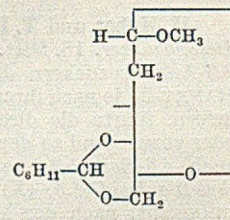
XVI R = H  
XVII R = Ts



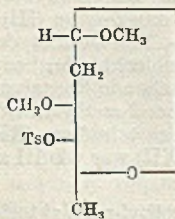
XVIII R = R' = H  
XIX R = Ts; R' = H  
XX R = R' = Ts



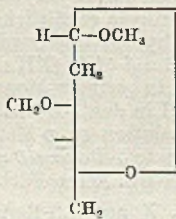
XXI



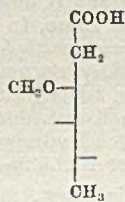
XXII



XXIII



XXIV



XXV

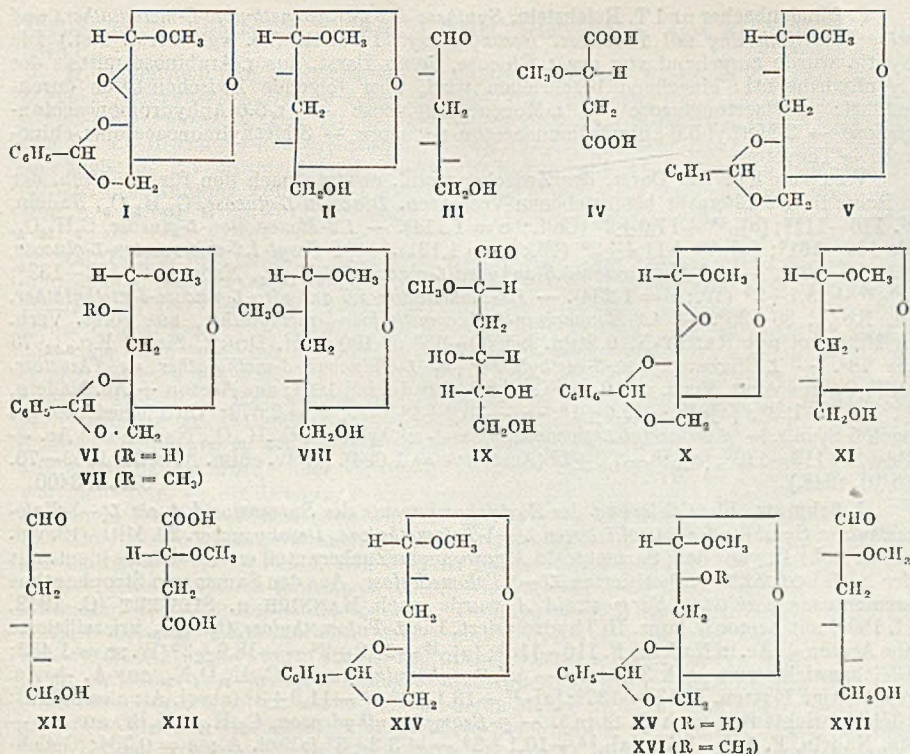
Ac = CO·CH<sub>3</sub>  
Ts = p-SO<sub>2</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>·CH<sub>3</sub>

Versuche: 3.4.6-Triacetyl-D-galaktal-(1.5) (VII), aus  $\beta$ -Pentaacetyl-D-galaktose-(1.5) über Acetobromgalaktose u. Red. der nicht isolierten Verb. mit verkupferten Zn-Staub in Essigsäure,  $K_p$ -0,005 105–115° (Bad); dickfl. Sirup; Ausbeute 54%. — 2-Desoxy-D-galaktose (VIII),  $C_6H_{12}O_5$ , aus VI mit  $nH_2SO_4$  15 Stdn. bei 0°; aus absol. A. + Aceton derbe Plättchen, F. 105–106°;  $[\alpha]_D^{18} + 60,7 \pm 2^\circ$  ( $H_2O$ ;  $c = 2,699$ ); ohne Mutarotation. VIII red. FEHLINGsche Lsg. stark u. gab bei der KELLER-KILIANI-Rk. sofort olivgrüne Färbung. — 2-Desoxy-4.6-benzal- $\alpha$ -methyl-D-galaktosid-(1.5) (XIII),  $C_{14}H_{18}O_5$ , aus dem rohen Methylglykosidgemisch aus VIII mit Benzaldehyd u.  $ZnCl_2$  18 Stdn. bei  $\sim 20^\circ$ ; aus absol. A. u. Aceton + Ac. lange Nadeln, F. 179–180°;  $[\alpha]_D^{18} - 108,4 \pm 3^\circ$  (Chlf.;  $c = 0,854$ ). — 2-Desoxy-4.6-benzal- $\beta$ -methyl-D-galaktosid-(1.5) (XV), aus den Mutterlaugen von XIII durch Chromatographie an  $Al_2O_3$  aus Bzl., Elution mit Bzl.-Ac. (1:1); aus Aceton + Ac. feine Nadelchen, F. 244–246°;  $[\alpha]_D^{18} + 82,5 \pm 4^\circ$  (Chlf.;  $c = 0,484$ ). — 2-Desoxy- $\alpha$ -methyl-D-galaktosid-(1.5) (IX),  $C_7H_{11}O_5$ , aus XIII in Methanol mit RANEY-Ni u. 100 at  $H_2$ -Druck 24 Stdn. bei 70°; aus Methanol + Ac. quadrat. Plättchen, F. 109–110°;  $[\alpha]_D^{18} + 71,8 \pm 2^\circ$  (Methanol;  $c = 2,169$ ). — 2-Desoxy-3-tosyl-4.6-benzal- $\alpha$ -methyl-D-galaktosid-(1.5) (XIV),  $C_{21}H_{24}O_7S$ , aus Ac. + PAe., u. Ac. + Aceton feine Nadelchen, F. 128–129° (Zers.);  $[\alpha]_D^{16} + 135 \pm 2^\circ$  (Chlf.;  $c = 0,928$ ). — 2-Desoxy-4.6-benzal- $\alpha$ -methyl-D-galaktosid-(1.5)-3-methyläther (XII),  $C_{15}H_{20}O_5$ , aus VIII mit  $CH_3J$  u.  $Ag_2O$ ; aus Chlf. + Ac. quadrat. Platten, F. 116–117°, oder feine Nadelchen, F. 172–173°;  $[\alpha]_D^{18} + 135,5 \pm 2^\circ$  (Chlf.;  $c = 4,162$ ). — 2-Desoxy- $\alpha$ -methyl-D-galaktosid-(1.5)-3-methyläther (XVIII),  $C_8H_{14}O_5$ , aus XII mit RANEY-Ni in Methanol u. 110 at  $H_2$  21 Stdn. bei 80°, Sirup;  $[\alpha]_D^{18} + 112,2 \pm 2^\circ$  (Methanol;  $c = 2,086$ ). — 2-Desoxy-D-galaktose-3-methyläther (XXI),  $C_8H_{14}O_5$ , aus XVIII mit  $0,1nH_2SO_4$  1 Stde. bei 60°, Sirup; red. FEHLING-Lsg. stark, KELLER-KILIANI-Rk. olivgrün;  $[\alpha]_D^{17} + 69,1 \pm 3^\circ$  (W.;  $c = 0,514$ ); keine Mutarotation. — 2-Desoxy-4.6-ditosyl- $\alpha$ -methyl-D-galaktosid-(1.5)-3-methyläther (XX), aus XVIII mit 2,5 Mol Tosylchlorid in Pyridin, Sirup. — 2-Desoxy-4-tosyl-6-jod- $\alpha$ -methyl-D-galaktosid-(1.5)-3-methyläther (XVII), aus XX mit NaJ in Aceton 8 Stdn. bei 80–90°, Sirup. — 2-Desoxy-4-tosyl- $\alpha$ -methyl-D-fucosid-(1.5)-3-methyläther [4-Tosyl- $\alpha$ -methyl-D-diginosid-(1.5)] (XXIII), aus XVII in Methanol durch Hydrierung mit RANEY-Ni bei 18° u. Atmosphärendruck unter portionsweisem Zusatz von methanol. NaOH, Sirup. — 2-Desoxy- $\alpha$ -methyl-D-fucosid-(1.5)-3-methyläther [ $\alpha$ -Methyl-D-diginosid-(1.5)] (XXIV),  $C_8H_{16}O_5$ , aus XXIII in 90%ig. Methanol mit 4%ig. Na-Amalgam 15 Stdn. bei  $\sim 20^\circ$ , Sirup,  $K_p$ -0,05 60–70° (Bad);  $[\alpha]_D^{20} + 81,4 \pm 2^\circ$  (Aceton;  $c = 1,585$ ). — 2-Desoxy-D-fucose-3-methyläther (D-Diginose) (IV), aus XXIV mit  $0,1nH_2SO_4$  1 Stde. bei 60°, Sirup,  $K_p$ -0,02 55 bis 70° (Bad); red. FEHLING-Lsg.; KELLER-KILIANI-Rk. blau;  $[\alpha]_D^{18} + 56,2 \pm 4^\circ$  (W.;  $c = 0,683$ ); krist. natürliche Diginose hat  $[\alpha]_D + 55^\circ$  (W.). — 2-Desoxy-D-fucose-3-methyläther (D-Diginonsäure; XXV), aus IV mit  $Br_2$ -W.; das Lacton hatte  $K_p$ -0,01 80 bis 90° (Bad); S-Benzylthiuroniumsalz,  $C_{15}H_{21}O_5N_2S$ , aus Methanol + Aceton Blättchen, F. 130–131°;  $[\alpha]_D^{19} - 10,8 \pm 3^\circ$  (Methanol;  $c = 0,887$ ). (Helv. chim. Acta 31, 1630–44. 15/10. 1948. Basel, Univ.)

OHLE. 3400

H. Huber und T. Reichstein, *Synthese der 3-Desoxy-D-idose und 3-Desoxy-D-gulose. Desoxyzucker*. 18. Mitt. (17. vgl. vorst. Ref.) Während geeignete glykosid. Deriv. von 2.3-Anhydrozuckern durch Addition von  $H_2S$  u. anschließende Entschwefelung mit RANEY-Ni je nach ihrer Konst. u. Konfiguration entweder 2- oder 3-Desoxyzuckerderiv. liefern, führte die direkte Druckhydrierung dieser Anhydrozuckerglykoside stets ganz oder vorwiegend zu den Deriv. von 3-Desoxyzuckern. Wie nunmehr gezeigt wird, liefern auch 4.6-Benzal-2.3-anhydro- $\alpha$ -methyl-D-talosid-(1.5) (I) u. 4.6-Benzal-2.3-anhydro- $\alpha$ -methyl-D-gulosid-(1.5) (X) Deriv. von 3-Desoxyzuckern, während X, wie bereits früher mitgeteilt, nach der Mercaptidmeth. in 2-Desoxy-D-idose übergeführt werden konnte. I lieferte als Hauptprod. 3-Desoxy- $\alpha$ -methyl-D-idosid-(1.5) (II), daneben dessen 4.6-Benzal- u. 4.6-Hexahydrobenzalderiv. (VI bzw. V). Der aus VI durch Methylierung mit  $CH_3J$  u.  $Ag_2O$  erhaltene Methyläther VII wurde über VIII zum 3-Desoxy-D-idose-2-methyläther (IX) hydrolysiert, dessen Konst. sich durch Oxydation zur L-Methoxybernsteinsäure (IV) ergibt. Die aus II durch Hydrolyse erhaltliche 3-Desoxy-D-idose (III) zeigte nicht die Neigung der Idose, in ein Anhydrid überzugehen. — Die Druckhydrierung von X gab das 3-Desoxy- $\alpha$ -methyl-D-galaktosid-(1.5) (XI) nur in schlechter Ausbeute. Die daraus u. bei der Druckhydrierung von X in geringer Menge entstehende Benzalverb. XV wurde analog über den 2-Methyläther XVI in den 3-Desoxy-D-gulose-2-methyläther (XVII) übergeführt u. dessen Konst. durch Oxydation zu D-Methoxybernsteinsäure (XIII) bewiesen. Die aus XI durch Hydrolyse bereitete 3-Desoxy-D-gulose (XII) war wie III amorph u. gab wie III bei der KELLER-KILIANI-Rk. keine Färbung.

Versuche: Die Darst. von I u. X aus 4.6-Benzal- $\alpha$ -methyl-D-galaktosid-(1.5) wurde vereinfacht. Das Gemisch der 2- u. 2-Monotosylate dieser Verb. wurde nach Ab-



Mit der Synthese von III u. XII sind nunmehr alle 4 theoret. möglichen D-Formen der 3-Desoxyhexosen bekannt.

trennen der Hauptmenge des Ditosylats direkt mit NaOCH<sub>3</sub> in das Gemisch von I u. X übergeführt, aus dem I direkt auskristallisierte, während X durch Chromatographie der Mutterlauge an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> rein erhalten wurde. — 3-Desoxy-4,6-hexahydrobenzal- $\alpha$ -methyl-D-idosid-(1.5) (V), C<sub>14</sub>H<sub>24</sub>O<sub>5</sub>, aus PAc. Kristalle, F. 84–85°;  $[\alpha]_D^{20} +60,8 \pm 2^\circ$  (Chlf.; c = 2,319). — 3-Desoxy-4,6-benzal- $\alpha$ -methyl-D-idosid-(1.5) (VI), C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>O<sub>5</sub>, aus Methanol + Ac. mit PAc. Nadeln, 1. F. 86–87°; 2. F. 106–108°;  $[\alpha]_D^{20} +59,6 \pm 2^\circ$  (Chlf.; c = 0,906). — 3-Desoxy-4,6-benzal- $\alpha$ -methyl-D-idosid-(1.5)-2-methyläther (VII), C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>5</sub>, aus Chlf. + Ac. + PAc. Kristalle, 1. F. 101–102°; 2. F. 106–108°; bei 0,01 mm/125° (Bad) sublimierbar;  $[\alpha]_D^{20} +84,9 \pm 3^\circ$  (Chlf.; c = 1,365). — 3-Desoxy-D-idose-2-methyläther (IX), aus VII in Methanol mit 0,01nH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 75 Min. bei 100°, Sirup. — L-Methoxybernsteinsäure (IV), aus IX mit KMnO<sub>4</sub>; Diamid, C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, aus Methanol + Ac. Kristalle, nach Sublimation bei 0,01 mm F. 184–185°;  $[\alpha]_D^{20} -58,1 \pm 2^\circ$  (Methanol; c = 1,086). — 3-Desoxy- $\alpha$ -methyl-D-idosid-(1.5) (II), C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>, aus VI in Methanol mit 0,01nH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 75 Min. bei 100°, Sirup;  $[\alpha]_D^{20} +98,4 \pm 2^\circ$  (Methanol; c = 3,678). — 3-Desoxy-D-idose (III), C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>, aus II mit 0,01nH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3 Stdn. bei 100°, Sirup;  $[\alpha]_D^{15} -10,4 \pm 1^\circ$  (W.; c = 3,380). — 3-Desoxy-4,6-hexahydrobenzal- $\alpha$ -methyl-D-gulosid-(1.5) (XIV), C<sub>14</sub>H<sub>24</sub>O<sub>5</sub>, aus PAc. Kristalle, F. 122 bis 123°;  $[\alpha]_D^{18} +89,0 \pm 2^\circ$  (Chlf.; c = 0,978). — 3-Desoxy- $\alpha$ -methyl-D-gulosid-(1.5) (XI), C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>, aus Methanol + Aceton + Ae. körnige Kristalle, F. 162–163°;  $[\alpha]_D^{16} +143,1 \pm 2^\circ$  (Methanol; c = 1,250). — Die Mutterlauge von XI gab einen Sirup, nach Dest. bei 0,01 mm/130° (Bad);  $[\alpha]_D^{19} 108,0 \pm 2^\circ$  (Methanol; c = 4,97), dessen Natur nicht aufgeklärt wurde. — 3-Desoxy-D-gulose (3-Desoxy-D-galaktose; XII), C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>, aus XI mit 0,75nH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3 Stdn. bei 100°, Sirup;  $[\alpha]_D^{20} +6,94 \pm 2^\circ$  (W.; c = 1,298). — 3-Desoxy-4,6-benzal- $\alpha$ -methyl-D-gulosid-(1.5) (XV), C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>O<sub>5</sub>, nach Sublimation bei 0,01 mm/135° (Bad) aus Chlf. + Ac., F. 168–169°;  $[\alpha]_D^{20} +94,4 \pm 2^\circ$  (Chlf.; c = 1,199). — Aus dem Mutterlaugeprodukt von XI wurde durch Umsetzung mit Benzaldehyd u. ZnCl<sub>2</sub> neben XV noch ein Isomeres, aus Bzl. + PAc. lange nadelförmige Kristalle vom F. 110–112° u.  $[\alpha]_D^{19} +76,8 \pm 2^\circ$  (Chlf.; c = 1,040) erhalten. — 3-Desoxy-4,6-benzal- $\alpha$ -methyl-D-gulosid-(1.5)-2-methyläther (XVI), C<sub>8</sub>H<sub>20</sub>O<sub>5</sub>, aus Chlf. + Ac. + PAc. Nadeln, F. 138–139°;  $[\alpha]_D^{18} +76,6 \pm 2^\circ$  (Chlf.; c = 1,307). (Helv. chim. Acta 31. 1645–55. 15/10. 1948.)

F. Blindenbacher und T. Reichstein, *Synthese des L-Glucomethylose-3-methyläthers und seine Identifizierung mit Thevetose. Desoxyzucker*. 19. Mitt. (18. vgl. vorst. Ref.) Die Synth. wurde ausgehend von der L-Glucose, deren Darst. aus L-Arabinose mittels der Cyanhydrinsynth. eingehend beschrieben wird, über folgende Zwischenstufen durchgeführt: L-Diacetonglucose → L-Monoacetonglucose → L-5.6-Anhydromonoacetonglucose → 3-Methyl-5.6-anhydromonoacetonglucose → 3-Methylmonoacetonglucose → Thevetose.

Versuche: Die Darst. der Zwischenprodd. erfolgte nach den für die Verb. der D-Reihe in der Literatur beschriebenen Verfahren. *Diaceton-L-glucose*, C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>6</sub>, Nadeln, F. 110–111°; [α]<sub>D</sub><sup>13</sup> +17,0 ± 2° (Chlf.; c = 1,114). — *L-Monoacetonglucose*, C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>, F. 160–161°; [α]<sub>D</sub><sup>19</sup> +11,4 ± 2° (W.; c = 1,131). — *6-Tosyl-1.2-monoacetonglucose*, F. 102–103°. — *L-2-Monoacetonglucose-5.6-anhydro-L-glucose*, C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>, Nadeln, F. 132–133°; [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> +25,1 ± 2° (W.; c = 1,234). — *L-2-Monoacetonglucose-5.6-anhydro-L-glucose-3-methyläther*, Öl, Kp.<sub>0.01</sub> 30–35°. — *L-2-Monoacetonglucose-5.6-anhydro-L-glucose-3-methyläther*, aus vorst. Verb. in Methanol mit RANEY-Ni 6 Stdn. bei 60–65° u. 100 at H<sub>2</sub>-Druck, Sirup, Kp.<sub>0.01</sub> 75 bis 78°. — *L-Glucomethylose-3-methyläther* = *L-Chinovose-3-methyläther* = *Thevetose*, C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>, aus vorst. Verb. mit 0,8% ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 Stdn. bei 100°; aus Aceton + Ae. Nadeln, F. 126,5–129°; [α]<sub>D</sub><sup>18</sup> –49,6 ± 1° → –36,9 ± 1° (W.; c = 2,679; Gleichgewichtswert nach 5 Stdn.). — *β-Triacetyl-L-glucomethylose-3-methyläther*, C<sub>13</sub>H<sub>20</sub>O<sub>8</sub>, Nadeln aus Ae. + PAe., F. 118–119°; [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> –7,3 ± 2° (Aceton; c = 1,094). (Helv. chim. Acta 31. 1669–76. 15/10. 1948.)

OHLE 3400

J. Schmutz, *Identifizierung der Zuckerkomponente des Sarmentosid A als L(-)-Talomethylose. Synthese der kristallisierten L(-)-Talomethylose. Desoxyzucker*. 20. Mitt. (19. vgl. vorst. Ref.) Der aus dem Sarmentosid A gewonnene Zuckeranteil erwies sich als ident. mit der nach VOTOČEK synthetisierten L(-)-Talomethylose. Aus den Samen von Strophanthus sarmentosus bereitetes Sarmentosid A wurde nach MANNICH u. SIEWERT (C. 1942. II. 1691) mit Aceton u. konz. HCl hydrolysiert. Die L-Talomethylose, C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>, kristallisierte aus Aceton + Ae. in Nadeln, F. 116–118°; [α]<sub>D</sub><sup>18</sup> –20,2 ± 2° → –18,9 ± 2° (W.; c = 1,482; Gleichgewichtswert nach 3 Stdn.). — *Methylphenylhydrazon*, C<sub>13</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, aus A. + Ae. rechteckige Platten, F. 136–137°; [α]<sub>D</sub><sup>17</sup> –13,1 ± 3° → –11,9 ± 3° (absol. A.; c = 0,8375; Gleichgewichtswert nach 24 Stdn.). — *p-Bromphenylhydrazon*, C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Br, aus A. + Ae. Nadeln, F. 145–147°; [α]<sub>D</sub><sup>19</sup> –10,1 ± 3° → +3,8 ± 3° (absol. A.; c = 0,794; Gleichgewichtswert nach 24 Stdn.). — L-Fucose wurde nach der von GÄTZI u. REICHSTEIN modifizierten Vorschrift von VOTOČEK mit Br<sub>2</sub>-W. zu L-Fuconsäure oxydiert, diese als Ba-Salz isoliert u. als freie Säure mit Pyridin (60 Stdn. Kochen) epimerisiert. Das Gemisch der L-Fuconsäure u. L-Talomethylonsäure wurde durch fraktionierte Kristallisation der Ba-Salze getrennt (L-fuconsaures Ba Platten, L-talomethylonsaures Ba feine Nadeln). *L-(+)-Talomethylonsäurelacton*, C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>, aus Aceton mit Ae. quadrat. Platten, F. 134–135°; [α]<sub>D</sub><sup>18</sup> +36,0 ± 2° → +33,3 ± 2° (W.; c = 1,082; Gleichgewichtswert nach 3 Tagen). — *L-(+)-Fuconsäurelacton*, aus Aceton + Ae. zu Drusen vereinigte Nadeln, F. 104–106°, leichter lösl. in Aceton + Ae. als vorst. Verbindung. Die aus L-Talomethylonsäurelacton durch Red. mit 2,5% ig. Na-Amalgam nach STEIGER (C. 1936. I. 4009) gewonnene L-Talomethylose krist. aus A. + Aceton in Nadeln vom F. 116–118°; [α]<sub>D</sub><sup>17</sup> –22,1 ± 2° → –20,9 ± 2° (W.; c = 1,625; Endwert nach 24 Stdn.) u. erwies sich auf Grund der Misch-FF. der Zuckerpräpp. sowie derjenigen des daraus bereiteten Methylphenyl- u. p-Bromphenylhydrazone als ident. mit dem Zucker aus Sarmentosid A. (Helv. chim. Acta 31. 1719–23. 15/10. 1948.)

OHLE 3400

F. Blindenbacher und T. Reichstein, *Synthese der L-Oleandrose. Desoxyzucker*. 21. Mitt. (20. vgl. vorst. Ref.) Die von VISCHER u. REICHSTEIN (C. 1945. I. 1132) durchgeführte Synth. des 2-Desoxy-D-glucomethylose-3-methyläthers wurde nunmehr in der L-Reihe ausgeführt. Als Ausgangsmaterial diente synthet. sowie natürliche Thevetose (L-Glucomethylose-3-methyläther) aus Neriifolin. Der synthet. 2-Desoxy-L-glucomethylose-3-methyläther war mit der Oleandrose aus Oleandrin identisch.

Versuche (FF. korr.): *Thevetalacetat* (L-Chinoval-3-methylätheracetat), aus β-Triacetylthevetose in Eisessig + Acetanhydrid u. HBr-Eisessig 2 Stdn. bei 18° u. Red. der rohen Acetobromverb., Öl, Kp.<sub>0.02</sub> 50–53°, [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> +32,4 ± 1,5° (Aceton; c = 2,001); Ausbeute 28%. — *Thevetal* (L-Chinoval-3-methyläther), aus vorst. Verb. mit Ba(OH)<sub>2</sub> in Methanol, Kp.<sub>0.01</sub> 45–47° (Bad), F. 25°; [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> +75 ± 2° (W.; c = 1,239). — *L-Oleandrose*, C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>, aus Thevetal mit 2nH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 0°. Nach Dest. bei 100–105°/0,01 mm aus Ae. + PAe. Nadelndrusen, F. 62–63°, [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> +12,0 ± 2° (W.; c = 1,248) ohne merkliche Mutarotation; leicht lösl. in W., A., Aceton, Ae.; KELLER-KILIANI-Rk.: blau. — *L-Oleandronsäurephenylhydrazid*, C<sub>13</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, aus L-Oleandrose (synthet.) mit Br<sub>2</sub>-W.; aus A. + Ae. Nadeln, F. 135–136°; [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> +21,1 ± 3° (Methanol; c = 0,758) (vgl.



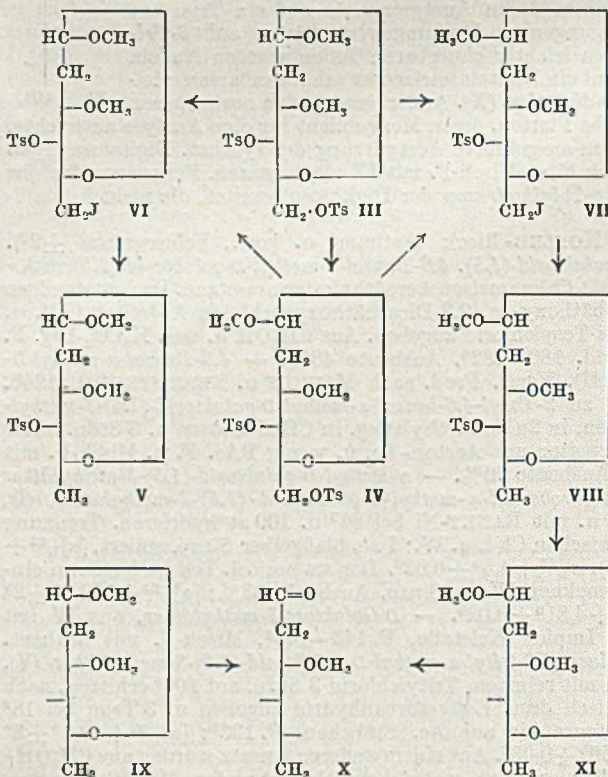
**2.4-Diacetyl- $\alpha$ -methyl-D-digitalosid-(1.5) (III).** XII in CH<sub>3</sub>OH mit RANEY-Ni unter portionsweiser Zugabe von nNaOH in CH<sub>3</sub>OH hydrieren, farbloser Sirup,  $[\alpha]_D^{21} + 110^\circ \pm 2^\circ$  (c = 2,015 in Aceton);  $\alpha_D^{21} + 2,230 \pm 0,02^\circ$ ; Ausbeute 90%. —  **$\alpha$ -Methyl-D-digitalosid-(1.5) (VIII),** C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>, aus III in CH<sub>3</sub>OH mit Ba(OH)<sub>2</sub>·8H<sub>2</sub>O—CH<sub>3</sub>OH-Lsg., Kp.<sub>0.005</sub> 115—140°;  $[\alpha]_D^{20} + 124,4^\circ \pm 3^\circ$  (c = 0,940 in Aceton);  $\alpha_D^{20} + 1,17^\circ \pm 0,03^\circ$ ; Ausbeute 81%. — **D-Digitalose (XI),** C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>, aus VIII mit 2% ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Sirup, der FEHLINGsche Lsg. stark reduziert. Ausbeute 80%;  $[\alpha]_D^{19} + 61,2^\circ \pm 2^\circ$  (c = 1,225 in W.);  $\alpha_D^{19} + 0,75^\circ \pm 0,02^\circ$ . —  **$\beta$ -Triacetyl-D-digitalose (IX)** u.  **$\alpha$ -Triacetyl-D-digitalose (X),** C<sub>13</sub>H<sub>20</sub>O<sub>8</sub>, aus XI (frisch aus Emicymarin isoliert) mit Na-Acetat u. Essigsäureanhydrid. Nach Chromatographie 24 Fraktionen isoliert. Fraktion 2 ergab büschelig angeordnete Nadelchen, F. 115—117°,  $[\alpha]_D^{17} + 160,8^\circ \pm 3^\circ$  (c = 0,659 in Chlf.);  $\alpha_D^{17} + 1,06^\circ \pm 0,03^\circ$ , Fraktion 3 lieferte grobe Platten, F. 65—67°, die Fraktionen 4—12 ergaben Stäbchen, aus Ae.-PAc., F. 96—97°;  $[\alpha]_D^{17} + 50,4^\circ \pm 3^\circ$  (c = 0,762 in Chlf.);  $\alpha_D^{17} + 0,35^\circ \pm 0,03^\circ$ . Die Substanz vom F. 96—97° ist wahrscheinlich IX, die vom F. 115—117° X. (Helv. chim. Acta 32, 163—72, 1/2. 1949.)

AMELUNG. 3400

**H. R. Bolliger und D. A. Prins, Kristallisiertes 3-Desoxy-2.4.6-triacetyl- $\alpha$ -methyl-D-mannosid-(1.5). Desoxyzucker.** 24. Mitt. (23. vgl. vorst. Ref.) Die im Titel genannte, bereits früher (vgl. C. 1946. I. 489) hergestellte Substanz wurde nunmehr kristallisiert erhalten: C<sub>13</sub>H<sub>20</sub>O<sub>8</sub>, aus Ae.-Pentan Prismen, F. 73—75°;  $[\alpha]_D^{16} + 68,6^\circ \pm 2^\circ$  (Chlf.; c = 1,6). (Helv. chim. Acta 32, 370. 15/3. 1949.)

OHLE. 3400

**H. Hauenstein und T. Reichstein, Synthese des 2-Desoxy-D-xylohexamethylse-3-methyläthers und seine Identifizierung mit Sarmentose. Desoxyzucker.** 25. Mitt. (24. vgl. vorst. Ref.) Vff. berichten über die Synth. von 2-Desoxy-D-xylohexamethylse-3-methyläther (X), der mit natürlicher Sarmentose identisch ist. Aus 4.6-Benzal- $\alpha$ -methyl-D-xylo-2-desoxyhexosid-(1.5) (I) (vgl. drittvorst. Mitt.) wurde durch reduktive Entfernung der Benzalgruppe der Methyläther II erhalten, der mit Tosylchlorid das Ditosylat III ergab. Umsetzung von III mit NaJ bei 98° lieferte das  $\beta$ -Isomere IV u. 2 isomere Jodide VI u. VII (VI ( $\alpha$ , krist.) u. VII ( $\beta$ , fl.)), die mit RANEY-Ni zu  $\alpha$ -Monotosylat V u.  $\beta$ -Monotosylat VIII entjodet wurden. Reduktive Detosylierung mit NaHg führte zu  $\alpha$ -Methyl-D-sarmentosid-(1.5) (IX) u.  $\beta$ -Methyl-D-sarmentosid-(1.5) (XI), deren saure Hydrolyse den freien analysenreinen Zucker X lieferte. Die Identität mit natürlicher Sarmentose wurde durch Oxydation mit Br<sub>2</sub> u. Überführung der Säure in das krist. S-Benzylthiuroniumsalz bewiesen. Die Derivv. beider Zucker waren nach F., Misch-F., Drehung u. Analyse identisch. Die beim Erwärmen mit NaJ erfolgten

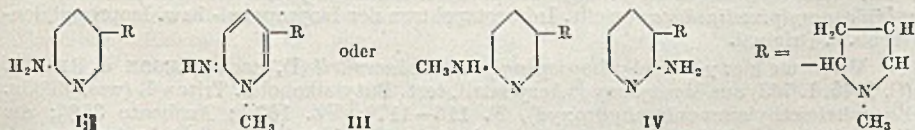


$\alpha$ - $\beta$ -Umlagerungen dürften auch in analogen früheren Fällen teilweise eingetreten sein.

Versuche (FF. auf KOFLER-Block bestimmt u. korr., Fehlergrenze  $\pm 2^\circ$ ):  **$\alpha$ -Methyl-2-desoxy-D-xylohexosid-(1.5)-3-methyläther-4.6-ditosylat (III),** C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>O<sub>9</sub>S<sub>2</sub>, aus  **$\alpha$ -Methyl-2-desoxy-D-xylohexosid-(1.5)-3-methyläther (II)** in absol. Pyridin mit Tosylchlorid. Aus Ae.-PAc. glasklare Blöcke oder Stäbchen, F. 84—85°;  $[\alpha]_D^{20} + 50,7^\circ \pm 2^\circ$  (c = 1,412 in Chlf.);  $[\alpha]_D^{20} + 0,71^\circ \pm 0,02^\circ$ . — Umsetzung von III mit NaJ in Aceton.

Nach Chromatographie wurden isoliert: *6-Iod-2-desoxy-β-methyl-D-xylohexamethylsido-(1.5)-3-methyläther-4-tosylat* (VII), Öl, lösl. in PAc., unlösl. in Wasser, *6-Iod-2-desoxy-α-methyl-D-xylohexamethylsido-(1.5)-3-methyläther-4-tosylat* (VI), C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>O<sub>6</sub>JS, Nadeln aus Ae.-Pentan, F. 119–120°; [α]<sub>D</sub><sup>17</sup> + 72,6° ± 2° (c = 1,388 in Chlf.), β-*Methyl-2-desoxy-D-xylohexosid-(1.5)-3-methyläther-4.6-ditosylat* (IV), C<sub>22</sub>H<sub>29</sub>O<sub>9</sub>S<sub>2</sub>, Nadeln aus Aceton-Ae.-PAc. oder aus viel Ac., F. 136–138°; [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> -40,5° ± 1°; α<sub>D</sub><sup>20</sup> -0,82° ± 0,02°; in Ae. viel schwerer lösl. als III. — Umsetzung von IV mit Na<sub>2</sub>J in Aceton ergab neben unverändertem IV nach Chromatographie VII, VI, IV u. wenig III. — α-*Methyl-2-desoxy-D-xylohexamethylsido-(1.5)-3-methyläther-4-tosylat* (V). VI mit RANEY-Ni in CH<sub>3</sub>OH u. CH<sub>3</sub>ONa hydrieren. Öl, [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> + 31,7° ± 1° (c = 2,225 in Chlf.); α<sub>D</sub><sup>20</sup> + 0,705° ± 0,02°; Ausbeute 98%. — β-*Methyl-2-desoxy-D-xylohexamethylsido-(1.5)-3-methyläther-4-tosylat* (VIII), C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>O<sub>6</sub>S. VII in CH<sub>3</sub>OH mit RANEY-Ni hydrierend entjoden. Aus Ae.-PAc. feine Nadeln, F. 94–95°; [α]<sub>D</sub><sup>24</sup> -40,8° ± 2° (c = 1,372 in Chlf.); α<sub>D</sub><sup>24</sup> -0,56° ± 0,02°. — α-*Methyl-2-desoxy-D-xylohexamethylsido-(1.5)-3-methyläther* (α-*Methyl-D-sarmentosid*) (IX), C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>, aus V in CH<sub>3</sub>OH mit NaHg. Nach Vakuumdest., F. 33–36°; [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> + 156,0° ± 1° (c = 2,334 in Aceton); α<sub>D</sub><sup>20</sup> + 3,64° ± 0,02°; blaue KELLER-KILIANI-Rk.; leicht lösl. in W. u. fast allen organ. Lösungsmitteln. — β-*Methyl-2-desoxy-D-xylohexamethylsido-(1.5)-3-methyläther* (β-*Methyl-D-sarmentosid*) (XI), C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>, aus VIII in CH<sub>3</sub>OH mit NaHg. Nach Vakuumdest., F. 35–45°; [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> -39,4° ± 1,5° (c = 1,698 in Aceton); α<sub>D</sub><sup>20</sup> -0,69 ± 0,02°, blaue KELLER-KILIANI-Rk., Löslichkeit ähnlich wie bei IX. — *2-Desoxy-D-xylohexamethylsido-3-methyläther* (D-Sarmentose) (X), C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>, a) aus IX mit 0,1 n. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, zäher Honig; Ausbeute 77%; [α]<sub>D</sub><sup>23</sup> + 16,6° ± 1° (c = 2,014 in W.); α<sub>D</sub><sup>23</sup> + 0,335° ± 0,02°. Animpfen mit natürlicher Sarmentose führte zu völliger Kristallisation, rhomb.-begrenzte Plättchen, F. u. Misch.-F. mit natürlicher Sarmentose 75–77°. b) aus XI, wie oben hydrolyt. gespalten, zäher Honig; Ausbeute 88%; [α]<sub>D</sub><sup>21</sup> + 15,4° ± 1,5° (c = 1,8497 in W.); α<sub>D</sub><sup>21</sup> + 0,285° ± 0,02°. — *S-Benzylthiuroniumsalz der D-Sarmentosäure* (XII), C<sub>15</sub>H<sub>24</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>S. Synthet. Sarmentose aus Vers. b mit Bromwasser oxydieren u. das Basalz mit S-Benzylthiuroniumsalz umsetzen. Längliche glänzende Blättchen aus CH<sub>3</sub>OH-Aceton, F. 148–149°; [α]<sub>D</sub><sup>21</sup> + 7,3° ± 1° (c = 2,0512 in CH<sub>3</sub>OH); α<sub>D</sub><sup>21</sup> + 0,15° ± 0,02°. Das authent. Vergleichsprod. aus natürlicher Sarmentose sowie die Mischprobe schmolzen genau gleich. (Helv. chim. Acta 33. 446–55. 2/5. 1950.) AMELUNG. 3400

Ja. L. Goldfarb und M. Ss. Kondakowa, *Einwirkung von Halogenalkylen auf α- und α'-Aminonicotin*. α'-Aminonicotin (I) liefert mit CH<sub>3</sub>J fast ausschließlich das Jodmethylat II, welches durch Anlagerung von CH<sub>3</sub>J an den Pyrrolidin-N gebildet wurde; bei Anwendung der Salze von I mit 1 HCl oder 1 HJ entsteht dagegen III. Wird α-Aminonicotin (IV) mit CH<sub>3</sub>J behandelt, so werden die am Pyrrolidin-N jodmethylierte Verb. V, die III analoge Verb. VI, ein Additionsprod. (VII) von CH<sub>3</sub>J an monomethyliertes IV u. ein Additionsprod. (VIII) von 2 CH<sub>3</sub>J an IV, die beiden letztgenannten Verb. von nicht ermittelter Konst., erhalten; bei Anwendung des Salzes von IV mit 1 HJ wird hauptsächlich VI gewonnen. Die Konst. von VI wurde in noch nicht veröffentlichten Verss. durch Oxydation mit CrO<sub>3</sub> festgelegt, wobei *N-Methyl-α-pyridonimin-β-carbonsäure* entsteht, die unter CO<sub>2</sub>-Abspaltung *N-Methyl-α-pyridonimin* gibt. Die Konst. der analogen Verb. III ist hiermit auch sichergestellt.



Versuche: II, C<sub>11</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>J · ½ H<sub>2</sub>O, aus I u. CH<sub>3</sub>J in CH<sub>3</sub>OH, zunächst unter Kühlung, dann auf dem Wasserbad; aus A. Würfel, F. 149–150°, leicht lösl. in W. u. CH<sub>3</sub>OH, wenig lösl. in kaltem A., unlösl. in Ae., Bzl. u. Essigester, beständig gegen konz. Alkali; Monochlorhydrat, C<sub>11</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>J · HCl · H<sub>2</sub>O, F. 110–111° (im zugeschmolzenen Rohr), 181° (wasserfrei); Pikrat, [C<sub>11</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>] · O · C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>(NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>, aus wss. Aceton, F. 217° (im zugeschmolzenen Rohr). — *1-Methyl-5-[N-methyl-α-pyrrolidyl]-pyridonimin-(2)* (III), C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>, aus dem Monojodhydrat von I u. CH<sub>3</sub>J in CH<sub>3</sub>OH beim Erwärmen; sehr unbeständiges, grünliches Öl, Kp.<sub>11</sub> 171°; der Dampf ist hellgrün. C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Kristalle; Pikrat, C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub> · 2 C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>(OH)(NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>, aus A. + Aceton, F. 170°. — V, C<sub>11</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>J, neben VI, VII u. VIII aus IV u. CH<sub>3</sub>J in CH<sub>3</sub>OH bei Erwärmen; aus CH<sub>3</sub>OH Kristalle, F. 221–227° (je nach Schnelligkeit des Erhitzens), lösl. in W., wenig lösl. in kaltem A.; beim Erhitzen mit CaO auf 200–300° wird IV zurück erhalten; Pikrat, F. 194°. — *1-Methyl-3-[N-methyl-α-pyrrolidyl]-pyridonimin-(2)* (VI), C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>, aus dem Monojodhydrat von IV u. CH<sub>3</sub>J in CH<sub>3</sub>OH bei Erwärmen; zur Bldg. s. auch vorst. Verb.; sehr unbeständiges, frisch dest.

grünliches Öl, Kp.<sub>8</sub> 153°; der Dampf ist grünlich; leicht lösl. in W., A., Ac. u. Bzl.; läßt sich gegen Bromphenolblau titrieren; sd. Alkalien spalten kein NH<sub>3</sub> ab; C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>·HJ, aus Aceton + Essigester Kristalle, F. 174—176°; C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>·2 HClO<sub>4</sub>, aus wss. A. + wenig HClO<sub>4</sub> Kristalle; zers. sich beim Schmelzen; *Carbonat*, Kristalle; *Pikrat*, C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>·2 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>(OH)(NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>, aus wss. Aceton, F. 221°, wenig lösl. in A. u. Aceton. — VII, C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>·CH<sub>3</sub>J, Konst. unbekannt, aus CH<sub>3</sub>OH + Aceton + Ae. Prismen, F. 197—198° (langsameres Erhitzen), 204° (schnelles Erhitzen), lösl. in W. u. A., wenig lösl. in Aceton, unlösl. in Ac., beständig gegen Alkalien. — VIII, C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>·2 CH<sub>3</sub>J, Konst. unbekannt, aus CH<sub>3</sub>OH + Ae. gelbliche Kristalle, F. 228—229°, leicht lösl. in W., lösl. in A. u. Aceton, unlösl. in Ac. u. Essigester. [Известия Академии Наук СССР, Отделение Химических Наук [Nachr. Akad. Wiss. UdSSR, Abt. chem. Wiss.] 1949. 636—47. Nov./Dez. Organ.-chem. Inst. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) R. KNOBLOCH. 3500

**Fred Acree jr. und H. L. Haller, Wilfordin, ein insekticides Alkaloid aus *Tripterygium Wilfordii* Hook.** Aus den Wurzeln von *Tripterygium Wilfordii* Hook. (Celastraceae), deren Rinde in China zur Vertilgung von Garteninsekten Verwendung findet u. nach HWANG (Kwangsi Agr. Exp. Sta. Bul., Nr. 5. [1939.]) ein amorphes Alkaloid „*Tripterygin*“ enthält, wird durch Extraktion mit NH<sub>3</sub> + Ae. ein krist. Alkaloid *Wilfordin* (I), C<sub>24</sub>H<sub>37</sub>O<sub>10</sub>N, F. 188—189° (nach Verharzen bei 173,5—174°, aus CH<sub>3</sub>OH), [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> + 15,4° (HCl) bzw. + 11,9° (Aceton), mit stark insekticider Wirksamkeit isoliert. I ist ein nicht hydrierbares, nicht acetylierbares, keine OCH<sub>3</sub>- oder O<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Gruppen enthaltendes, sehr schwach bas. Esteralkaloid mit tert. N, dessen *Pikrat* (C<sub>48</sub>H<sub>50</sub>O<sub>26</sub>N<sub>4</sub>, F. 158—159°) bereits durch mehrmaliges Umkristallisieren aus CH<sub>3</sub>OH zerlegt wird. Bei der Verseifung mit alkoh. KOH liefert I 5 Mol. *Essigsäure* (identifiziert als *Acet-p-toluidid*, F. 149—150°) 1 Mol. *Benzoesäure* (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>, F. 120,5—121,5°), eine nicht flüchtige *Dicarbonensäure* C<sub>11</sub>H<sub>13</sub>O<sub>4</sub>N, F. 193—194° (Zers.), I. P. bei p<sub>H</sub> 2,92 (neben ihrem Estersalz), u. (bei Verseifung mit methanol. Ba[OH]<sub>2</sub>) eine N-freie *Polyoxyverb.*, C<sub>12</sub>H<sub>26</sub>O<sub>10</sub>, F. 309—310° (Zers.). Die Diskrepanz zwischen der Formel C<sub>24</sub>H<sub>47</sub>O<sub>10</sub>N u. der aus der Summe der Komponenten sich ergebenden (C<sub>23</sub>H<sub>49</sub>O<sub>10</sub>N) ist ungeklärt (alle FF. korr.). (J. Amer. chem. Soc. 72. 1608—11. April 1950. Beltsville, Md., U. S. Dep. of Agriculture, Agricult. Res. Admin., Bureau of Entomology and Plant Quarantine.) БОИТ. 3500

**Robert L. Frank und James B. McPherson jr., Decarboxylierung und Cyclisierung einiger *Pimelinsäurederivate*.** 1. Mitt. Über die *Chemie der Terpene*. Vff. beschreiben die Synth. einiger *Isopropenylpimelinsäurederiv.*, die geeignet sind, über die entsprechenden *Cyclohexanone monocycl. Terpene* zu liefern. So wird aus *γ-Acetyl-γ-isopropenylpimelinsäurenitril* (I) durch Behandlung mit alk. NaOCl *γ-Carboxy-γ-isopropenylpimelinsäure* (II) erhalten, die einerseits zu *γ-Isopropylidenpimelinsäure* unter Verschiebung der Doppelbindung decarboxyliert werden kann, andererseits durch Ringschluß in das *4-Isopropylidencyclohexanon* (III) übergeht. Die Verschiebung der Doppelbindung wird durch Ozonabbau bewiesen. Das Keton geht durch Umsetzung mit CH<sub>3</sub>MgJ in *γ-Terpineol* über. Wird I mit NaOCl in Dioxan behandelt, so bleiben die CN-Gruppen unverseift, das erhaltene *γ-Carboxy-γ-isopropenylpimelinsäurenitril* ergibt durch Decarboxylierung neben *γ-Isopropylidenpimelinsäurenitril* (IV) *α-Cyanäthyl-α-isopropenylglutarimid*. Dieses wird, vermutlich wegen der tert. gebundenen Formamidgruppe, nur bis zur *γ-Formamido-γ-isopropenylpimelinsäure* verseift. Infrarotspektren der Isopropenyl- bzw. Isopropylidenverb. s. Original.

**Versuche:** *γ-Acetyl-γ-isopropenylpimelinsäurenitril* (I), nach BRUSON u. RIENER (C. 195. I. 763) aus Mesityloxyd, Acrylnitril, tert. Butylalkohol u. Triton B (wss. 40%ig. Benzyltrimethylammoniumhydroxyd), F. 115—117°; VZ. 102,1; Ausbeute 35%; die Reinheit des Mesityloxyds ist für die Ausbeute entscheidend. — *γ-Acetyl-γ-isopropenylpimelinsäure*, durch Verseifung von I mit KOH, F. 137,5—138,5°; Ausbeute 72%; durch Behandlung von I mit alk. NaOCl-Lsg. entsteht *γ-Carboxy-γ-isopropenylpimelinsäure* (II), F. 158—160°; Ausbeute 67%. — *4-Isopropylidencyclohexanon* (III), C<sub>9</sub>H<sub>14</sub>O, durch trockene Dest. voriger Verb. mit BaCO<sub>3</sub> bei 320°, Kp.<sub>1</sub> 54°, n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4817, D<sub>20</sub><sup>20</sup> 0,959; Mol.-Refr. 41,2; Ausbeute 45%; beim Ozonabbau wurden Aceton u. 1,4-Cyclohexandion erhalten; *Semicarbazon*, C<sub>10</sub>H<sub>17</sub>ON<sub>3</sub>, aus A., F. 196—198; *2,4-Dinitrophenylhydrazon*, C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>, orange Plättchen aus Methanol, F. 130,5—132°. — *γ-Terpineol*, C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O, aus vorst. Keton u. CH<sub>3</sub>MgJ, Kp.<sub>1</sub> 65°, nach Sublimation bei 15 mm u. 45—50° Tafelchen, F. 63—67° (BAEYER, Ber. dtsh. chem. Ges. 27. [1894.] 444, 745, fand 69—70°) — *γ-Isopropylidenpimelinsäure*, C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>, durch Decarboxylierung von II mit Cu-Bronze bei 200°, F. 104,5—106° (PERKIN u. SIMONSEN, J. chem. Soc. [London] 91. [1907.] 1736, gibt 97° an). — *γ-Carboxy-γ-isopropenylpimelinsäurenitril*, C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, aus I u. NaOCl in Dioxan, aus Äthylchlorid, F. 166—167,5°. — *γ-Isopropylidenpimelinsäurenitril* (IV), C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>, durch Decarboxylierung mit Cu-Bronze u. Glaspulver bei 200—230°



unter N<sub>2</sub>-Strom, in Bzl. aufgenommenen u. vom Rückstand getrennt, Dest. der Lsg. bis zur Kristallisation u. Fraktionierung des Filtrats, Fl., Kp.<sub>1</sub> 135—137°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4733; Ausbeute 41%; durch Ozonabbau kein Formaldehyd u. keine Ameisensäure; 17% Aceton werden isoliert; aus vorst. Rückstand u. den aus Bzl. ausgeschiedenen Kristallen  $\alpha$ -Cyanäthyl- $\alpha$ -isopropenylglutarimid, C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, aus A. umkrist., F. 119—121°; VZ. 100,2 (99,1); Ausbeute 26%. —  $\gamma$ -Formamido- $\gamma$ -isopropenylpimelinsäure, C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>O<sub>5</sub>N, durch 1std. Erhitzen des vorst. Glutarimids mit wss. KOH bis kurz unter den F., aus W., F. 164,5 bis 166°; Ausbeute 77%; läßt sich nicht durch 16std. Kochen mit 3%ig. wss. KOH oder 1std. Kochen mit Salpeter-Schwefelsäure versetzen. — 2-Cyan-4-isopropylidencyclohexanon, durch Umsetzung von IV mit N-Li-N-Äthylanilin (Darst. nach ZIEGLER u. Mitarbeiter, Liebigs Ann. Chem. 504. [1933.] 116; 513. [1934.] 55); geht in schlechten Ausbeuten durch 6std. Kochen mit 10%ig. wss. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (10% wss. NaOH u. 50%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Lsgg. blieben erfolglos) in III über; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>, F. u. Misch-F. 130—132°; Semicarbazon, C<sub>10</sub>H<sub>17</sub>ON<sub>3</sub>, F. 193—195°, Misch-F. 176—185°. (J. Amer. chem. Soc. 71. 1387—91. April 1949. Urbana, Ill., Univ., Noyes Chem. Labor.) POMMER. 3550

**Robert L. Frank, Robert E. Berry und Odette L. Shotwell, Die Synthese von Phellandral.** 2. Mitt. Über die Chemie der Terpene. (1. vgl. vorst. Ref.) Das für die Synth. von Phellandral (VIII) als Ausgangsmaterial benötigte *p*-Isopropylphenol (I) wurde dargestellt durch Erhitzen von Cumol mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. nachfolgendem Erhitzen des rohen Na-*p*-cumolsulfonats mit KOH auf 250°. I liefert bei der Red. 4-Isopropylcyclohexanol (II), das sich zu 4-Isopropylcyclohexanon (III) oxydieren läßt. Die Überführung von III in 4-Isopropylcyclohexanoncyanhydrinacetat (IV) ließ sich bewerkstelligen durch aufeinanderfolgendes Kochen mit KCN, Acetanhydrid u. W. u. danach mit Acetanhydrid u. Acetylchlorid. Bei der Pyrolyse von IV bei 575—600° erhält man 4-Isopropyl-1-cyancyclohexen-(1) (*dl*-Phellandronitril) (V), das bei der Hydrolyse unter teilweiser Wanderung der Doppelbindung von der  $\alpha$ - in die  $\beta$ - $\gamma$ -Stellung ein Gemisch von  $\Delta^1$ - u.  $\Delta^2$ -4-Isopropyltetrahydrobenzoesäuren (VI u. VII) liefert, aus dem sich die  $\Delta^1$ -Säure durch Kochen mit alkoh. Na-Äthylatlg. in 80%ig. Ausbeute abtrennen läßt. Die Red. von *dl*-Phellandrensäure (VI) zu *dl*-VIII erfolgte nach der Meth. von BRAUN u. RUDOLPH (Ber. dtsh. chem. Ges. 67. [1934.] 269). UV-Spekt. des synthet. Aldehyds u. seines Semicarbazons stimmen überein mit denen des natürlichen VIII (Kurven s. Original!). Die Spaltung von VI ließ sich teilweise mittels Chinin u. vollständig mit Hilfe von 1- $\alpha$ -Phenyläthylamin bewirken; die so erhaltene d-Säure (F. 143—144°;  $[\alpha]_D^{26} + 112,2^\circ$ ) ist ident. mit der durch Oxydation von d-Phellandral erhaltenen Säure.

Versuche (alle FF. korr.): *p*-Isopropylphenol (I), beim Erhitzen von Cumol mit 95%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> auf dem Wasserbad u. Verschmelzen des mit NaHCO<sub>3</sub> erhaltenen Na-*p*-cumolsulfonats mit KOH u. NaCl u. W. bei 250—325°, Kristalle, F. 58—59°; 35% (Ausbeute). — 4-Isopropylcyclohexanol (II), bei der Red. von I mit H<sub>2</sub> in Ggw. von RANEY-Ni bei 190° unter 125 at Druck, Kp.<sub>40</sub> 123—124°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4660; 96%. — 4-Isopropylcyclohexanon (III), bei der Oxydation von II mit K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> u. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 55—60°, Kp.<sub>13</sub> 90—91°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4560; 82%; Semicarbazon, F. 187—188°. — Cyclohexanoncyanhydrin, C<sub>7</sub>H<sub>11</sub>ON, durch tropfenweise Zugabe von wss. KCN-Lsg. zu einer Mischung von Cyclohexanon u. Acetanhydrid unter Eiskühlung, Kristalle, F. 35°, Kp.<sub>2</sub> 91—95°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4643; 76%. — Cyclohexanoncyanhydrinacetat, durch langsame Zugabe von vorst. Verb. zu einer sd. Mischung von Acetanhydrid u. Acetylchlorid u. nachfolgendem Erhitzen zum Sieden (1 Stde.), Kristalle, F. 48°; Kp.<sub>13</sub> 125°; 80%. — 4-Isopropylcyclohexanoncyanhydrinacetat (IV), C<sub>12</sub>H<sub>19</sub>O<sub>2</sub>N, analog vorst. Verb., Plättchen aus verd. Methanol, F. 50,5—52,5°; Kp.<sub>1</sub> 145—147°; 70%. — 4-Isopropyl-1-cyancyclohexen-(1) (*dl*-Phellandronitril) (V), C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>N, beim Leiten durch ein mit Glasperlen gefülltes Rohr bei 575—600°, Kp.<sub>15</sub> 118—120°; D.<sub>20</sub><sup>20</sup> 0,914; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4786; 74%. —  $\Delta^1$ -4-Isopropyltetrahydrobenzoesäure (*dl*-Phellandrensäure) (VI), C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>, im Gemisch mit der  $\Delta^2$ -Säure (s. unten) beim Kochen von V mit wss. KOH u. Octanol-(1) (zur Schaumverhinderung, 48 Stdn.; das Reaktionsprod. gibt beim nachfolgenden Kochen mit absol. Na-Äthylat-Lsg. (3 Stdn.) die reine  $\Delta^1$ -Säure, Nadeln aus Nitromethan, F. 142—144°; 58%. —  $\Delta^2$ -4-Isopropyltetrahydrobenzoesäure (VII), C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>, durch tropfenweise Zugabe von V zu 75%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 110—120°, Nadeln aus Dioxan + W., F. 105°; 44%; Infrarotabsorptionsbanden s. Original. — *dl*-Phellandrensäureanilid, C<sub>16</sub>H<sub>21</sub>ON, aus VI u. SOCl<sub>2</sub> in Bzl. u. Umsetzung des entstandenen Chlorids mit Anilin in Bzl., Nadeln aus hochsd. PAe., F. 131—132°; 84%. — *dl*-Phellandral (VIII), C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O, aus vorst. Anilid u. PCl<sub>5</sub>, Zugabe der Lsg. des entstandenen Iminochlorids in Bzl. zu einer Lsg. von Chromchlorid, Hydrolyse des Chromchlorid-Komplexes u. Zers. der SCHIFFSchen Base des *dl*-Phellandrals mit 10%ig. wss. Oxalsäure, Kp.<sub>2</sub> 103—105°; D.<sub>20</sub><sup>20</sup> 0,944; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4896; 16%; Oxim, C<sub>10</sub>H<sub>17</sub>ON, Plättchen aus verd. A., F. 76—77°; Semicarbazon, C<sub>11</sub>H<sub>19</sub>ON<sub>3</sub>, Kristalle aus Methanol, F. 199,5

bis 200,5°; 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C<sub>16</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>, rote Mikrokristalle aus absol. A., F. 194,5—196°. — *d*-Phellandrensäure, C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>, aus VI bei aufeinanderfolgender Spaltung mit Chinin u. *l*- $\alpha$ -Phenyläthylamin, Kristalle, F. 143—144°; [ $\alpha$ ]<sub>D</sub><sup>20</sup> +112,2° (0,02054 g in 1 cm<sup>3</sup> methylalkoh. Lsg.); Chininsalz, C<sub>30</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, Kristalle, F. 141—143°; [ $\alpha$ ]<sub>D</sub><sup>25</sup> —100° (0,0288 g in 1 cm<sup>3</sup> Methanol); *l*- $\alpha$ -Phenyläthylaminsalz, C<sub>18</sub>H<sub>27</sub>O<sub>2</sub>N + H<sub>2</sub>O, Kristalle aus *n*-Butylalkohol + Pac., F. 151—152°; [ $\alpha$ ]<sub>D</sub><sup>25</sup> + 70,0° (0,0266 g in 1 cm<sup>3</sup> methylalkoh. Lsg.). (J. Amer. chem. Soc. 71. 3889—93. Dez. 1949.) HILLGER. 3550

C. F. Seidel, H. Schinz und L. Ruzicka, *Veilchenriechstoffe*. 32. Mitt. *Über synthetisches  $\alpha$ - und  $\beta$ -Iron, ihre Dihydro- und Tetrahydroderivate*. (31. vgl. C. 1950. II. 1453.) Vff. weisen die Prioritätsansprüche von NAVES (C. 1950. I. 1854 u. früher) auf die Kenntnis der Struktur des natürlichen Irons u. auf die Synth. von *dl*- $\alpha$ -Iron (*dl*-6-Methyl- $\alpha$ -jono) (II) zurück u. verweisen auf die entsprechenden eigenen Veröffentlichungen im Vgl. mit den Arbeiten von NAVES. Es wird ferner die Cyclisierung von 2 Pseudoironpräp., nämlich aus Methylgeraniol nach OPPENAUER (Ia) u. aus Methylcitral + Aceton in Ggw. von Ba(OH)<sub>2</sub> (Ib) mit H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bzw. BF<sub>3</sub> beschrieben; die erhaltenen isomeren Irons werden durch ihre Derivv. charakterisiert u. in die entsprechenden Dihydro- u. Tetrahydroketone u. deren Derivv. übergeführt. Im Gegensatz zu NAVES (l. c.) finden Vff., daß ihre Präp. von II, ob mit H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> oder mit BF<sub>3</sub> gewonnen, die gleiche Geruchsnote wie das natürliche Iriswurzelketon aufweisen, die Verhältnisse der Stereoisomeren (2,6-*cis*- u. 2,6-*trans*-Form) spielen dabei keine wesentliche Rolle. Für das Verhältnis von *cis*- zu *trans*-Form in II ist nicht nur das Cyclisierungsmittel, sondern auch das Verhältnis der Stereoisomeren in I maßgebend.

Versuche: *Pseudoiron* (Ia), nach OPPENAUER durch Behandlung von Methylgeraniol mit Al-Isopropylat oder Al-Phenolat in Aceton-Bzl., ster. nicht einheitlich, Kp.<sub>0,12</sub> 101—105° u. 107—108°. *Semicarbazon*, Nadeln aus CH<sub>3</sub>OH, färbt sich am Licht gelb, F. 185—186°, u. Blättchen aus CH<sub>3</sub>OH, bleibt am Licht farblos, F. 174—175°. 3 verschied. 2,4-Dinitrophenylhydrazone (V): a, F. 154—155° (rote blättrige Kristalle aus Bzl.), b, F. 125—126° (dunkelrote Kristalle aus Essigester), c, F. 140—142° (rotes Kristallpulver), aus beiden Fraktionen von Ia ungefähr im gleichen Verhältnis 3:1:0,5. — *dl*- $\alpha$ -Iron (IIa), C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>O, aus Ia mit H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> über das Phenylsemicarbazon gereinigt, D.<sup>19</sup>, 0,9413; n<sub>D</sub><sup>19</sup> 1,5021; Mol.-Refr. 64,70. Neben Gemischen wurde ein Phenylsemicarbazon (Xa), F. 171—172° (A.), isoliert, daraus 2,4-Dinitrophenylhydrazone (IX), C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>, a, aus A. hellorange Nadeln, F. 120—121°, u. b, F. 100—101°. — *Dihydro-dl*- $\alpha$ -iron (IV), durch Hydrierung von IIa in A. in Ggw. von RANEY-Ni. *Semicarbazon* (XIa), C<sub>15</sub>H<sub>27</sub>ON<sub>3</sub>, F. 146—147° (Bzl.), keine Depression mit dem Deriv. des natürlichen *l*- $\alpha$ -Irons. 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C<sub>20</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>, F. 115—116°. — *Tetrahydro-dl*-iron (VI), durch Hydrierung von IIa in Eisessig mit PtO<sub>2</sub> zum *Tetrahydroirol* u. dessen Oxydation mit CrO<sub>3</sub>. *Semicarbazon* (VII), C<sub>15</sub>H<sub>27</sub>ON<sub>3</sub>, a, F. 198—199°, b, F. 160—161°, im Verhältnis 1:10. 2,4-Dinitrophenylhydrazon (VIII), C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>, a, F. 128—129°, b, F. 135—137° (Essigester-CH<sub>3</sub>OH), u. c, F. 88—89°. — *dl*- $\beta$ -Iron (III), durch Cyclisierung von Ia mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. *Semicarbazon*, F. 167—168° (CH<sub>3</sub>OH). *Phenylsemicarbazon*, F. 166—167° (CH<sub>3</sub>OH-Chlf.). 2,4-Dinitrophenylhydrazon, C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>, F. 131—132° (CH<sub>3</sub>OH). *Thiosemicarbazon*, aus CH<sub>3</sub>OH Blättchen, F. 166—167°. — *Dihydro-dl*- $\beta$ -iron, durch Hydrierung von III mit RANEY-Ni. *Semicarbazon*, C<sub>15</sub>H<sub>27</sub>ON<sub>3</sub>, F. 162—162,5°. 2,4-Dinitrophenylhydrazon, aus CH<sub>3</sub>OH u. Essigester, F. 104—105°. — VI aus III, wie oben aus IIa, gibt die Derivv. VIIa u. VIIb im umgekehrten Mengenverhältnis; aus VIIa entstehen VIIIa u. das *p*-Nitrophenylhydrazon, aus CH<sub>3</sub>OH gelbe Kristalle, F. 142—143°. — Die Cyclisierung von Ia mit 62,5%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> lieferte neben etwa 11% III im wesentlichen II, daraus die Derivv. IXa u. IXb (F. 104—105°) im Verhältnis 1:2. — *dl*- $\alpha$ -Iron (IIb), durch Cyclisierung von Ia in Bzl. mit BF<sub>3</sub>, Hauptfraktion: Kp.<sub>0,3</sub> 90—91°; D.<sup>20</sup>, 0,9358; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,5005; Mol.-Refr. 64,90, enthält 6% III, gibt Xa u. in größerer Menge ein Phenylsemicarbazon Xb, F. 167 bis 168°. Aus Xb wurden die 2,4-Dinitrophenylhydrazone IXa, IXc (F. 117—118°) u. IXd (F. 148—149°) erhalten, aus tiefschm., nicht einheitlichen X-Präp. IXd (wahrscheinlich dimorph). — Die Hydrierung der Hauptfraktion von IIb ergab IV mit dem *Semicarbazon* IXa u. tiefschm., z. T. schmierigen Produkten. Weitere Hydrierung lieferte VI mit den Derivv. VIIa, VIIb (Anteil an VIIa größer als bei IV aus IIa) u. VIIIa. — Die Hydrierung des Nachlaufes von IIb (Kp.<sub>0,3</sub> 92—94°) lieferte IV mit den *Semicarbazonen* XIa u. XIb (F. 171—172°), letzteres in sehr geringer Menge. Größere Mengen von XIb wurden aus Nachläufen von Ia (Kp.<sub>0,02</sub> 92—115°) über das mit Al-Isopropylat erhaltene IIa (D.<sup>20</sup>, 0,9399; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,5024) erhalten, daraus IVa mit den Daten Kp.<sub>0,1</sub> 82—83°; D.<sup>20</sup>, 0,9315; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4828; Mol.-Refr. 63,87. Aus XIa das stereoisomere IVb, Kp.<sub>0,08</sub> 78—79°; D.<sup>20</sup>, 0,9282; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,4803; Mol.-Refr. 63,81. IVa lieferte VI mit den Derivv. VIIa (daneben nicht konstant schm. Fraktionen) u. VIIIa. — *Pseudoiron* (Ib), durch Kondensation von Methylcitral mit Aceton in Ggw. von Ba(OH)<sub>2</sub>, es wurden erhalten: Vorlauf, Kp.<sub>0,12</sub>

98—105°; D.<sup>18</sup><sub>4</sub> 0,9038; n<sub>D</sub><sup>18</sup> 1,5285; Hauptfraktion, Kp. 0,12 105—110°; D.<sup>18</sup><sub>4</sub> 0,9048; n<sub>D</sub><sup>18</sup> 1,5310; Nachlauf, Kp.<sub>0,12</sub> 110—114°; D.<sup>18</sup><sub>4</sub> 0,9092; n<sub>D</sub><sup>18</sup> 1,5277, im Verhältnis 17,7:36,0:7,5. Ib-Hauptfraktion ergab die Derivv. Va, b u. c ungefähr im gleichen Verhältnis wie Ia. Bei Ib-Vorlauf u. Ib-Nachlauf wurde wegen der geringen Arbeitsmengen Vb nicht isoliert, Va u. c verhielten sich wie 1:3 bzw. 8:1. — Das bei der Cyclisierung von Ib-Hauptfraktion mit BF<sub>3</sub> gewonnene dl- $\alpha$ -Iron (Iie) enthielt ca. 10% III; es lieferte die Derivv. Xa u. Xb neben Gemischen, daraus IXd u. aus den Mutterlaugen ein Präp. vom F. 110—112°. — Die Hydrierung der vorst. Iie-Fraktion in Ggw. von RANEY-Ni ergab IV mit den Derivv. XIb neben viel XIa u. etwas XIc (F. 168—169°), aus letzterem das IV-2,4-Dinitrophenylhydrazon, C<sub>20</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>, F. 128—129° (A.-Essigester). Weitere Hydrierung lieferte VI mit den Derivv. VIIa u. VIIb etwa = 1:3. — Die Cyclisierung der Ib-Hauptfraktion mit H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> gab IId, D.<sup>18</sup><sub>4</sub> 0,9359; n<sub>D</sub><sup>18</sup> 1,5001; Mol.-Refr. 64,92. Aus 1 g IId wurden 0,54 g Xa (F. 172—173°), 0,13 g Xb (F. 169—170°) u. 0,25 g Xc (F. 161—163°) erhalten, aus letzterem IXb u. IXd. — Die Cyclisierung des Ib-Vorlaufs mit BF<sub>3</sub> ergab Iie mit den Daten D.<sup>20</sup><sub>4</sub> 0,9331; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,5014; Mol.-Refr. 65,19, u. den Derivv. Xa, Xb, Xc u. einem Phenylsemicarbazon (Xd) vom F. 158—159° im Verhältnis 1:0,5:0,65:0,2. Aus Ib-Nachlauf IIf, D.<sup>20</sup><sub>4</sub> 0,9340; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,5025; Mol.-Refr. 65,24, u. den Derivv. Xc, Xd u. einem Phenylsemicarbazon (Xd) vom F. 178—179°; daraus IXb u. IXd (F. 151—152°). — Aus IIf wurde durch Hydrierung IV mit den Derivv. XIa u. XIb (45:33) erhalten. (Helv. chim. Acta 32. 2102—24. 15/10. 1949. Zürich, ETH, Organchem. Labor.) SPAETH. 3550

Hs. H. Günthard und L. Ruzicka, *Veilchenriechstoffe*. 33. Mitt. *Infrarot- und Raman-spektren in der Ironreihe*. (32. vgl. vorst. Ref.) Vff. untersuchen nach einer verfeinerten Meth. die RAMAN-Streu- u. Infrarotspektren von natürlichem Iron,  $\gamma$ -Iron,  $\alpha$ -Iron, Irol, Irolacetat, Dihydroirol, Dihydroirolacetat, Dihydroirolan, Dihydro- $\alpha$ - u. - $\gamma$ -jonon, Dihydro- $\alpha$ - $\beta$ - u. - $\gamma$ -jonol u. im Vgl. damit von 1-Methylcyclohexen-(I), Cyclohexen, Cyclohepten, Limonen u.  $\alpha$ -Terpineol u. finden, daß auf dem hier behandelten Gebiet die Infrarot-technik für die eindeutige Zuordnung einer Bande zu einem typ. Teil des Mol. zuverlässiger ist als die RAMAN-Technik, weil im Infrarot der  $\nu$ (CC)-Schwingung immer auch eine  $\delta$ (CH)-Schwingung zukommt u. auch beobachtet wird, wenn an der betreffenden Gruppierung H-Atome vorhanden sind. Bei der semicycl.  $\nu$ (CC)-Schwingung der  $\gamma$ -Reihe bei ca. 1645 cm<sup>-1</sup> ist die zugehörige  $\delta$ (CH)-Schwingung bei 890 cm<sup>-1</sup> die bei weitem typischere; zur  $\nu$ (CC)-Schwingung der  $\alpha$ -Reihe bei 1675 cm<sup>-1</sup> gehört die  $\delta$ (CH)-Schwingung von 810 cm<sup>-1</sup>; im Gegensatz dazu fehlen im RAMAN-Spekt. oft die  $\delta$ (CH)-Schwingungen. Auch die Intensitätsbestimmungen sind im Infrarotspekt. zuverlässiger als beim RAMAN-Effekt. Wichtig für die Beurteilung der Anwesenheit einer Bande ist nicht nur die Frequenz, sondern auch die Bandenform. Gegenüber Behauptungen von NAVES u. BACHMANN (C. 1949. II. 1280) stellen Vff. fest, daß es nicht erlaubt ist, für gleiche Gruppierungen im Infrarot- u. im RAMAN-Spekt. verschied. Frequenzen anzunehmen. Abweichungen der Frequenzmessungen einer u. derselben Schwingung eines Mol. im Infrarot- u. im RAMAN-Spekt. müssen auf einem Meßfehler oder Verschiedenheit des Aggregatzustandes beruhen. Nicht vergleichbar sind dagegen die im Infrarot u. im RAMAN-Effekt auftretenden Intensitäten, die voneinander starke Abweichungen zeigen können. — Durch die neue Aufnahmetechnik konnten die nahe beieinanderliegenden Frequenzen der >C=CH<sub>2</sub>-Gruppe (1645 cm<sup>-1</sup>) u. der >C=CH-Gruppe (1675 cm<sup>-1</sup>) im Spekt. deutlich voneinander getrennt werden. (Helv. chim. Acta 32. 2125—36. 15/10. 1949.) SPAETH. 3550

Hs. H. Günthard, L. Ruzicka, H. Schinz und C. F. Seidel, *Veilchenriechstoffe*. 34. Mitt. *Über das Mengenverhältnis von  $\gamma$ - und  $\alpha$ -Iron im Irisöl*. (33. vgl. vorst. Ref.) Mit Hilfe der  $\delta$ (CH)-Frequenzen 810 u. 890 cm<sup>-1</sup> im Infrarot untersuchen Vff. natürliches Iron auf seinen Geh. an  $\gamma$ -Iron (I) unter Zugrundelegung einer künstlichen Mischreihe von Dihydro- $\gamma$ - u. - $\alpha$ -jonon zur Best. der Extinktionskonstanten u. finden in Übereinstimmung mit den Ergebnissen ihrer Formaldehydmeth. (vgl. C. 1950. II. 1453 u. früher) einen Geh. von 75  $\pm$  5% I. Bei der Unters. zweier Präpp. von Irol u. Irolacetat ergab sich ein Geh. an der  $\gamma$ -Form von 70 bzw. 65%. Diese Befunde stehen im Gegensatz zu den Angaben von NAVES (vgl. C. 1950. II. 2805 u. früher), der zunächst in natürlichem Iron überhaupt kein I u. später von 5% kontinuierlich auf 55% ansteigende Mengen fand. Die von NAVES zum Beweis für die  $\alpha$ -Struktur verwendete Frequenz von 1670—1675 cm<sup>-1</sup> im RAMAN-Spekt. tritt auch beim  $\beta$ - u. sogar beim  $\gamma$ -Typus auf, so daß ohne gleichzeitiges Auftreten der  $\delta$ (CH)-Frequenz, die im RAMAN-Spekt. oft nicht deutlich ausgebildet ist, diese Frequenz nicht zur Konstitutionsermittlung herangezogen werden darf. Die darauf beruhenden Prioritätsansprüche von NAVES werden zurückgewiesen. (Helv. chim. Acta 32. 2198—2204. 15/10. 1949.) SPAETH. 3550

H. Schinz, C. F. Seidel und L. Ruzicka, *Veilchenriechstoffe*. 35. Mitt. *Bemerkungen zur Publikation von Y.-R. Naves über die Bestimmung des  $\gamma$ -Irons*. (34. vgl. vorst. Ref.) Zurückweisung der von NAVES wiederum (vgl. C. 1950. II. 2805; [96. Mitt.]) geäußerten Kritik an der Formaldehydmeth. zur Best. des  $\gamma$ -Irons (C. 1950. II. 1453 u. früher), bei der es lediglich darauf ankommt, daß die Summe des bereits während der Ozonisierung entweichenden u. des durch Hydrolyse aus dem Ozonid entstehenden HCHO annähernd konstant 0,35 Mol beträgt. — Für die Zus. von Gemischen von  $\alpha$ - u.  $\gamma$ -Iron ist bes. charakterist. der Drehwert. NAVES gab für die 1943 u. 1944 untersuchten Ironmuster (C. 1950. I. 1861 u. früher), die angeblich aus prakt. reinem  $\alpha$ -Iron bestehen sollen, einen Drehwert von  $\alpha_D + 32^\circ$  an, während er andererseits (C. 1950. I. 1860) für reines  $\alpha$ -Iron  $\alpha_D$  ca.  $200^\circ$  fand. Vff. bezweifeln ferner die Einheitlichkeit einiger von NAVES dargestellten Derivv. von  $\alpha$ -Iron u. Dihydro- $\alpha$ -iron u. berichten die Auslegung, die NAVES ihren Bemerkungen über mögliche Isomerisierungen bei der Aufarbeitung der Irone gegeben hat. (Helv. chim. Acta 32. 2560—63. 1/12. 1949. 33. 231. 1/2. 1950. Zürich, ETH, Organ.-chem. Labor.) SPAETH. 3550

Yves-René Naves, *Neue Tatsachen zu den Synthesen der  $\beta$ -Irone*. Vf. setzt sich mit den Arbeiten von RUZICKA auseinander u. erörtert die Prioritätsfrage. (Parfum. essent. Oil Rec. 40. 424—26. Dez. 1949.) NISCHK. 7276

Mona Spiegel-Adolf, *Physikalisch-chemische Untersuchungen an wasserlöslichen Chlorophyllderivaten*. Chloresiumpräpp. verschied. Reinheitsgrades (Chlorophyllpräpp. der RYSTAN CORP.) u. vergleichsweise reines Chlorophyll werden im UV auf veränderliches Absorptionsverh. bei Bestrahlung mit der Quarzlampe untersucht, wobei Abhängigkeit von der Konz. der Präpp. u. von der Intensität der Bestrahlung festgestellt wird. Röntgenaufnahmen zeigen zwei diffuse Ringe mit den Abständen 4, 12 u. 10,5 Å. Elektroforese-messungen ergeben eine Wanderungsgeschwindigkeit von Chloresium von  $2,7 \cdot 10^{-5}$  cm/sec Volt., dabei keine Fraktionierung. Mit der Technik von WARBURG wird keine Beeinflussung des Sauerstoffmetabolismus von pflanzlichem u. tier. Gewebe bemerkt. (Mh. Chem. 81. 246—53. Febr. 1950. Philadelphia, Pa., Temple Univ.) G. WOLFF. 3600

J. R. Chalmers, G. T. Dickson, J. Elks und B. A. Hems, *Die Synthese von Thyroxin und verwandten Verbindungen*. 5. Mitt. *Eine Synthese für l-Thyroxin aus l-Tyrosin*. (4. vgl. C. 1950. I. 1245.) Zur Ausarbeitung einer ergiebigen Synth. für l-Thyroxin (XIV) wurden zunächst einzelne Reaktionsstufen der bereits beschriebenen Synth. (vgl. C. 1950. I. 1235) auf Racemisierung untersucht, beginnend mit l-5-p-Oxybenzylhydantoin aus l-Tyrosin (I), das durch Behandlung mit konz. HNO<sub>3</sub> bei 25—30° in l-5-[3-Nitro-4-oxybenzyl]-hydantoin, C<sub>16</sub>H<sub>9</sub>O<sub>5</sub>N<sub>3</sub>, gelbe Prismen aus A., F. 215—216°,  $[\alpha]_D^{18} = -55,5^\circ$  (Aceton); Ausbeute 80%, übergeführt wurde, während die Nitrierung bei 50° l-5-[3,5-Dinitro-4-oxybenzyl]-hydantoin (II), C<sub>16</sub>H<sub>9</sub>O<sub>5</sub>N<sub>4</sub>, gelbe Nadeln aus A., F. 249—250° (Zers.),  $[\alpha]_D^{18} = -61,6^\circ$  (Aceton); Ausbeute 63%, ergab. II ließ sich auch aus 3,5-Dinitro-l-Tyrosin (III), C<sub>9</sub>H<sub>9</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> (Darst. durch Behandeln von I mit Nitriersäure, 87%), gelbe Kristalle, F. 230—232° (Zers.), durch Einw. von NaCNO u. Ringschluß der Hydantoinensäure mit Hilfe von HCl darstellen (66%); opt. Drehung beider Reaktionsprodd. II war gleich. II wurde durch Umsetzung mit p-Toluolsulfochlorid (VIII) in Pyridin u. Behandeln des nicht isolierten p-toluolsulfonsauren Pyridiniumsalzes mit p-Methoxyphenol (IX) in Pyridin in l-5-[3,5-Dinitro-4-(p-methoxyphenoxy)-benzyl]-hydantoin (IV), C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>N<sub>4</sub>, F. 236—236,5°,  $[\alpha]_D^{20}$  variiert von —22,9 bis —36,0° (wss. Aceton); Ausbeute 77%, übergeführt. — Hydrierung von IV mit Pd-Kohle in Eisessig ergab das entsprechende Diamin (V). V wurde ohne Reinigung mit NaNO<sub>2</sub> in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> tetrazotiert u. in 5-[3,5-Dijod-4-(p-methoxyphenoxy)-benzyl]-hydantoin (VI), C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>N<sub>4</sub>J<sub>2</sub>·CH<sub>2</sub>COOH, F. 212°,  $[\alpha]_D^{10} = -11^\circ$  (Aceton); Ausbeute 19%, übergeführt. — Durch Kochen mit HJ/Eisessig ließ sich VI zu 5-[3,5-Dijod-4-(p-oxyphenoxy)-benzyl]-hydantoin (VII), C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>N<sub>4</sub>J<sub>2</sub>, weißes Pulver aus wss. A., F. 247°,  $[\alpha]_D^{20} = -11,8^\circ$  (A.), entmethylieren (85%), welches seinerseits in n. NaOH mit Pd-CaCO<sub>3</sub> zu 5-[4-(p-Oxyphenoxy)-benzyl]-hydantoin (X), C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>, F. 256—257° (Zers.),  $[\alpha]_D = -15,2^\circ$  (A.), hydriert wurde; aus reinem XIV ( $[\alpha]_D = -5,4^\circ$ ) durch Hydrogenolyse u. Behandeln des entstandenen Thyronins (XVII) mit NaCNO u. HCl gewonnenes X zeigte  $[\alpha]_D^{20} = -51^\circ$ , woraus sich 70%ig. Racemisierung zwischen II u. X ergibt, für deren Eintreten die zu VI führenden Rkk. verantwortlich zu machen sind; denn VI konnte mit  $[\alpha] = -50^\circ$  aus opt. reinem 3,5-Dijod-4-(p-methoxyphenoxy)-N-acetyl-l-phenylalaninäthylester (XV), C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>O<sub>5</sub>NJ<sub>2</sub>, F. 143—144°,  $[\alpha]_D^{23} + 30,8^\circ$  (Dioxan), u. VII mit  $[\alpha]_D^{19} = -43^\circ$  aus 3,5-Dijod-l-thyronin (XVI), C<sub>15</sub>H<sub>13</sub>O<sub>4</sub>NJ<sub>2</sub>, F. 255° (Zers.),  $[\alpha]_D^{22} + 26^\circ$  (1n HCl/2 A.),  $[\alpha]_D^{20} = 0^\circ$  (NaOH/A.) dargestellt werden. — Günstiger gestaltete sich die Aufrechterhaltung der opt. Aktivität bei der Rk. von II mit VIII in Pyridin u. anschließende Behandlung mit Hydrochinon, die zu l-5-[3,5-Dinitro-4-(p-oxyphenoxy)-benzyl]-hydantoin, C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>N<sub>4</sub>, gelbe Nadeln aus wss. Aceton, F. 230° (Zers.),  $[\alpha]_D^{20} = -38,1^\circ$  (Dioxan), führte, welches über das Diamin in VII mit  $[\alpha]_D^{20} = -46^\circ$  (Dioxan) umgewandelt wurde; VII ergab bei Hydrogenolyse mit Pd-CaCO<sub>3</sub> in wss. alkoh. NaOH X mit  $[\alpha]_D^{20} = -54,6^\circ$  (A.), während

X aus Hydrogenolyse von XIV u. Behandeln mit NaCNO-HCl ein  $[\alpha]_D^{20}$  von  $-50,7^\circ$  (A.) zeigte. Nach diesen Ergebnissen scheint die Hydantoingruppierung nicht hinreichend stabil genug zu sein, um opt. Stabilität zu garantieren, weshalb andere Wege zum Schutze der  $\alpha$ -Amino- u. Carboxylgruppe eingeschlagen wurden. Die folgende Synth. führte zu befriedigenden Ergebnissen. — III, Darst. am günstigsten durch Zufügen von konz. HNO<sub>3</sub> zu kalter Suspension von I in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; Ausbeute 87%. Direkte Umsetzung von III mit VIII in Pyridin u. nachfolgende Behandlung mit IX führte zu keinem reinen Diphenyläther, ebenso nicht von 3,5-Dinitro-N-[toluol-p-sulfonyl]-dl-tyrosin, C<sub>16</sub>H<sub>15</sub>O<sub>6</sub>N<sub>3</sub>S, aus III mit VIII in 2n NaOH (44%), feine Kristalle aus Eisessig, F. 221°. — III ergab mit Acetanhydrid 3,5-Dinitro-N-acetyltyrosin (XI), C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>O<sub>5</sub>N<sub>3</sub>, F. 189—190°,  $[\alpha]_D^{25} + 12,2^\circ$  (Dioxan); Ausbeute 82%, das ebenfalls mit VIII u. IX in Pyridin keinen Diphenyläther bildete, auch nicht in Form des 3,5-Dinitro-4-[toluol-p-sulfonyloxy]-N-acetyl-l-phenylalanin, C<sub>16</sub>H<sub>17</sub>O<sub>6</sub>N<sub>3</sub>S, F. 178°,  $[\alpha]_D^{18} - 5,5^\circ$  (Dioxan). Die Mißerfolge sind offenbar durch die freie Carboxylgruppe bedingt; denn der Ester von XI, 3,5-Dinitro-N-acetyl-l-tyrosinäthylester (XII), C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>O<sub>5</sub>N<sub>3</sub>S, F. 120—121°,  $[\alpha]_D^{23} - 6,75^\circ$  (Dioxan), der aus XI mit A. in Ggw. von p-Toluolsulfonsäure in 86%ig Ausbeute entstand, war ebenso wie mehrere andere Ester im Gegensatz zu den Säuren zur Diphenyläthersynth. gut geeignet. Der nicht kristallisierbare, glasige 3,5-Dinitro-4-[toluol-p-sulfonyloxy]-N-acetyl-l-phenylalaninäthylester, C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>O<sub>6</sub>N<sub>3</sub>S, reagierte mit IX in Pyridin unter Bldg. von 3,5-Dinitro-4-[p-methoxyphenoxy]-N-acetyl-l-phenylalaninäthylester (XIII), C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>O<sub>9</sub>N<sub>3</sub>,  $[\alpha]_D^{27} - 8,2^\circ$  (Dioxan), der günstiger in 68%ig. Ausbeute aus XII durch aufeinanderfolgende Behandlung mit VIII u. IX in Pyridin ohne Isolierung des p-Toluolsulfonsäureesters dargestellt werden konnte. In gleicher Weise wurde 3,5-Dinitro-4-[p-acetoxyphenoxy]-N-acetyl-l-phenylalaninäthylester, C<sub>21</sub>H<sub>21</sub>O<sub>10</sub>N<sub>3</sub>, F. 114—117°, aus p-Acetoxyphenol in 55%ig. Ausbeute bereitet. Hydrolyse von XIII mit HCl/CH<sub>3</sub>COOH führte zu 3,5-Dinitro-4-[p-methoxyphenoxy]-l-phenylalanin, C<sub>16</sub>H<sub>15</sub>O<sub>6</sub>N<sub>3</sub>, F. 247—248° (Zers.),  $[\alpha]_D^{23} + 25,4^\circ$  (1n HCl/1 A.); Ausbeute 88%. — Die Umwandlung von XIII in XV verläuft in 80%ig. Ausbeute, sofern das Zwischenprod., 3,5-Diamino-4-[p-methoxyphenoxy]-N-acetyl-l-phenylalaninäthylester, C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>O<sub>5</sub>N<sub>3</sub>,  $[\alpha]_D^{20} + 42,4^\circ$  (Dioxan), Diacetylderiv., C<sub>22</sub>H<sub>29</sub>O<sub>7</sub>N<sub>3</sub>, F. 226—227°,  $[\alpha]_D^{18} + 72,5^\circ$  (Chlf.), isoliert u. in reiner Form in CH<sub>3</sub>COOH-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei 0° tetrazotiert u. nach SANDMEYER mit einer Lsg. von J in wss. NaJ bei 50° unter Abstumpfen der Säure mit NaOH u. in Ggw. von Chlf. zur Extraktion von XV weiterverarbeitet wurde. Bei Einw. einer kalten Mischung von wss. NaOH u. A. auf XV wurde nur die Estergruppe verseift unter Bldg. von 3,5-Dijod-4-[p-methoxyphenoxy]-N-acetyl-l-phenylalanin, C<sub>16</sub>H<sub>17</sub>O<sub>5</sub>NJ<sub>2</sub>, F. 196—197°,  $[\alpha]_D^{20} + 8^\circ$  (Aceton); Racemisierung bei Hydrolyse wurde durch Rückveresterung ausgeschlossen. Kochen mit HCl/CH<sub>3</sub>COOH führte hingegen quantitativ zu 3,5-Dijod-4-p-methoxyphenoxy-l-phenylalanin, C<sub>16</sub>H<sub>15</sub>O<sub>4</sub>NJ<sub>2</sub>, Nadeln aus wss. Pyridin, F. 241° (Zers.),  $[\alpha]_D^{26} + 19,4^\circ$  (1n HCl/1 A.),  $[\alpha]_D^{22} - 6,7^\circ$  (1n NaOH/1 A.). Behandeln von XV mit Mischungen von HBr oder HJ mit Eisessig ergab XVI in 90%ig. Ausbeute, welches durch Umsetzung mit NaCNO in VII, F. 255°,  $[\alpha]_D^{19} - 43^\circ$  (Dioxan) u. durch katalyt. Entjodierung in l-XVII, F. 252°,  $[\alpha]_D^{16} + 15,0^\circ$  (1n HCl/1 A.), Hydantoin, F. 253—254°,  $[\alpha]_D^{20} - 54,7^\circ$  (A.), verwandelt wurde. Überführung von XVI in XIV mit  $[\alpha]_D^{21} - 5,4^\circ$  (1n NaOH/2 A.) in 89%ig. Ausbeute. Gesamtausbeute an XIV, bezogen auf I, 26%. (J. chem. Soc. [London] 1949. 3424—33. Dez. Greenford, Middlesex, Glaxo Labor.) HELLMANN. 3750

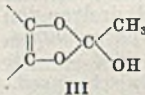
R. B. Wagner und James A. Moore, Ein neuer Weg zur Seitenkette der Nebennierenrindenhormone. Die Überführung des leicht zugänglichen Brompregnanolons in Verb. mit einer Dioxyacetonseitenkette wird beschrieben. Bromierung von Pregnan-3(β)-ol-20-onacetal mit 3 Mol. Br<sub>2</sub> ergibt das 17.21.21-Tribromderiv. (C<sub>23</sub>H<sub>33</sub>O<sub>3</sub>Br<sub>3</sub>; F. 196° [Zers.];  $[\alpha]_D^{25} - 3,4^\circ$ , Chlf.). Beim Behandeln mit alkoh. KOH entsteht 17-Pregnen-3(β)-ol-20-bromcarbonsäure-21 (I) (C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>O<sub>3</sub>Br; F. 273° [Zers.];  $[\alpha]_D^{25} + 41^\circ$ , Dioxan). I wird mit Pt/H<sub>2</sub>, red. zu Pregnan-3(β)-ol-carbonsäure-21 (Misch-F. u. F. 220°). Red. des I-Methylesters mit LiAlH<sub>4</sub> ergibt das ungesätt. 20-Brom-21-ol (II) (C<sub>21</sub>H<sub>33</sub>O<sub>2</sub>Br; F. 253° (Zers.);  $[\alpha]_D^{25} + 53^\circ$ , Dioxan). Aus dem Diacetat von II entsteht mit OsO<sub>4</sub> in Ae. Pregnan-3(β)-17(α)-21-triol-20-ondiacetal (III) (C<sub>25</sub>H<sub>39</sub>O<sub>6</sub>; F. 153°;  $[\alpha]_D^{23} + 49^\circ$ , Dioxan). Hydrierung von III ergibt dasselbe Tetrol, wie bei LiAlH<sub>4</sub>-Red. von 17-Pregnen-3(β)-ol-carbonsäuremethylester-21 u. nachfolgender Hydroxylierung. Isoliert als Triacetat (C<sub>27</sub>H<sub>42</sub>O<sub>7</sub>; F. 184°;  $[\alpha]_D^{23} + 55^\circ$  Chlf.). (J. Amer. chem. Soc. 71. 4160. Dez. 1949, State College, Pa., Withmore labor. school.) SCHORRE. 3750

W. M. Beresowski, Die Chemie der Flavine. VI. gibt an Hand der Literatur (126 Zitate) eine zusammenfassende Beschreibung von Vork., Geschichte, Gewinnung, Eigg., chem. Wrkg. u. physiol. Bedeutung, Konst. u. Synth. der Flavine, bes. des Riboflavins (Vitamin B<sub>2</sub>). Die einzelnen Synthesen aus o-substituierten arom. Verb., aus arom. Monoaminen u. über die Acetyl- u. N-Arabinosid-Verb. werden einzeln geschildert. (Успехи Химии [Fortsehr. Chem.] 18. 737—55. Nov./Dez. 1949. Moskau.) HELD. 3800

Rex D. Lindsay und Vernon H. Cheldelin, *Pantothensäurestudien*. 7. Mitt. *N-Methylpantothensäure*. (6. vgl. J. Amer. chem. Soc. 71. [1949.] 131.) *N-Methylpantothensäure* (I) wurde dargestellt u. im Wachstumstest an *A. suboxydans* (II), *L. arabinosus* (III) u. *LM-Hefe* (IV) geprüft. I zeigt keine Aktivität bei III u. IV u. 5—18% Aktivität bei II. Daraus läßt sich schließen, daß sich I bei III nicht mit den Zellenzymen verbinden kann. Die Aminogruppe kann als Haftpunkt für das Apoenzym betrachtet werden.

Versuche:  $\beta$ -Cyanoäthylmethylamin, Kp.<sub>16</sub> 73°. — Daraus mit alkoh. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 18%  $\beta$ -Methylaminopropionsäureäthylester, Kp.<sub>13</sub> 66°. —  $\beta$ -Methylaminopropionsäuremethyl-ester, zu 35% aus Acrylsäuremethyl-ester u. CH<sub>3</sub>NH<sub>2</sub> in A.; Kp.<sub>11</sub> 50°. — *N-Methylpantothensäure* ( $\alpha$ -*Dioxy*- $\beta$ -*dimethylbutyryl*- $\beta'$ -*N-methylalanin*, I), aus einem der vorst. Ester u. D.L-Pantoyllacton bei 75° nach Verseifung mit 0,45 n Ba(OH)<sub>2</sub>, Beseitigung des Ba mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Einstellen auf pH 6 mit Pyridin u. Eindampfen; Reinigung über das in CH<sub>3</sub>OH gewonnene *Brucinsalz*, C<sub>33</sub>H<sub>45</sub>O<sub>9</sub>N<sub>3</sub>. (J. Amer. chem. Soc. 72. 828—30. Febr. 1950. Corvallis, Oregon State Coll., Dep. of Chem.) STEGEMANN. 3800

Allan Bell und George F. Wright, *Die Extraktion von Birkenlignin mit Essigsäure*. Durch 4tägiges Kochen von Birkenholzmehl, das bei Raumtemp. nacheinander mit Bzl.-A. 1:1, A. u. W. ausgezogen worden war, mit Eisessig läßt sich unter teilweiser Acetylierung, bes. der mit dem Lignin verbundenen Kohlenhydrate, *Essigsäurelignin* (I) extrahieren, das in Ae., Bzl., Methanol u. Chlf. lösl. Fraktionen zerlegt wurde. Durch Kochen des I mit Ameisensäure lassen sich 7—10% Acetylgruppen abspalten unter Bldg. von *Essigsäure-Ameisensäure-Lignin* (II), das noch 7% Acetylgruppen enthält, die auch durch GRIGNARD-Rk. nicht abspaltbar sind u. wahrscheinlich mit dem Lignin in Form eines *2-Methyl-2-oxydioxols* (III) verbunden sind. Aus der vollständigen Acetylierung der kohlenhydratreichen, in Methanol lösl. Fraktion von I unter Bldg. eines in Alkali unlösl. Acetylierungsprod., das durch Behandlung mit Ameisensäure alkalilösl. wurde u. dessen Methoxylgeh. sich mit Diazomethan um 6—7% erhöhte, schließen Vff., daß außerdem mit Phenol glykosid. substituierte Hydroxylgruppen vorhanden gewesen sind. — Der an I gebundene Kohlenhydratanteil besteht vermutlich aus Pentosen, bes. d-Xylose. — II ist schlechter lösl. als I u. enthält mehr Methoxylgruppen. Die in Ae. u. in Bzl. lösl. Fraktionen von I u. II enthalten 21% OCH<sub>3</sub>, während die in Chlf. lösl. Fraktion von I 16,0% u. von II 18,3% OCH<sub>3</sub> enthält, entsprechend der Bldg. von Syringaldehyd neben Vanillin aus Birkenlignin. Umsetzung der in Bzl. lösl. Fraktion von I mit Phenyl-MgBr u. anschließende Oxydation ergab *Acetaldehyd* u. *Benzoesäure*. (J. Amer. chem. Soc. 72. 1495—99. April 1950. Toronto, Ca., McGill Univ., Chem. Labor.) GROHN. 3900



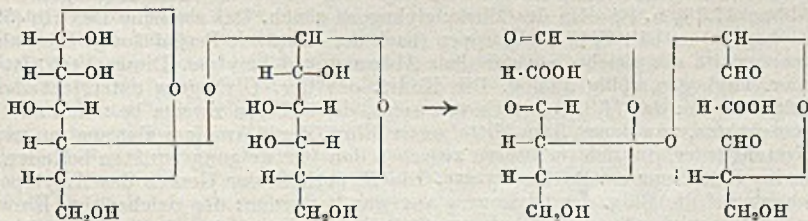
### D<sub>3</sub>. Makromolekulare Chemie.

Kurt H. Meyer und P. Rathgeb, *Untersuchungen über die Stärke*. 40. Mitt. *Die Kartoffelstärke*. (39. vgl. C. 1948. I. 1209.) Durch Kombination der Stärkefraktionierungsmeth. der Vff. (vgl. 39. Mitt.) mit der von SCHOCH gelang eine vollständigere Trennung der Bestandteile der Kartoffelstärke. Die Fraktionierung gestaltet sich folgendermaßen: Eine Suspension von 1 (Teil) Stärke (in 2 W. vorgequollen) in 200 W. von 70° wird 1 Stde. stark gerührt. Nach Absetzen u. Zentrifugieren, Einengen der klaren Lsg. auf 1/20 Vol. u. Fällung mit 22 Methanol erhält man die Hauptmenge der niedrigmol. *Amylose A<sub>1</sub>*. Durch Wiederholung der gleichen Operation mit dem Zentrifugat fällt noch eine kleine Menge A<sub>1</sub> an. Der ungelöste Stärkeanteil wird nun mit 60 W. im Autoklaven 2 Stdn. auf 109° erhitzt u. die Lsg. bei 90° unter starkem Turbinieren mit 6 Cyclohexanol versetzt. Nach 48 Stdn. bei ~0° wird die ausgefallene hochmol. *Amylose A<sub>2</sub>* abzentrifugiert. Die Lsg. enthält das Amylopektin, mit ca. 0,4% *Amylose A<sub>1</sub>* verunreinigt. Diese läßt sich durch mehrmalige Filtration durch eine Säule aus hydrophiler Baumwolle restlos entfernen. Fällung des Amylopektins mit Methanol. Reinigung der Fraktionen in üblicher Weise. Ausbeuten: 9,5% A<sub>1</sub>, 12% A<sub>2</sub>, 73% Amylopektin. Mol.-Gew.: A<sub>1</sub> 11500, A<sub>2</sub> 110000, Amylopektin 180000. Polymerisationsgrad: A<sub>1</sub> 72, A<sub>2</sub> 680, Amylopektin 1100. — Der Unterschied zwischen Kartoffel- u. Maisstärke bes. in bezug auf ihr Verh. bei der Quellung erklärt sich also zum Teil durch die verschied. Mol.-Größen ihrer Amylosen. Polymerisationsgrade der *Maisamylose*: A<sub>1</sub> 80—204, *Amylose A<sub>2</sub>* 2100, Amylopektin 240. (Helv. chim. Acta 31. 1533—36. 15/10. 1948. Genf, Univ.) OHLE. 4050

Kurt H. Meyer, P. Bernfeld, P. Rathgeb und P. Gürtler, *Untersuchungen über die Stärke*. 41. Mitt. *Der Abbau des Amylopektins durch  $\beta$ -Amylase*. (40. vgl. vorst. Ref.) Mit Hilfe der in der 38. Mitt. beschriebenen neuen Methodik der fermentativen Stärkehydrolyse (Zusatz einer alkal. Lsg. der Polysaccharide zu einem großen Überschuß gepufferter  $\beta$ -Amylaseslg.) stellen Vff. fest, daß *Maisamylopektin* zu 62% zu Maltose,

*Kartoffelamylopektin* zu 59% abgebaut werden. Bei Verwendung reiner Amylopektine ist der Endpunkt der Hydrolyse außerordentlich scharf. Die Reinigung des Maisamylopektins erfolgte durch Elektrodialyse einer 1%ig. Amylopektinlsg. mit 0,02*N* Jodlsg. mit 80 mA u. 120 V. Der Jodamylosekomplex setzt sich an der Anode u. am Boden der Zelle ab. Man gibt solange frische Jodlsg. zu, bis die Fl. rotviolett angefärbt wird, entfärbt mit NaHSO<sub>3</sub>, neutralisiert, elektrodialysiert u. fällt die eingeeengte Lsg. mit Methanol. Die so ermittelten Werte für die Abbaugrenze der Amylopektine liegen höher als die in der Literatur angeführten. Dies wird darauf zurückgeführt, daß durch die neue Hydrolysenmethodik eine Alterung der Amylopektine verhindert wird. Auf Grund der Hydrolysenresultate u. der Endgruppenbest. berechnen Vff., daß ein Amylopektin vom Polymerisationsgrad 1100 mit 46 Endgruppen 45 Verzweigungsstellen hat, von denen jeder Seitenast im Mittel 15 Glucosereste enthält. Dazu kommen noch 1–2 Glucosereste pro Seitenkette, die die Verankerung an der Hauptkette besorgen („moignons“) u. vom Ferment nicht abgebaut werden, so daß für die Hauptkette ca. 360 Glucosereste übrigbleiben. Die Zahl der Glucoseeinheiten in der Hauptkette zwischen 2 Verzweigungen dürfte also im Mittel 8 betragen. — *Amylopektin* wird bei gleicher Konz. u. gleichen Reaktionsbedingungen von  $\beta$ -Amylase schneller abgebaut als *Amylose* A<sub>2</sub>. (Helv. chim. Acta 31. 1536–40. 15/10. 1948.) OHLE. 4050

Kurt H. Meyer und P. Rathgeb, *Untersuchungen über die Stärke*. 42. Mitt. *Bestimmung der Säuren, die bei der Oxydation von Polyolen mit Perjodaten gebildet werden*. (41. vgl. vorst. Ref.) Die Best. der Ameisensäure, die bei der Oxydation von Polyolen mit NaJO<sub>4</sub> gebildet wird, nach der Meth. von NESS, HANN u. HUDSON (C. 1943. I. 718) leidet daran, daß sehr hohe Blindwerte erhalten werden, so daß die Best. sehr kleiner Ameisensäuremengen, wie sie bei der Oxydation von Polysacchariden auftreten, nicht mehr mit ausreichender Genauigkeit möglich ist. Dieser Nachteil beruht darauf, daß die Perjodsäure, im p<sub>H</sub>-Bereich von H stark puffert. Vff. vermeiden diese Fehlerquelle, indem sie die Lsgg. unmittelbar vor jeder Oxydation auf p<sub>H</sub> 4,5 einstellen. Die Perjodatlsgg. sind bei diesem p<sub>H</sub> nicht stabil, allmählich krist. JO<sub>6</sub>H<sub>3</sub>Na<sub>2</sub> aus. Nach beendeter Oxydation liegt dann der p<sub>H</sub> der Blindprobe (mit Glykol) bei p<sub>H</sub> 7–7,5, so daß bis zum Umschlagspunkt von Phenolrot (p<sub>H</sub> 8) nur sehr wenig NaOH verbraucht wird. Ausführung: Die Vorratslsg. der 0,25*N* HJO<sub>4</sub> wird mit NaOH auf p<sub>H</sub> 4 titriert. Unmittelbar vor der Oxydation wird die zur Best. gebrauchte Menge der Perjodatlsg. auf p<sub>H</sub> 4,2–4,5 eingestellt. Ein abgemessener Teil dieser Lsg. wird mit Glykol zu Jodat red. (Blindwert); zu der Hauptmenge gibt man die Analysesubstanz. Nach einer Oxydationsdauer von 3, 5, 10 u. 30 Stdn. wird je 1/4 der Lsg. mit Glykol zu Ende red., u. dann die gebildete H-COOH alkalimetr. mit Phenolrot als Indicator bestimmt; Fehler  $\pm 1\%$ . — *Lactose* liefert nach dieser Meth. etwas mehr als 2 Mol H-COOH (nach 10 Stdn.), im Sinne des Schemas:



Bei längerer Versuchsdauer nimmt die H-COOH langsam weiter zu infolge Verseifung des prim. Oxydationsprodukts. Mannit, Rhamnose, Glucose u. Saccharose lieferten die erwarteten Werte. (Helv. chim. Acta 31. 1540–45. 15/10. 1948.) OHLE. 4050

Kurt H. Meyer und P. Rathgeb, *Untersuchungen über die Stärke*. 43. Mitt. *Bestimmung der Endgruppen der Stärke und des Glykogens*. (42. vgl. vorst. Ref.) Die im vorst. Ref. beschriebene Endgruppenbest. mit Perjodat wurde auf Maltose (I), Kartoffelamylose A<sub>1</sub> (II), Kartoffelamylopektin (III) u. auf den lösl. Anteil von Leberglykogen (IV) (Rind) angewendet. I gab 2,1 Endgruppen, davon 1 reduzierend. II (Polymerisationsgrad 72) 1,9 Endgruppen, davon 1 reduzierend, III (Polymerisationsgrad 1100) 47 Endgruppen, davon 1 reduzierend, IV (Polymerisationsgrad 600) 64 Endgruppen, davon 1 reduzierend. (Helv. chim. Acta 31. 1545–48. 15/10. 1948.) OHLE. 4050

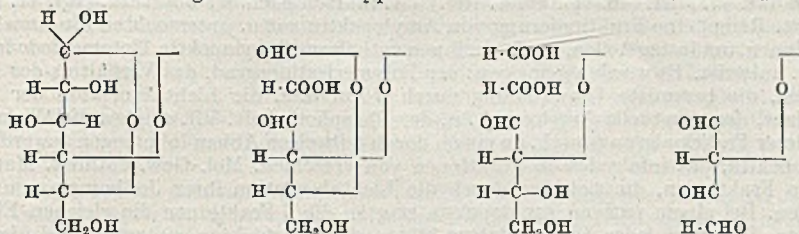
Kurt H. Meyer und Maria Fuld, *Untersuchungen über die Stärke*. 44. Mitt. *Das Glykogen von Mais, Varietät „Golden bantam“*. (43. vgl. vorst. Ref.) Unter *Glykogenen* versteht man alle *Polysaccharide* auf Glucosebasis, die mit J<sub>2</sub> eine Rotfärbung geben, aber nicht wie Stärke Körner bilden, sondern im Protoplasma verteilt bleiben. MORRIS u. MORRIS

(J. biol. Chemistry 130. [1939.] 535; 154. [1944.] 503.) u. HASSID u. MCCREARY (C. 1941. II. 2937) untersuchten die chem. Eigg. eines Glykogens, das die ersteren Autoren aus Maiskörnern der Varietät „*Golden bantam*“, eine der bekannten Formen von *Zuckermais*, isolierten. Das Mol. hat den gleichen Verzweigungsgrad (%-Geh. der Endgruppen) wie das tier. Glykogen (9%), wird aber nur bis zu 20% durch *Malz-β-amylase* abgebaut, während die Glykogene von Hefe, Leber u. Muskeln zu 40% u. mehr abgebaut werden. Vff. benutzten als Ausgangsmaterial Körner, die noch nicht vollständig reif waren. Zu diesem Zeitpunkt ist das Korn mit glykogenreichem Milchsafte gefüllt, der sehr wenig Stärkekörner u. Proteine enthält. Die grob gestoßenen Körner werden in W. verteilt, dann zentrifugiert. Es wird so eine Glykogenmilch erhalten, aus der die Proteine leicht durch Trichloressigsäure entfernt werden können u. aus der das Polysaccharid durch CH<sub>3</sub>OH-Fällung isoliert wird. Es wurden 5–10% des Gewichtes der frischen Körner an trockenem Glykogen erhalten. Die wss. Lsgg. dieses Glykogens sind stark undurchsichtig. Addition von Alkali vermindert diese Undurchsichtigkeit, ohne jedoch eine klare Lsg. zu ergeben. Neutralisation stellt die anfängliche Trübung wieder her. Durch Elektrodialyse setzen sich 80% des Glykogens in Form einer konz. Suspension ab, bedeckt mit einer klaren Lsg. des Restes. Diese Phänomene zeigen, daß der größte Teil des Glykogens in W. in Form von großen Teilchen verteilt ist, deren Durchmesser die Auflösungsfähigkeit des Ultramikroskops erreicht. Durch Osmometrie des Glykogens u. seiner Acetyl- u. Methylderiv. wurden sehr hohe Werte für das Mol.-Gew. gefunden. Das Reduktionsvermögen der trüben Fraktion des Glykogens entspricht einem Mol.-Gew. von ca. 80000 (eine reduzierende Gruppe auf 500 Glucosereste). Da es ausgeschlossen erscheint, daß ein Mol. Glykogen mehrere reduzierende Gruppen besitzt, muß angenommen werden, daß die in Lsg. befindlichen Teilchen polymol. Aggregate sind. Diese Anhäufung von Glykogenmoll. zeigt Analogie mit dem Verh. der Amylose, indessen bestehen die Amyloseaggregate aus submikroskop. Kristalliten, aus nebeneinander angeordneten Moll. zusammengesetzt, die man in verschied. Lösungsmitteln lösen kann. Die Glykogenaggregate haben dagegen keine kristalline Struktur; ihre Unfähigkeit, eine wahre Lsg. zu bilden, wird durch die verzweigte Struktur des Mol. erklärt. Diese Struktur verhindert in einem verwickelten Aggregat die Spaltung in individuelle Moleküle. Vff. bestimmten in dem totalen nicht fraktionierten Glykogen die Endgruppen mittels Perjodsäure (vgl. vorst. Ref.) u. fanden 10%. Das stimmt mit dem Resultat von HASSID (l. c.) überein. Die Rk. dieses Glykogens mit Perjodsäure ist viel langsamer als die Rk. des Amylopektins unter den gleichen Bedingungen, wahrscheinlich infolge der ster. Hinderung durch die Struktur der Aggregate. Das Reagens kann nur langsam in das Innere des Partikels eindringen. MORRIS stellte fest, daß der Abbau durch *β-Amylase* 20% beträgt. Da Vff. annahmen, daß dieser geringe Wert durch die Aggregation verursacht ist, wurde die Glykogenlsg. alkal. gemacht u. in einen Überschuß von *β-Amylaselsg.* gegossen. Unter diesen Bedingungen erreicht der Abbau 47,5% u. ist dem des Muskelglykogens gleich. Das restliche Dextrin (52,5% des Glykogens) enthält 22% Endgruppen (nach der Best. mit Perjodsäure). Die Zahl der Endgruppen ist die gleiche wie vor dem Abbau mit *β-Amylase*. Dieses Verh. ist dem von tier. Glykogen völlig analog. Die Konst. des tier. Glykogens entspricht der des Muskelglykogens: das Mol. ist stark verzweigt, die äußeren Zweige bestehen aus 6 bis 7 Glucosketten, von denen 5 im Mittel unter Einw. der *β-Amylase* abgespalten werden. Die Kettenglieder, die sich im Innern zwischen den Verzweigungspunkten befinden, enthalten im Mittel nur ca. 3 Glucosereste. Die Hypothese der Genese des Amylopektins kann auch auf die Bldg. des Glykogens angewandt werden: die gleichzeitige Einw. der Phosphorylase u. der Isophosphorylase auf Glucose-1-phosphate, die die Bldg. eines verzweigten Glucosans bewirkt, dessen Zweige notwendigerweise länger sind als die inneren Kettenglieder. Das Maisglykogen ist chem. ein wahres Glykogen. Da man es aus den reifen Körnern von „*Golden bantam*“ extrahieren kann, ist dieses Polysaccharid das am leichtesten erhältliche Glykogen. Die in den reifen Körnern gefundenen Stärkekörner haben einen 2mal kleineren Durchmesser als die von gewöhnlichem Mais. Sie enthalten 10% Amylose. (Tabellen s. Original.) (Helv. chim. Acta 32, 757–61. 2/5. 1949.) AMELUNG. 4050

**Kurt H. Meyer** und **Paul Rathgeb**, *Untersuchungen über Stärke*. 45. Mitt. *Über die Endgruppenbestimmung von Polysacchariden und Oligosacchariden mittels Perjodat*. (44. vgl. vorst. Ref.) Im Hinblick auf Widersprüche in der Literatur wurde die Rk. von Perjodat mit Oligosacchariden u. Polysacchariden genauer untersucht. Die p<sub>H</sub>-Veränderung bei der Perjodat-Rk. in Ggw. von Glykol zeigen, daß die durch Oxydation des Glykols hervorgerufenen Veränderungen des p<sub>H</sub> bei der Titration der Ameisensäure durch einen Blindvers. berücksichtigt werden müssen. Die Titrationskurven von Ameisensäure mit 0,01n NaOH u. Ba(OH)<sub>2</sub> sind identisch. Die Verwendung von Ba(OH)<sub>2</sub> zeigt keinerlei Vorteil. Die starke Neigung der Kurve zwischen p<sub>H</sub> 5,8 u. 8,5 zeigt, daß der Umschlagspunkt zwischen diesen beiden Werten gewählt werden muß. Um eine Verseifung des



Ameisensäureestern zu vermeiden (Oxydationszwischenprod.), wird  $p_H$  5,8 nicht überschritten u. in Ggw. von Bromkresolpurpur titriert (grün-violett bei  $p_H$  5,8). Es ist der erste Umschlagspunkt maßgebend, denn kurz darauf wird das  $p_H$  infolge von Verseifung sauer. — Vff. stellten die Hypothese auf, daß die reduzierenden Reste in 3 Etappen nach folgenden Formeln reagieren. Diese Hypothese wurde durch die Unters. der Oxy-



dation von Lactose bestätigt. Es muß unter Bedingungen gearbeitet werden, bei denen die Verseifungsgeschwindigkeit des Ameisensäureesters so gering wie möglich ist. Entsprechend zur Hydrolyse von Methylacetat ist die Verseifungsgeschwindigkeit von Methylformiat zwischen  $p_H$  5,7 u. 4,2 sehr klein. Unterhalb von 4,2 steigt sie infolge Autokatalyse durch Freiwerden von Säure. Um die Verseifung von intermediären Ameisensäureestern zu vermeiden, muß der  $p_H$ -Wert im Verlauf der Oxydation zwischen 5,7 u. 4,2 gehalten werden. — Bei  $p_H$ -Werten zwischen 4,2 u. 5,6 wird Ameisensäure durch Perjodat bei 0° nicht oxydiert, auch nicht nach einer Woche. Unterhalb  $p_H$  4 wird dagegen die Ameisensäure langsam oxydiert. — *Oxydation von Lactose*. Na-Metaperjodatslg. auf  $p_H$  5,8 bringen u. Blindvers. ausführen. Lactose bei 0° mit einem großen Überschuß der obigen Lsg. oxydieren, 10 cm<sup>3</sup>-Proben mit 0,01N Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lsg. bei 0° titrieren (Bromkresolpurpur). Es zählt der erste Umschlagspunkt, da bald darauf das  $p_H$  infolge der Verseifung sauer wird. Nach 30 Min. bei 20° wird nochmals mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> titriert (bis zur Blaufärbung von Bromthymol). Man titriert, bis die Farbe 10 Min. bleibt. Unter diesen Bedingungen sind die Ameisensäureester verseift. Da die Oxydation mit reiner Na-Metaperjodatslg. eintritt, setzt sich die Rk. infolge Autokatalyse fort u. es wird keine Horizontale erreicht. — *Oxydation von Glucose*. Das Glucosemol. wird unter den gleichen Bedingungen total oxydiert u. ergibt rasch 5 Moll. Ameisensäure, ohne daß nach Freiwerden von 2 Moll. Säure eine Horizontale zu beobachten ist. Dieses bes. Verh. rührt einerseits davon her, daß Glucose bes. in der Aldehydform zu reagieren scheint, u. andererseits davon, daß der Ameisensäureester (ca. 25%), der aus der nicht aldehyd. Form stammt, rasch verseift wird. — *Oxydation von Amylose*. Die Resultate zeigen, daß diese Meth. in all den Fällen anwendbar ist, in denen die Zahl der reduzierenden Gruppen nicht vernachlässigt werden kann in bezug auf die nicht reduzierenden Endgruppen (Oligosaccharide oder nicht verzweigte Polysaccharide, bei denen das Verhältnis 1:1 beträgt). Es muß indessen die Erhöhung des  $p_H$  infolge der Red. der Perjodsäure durch nicht endständige Glykolgruppen in Betracht gezogen werden. Auf diese Art wird eine Horizontale entsprechend 2 Endgruppen erhalten, aus der man den Grad der Polymerisation berechnen kann. — *Oxydation von Amylopektin*. Da die reduzierenden Gruppen zahlreicher sind als die nicht reduzierenden, ist die Wrkg., die durch die totale oder partielle Verseifung der intermediären Prodd. hervorgerufen wird, weniger groß u. die Resultate sind stets befriedigend. Auch hier wird nur bei bestimmten Bedingungen eine Horizontale erhalten. (Helv. chim. Acta 32. 1102—07. 2/5. 1949.) AMELUNG. 4050

Kurt H. Meyer und G. C. Gibbons, *Reinigung von Amylopektin. Untersuchungen über Stärke*. 46. Mitt. (45. vgl. vorst. Ref.) Vff. fanden, daß durch Schütteln mit fein verteilter Stearinsäure oder durch Anwendung einer diese Fettsäure enthaltenden chromatograph. Kolonne Amylose (A) quantitativ adsorbiert wird. Die Additionsverb. A-*Stearinsäure* ist unlösl., da die nach Adsorption erhaltenen Filtrate nach saurer Hydrolyse fast keine reduzierenden Zucker enthalten. Unter den gleichen Bedingungen wird Amylopektin (B) nicht adsorbiert. Vff. wandten diese Trennungsmeth. auf ein ca. 3% A enthaltendes B an. Bei der potentiometr. Analyse mit J<sub>2</sub> erwies sich B als frei von A.

Versuche: Darst. von Amylose (A) u. Amylopektin (B) durch Elektrodekan-ticrung nach SAMEC (vgl. C. 1941. II. 1017) aus Kartoffelstärke. Die so dargestellte A ist 90%ig, B enthält 3% A. *Adsorption von A*. A in 6N KOH lösen, mit Essigsäure auf  $p_H$  5 bis 6 verdünnen, eine Lsg. von Stearinsäure in heißem A. zufügen u. 15 Min. kräftig rühren. Filtrat hydrolysieren u. Glucose nach BERTRAND bestimmen. 95% der A wurden durch Stearinsäure adsorbiert. Mittels einer chromatograph. Kolonne wurden 93,3% A adsorbiert. — *Reinigung von B*. B mit 3% A in W. lösen,  $p_H$  mit Essigsäure auf 5 bringen,

Stearinsäure in heißem A. zufügen u. 15 Min. schütteln. Das in 2 Fraktionen abgetrennte B erwies sich bei der potentiometr. Titration mit J<sub>2</sub> als rein. (Helv. chim. Acta 33, 210 bis 213. 1/2. 1950.) AMELUNG. 4050

**Kurt H. Meyer** und **G. C. Gibbons**, *Fraktionierung von Amylopektin. Untersuchungen über Stärke*. 47. Mitt. (46. vgl. vorst. Ref.) Vff. führten nach der Jodmeth. (vgl. 41. Mitt. in vorst. Reihe) eine Fraktionierung von Amylopektin aus u. untersuchten die verschied. Fraktionen, um festzustellen, ob das in ihnen enthaltene Amylopektin Unterschiede in der Konst. aufweist. Es wurden gemessen: der Polymerisationsgrad, das Verhältnis der Endgruppen, die begrenzte Umwandlung durch  $\beta$ -Amylase, die Lichtabsorption der Jodkomplexe, der eventuelle Amylosegeh. u. der Phosphorgehalt. Vff. zeigten die Wirksamkeit dieser Fraktionierungsmeth. an einem durch teilweisen Abbau inhomogen gewordenen Amylopektin, das infolgedessen Fraktionen von verschied. Mol.-Gew. enthielt. Man erhält so Fraktionen, die sich nur durch die Lichtabsorption ihrer Jodkomplexe unterscheiden. Bei einem nativen Amylopektin zeigten die 7 Fraktionen die gleichen Eigenschaften. Während jeder Elektrodialyse bilden sich 3 Schichten, unten ein Nd., in der Mitte eine trübe Lsg. u. oben eine klare Lsg., doch zeigen die in ihnen enthaltenen Amylopektinfraktionen ident. oder sehr ähnliche chem. Eigenschaften. Die Molekülaggregate der verschied. Fraktionen des nativen Amylopektins sind aus chem. ident. Amylopektinmoll. oder aus sehr ähnlichen Gemischen von chem. verschied. Amylopektinen zusammengesetzt.

**Versuche: Darst. des Amylopektins** aus Kartoffelstärke nach MEYER u. RATHGEB (40. Mitt. in vorst. Reihe), 90% Amylopektin mit 0,5% Amylosegeh. erhalten. — *Fraktionierung des Amylopektins* in 2%ig. wss. Lsg. im Elektrodialyseapp. bei 150—250 V u. 20—30 mA. Die analyt. Bestimmungen wurden nach bekannten Methoden durchgeführt (Tabellen s. Original). (Helv. chim. Acta 33, 213—17. 1/2. 1950.) AMELUNG. 4050

**B. A. Talmud**, *Erhöhung der Symmetrie von Globularweiß durch Herabsetzung der Zahl der ionogenen Gruppen*. Die 1%ig. Lsg. von krist. Serumalbumin (I) mit ca. 12% Lysin-Geh. wurde im Phosphat-Citratpuffer (p<sub>H</sub> 4,0) mit 16nNaNO<sub>2</sub> 1 Stde. bei 35° desaminiert u. bis zum völligen Verschwinden des Nitritions dialysiert. Nach der Amino-N-Best. nach VAN SLYKE betrug die Desaminierung 25%. Der Grad der Asymmetrie wurde aus den Messungen der relativen Viscosität nach der SIMHA-Gleichung ermittelt. Die Viscosität wurde bei p<sub>H</sub> 2,2, 4,0 u. 9,18 gemessen. Erwartungsgemäß blieb bei p<sub>H</sub> 9,18 die Asymmetrie unverändert, da in der alkal. Lsg. die Dissoziation der Aminogruppen unterdrückt ist u. nur die elektrostat. Abstoßungskräfte der gleichgeladenen Carboxylgruppen der Seitenketten wirksam sind, deren Zahl bei der Deaminierung unverändert bleibt. Bei p<sub>H</sub> 4,0 wird durch die Desaminierung die I-Asymmetrie auf ca. die Hälfte, bei p<sub>H</sub> 2,2 auf  $\frac{1}{4}$  des ursprünglichen Wertes gesenkt. In saurer Lsg. wird die Dissoziation der Carboxylgruppen unterdrückt. Die Abstoßungskräfte kommen von den gleichgeladenen alkal., hauptsächlich von den Aminogruppen der Seitenketten, deren Zahl im desaminierten I stark herabgesetzt ist. Die Versuchsergebnisse werden als Beweis für die Richtigkeit der These angesehen, wonach die Form des Globularmol. vom Gleichgewicht der Kräfte der Anziehung zwischen den nichtionogenen u. der Abstoßung zwischen den ionogenen Seitengruppen bestimmt wird. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 69, 59—60. 1/11. 1949. Bach-Inst. für Biochem. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) LEBTAG. 4070

**E. Josephy et F. Radt**, Elsevier's encyclopedia of organic chemistry. Vol. 12B: Naphthalene, compounds containing one naphthalene nucleus: Hydrocarbons and halogen compounds (S. 1—344). Vol. 12B: Compounds containing one naphthalene nucleus: Nitrogen compounds (S. 345—1052). New York, Amsterdam, London, Brüssel: Elsevier Publ. Co., Inc. (Paris: E. Ulman).

## E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

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

**Joe Hin Tjio** und **Albert Levan**, *Vierfachstruktur der Centromeren*. Eine Vorbehandlung von Wurzelmeristemem mit 8-Oxychinolin (0,002 mol./Liter für 4 Stdn.) u. nachfolgende Zerquetschung in saurem Orcein gibt Chromosomenbilder von außerordentlicher Klarheit. Die zentrale Kommissur ist ungewöhnlich weit. Von der frühen Prophase bis zur Metaphase findet man 4 solcher centromeren Chromosomen, die meistens ein Quadrat bzw. Parallelogramm in der Kommissur bilden. Diese Resultate geben einen neuen Hinweis auf die in Längsrichtung doppelte Struktur des centromeren Apparates. (Nature [London] 165, 308. 4/3. 1950. Zaragoza/Spanien u. Svalöf/Schweden, Sveriges Utsädes-förening.) HOHENADEL. 4150

**A. W. Pratt und Ralph W. G. Wyckoff**, *Über die Feinstruktur von Bindegewebsfasern*. Elektronenmikr. Aufnahmen (40—64000fach) von bes. gereinigten Kollagenfasern von Hund u. Ratte, deren Segmente aus Paaren fadenförmiger Streifen aufgebaut sind, mit einer Entfernung zwischen den Streifen von ca. 210 Å. Manchmal ist ein dritter Faden zwischen den einzelnen Paaren sichtbar, die als Überreste eines zweiten transversal verlaufenden Fasersyst. angesehen werden, das die einzelnen Collagenfasern zu einer gewebeartigen Struktur verbindet. (Biochim. biophysica Acta [Amsterdam] 5. 166—74. April 1950. Bethesda, Labor. of Phys. Biol. u. Nat. Inst. of Health.)

HOHENADEL 4150

—, *Fortschritte in der Krebsforschung. Zunehmend Beiträge von Chemikern*. Übersicht über Methodik der modernen Krebsforschung. (Chem. Age 63. 115—16. 22/7. 1950.)

HOHENADEL 4160

**H. Drescher**, *Über das multiple Auftreten von Tumoren*. Bericht über multiples, gleich- bzw. verschiedenzeitiges Auftreten gut- u. bösartiger Tumoren an Hand des gynäkolog. Materials der Tübinger Frauenklinik 1918—1942. Unter 2996 genitalen u. extragenitalen Carcinomen wurden 344 multiple Tumoren gefunden. Die gutartigen Geschwülste sind wesentlich häufiger multipel als die bösartigen. (Zbl. Gynäkol. 72. 309—19. 1950. Tübingen, Univ., Frauenklinik.)

HOHENADEL 4160

**Helmut Wagner**, *Interstitielle Blutung und Ruptur eines Krukenbergtumors mit Virilismus*. (Kasuistische Mitt.) Der gleichzeitig mit dem Ovarialtumor aufgetretene Virilismus wird mit dem Ausfall der Ovarialfunktion u. damit mit der fehlenden Gegenwrkg. der Ovarien gegen das Nebennierenrindenhormon (*Adrenosteron*) erklärt, da die Nebennierenrinde Ausgangsstoffe liefern soll, aus denen die Keimdrüsen ihre Hormone aufbauen. Sind die Ovarien nicht mehr fähig, die Rindensstoffe aufzubauen, so daß diese im Überschuß vorhanden sind, so ist die Entstehung des Virilismus durch die Wrkg. des Adrenosterons, das dem Hodenhormon Testosteron sehr ähnlich ist, aufzufassen. (Zbl. Gynäkol. 72. 300—09. 1950. Offenbach/Main, Frauenklinik.)

HOHENADEL 4160

**Tibor Lovasz**, *Die Beurteilung der Stilböstrolwirkung bei der Behandlung maligner Tumoren*. Beim Vgl. der chem. Struktur des *Stilböstrols* (I) mit der der natürlichen Sexualhormone scheint es Vf. nicht sehr wahrscheinlich, daß das I wie ein Hormon auf die Tumoren wirkt; eher ist ein direkter Einfl. als Chemotherapeuticum anzunehmen. Die klin. Beobachtungen an 7 Patienten gaben die Gewißheit eines charakterist., quantitativen Einfl. von I auf die Tumorzellen. Es wurden bedeutend höhere Dosen als gewöhnlich angewandt, ohne daß tox. Wirkungen verursacht wurden. Selbst bei der Autopsie eines Falles, bei dem 14555 mg I injiziert wurden, konnten keine Veränderungen festgestellt werden, welche die Folge einer Intoxikation hätten sein können. Im Gegensatz dazu zeigten Tiere, die mit hohen Dosen behandelt wurden, hämorrhag. Symptome u. starben schnell. Bei Verabfolgung so hoher Dosen ist es nötig, auf tox. Symptome zu achten u. laufend Blutbild u. Knochenmarkbefund zu kontrollieren. (Semaine Hôpitaux Paris 26. 2809—17. 6/8. 1950.)

HOHENADEL 4160

**P. Ricklin**, *Zur Behandlung fortgeschrittener Mammacarcinome mit männlichem Sexualhormon*. Die Behandlung des fortgeschrittenen weiblichen Brustkrebses mit gegen- geschlechtlichem Hormon wird auf Grund von 11 mit *Testosteronpropionat* behandelten Fällen, ähnlich wie beim Prostatacarcinom, nicht als Heil-, jedoch als wertvolles Palliativmittel angesehen. Es konnte durchschnittlich eine 8 Monate anhaltende Besserung (Rückbildg. des Primärtumors u. der regionären Lymphknoten u. Verkalkung osteolyt. Knochenmetastasen) erzielt werden; dagegen wurde kein Einfl. bei Metastasierung in Leber u. Lunge gesehen. Die Dosierung betrug in der Mehrzahl der Fälle 300 mg *Perandren* (I) pro Woche bis zu einer Gesamtdosis von 3000—7000 mg. Die regelmäßige Kontrolle der Calciumwerte, des anorgan. Phosphats u. der alkal. Phosphatase im Serum während der I-Behandlung wird empfohlen, da sich wertvolle Rückschlüsse bzgl. der Tumor-Rk. ergeben; ein Absinken der bei Knochenmetastasen beobachteten Hypercalcämie u. der erhöhten alkal. Phosphatase wurde beobachtet, wenn die Knochenzerstörungen aufgehalten wurden. Ein Anstieg der Calciumwerte läßt auf schwere tox. Erscheinungen mit Aktivierung des Tumorwachstums schließen. In diesen seltenen Fällen ist die Hormontherapie sofort abzusetzen. (Schweiz. med. Wschr. 80. 902—06. 26/8. 1950. Zürich, Univ., Chirurg. Klinik.)

HOHENADEL 4160

**Tom D. Spies, Robert E. Stone, Guillermo Garcia Lopez, Fernando Milanes, Ruben Lopez Toca und Alfredo Reboredo**, *Die Wirkung von adrenocorticotropem Hormon und Cortison bei Personen mit Carcinomen, Leukämien und Lymphosarkomen*. 3 Patienten mit inoperablem Epithelzellencarcinom, 5 mit akuter Leukämie u. 2 mit Lymphosarkomen wurden mit *ACTH* (I) bzw. synthet. *Cortisonacetat* (II) behandelt. Bei 9 dieser 10 Fälle

trat eine deutliche Besserung ein. 1 Patient mit Leukämie starb am 4. Behandlungstag ohne irgendwelche Rk.; die übrigen Leukämiepatienten reagierten sehr verschied., jedoch war bei keinem nach Beginn der I-Behandlung noch eine Bluttransfusion nötig. Bei beiden Lymphosarkom-Patienten wurden nach II-Behandlung die betroffenen Drüsen deutlich u. schnell kleiner; die Kranken blieben einige Wochen ohne Beschwerden. Nach Auftreten von Recidiven wurde die Behandlung mit ähnlichem Erfolg wiederholt. Auch bei den Carcinomfällen ließen die Beschwerden nach, aber die Tumorzellen blieben erhalten. Die verschied. Wrkg. bei den Patienten kann von der Dosierung, der Behandlungszeit der Dauer der Krankheit oder anderen Faktoren abhängen. (Lancet 259. 241—44. 12/8. 1950. Chicago, Univ., Med. School u. Havana, Univ.)  
HOMENADEL. 4160

E. Florijn, M. Gruber, B. Leijnse und T. H. J. Huisman, *Die Hemmung der Gewebatmung und der alkoholischen Gärung in verschiedenen Reaktionsstufen durch Athylcarbamat (Urethan) und Arsenit*. Im Gegensatz zum Enzymsyst. im n. Gewebe wirkt das energie-liefernde Enzymsyst. bei malignen Tumoren mit maximaler Geschwindigkeit. Eine bestimmte Urethan (I)- oder Arsenit (II)-Konz. blockiert einen äquivalenten Teil des für diese Zellgite empfindlichen Enzyms. Dadurch sind kleine Konz. von I oder II nur bei maximaler Umsatzgeschwindigkeit meßbar. Diese hypothet. Annahmen sollen der Erklärung der Wirkungsweise von I u. II bei malignem Wachstum dienen. Die Hemmung durch I u. II steigt bei Verss. mit Nieren- u. Leberbrei u. mit Hefe mit steigender Atmungs- oder Gärungsgeschwindigkeit an. Behandelt man die Enzymkonz. nicht wie in der Theorie von MICHAELIS u. MENTON, als eine im Vgl. zur Substratkonz. zu vernachlässigende Größe, so kann die Zunahme der Hemmung mit zunehmender Umsatzzahl für den einfachen Fall eines einzelnen Enzyms enzymkinet. abgeleitet werden. (Biochim. Biophysica Acta [Amsterdam] 5. 595—605. Juni 1950. Utrecht, Univ., Labor. of Physiol. Chemistry.)  
CARLS. 4160

J. N. Davidson, *The Biochemistry of the Nucleic Acids*. Methuen's Monographs on Biochemical Subjects, Vol. I. London: Methuen. 1950. (mit 4 Tafeln u. 15 Diagr.) 8°. s. 746.

## E<sub>2</sub>. Enzymologie. Gärung.

Beat M. Iselin und Carl Niemann, *Ein Verfahren zur Bestimmung der proteolytischen Aktivität*. Für die Unters. der peptidspaltenden Enzyme, deren p<sub>H</sub>-Optimum bei p<sub>H</sub> 7,5 bis 8,5 liegt, wird ein Puffersyst. mit einem prim. oder sek. Amin untersucht. Das Ausmaß der Hydrolyse wird durch potentiomet. Formoltitration ermittelt. *Tris-(oxymethyl)-aminomethan-Salzsäure* bzw. *Athylendiamin-Salzsäurepuffer* beeinflussen die Hydrolyse nicht. Sie eignen sich für Unterss. mit Chymotrypsin. (J. biol. Chemistry 182. 821—28. Febr. 1950. Pasadena, Calif., Inst. of Technol., Gates and Crellin Labor. of Chem.)  
SCHUCHARDT. 4210

J. B. Veiga Salles, Isaac Herary, Roberto F. Banfi und Severo Ochoa, *Enzymatische Einführung von Kohlendioxyd in Oxalacetat in der Taubenleber*. Mit „malic“-Enzym (I) allein findet nur eine geringe Fixierung von radioakt. CO<sub>2</sub> in Oxalacetat (II) statt. Die spezif. Radioaktivität von Malat (III) ist viel höher als die vom II. Freies II ist also kein Zwischenprod. der Umwandlung von III in Pyruvat. Wahrscheinlich ist I durch Malicdehydrogenase (IV) verunreinigt. Zugabe von IV erhöht die Fixierung in II. Die spezif. Aktivitätszunahmen von II u. III laufen parallel. Rohe Taubenleber (V)-Präpp. enthalten Glykogen, aus dem durch Abbau Triosephosphat entsteht, das mit II zu 3-Phosphoglycerat + III dismutiert. Außerdem enthalten V-Präpp. auch nach der Dialyse geringe Mengen Di- u. Triphosphopyridinnucleotide. Mit V-Präpp. findet in Ggw. von Adenosintriphosphat (VI) Fixierung bei p<sub>H</sub> 7,0, aber nicht bei p<sub>H</sub> 4,5 statt. Die oxydative Decarboxylierung von III durch I hat ein scharfes p<sub>H</sub>-Optimum bei p<sub>H</sub> 7,4 u. ist bei p<sub>H</sub> 4,5 kaum nachweisbar. Beim Glykogenabbau bewirkt VI die Umwandlung von Fructose-6-phosphat in Hexosediphosphat, das dann in Triosephosphat gespalten wird. (Nature [London] 165. 675—76. 29/4. 1950. New York, Univ., Coll. of Med., Dep. of Pharmacol.)  
CARLS. 4210

E. C. Slater, *Die Bernsteinsäuredehydrogenase- und Dihydrocozymase-Oxydasesysteme in Herzmuskel- und Nierenpräparaten*. Übereinstimmungen u. Unterschiede zwischen dem Bernsteinsäuredehydrogenase (I)- u. dem Dihydrocozymase-Oxydase (II)-Syst. werden erörtert. Die spezif. Hemmung des II-Syst. des Herzmuskelpräp. nach KEILIN u. HARTREE stellt CO u. ihre Umkehr durch Bestrahlung ist graph. auf Grund von Verss. des Vf. dargestellt. In Ggw. von Luft hemmt 2,3-Dimercaptopropanol (III) beide Oxydasesysteme. Zur vollständigen Hemmung der Oxydation ist bei beiden Substraten ungefähr die gleiche Konz. von III erforderlich. II ist empfindlicher als I gegen niedrige Konz. von III. — Die Zugabe von Cytochrom c hat bei Nieren- u. bei Herzmuskelpräpp. die gleiche Wrkg. auf das II-Syst. wie auf das I-Syst., während in früheren Verss. Unterschiede gefunden wurden, die viel-

leicht auf der Darst. der Präpp. beruhen. — 0,1—0,15 mol. *Phosphat*-Puffer wirkt für beide Enzymsysteme optimal. — 0,001 mol. *Phenylurethan* hemmt 82% des II-System, hat aber keinen Einfl. auf die *Diaphorase*-Wirkung. (Nature [London] 165, 674—75. 29/4. 1950. Cambridge, Univ., Molteno-Inst.) CARLS. 4210

**Bernard F. Crowe** und **F. F. Nord**, *Enzymatische Spaltung von racemischem  $\beta$ -2-Thienylalanin*. *Chloracetyl- $\beta$ -2-thienyl-DL-alanin* wurde mittels Carboxypeptidase asymm. hydrolysiert. [ $\alpha$ ]<sub>D</sub><sup>21</sup>: L-Form + 46,5; D-Form —47,2. [ $\alpha$ ]<sub>D</sub><sup>21</sup> des  $\beta$ -2-Thienylalanins: L-Form —31,4, D-Form + 31,4. (Arch. Biochemistry 25, 460—61. Febr. 1950. New York, Fordham Univ., Dep. of Org. Chem.) SCHUCHARDT. 4210

**Philip P. Cohen** und **Santiago Grisolia**, *Die Rolle der Carbamyl-L-glutaminsäure bei der enzymatischen Synthese von Citrullin aus Ornithin*. Bei der Umwandlung von *Ornithin* in *Citrullin* bildet sich intermediär *Carbamyl-L-glutaminsäure* (I) oder eine ihr nahe verwandte Verb. aus Glutaminsäure, CO<sub>2</sub> u. Ammoniak. Diese Rk. erfordert Adenosin-triphosphat. Es folgt eine Transcarbamylierungs-Rk., bei der die Carbamylgruppen an die  $\delta$ -Aminogruppen des Ornithins übertragen wird. I ist bei Abwesenheit von NH<sub>3</sub> unwirksam. Von allen untersuchten Carbamylderivv. von Aminosäuren (I, Carbamyl-L-glutaminsäureester, Carbamyl-L-glutamin, Carbamyl-L-leucin, Formyl-L-glutaminsäure, Phenylcarbamyl-L-glutamat,  $\alpha$ -Carbamyl-DL-ornithin, 5-Propionylhydantoin, Carbamyl-glycin, Carbamyl-DL-asparaginsäure, Carbamyl-D-glutaminsäure, Carbamyl-L-alanin, L- $\alpha$ -Guanidylglutarsäure) zeigt nur I eine starke Wirkung. Es wurde ein Leberpräp. von Ratten verwendet, dessen Stabilität unter verschied. Bedingungen untersucht wurde. In Küken- u. Taubenleber-Homogenaten konnte dieses enzymat. Syst. nicht festgestellt werden. (J. biol. Chemistry 182, 747—61. Febr. 1950. Madison, Wis., Univ., Labor. of Physiol. Chem.) SCHUCHARDT. 4210

**W. H. Riesen** und **C. A. Elvehjem**, *Abspaltung von Aminosäuren und Peptiden aus rohem und erhitztem Rinderplasma-Albumin durch Pepsin und Trypsin*. Hitzebehandlung hat keinen Einfl. auf die Verdaulichkeit von Rinderplasma-Albumin durch *Pepsin* (I). Erhitzen oder Vorverdauung durch I macht das Albumin leichter verdaulich durch *Trypsin* (II). Rohes Albumin wird durch I u. anschließend II besser abgebaut, als wenn zuerst II u. dann I angreift. I u. II setzen nur geringe Mengen Aminosäuren aus Albumin frei. I-Abbau ergibt größere Mengen mikrobiol. verwertbarer Peptide als II-Abbau (bzgl. aller Aminosäuren, die bas. u. Tryptophan ausgenommen). *Leuconostoc mesenteroides P-60* u. *Leuc. citrovorum 8081* beziehen durch I u. II freigesetzte Peptide in ihren Stoffwechsel ein. (Arch. Biochemistry 25, 335—46. Febr. 1950. Madison, Wis., Univ., Coll. of Agricult., Dep. of Biochem.) SCHUCHARDT. 4210

**Lynda M. H. Kerr**, **J. G. Campbell** und **G. A. Levvy**, *Weitere Untersuchungen über Änderungen der  $\beta$ -Glucuronidase-Aktivität der Maus*. (Vgl. C. 1950. II. 183.) *Östriol* u. *Östradiol* zeigen nicht dieselbe Wrkg. wie *Östron*, das die Leberglycuronidase-Aktivität bei männlichen u. ovariectomierten weiblichen Mäusen erhöht. *Östron* u. *Progesteron* wirken antagonistisch. *Testosteron* u. *Progesteron* zeigen eine antagonist. Wrkg. gegenüber der *Glucuronidase* (I) u. der Erhöhung des Uterusgewichtes bei ovariectomierten Mäusen während der Leberregeneration, ohne die vermehrte Enzymaktivität in der Leber selbst zu beeinflussen. Der I-Geh. der Mäusebrust wird im Frühstadium der Trächtigkeit erhöht. Er sinkt 11 Tage nach der Geburt auf den n. Wert ab. Im gesunden Brustgewebe war der I-Geh. niedriger als in Brusttumoren. *Colchicin* (II), das den I-Geh. von n. Gewebe erwachsener Mäuse nicht beeinflusste, wirkt antagonist. gegenüber Maßnahmen, die eine Erhöhung der I-Aktivität bewirken. Die Leber-I-Aktivität in jugendlichen Mäusen wird durch II bis auf die ausgewachsener Tiere reduziert. *Sorbinsäure* hemmt die Zellteilung. (Biochemic. J. 46, 278—84. März 1950. Edinburgh, Univ., Dep. of Biochem. and Poultry Res. Centre.) SCHUCHARDT. 4210

**Arthur Kornberg** und **W. E. Pricer jr.**, *Nucleotid-Pyrophosphatase*. *Nucleotid-Pyrophosphatase* aus Kartoffeln wurde 750fach gereinigt; Kartoffeln werden mit (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Lsg. (0,4 gesätt.) extrahiert. Zu 10 Liter Filtrat werden 2 kg (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gegeben. Der Nd. wird abfiltriert, in W. gelöst u. dialysiert. Anschließend wird mit A. fraktioniert (pH 4,4). Die Alkoholfraktionen werden in wss. Lsg. mit Calciumphosphatgel behandelt. Das Enzym wird mit (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Lsg. (0,2 gesätt.) bei pH 7,5 (NH<sub>3</sub>) eluiert. Eine 2. Calciumphosphatadsorption führt zu einer 750fachen Reinigung. Bei 0—5° ist das Enzym haltbar. Durch Einfrieren oder durch Dialyse wird das Enzym nicht inaktiviert. Die Phosphatase spaltet die Pyrophosphatbindung von Diphosphopyridinnucleotid u. seinem Reduktionsprod., Triphosphopyridinnucleotid, Flavinadenindinucleotid, Adenosindiphosphat, Adenosintriphosphat u. Thiaminpyrophosphat. Die gereinigten Präpp. enthalten phosphat. Wrkg. gegen Glucose-6-phosphat u. Glycerophosphat. Die Pyrophosphatase wird durch Mg<sup>++</sup> u. Ca<sup>++</sup> stimuliert u. durch Fluorid nur in Ggw. von Phosphat gehemmt. Mn<sup>++</sup>, Co<sup>++</sup>, Fe<sup>++</sup>, Cu<sup>++</sup> u. Al<sup>+++</sup> hemmen zu 9 bzw. 22 bzw. 24 bzw. 54 bzw. 59%.

Cyanid u. Azid hemmen nicht (0,02 mol., pH 7,4). (J. biol. Chemistry 182, 763—78. Febr. 1950. Bethesda, Md., Nat. Inst. of Health.) SCHUCHARDT. 4210

**B. Holmes**, *Inaktivierung von Ribonuclease in verdünnt wäßrigen Lösungen. Wirkung von Röntgenstrahlen.* Krist. Ribonuclease (I) von KUNITZ wurde in Konz. von  $2,5 \cdot 10^{-3}$  g/cm<sup>3</sup> angewandt. Die Röntgenstrahlen wurden so dosiert, daß ungefähr 50% des Enzyms inaktiviert wurden (13500 Einheiten). I enthielt keine SH-Gruppen u. wurde daher nach der Bestrahlung durch Glutathion (II) nicht reaktiviert.  $\frac{2}{3}$  des Enzymgewichts an II schützten I vollkommen vor der Inaktivierung durch die Strahlen. Die Inaktivierung von I durch Röntgenstrahlen ist unabhängig von der Ggw. von Sauerstoff.  $\frac{1}{1000}$ — $\frac{1}{20}$  Mol H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> haben keinen Einfl. auf die I-Wirkung. (Nature [London] 165, 266 bis 267. 18/2. 1950. Cambridge, Univ., Dep. of Radiotherap.) CARLS. 4210

**E. Collinson, F. S. Dainton und B. Holmes**, *Inaktivierung von Ribonuclease in verdünnt wässrigen Lösungen. Inaktivierung durch Hydroxylradikale.* (Vgl. vorst. Ref.) In einer wss. Lsg. von  $1,25 \cdot 10^{-4}$  g/cm<sup>3</sup> Ribonuclease (I) wurde die I bei Bestrahlung mit UV-Licht einer Hg-Quarzlampe (30 Min.) in Ggw. von  $10^{-3}$  Mol Ferrisalan (II) (in Pyrexglaszylindern) vollständig inaktiviert. Da II 90% u. I nur 3% der Strahlung absorbiert, beruht die Inaktivierung auf der Bldg. von Hydroxylradikalen ( $\text{Fe}^{+++} + \text{H}_2\text{O aq} + h\nu \rightarrow \text{Fe aq}^{++} + \text{H aq}^+ + \text{OH aq}$ ). Die Anwendung eines Zusatzes von  $10^{-4}$  Mol Ferrosulfat u.  $10^{-2}$  Mol H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> führte (ohne Bestrahlung) zum gleichen Ergebnis ( $\text{H}_2\text{O}_2 \text{ aq} + \text{Fe aq}^{++} \rightarrow \text{Fe aq}^{+++} + \text{OH aq}^- + \text{OH aq}$ ). Die Bestrahlung von 2,5 mg I in 10 cm<sup>3</sup> von 0,0118 Mol H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ergab keine Sauerstoffentwicklung. Diese Rk. entspricht ebenfalls der Bldg. von Hydroxylradikalen ( $\text{H}_2\text{O}_2 \text{ aq} + h\nu \rightarrow 2 \text{OH aq}$ ). Die Bestrahlungen wurden mit einer Wellenlänge von 2537 Å durchgeführt. I hat ein Absorptionsminimum bei 2520 Å (UBER u. ELLS, C. 1942. II. 295). Die Verss. haben gezeigt, daß die enzymat. Wirksamkeit der I durch Hydroxylradikale zerstört wird. (Nature [London] 165, 267—69. 18/2. 1950.) CARLS. 4210

**Robert Ammon**, *Cytochrom c und seine therapeutischen Anwendungsmöglichkeiten.* Übersicht über die physiol. Bedeutung des Cytochromsyst. im Stoffwechsel. Nur die Cytochromoxydase (I) (= WARBURG's Atmungsferment = Cytochrom c) reagiert durch O<sub>2</sub>-Übertragung, die übrigen Cytochrome wirken durch reversiblen Valenzwechsel. Aus 6 kg Herzmuskel können ca. 1,6 g I dargestellt werden. Wasserlös., rötliches, amorphes Pulver mit 0,43% Fe, 15,3% N, Mol.-Gew. 13000. Es kann intravenös gegeben werden (bis 350 mg) u. soll antianoxäm. Effekt auf die Hirnfunktion ausüben u. sich bei Entblutungskollaps Angina pectoris u. nach Verss. des Vf. zur Verhütung der postdiphther. Myocarditis bewährt haben. (Pharmazie 5. 6—10. Jan. 1950. Illertissen, H. Mack Nachf.) OETTEL. 4210

**R. L. Emerson, M. Puziss und S. G. Knight**, *Die d-Aminosäureoxydase von Pilzen.* Es wurden zellfreie Präpp. aus penicillinbildenden Pilzen, anderen Penicillium-Arten u. Aspergillus niger hergestellt, die 1 Mol. d-Aminosäure unter Bldg. von 1 Mol. NH<sub>3</sub> u. 1 Mol. α-Ketosäure u. Verbrauch von  $\frac{1}{2}$  Mol. O<sub>2</sub> oxydierten. (Arch. Biochemistry 25, 299—308. Febr. 1950. Madison, Wis., Univ., Dep. of Agricult. Bacteriol.) SCHUCHARDT. 4210

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

**E. Aubert**, *„Kalt“-Färbung säurefester Bakterien.* Zur Vermeidung des lästigen u. zeitraubenden Erhitzens bei der ZIEHL-NEELSEN-Färbung mit bas. Fuchsin setzt Vf. zur besseren Übertragung des Farbstoffs auf die Zellsubstanz der Farblsg. ein Netzmittel, Tween 80, zu (30 Tropfen auf 100 cm<sup>3</sup> Lsg.). Die modifizierte Meth. gab bei pathogenen u. 12 nichtpathogenen humanen Mycobacterium-Stämmen, sowie bei bovinen, Vogel-, Frosch- u. B.C.G.-Stämmen gleich gute Färbungen wie das ursprüngliche Verfahren. (Canad. J. publ. Health 41, 31—32. Jan. 1950. Quebec, Ste. Anne's Veterans Hosp.) K. MAIER. 4300

**D. J. Eastwood**, *Die Bildung von Fruchtkörpern in Reinkultur von Coprinus lagopus.* Aus gerstenstrohhaltigem Kompost wurde eine Kultur von Coprinus lagopus isoliert u. auf Filterpapier in einer Mineralsalzlsg. bei 25° kultiviert. Abkochung von Gerstenstroh scheint die für die Fruktifizierung notwendigen Faktoren zu enthalten. (Nature [London] 165, 324. 25/2. 1950. Aberdeen, Macaulay Inst. for Soil Res.) IRRGANG. 4310

**D. W. Woolley und R. B. Pringle**, *Bildung von 4-Amino-5-carboxamidoimidazol während des Wachstums von Escherichia coli in Gegenwart von 4-Aminopteroylglutaminsäure.* In der Bldg. von 4-Amino-5-carboxamidoimidazol (I) während des Wachstums von Escherichia coli in Ggw. von 4-Aminopteroylglutaminsäure sehen Vff. eine Bestätigung der von WOODS (Bull. Soc. Chim. biol. 30, [1948.] 730) geäußerten Ansicht über die Wirkungsweise der Sulfonamide u. Folsäure. I wird durch UV-Spektr. u. Pikrat identifiziert. (J. Amer. chem. Soc. 72, 634. Jan. 1950. New York, N. Y., Rockefeller Inst. for Med. Res.)

AROLD. 4310

**Julius L. Mendel und Donald W. Visser, Synthese und mikrobiologische Testung von 1.1-Aminopropansulfonsäure.** 1.1-Aminopropansulfonsäure (I) wurde durch Einbringen einer 50% ig. wss. Lsg. von Ammoniumbisulfid in Propanal (5% Überschuß) dargestellt. Nach Einengen im Vakuum auf  $\frac{1}{4}$  u. Zugabe von A. Kristallisation in der Kälte. — I hemmt das Wachstum von *Lactobacillus casei* ab  $10^{-4}$  mol. Konz.; vollständige Hemmung wurde durch eine Konz. von  $10^{-2}$  mol. erreicht. Die analoge Aminocarbonsäure,  $\alpha$ -Aminobuttersäure, unterstützte die Hemmwrgk. von I. Verschied. Aminosäuren, Glycin, Alanin, Valin, Leucin, bzw. deren Gemische beeinflussten die I-Hemmung nicht. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 73. 541—42. April 1950. Los Angeles, Univ. of Southern California, Dep. of Biochem.)

IRRGANG. 4320

**H. G. Derx, Beijerinckia, eine neue Art Stickstoff-sammelnder Bakterien in Böden tropischer Länder.** Es wird vorgeschlagen, für ein in Böden trop. Länder vorkommendes N-sammelndes Bakterium: *Azotobacter indicum*, die Bezeichnung: *Beijerinckia nov. gen.* einzuführen. (Proc., Kon. nederl. Akad. Wetensch. 53. 140—47. Febr. 1950. Buitenzorg, Koninklijke Plantentuin, Treub Labor.)

IRRGANG. 4350

**J.-G. Marchal, Die Diagnose der Amöbenruhr.** Hinweise u. kurze Beschreibung der mkr. Unters. zur Erkennung der verschied. Amöbenarten u. Cysten bei Dysenterie. (Bull. Assoc. Diplômés Microbiol. Fac. Pharmac. Nancy 1950. 11—13. April.)

v. PECHMANN. 4350

**G. M. Findlay und E. M. Howard, Virusexaltation.** Bei gleichzeitiger Infektion eines Wirtes mit 2 verschied. Virusarten können 3 Fälle auftreten: 1. Die Viren entwickeln sich unabhängig nebeneinander. 2. Es tritt Interferenz ein. 3. Das eine Virus verstärkt die Virulenz des andern (Virusexaltation). — Vff. fanden die Verstärkung der Virulenz von *Columbia SK-Virus* (I) durch den Stamm M.E.F.1 des mäuseadaptierten Poliomyelitisvirus u. das Wattvirus. Mäuse wurden intraperitoneal geimpft mit den verstärkten Viren u. 3 Stdn. später mit steigenden Verdünnungen von I. Kontrolltiere, die mit Gehirn- bzw. Rückenmarksextrakten von n. Mäusen bzw. mit durch Erhitzen getöteten Viren geimpft waren, zeigten keine erhöhte Virulenz von I. Da Virusexaltation bisher nur bekannt ist bei Viren, die nach einer hämatogenen Phase sich im Zentralnervensyst. lokalisieren, erklären Vff. die Wrgk. der verstärkenden Viren damit, daß sie die Ausbreitung des neurotrophen Virus in das Zentralnervensyst. erleichtern oder ermöglichen sollen. (Brit. J. exp. Pathol. 31. 45—50. Febr. 1950. London, School of Pharmacy, Pharmacol. Laborr.)

ARMBRUSTER. 4374

**S. E. Luria, Bakteriophagen: Eine Abhandlung über Virusvermehrung.** Die Vermehrung der Bakteriophagen in der Wirtszelle erfolgt nach Ansicht des Vf. auf folgende Weise: Durch das eingedrungene Phagenteilchen wird zunächst der genet. Kernapp. des Bacteriums zerstört u. an seine Stelle das genet. Syst. des Virus gesetzt. Es entsteht eine neue Einheit, die virusinfizierte Zelle, in der die enzymat. Maschinerie des Wirts durch das genet. Syst. des Virus zur Synth. von Virusmaterial aus nichtspezif. Grundsteinen umgelenkt wird. Das Virus ist in dieser Phase, in der keine Virusaktivität nachgewiesen werden kann, in eine größere Anzahl genet. Untereinheiten zerfallen, die sich mehr oder weniger unabhängig voneinander vermehren u. erst zum Schluß zu den fertigen Phagenteilchen zusammentreten. Die Übertragung dieses Schemas auf andere Virusarten als die Bakteriophagen ist jedoch nicht ohne weiteres möglich. Eine Zerstörung des genet. App. des Wirtes erfolgt bei vielen pflanzlichen u. tier. Viren sicher nicht, da sich die Wirtszellen nach der Infektion noch vermehren. Eine große Ähnlichkeit mit den Bakteriophagen kann bei Influenzavirus festgestellt werden. Vf. schlägt vor, die frühen Phasen der Phagenvermehrung mit serolog. Methoden zu untersuchen. (Science [New York] 111. 507—11. 12/5. 1950. Bloomington, Indiana Univ.)

ARMBRUSTER. 4374

**Herbert Hanatschek, Beobachtungen bei einer Virus-Grippeepidemie.** Bei einer Grippeepidemie konnte durch den HIRSTschen Agglutinationshemmungstest Influenzavirus der Typen A u. B, meist in Mischinfektion, nachgewiesen werden. Der Krankheitsverlauf wurde günstig beeinflusst durch Hemmung der Sekundärinfektionen durch *Antibiotica*. (Acrztl. Wschr. 5. 72—75. 15/2. 1950. Remscheid, Städt. Krankenanstalten.)

ARMBRUSTER. 4374

**G. W. A. Dick, Züchtung des Mengo-Encephalomyelitisvirus im bebrüteten Hühnerei.** Das Virus der Mengo-Encephalomyelitis (I) vermehrt sich leicht in bebrüteten Hühnereiern. Infizierte Embryonen sterben gewöhnlich innerhalb von 48—96 Stdn. ab. Sektionen davon zeigten ausgedehnte Hämorrhagie u. verbreitete degenerative Veränderungen im ganzen Embryo. Die Überimpfung von I auf den Embryo konnte durch Infektion des Amnions, Dottersacks, der Allantois oder der Chorio-Allantoismembran erfolgen. Nach Amnion. Infektion zeigte sich eine 4 Stdn. dauernde Hemmung der Virusvermehrung, worauf sehr rasche Vermehrung erfolgte bis zu einem Endtiter von  $10^{-2}$  in Suspensionen ganzer Embryonen, der nach 48 Stdn. erreicht wurde. Während die übrigen Impfmetho-

ähnliche Ergebnisse zeigten, zeigten sich die Embryonen gegen Impfung in der Allantois wenig empfänglich. Unabhängig von der Art der Impfung war der Titer von I in der Allantois-Fl. immer niedriger als  $10^{-2}$  bis 48 Stdn. nach der Intektion. Das Verh. von I im bebrüteten Hühnerrei für ähnlich dem bei Impfung von Eiern mit Columbia SK-, MM- u. Encephalomyocarditisvirus. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 73. 77—80. Jan. 1950. New York, Rockefeller Found., Internat. Health Div.) ARMBRUSTER. 4374

Gertrud Henle, Miles Drake, Werner Henle und Joseph Stokes jr., *Ein Hauttest für infektiöse Hepatitis*. Das Virus der infektiösen Hepatitis (I), Stamm Akiba, wurde nach 10 Passagen durch Gewebeskulturen von Hühnerembryonen auf 8 Tage alte Embryonen übertragen u. 7 Tage bebrütet. Nach dreimaliger Übertragung von Homogenat dieser Embryonen wurde zur Infektion nur noch die Amnion-Fl. benutzt. Die Amnion-Fl. der jetzt folgenden 6.—7. Passage diente als Hauttestantigen, nachdem I durch UV-Bestrahlung abgetötet worden war. 161 Testverss. ergaben, daß bei Vorhandensein von Antikörpern gegen I eine spezif. Rk. festzustellen war, indem sich ein braunrotes Erythem bildete. Mit Serumhepatitis infizierte Patienten gaben keine oder eine gut unterscheidbare schwache Reaktion. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 73. 603—05. April 1950. Philadelphia, Children's Hosp., Dep. of Publ. Health and Preventive Med., u. Univ. of Pennsylvania, School of Med., Dep. of Pediatrics.) ARMBRUSTER. 4374

### E<sub>5</sub>. Tierchemie und -physiologie.

Heinz Fraenkel-Conrat und Jane Fraenkel-Conrat, *Inaktivierung von Crotoxin durch gruppenspezifische Reagenzien*. Crotoxin (I) ist das Neurotoxin der brasilian. Klapperschlange *Crotalus terrificus terrificus*. Es ist das Protein, bei dem bisher die größte Anzahl von Gruppen bekannt sind, die für die Toxizität unentbehrlich sind. Vff. ließen eine Reihe von Proteinreagenzien auf I einwirken u. stellten fest, daß seine Neurotoxizität teilweise verloren geht, wenn die Aminogruppen acetyliert oder die Carboxylgruppen verestert werden (mit Methanol). Durch Verestern der aliph. Hydroxylgruppen mit  $H_2SO_4$ , durch Jodieren der Phenolreste oder durch Kuppeln der Phenol- u. Imidazolgruppen mit Diazoverbb. wird es vollends entgiftet. Bei Einw. von Formaldehyd in alkal. Lsg. oder in Ggw. von Alanin in neutraler oder saurer Lsg. tritt völlige Inaktivierung ein. (Biochim. biophysica Acta [Amsterdam] 5. 98—104. März 1950. Berkeley, Univ. of California, Coll. of Agricult., Exp. Stat.) HOTHUM. 4520

J. N. Williams jr., P. E. Schurr und C. A. Elvehjem, *Der Einfluß von Kälteeinwirkung und Training auf die Konzentrationen freier Aminosäuren im Rattengewebe*. Es wurde durch mikrobiol. Aminosäure (I)-Best. festgestellt, welche Konzentrationsänderungen in den Geweben von Ratten auftreten, wenn diese nach 12std. Fasten 6 Stdn. in einem Raum bei —5° gehalten werden oder nach der gleichen Fastenzeit 6 Stdn. in einer Tretmühle (15 U/Min.) trainiert werden, u. mit 18 Stdn. fastenden Tieren als Kontrollen verglichen. Die größten Veränderungen zeigten sich im Plasma im Sinne einer Zunahme der I-Mengen durch Kälteeinw. oder Training bei *Leucin* (II), *Phenylalanin* (III) u. *Valin* (IV), u. einer Abnahme bei *Prolin*, *Methionin*, *Threonin* u. *Arginin* (V), während *Tryptophan* (VI) nur beim Training abnahm, u. *Lysin* nur in der Kälte. In der Leber nahmen die I zu, nur *Histidin* (VII) zeigte eine deutliche Abnahme. Im Muskel traten Veränderungen (vor allem bei II, III, IV u. VI) nur beim Training auf. Am geringsten waren die Änderungen im Gehirn; nur V u. VII nahmen hier beim Training ab. Allen Geweben gemeinsam war eine mehr oder weniger große Zunahme von II u. IV beim Training. Der Zusammenhang der beobachteten I-Konz. mit dem Beginn einer Virusinfektion wird diskutiert, doch wird keine offensichtliche Beziehung gefunden. (J. biol. Chemistry 182. 55—59. Jan. 1950. Madison, Univ. of Wisconsin, Coll. of Agricult., Dep. of Biochem.) HOTHUM. 4550

Ursula M. Lister, *Die intravenöse Gabe von Wehenmitteln am Ende der Austreibungsperiode*. 835 Patientinnen erhielten unmittelbar nach Durchtritt des kindlichen Kopfes *Ergometrin* (I) (1 mg intravenös), 627 Patientinnen *Oxytocin* (II) (5 E intravenös), wodurch die Nachgeburtsperiode in 75% der Fälle auf 2 Min. gegenüber 10—60 Min. bei 40% von 762 Kontrollen verkürzt u. der Blutverlust wesentlich eingeschränkt wurde. I wirkte sicherer als II. (J. Obstetr. Gynaecol. Brit. Empire 57. 210—22. April 1950. Liverpool, Univ., Dep. of Gynaecol. and Obstetrics.) OETTEL. 4560

R. A. Cleghorn, J. L. A. Fowler, W. F. Greenwood und A. P. W. Clarke, *Blutdruckreaktionen bei gesunden adrenaletomierten Hunden*. Adrenaletomierte Hunde wurden einige Monate mittels *Desoxycorticosteron* oder *Nebennierenrindenzextrakt* in gesundem Zustand gehalten; als Kontrolle dienten frisch adrenaletomierte Tiere. Die ersteren waren leichter durch *Nembutal* zu anästhesieren, zeigten in Narkose ein Abfallen der Herzfrequenz u. einen niedrigeren Ausgangsblutdruck. Die Blutdrucksteigerungen durch *Adrenalin*, *Nicotin*, *Pitressin* u.  $BaCl_2$  sind erheblich reduziert. Cholinerg. Mechanismen können dafür nicht



verantwortlich gemacht werden, da die Differenz unter *Atropin* erhalten bleibt. Die Wirkungen einer Splanchnicusreizung waren bei beiden Tiergruppen dagegen dieselbe. (Amer. J. Physiol. 161. 21—28. April 1950. Toronto, Univ., Dep. of Med.) JUNG. 4561

**J. B. Graham, R. M. Graham und A. J. Graffeo, Der Einfluß von Nebennierenrindenhormonen auf die Empfindlichkeit von Mäusen gegen ionisierende Strahlung.** Junge erwachsene Mäuse im durchschnittlichen Gewicht von 20 g wurden mit Röntgenstrahlen in Dosen von 400—600 r bestrahlt (Gesamtkörperbestrahlung). Zu verschied. Zeiten vor u. nach erfolgter Bestrahlung erhielten die Tiere intraperitoneal *Nebennierenrinden* (NNR)-*Gesamtextrakt* (I), *Desoxyzycorticosteron* (II) oder *11-Dehydrocorticosteron* (III) appliziert. Es wurde gefunden, daß I bei Applikation 10 Tage vor der Bestrahlung die Überlebensquote bei beiden Geschlechtern vermehrt. II u. III besitzen diese Wrkg. nicht. Unmittelbar nach der Bestrahlung gegeben, vermehrte dagegen I bei ♀ Mäusen die Sterblichkeitsquote. Die Ergebnisse der Vff. bestätigen nicht die Ansicht, daß die NNR bei der Strahlenresistenz von Tieren eine wichtige Rolle spielt. Die Autoren ziehen den Schluß, daß diese Resistenz bei Tieren nicht durch die hier verwendeten NNR-Hormone u. wahrscheinlich auch überhaupt nicht durch die NNR vermittelt wird. Der gefundene Effekt von NNR-Hormonen hat die Natur eines nicht spezif. Reizes u. kann z. B. durch Injektion von artfremdem Eiweiß oder Östrogen verdoppelt werden. (Endocrinology 46. 434—40. Mai 1950. Portland, Ore., Univ. of Oregon, Med. School.) VINCKE. 4561

**H. Weil-Malherbe, Ein Hexokinaseinhibitor im Plasma von Diabetikern.** Die Effekte von Hormonen auf tier. *Hexokinase* (I) *in vitro* regen dazu an, die I-Rk. zur Erforschung des Hormonspiegels im menschlichen Blut anzuwenden. Vff. beobachtet eine Hemmung von I durch nichtfraktioniertes Diabetikerplasma bei 7 von 14 Patienten, reversibel mit *Insulin in vivo*, aber nicht immer *in vitro*. Ein frisch bereiteter zentrifugierter Extrakt von Rattenhirnhomogenat in dest. W. dient als I-Lsg. (1,6 mg Protein in 3 cm<sup>3</sup>); bestimmt wurde der Glucose (I)-Verlust bei Behrührung (30 Min. bei 30°); Ansatz: 1 cm<sup>3</sup> Plasma + (Mol) NaHCO<sub>3</sub> 0,02; MgCl<sub>2</sub> 0,0067, NaF 0,0238; I 0,00185 (unter Berücksichtigung der Plasma-I); Adenosintriphosphat 0,0033. Ergebnisse: I-Hemmung tritt stärker auf 1. bei unbehandelten Patienten; 2. nach Mahlzeiten; 3. bei Patienten mit höherem Blutzuckerspiegel. Das Inhibitorprinzip verliert einen Teil seiner Aktivität bei 12std. Aufbewahrung bei 0°. Kontrollverss. mit Plasma von n. Patienten wurden angestellt, dabei wurde keine Hemmung, in manchen Fällen aber eine Aktivierung von I beobachtet. Diabetesfälle, die keine I-Hemmung zeigten, verhielten sich normal. — Tabellen. (Nature [London] 165. 155. 28/1. 1950. Wickford, Essex, Runwell Hosp.) GOEBEL. 4564

**David Scherf und Rosaria Terranova, Veränderungen der Ta-Welle in Standardableitungen des EKG im Anschluß an Vagusreizung.** Durch Vagusreizung bzw. *Acetylcholin*-Gabe kann eine Depression des P-R-Abschnitts im EKG erreicht werden, welche als sehr ausgesprochene Ta-Welle gedeutet wird. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 74. 353—55. Juni 1950. New York, Med. Coll., Dep. of Med.) JUNG. 4566

**A. Rudeanu und M. Botez, Durch Acetylcholin und Luftzufuhr bewirkte Muskelkontraktion.** Im Gegensatz zu elektr. Reizung ist die durch *Acetylcholin* (I) am glatten oder quergestreiften Muskel herbeigeführte Kontraktur nur in Ggw. von O<sub>2</sub> auslösbar. Wird die Luftzufuhr zu einem Präp. in Entw. der Kontraktur unterbrochen, so geht diese nicht mehr weiter u. es bildet sich ein Plateau. Wird auf dem Kontraktionsmaximum die Luftzufuhr unterbrochen, so folgt schnelle Erschlaffung. Erneute Luftzufuhr bewirkt dann erneute Kontraktion. Das I im Bad bleibt bei O<sub>2</sub>-Abwesenheit viel länger wirksam. Durch *Physostigmin* wird der Effekt nicht grundsätzlich modifiziert, sondern nur deutlicher. (Nature [London] 165. 608—09. 15/4. 1950.) JUNG. 4566

**Robert Gesell und Jeane Siskel Frey, Zeiliche Reizsummation; Untersuchungen mit Anticholinesterase.** Nach Gabe von *Diisopropylphosphat* oder *Eserin*, aber auch bei Zugabe von 10% CO<sub>2</sub> zum Atmungsgemisch wird die an der Atemtätigkeit zu beobachtende Summation von elektr. Reizen des Carotissnerven ebenso vermehrt wie durch Frequenzsteigerung. Dies ist ein Hinweis darauf, daß die zeitliche Reizsummation durch Anhängung von *Acetylcholin* zustandekommt. (Amer. J. Physiol. 160. 375—84. Febr. 1950. Ann Arbor, Mich., Univ. of Michigan, Dep. of Physiol.) JUNG. 4566

**Robert J. Soberman, Julius R. Krevans und Richard P. Keating, Die Anwendung radioaktiven Phosphors zur Bestimmung der ersetzten Blutmenge bei der Transfusion.** Bei Verwendung von mit radioakt. P gek. Erythrocyten kann der prozentuale Blutersatz bei der Transfusion bestimmt werden. Die auf diese Weise erhaltenen Werte stimmen mit mathemat. abgeleiteten gut überein. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 73. 87—89. Jan. 1950. Washington, General Hosp.) BALZER. 4572

**Georges Schapira, Jean-Claude Dreyfus und Jacques Kruh, Stoffwechselunterschiede von zwei Hämoglobinen bei ein und demselben ausgewachsenen Tier mit Hilfe von radio-**

aktivem Eisen festgestellt. Kaninchen wird intraperitoneal <sup>59</sup>Fe injiziert. Wird anschließend das Hämoglobin (I) partiell denaturiert, so ist die spezif. Aktivität des denaturierten verschieden. von der des nicht denaturierten I. Daraus wird geschlossen, daß zwei I-Fraktionien bei einem Tier vorhanden sind, die mit unterschiedlicher Geschwindigkeit ihr Fe vermindern. Wahrscheinlich existieren zu I individuelle rote Blutkörperchen. (C. R. hebdomadaire Séances Acad. Sci. 230. 1618—20. 3/5. 1950.) HEERDT. 4572

**Ragnar Fänge, Hämyerithrin bei Priapulius caudatus Lam.** In der Coelom-Fl. von Priapuliden sind ca. 2 Vol.-% Erythrocyten enthalten. Deren Pigment geht bei Hämolyse mit W. in Lösung. Diese Lsg. hat viel Ähnlichkeit mit Hämyerithrin (I)-Lsg. I-Kristalle lassen sich jedoch nicht gewinnen. Weitere Beschreibung der roten Blutkörperchen u. der Amöboizellen. Folgerungen über die systemat. Stellung der Priapuliden auf Grund des Auftretens von I. (Nature [London] 165. 613—14. 15/4. 1950. Kristineberg, Marine Zool. Stat., u. Lund, Univ.) LÜPNITZ. 4572

**John R. Carter und E. D. Warner, Accelerator-Globulin und Prothrombin: Darstellung von acceleratoroglobulinfreiem Plasma.** Zwischen Acceleratorglobulin (I) u. Prothrombin (II) besteht bzgl. der chem. u. physikal. Eigg. eine sehr nahe Verwandtschaft, wie durch das Fehlschlagen der Verss. bewiesen wurde, das eine vom anderen durch Denaturieren, Adsorption, Fällung oder Inaktivierungsverss. zu trennen. Vff. geben in allen Einzelheiten eine Meth. zur Darst. von I-freiem Rinderoxalatplasma an, dessen II-Geh. allerdings gegenüber dem des ursprünglichen Plasmas verringert war. — Das erhaltene Prod. hat einen II-Geh. von 50—60 E/cm<sup>3</sup>, je nach dem II-Geh. des verwendeten Rinderblutplasmas (ca. 1/4 gegenüber dem Originalplasma). In ihm ist kein I mehr nachweisbar. Der II-Geh. hält sich bei —20 bis —60° 4 Monate lang unverändert. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 74. 30—32. Mai 1950. Iowa City, State Univ. of Iowa, Coll. of Med., Dep. of Pathol.) VINCKE. 4573

**Hermann Dold, Darstellung von Flüssigkeitsstrukturen (Liquidoskopie) und speziell von Serumstrukturen (Seroskopie) durch das Trockentropfen-Verfahren.** Organisierte Fl., wie Serum, Lumbal-Fl., Exsudate, Transsudate usw., zeigen charakterist. Trockenbilder, die unter gleichen Bedingungen reproduzierbar sind u. wesentlich von den Inhaltsstoffen der betreffenden Fl. abhängen. (Aerztl. Forsch. 4. 1/336—39. 25/6. 1950. Freiburg/Br., Univ., Hygien. Inst.) GRAU. 4574

**J. Vidal, P. Monnier und F. Vidal, Das cholesterolytische Vermögen des Blutserums bei Lungentuberkulose.** Bericht über 77 Fälle, die zu erwartende Ergebnisse zeigten (Cholesteringeh. umgekehrt proportional dem lyt. Vermögen). (Montpellier méd. 93 [3] 37/3.8. Nr. 2. 95—96. März/April 1950.) HANNS SCHMIDT. 4574

**Irving M. London und D. Rittenberg, Deuteriumversuche beim gesunden Jugendlichen.** 1. Mitt. Umfang der Serumcholesterinsynthese. 2. Mitt. Messung der gesamten Wassermenge des Körpers und der Wasserresorption. Der Umfang der Synth. des Serumcholesterins (I) kann durch Best. des darin eingebauten D bei erhöhter D<sub>2</sub>-Konz. im konstant gehaltenen Wasserspiegel des Körpers festgestellt werden. Die Höhe des Auftretens von markiertem I hängt ab von der in der Leber u. anderen Organen synthetisierten Menge u. dem Übertritt aus diesen Geweben in das Serum. Bei der Schnelligkeit des Übertritts ist die I-Menge ein genauer Maßstab für die Bldg. von Cholesterin. Die zum Ersatz der Hälfte der im Blut kreisenden I-Moll. durch neugebildete wird als „halbe Lebensdauer“ bezeichnet u. beim gesunden Jugendlichen zu 8 Tagen ermittelt. Hieraus läßt sich die „Umschlagszeit“ (UZ) zu 12 Tagen ableiten; sie entspricht der mittleren Lebensdauer eines I-Mol. u. ist mit der Gesamtmenge an umlaufenden I (M) u. dem täglich neugebildeten I (m) durch die Gleichung  $UZ = M/m$  verbunden. Die orale Darreichung von D<sub>2</sub>O gestattet die Best. der Wasserresorption aus dem Verdauungstrakt u. des gesamten Körperwassers. D<sub>2</sub> erscheint im Venenblut 7 Min. (extrapoliert) nach der Darreichung. Die Resorption wird nach 40 Min. konstant. Das Gesamtwasser wird zu 47,8 Liter = 72% des Gewichtes beim Erwachsenen festgestellt. (J. biol. Chemistry 184. 687—91. Juni 1950. New York, Columbia Univ., Coll. of Phys. and Surg., Dep. of Med. and Biochem., u. Presbyterian Hosp.) SCHULENBURG. 4574

**E. Haehner, W. Heinen und H. Heinen, Frischplasma in der Behandlung chronischer Nierenkranker und Hypertoniker.** Für die Plasmatherapie bewährt sich (statt des amerikan. Präp. „human-dried-plasma“) Kollidon (I) in Kombination mit Obst-Kohlenhydrat-Fett-Diät. I zeigt keine Speicherschäden, wirkt bei akuter Urämie offenbar entgiftend u. ist bes. zur Schnellplasmagewinning geeignet. Wichtig ist z. B. für eine optimale Urämieentgiftung die Verfügbarkeit über I von verschied. Teilchengröße, bes. mit größeren I-Moll. bzw. längeren Fadenmoll., da I vom Mol.-Gew. <20000 leicht ausgeschieden wird. (Münchener med. Wschr. 92. 17—24. 14/4. 1950. Köln, Univ., Med. Klin.) HANNS SCHMIDT. 4574

Eric Loewy, *Rehabilitierung der Diazoreaktion und der Reaktion von Moritz Weiss zur frühzeitigen Diagnose der Salmonellosen*. Vf. weist auf den Wert der EHRLICHschen Diazo-Rk. u. der Rk. von MORITZ WEISS zur Erkennung eines veränderten *Urochromogen* (I)-Geh. im Urin hin. Bei bestimmten fieberhaften Erkrankungen, z. B. Salmonellosen, ist I bis auf das 10fache der Norm erhöht. Es entsteht beim Abbau von Zellproteiden. Die Ausführung der Rkk. wird beschrieben. (Tunisie méd. 38. 437—42. April 1950.)

K. MAIER. 4577

L. Rausch und E. H. Graul, *Über die Stabilisierung der Liquorzuckerwerte durch Natriumfluorid*. Die glykolyt. Abnahme des Glucosegeh. in Liquores, die deren diagnost. Wertung nach ca. 2 Tagen (bes. im Sommer) unmöglich macht, wird durch Zusatz von 1% NaF völlig verhindert, so daß sich diese Meth. bei längerer Versanddauer empfiehlt. Kolloid-Rkk., wie Goldsol- u. Normomastix-Rk., werden durch den NaF-Zusatz im Sinne einer Sensibilisierung verändert, die noch nicht näher charakterisiert werden kann. (Med. Klin. 45. 667—68. 26/5. 1950. Münster, Univ., Hautklin.) SCHULENBURG. 4578

Heinz Herrmann, J. S. Nicholas und Jean K. Borcious, *Die Bindung von Toluidinblau durch sich entwickelndes Muskelgewebe: Versuchsordnung und Daten zum beteiligten Mechanismus*. Muskelgewebe von embryonalen u. jungen Ratten wurde homogenisiert; bei 70° auf Objektträger aufgetrocknet u. die Farbstoffaufnahme aus *Toluidinblau* (I)-Lsgg. bei verschied. p<sub>H</sub> gemessen. Sie nimmt vom 13. Tragetag bis zum 9. postnatalen Tag erheblich ab, u. zwar bei p<sub>H</sub> 3,2 auf ca. 25%, bei p<sub>H</sub> 6,8 auf ca. 65%. Die aufgenommenen I-Mengen betragen zwischen 23,4 mg/100 mg Trockengewebe (embryonales Gewebe, p<sub>H</sub> 6,8) u. 0,5 mg/100 mg (9 Tage altes Tier, p<sub>H</sub> 3,2). Bei p<sub>H</sub> 6,8 wird insgesamt mehr gebunden als bei p<sub>H</sub> 3,2. Nach Extraktion der *Nucleinsäuren* (II) mit Trichloroessigsäure zeigt sich, daß unter p<sub>H</sub> 4,2 nur eine sehr kleine u. p<sub>H</sub>-konstante I-Menge gebunden wird. Bei höherem p<sub>H</sub> nimmt die Bindung wohl infolge der Carboxylgruppen des Proteins zu. — Der I- u. II-Geh. in Fällungen, welche beim Zusammenbringen von I u. II entstehen, wurde ebenfalls in seiner p<sub>H</sub>-Abhängigkeit bestimmt. Zwischen p<sub>H</sub> 6,8 u. 3,2 wird gleichbleibend auf 1 Ribonucleinsäure-P 1 Farbstoffmol. gebunden. In Ggw. von *Fibrinogen* zeigt sich, namentlich in erhitzten Proben, mit Abnahme des p<sub>H</sub> unter 4,2 eine Abnahme des Verhältnisses I/P von 1 bis auf ca. 0,5. Aus den Verss. folgt, daß die an Geweben beobachtete Abnahme der Bindung mit geringerem p<sub>H</sub> auf einem Protein-Einfl. beruht. Unter geeigneten Bedingungen ist die I-Bindung ein Maß für den II-Gehalt. (J. biol. Chemistry 184. 321—32. Mai 1950. New Haven, Yale Univ.) JUNG. 4584

John F. van Pilsum und Clarence P. Berg, *Eine Gegenüberstellung der Verwendbarkeit von Mischungen der L- und DL-Modifikationen von lebenswichtigen Aminosäuren für das Wachstum der Ratte*. Die Vermutung von ALBANESE u. IRBY (C. 1945. II. 1235), daß die Gewichtsverluste bei Ratten, die mit synthet. Aminosäuregemischen gefüttert wurden, auf einen tox. Effekt der vorhandenen D-Aminosäuren zurückzuführen seien, hat sich bisher nicht experimentell bestätigen lassen. Vff. verglichen die Wrkg. auf das Wachstum, wenn 10 lebenswichtige Aminosäuren in der DL-Form verfüttert werden, mit der Wrkg. der reinen L-Formen der gleichen Aminosäuren. Sie stellen fest, daß Ratten, die mit einer Diät gefüttert wurden, die 22,4% einer Mischung der lebenswichtigen DL-Aminosäuren enthielt, weniger gut wuchsen als ihre Kontrollen, die eine Diät mit 11,2% der L-Formen dieser Aminosäuren erhielten. Wurden in diesem Gemisch die Mengen von *DL-Phenylalanin*, *DL-Tryptophan*, *DL-Methionin* (I), *DL-Arginin* (II) u. *DL-Histidin* um die Hälfte erniedrigt, dann hatten die verbleibenden 18,6% DL-Aminosäuren die gleiche wachstumsfördernde Wrkg. wie die reine L-Mischung. Entfernen der Hälfte des DL-I beseitigte bei der 22,4%-Mischung die wachstumsverzögernde Wrkg., wobei vergleichende Verss. ergaben, daß die hemmende Wrkg. des L-I größer ist als die des DL-I bzw. des D-I. Bei der Blutunters. bzw. Sektion der Tiere ergab sich kein Unterschied zwischen den mit DL u. den mit L-Aminosäuren gefütterten, wenn kein Überschuß an I gegeben worden war. War letzteres der Fall, so wurde Dunkelfärbung der Milz beobachtet, die auch bei Zugabe von Glykokoll u. II nicht verhindert werden konnte, obwohl diese Aminosäuren die Wachstumsverzögerung aufheben. Vff. diskutieren die Wrkg. labiler Methylgruppen, einerseits bei einer 1—2% *Cholin* enthaltenden Caseinhydrolysatdiät, die die gleiche Wrkg. auf die Milz hat wie I, jedoch das Wachstum nicht beeinträchtigt, u. beim I andererseits. (J. biol. Chemistry 183. 279—90. März 1950. Iowa City, State Univ., Biochem. Labor.) HOTHUM. 4584

T. H. Jukes, E. L. R. Stokstad, R. R. Taylor, T. J. Cunha, H. M. Edwards und G. B. Meadows, *Wachstumsfördernder Einfluß des Aureomycins auf Ferkel*. Ferkel, die mit gelbem Mais u. Erdnußmehl gefüttert wurden, zeigten nach Beigabe von Mycel des *Streptomyces aureofaciens* eine Steigerung des Wachstums, wenn die Grundnahrung Vitamin B<sub>12</sub> u. B<sub>12b</sub> enthielt. (Arch. Biochemistry 26. 324—25. April 1950. Pearl River, New York, u. Florida, Univ.) LUPNITZ. 4584

**Karl Beller und Theodor Bersin, Über einen thermolabilen tierischen Wuchsstoff.** In Verss. mit *Astin M* (Präp. auf Hefebasis) bei Kücken u. Schweinen wurden die Ergebnisse mit Vitamin B<sub>12</sub> von JOHNSON u. NEUMANN (J. biol. Chemistry 178. [1949.] 1001) u. anderen Autoren bestätigt. Kücken, die täglich 0,7 g des Präp. erhielten, wiesen nach 4 Wochen einen Wachstumsvorsprung gegenüber den Vergleichstieren von 4—7 Tagen auf. Auch die Entw. war beschleunigt. Bei Tieren mit dieser Zulage konnte die Futtermenge auf die Hälfte herabgesetzt werden, ohne daß sie einen deutlichen Abfall der Gewichtskurve gegenüber den Vergleichstieren mit voller Futterration ohne Zulagen aufwiesen. Gleich angelegte Verss. mit Schweinen zeigten ein mit dem Kückenvers. übereinstimmendes Ergebnis. Auch bei Mastschweinen wurde durch Zulage von 0,25 g *Astin* täglich eine ähnliche Wrkg. erzielt. (Naturwiss. 37. 116—17. März 1950. Gießen, Marburg a. d. Lahn.) SCHWAIBOLD. 4584

**R. Brett, Beitrag zur internen Therapie der Lichtdermatosen und lichtbeeinflussbaren Krankheiten.** Seit der Entdeckung der exakt dosierbaren photodynam. Wrkg. des (unphysiol., jedoch mit den natürlichen Porphyrinen verwandten) *Hämatoporphyrins* besteht die Möglichkeit, die Wrkg. desensibilisierender Substanzen vergleichend zu messen. In der Reihenfolge der Aufzählung zeigten zunehmende Wrkg.: *Betabion* (I), *p-Aminobenzoesäure* (II), *Nicobion* (III), *Bepanthen* (IV) u. *Folsäure* (V). Die sensibilisierende Wrkg. der *Sulfonamide* u. deren Aufhebung durch das Antisulfonamid II läßt gewisse Vermutungen zum Problem der Lichtsensibilisierung u. deren Verhinderung durch II u. die II enthaltenden Verbb. I, III, IV, V zu. Bes. gute Wrkg. zeigte *Nicofol* (NORDMARK, Hamburg-Uetersen) mit 15 mg V, 25 mg IV u. 50 mg III auf 3 cm<sup>2</sup>. Der therapeut. Effekt der einzelnen Substanzen war äußerst gut u. wird beschrieben. Perorale Behandlung war zwar nicht wirkungslos, jedoch der Injektionstherapie deutlich unterlegen. (Dtsch. med. Wschr. 75. 800—04. 9/6. 1950. Mainz, Univ., Hautklin.) LAUBSCHAT. 4587

**A. Dalgarno, W. Godden und E. F. McCarthy, Die Wirkung von hoch- und geringwertigem Futter auf die Serumproteine von trächtigen Schafen, Föten und jungen Lämmern.** Bei trächtigen Schafen (I) u. Föten 10 Tage vor der Geburt (II), sowie bis zu 10 Tage alten Lämmern (III) wird gefunden, daß der *Gesamtprotein*-Geh. des Serums bei hochwertiger Ernährung der Muttertiere höher liegt als bei entsprechenden Tieren mit geringwertiger Ernährung. Das Verhältnis *Albumin/Gesamtprotein* war bei beiden Ernährungs-niveaus nicht verschieden. Elektrophoret. Analyse ergibt, daß bei I im letzten Stadium der Trächtigkeit die  $\gamma$ -*Globulin*-Komponente des Serums abnimmt, was wahrscheinlich mit der Bldg. des Colostrums zusammenhängt. Die Bldg. dieser Komponente bei III nach Beginn des Säugens konnte bestätigt werden. Die von LONGSWORTH, SHEDLOVSKY u. MACLINES (J. exp. Medicine 70. [1939.] 349) beschriebene Anomalie konnte an Elektro-phoreseaufnahmen von mehreren Seren festgestellt werden. (Biochemie J. 46. 162—67. Febr. 1950. London, Lister Inst.; Aberdeen, Rowett Res. Inst.) ARMBRUSTER. 4589

**P. E. Schurr, H. T. Thompson, L. M. Henderson, J. N. Williams jr. und C. A. Elvehjem, Die Bestimmung von freien Aminosäuren im Gewebe von Ratten.** In Wolframsäure-extrakten von Plasma, Gehirn, Muskel u. Milz wurde die Konz. von 12 Aminosäuren (I) mikrobiol. bestimmt. Ratten vom SPRAGUE-DAWLEY-Stamm wurden verwendet, ad libitum mit einer 18% Casein enthaltenden Diät gefüttert u. dann entweder direkt oder nach einer anschließenden Fastenzeit von 12 Std. getötet. Die I-Mengen im Plasma der fastenden Tiere waren mit Ausnahme von *Arginin* (II) geringer als bei den gefütterten. Bes. tief war der Abfall von *Prolin* von 42,7  $\gamma$ /cm<sup>3</sup> auf 23,9  $\gamma$ /cm<sup>3</sup>. In den anderen untersuchten Geweben wurden ebenfalls Abnahmen der I-Konz. während der Fastenzeit festgestellt: *Phenylalanin* (III) u. *Tyrosin* (IV) im Gehirn, *Histidin* (V) im Muskel u. II in der Milz. Dagegen nahmen die Mengen an *Leucin* (VI), IV u. *Methionin* in der Leber, an VI im Gehirn u. an *Tryptophan* (VII) im Muskel deutlich zu. Beim n. gefütterten Tier waren die I-Mengen im Gehirn u. im Plasma annähernd gleich groß (*Threonin* ausgenommen), im Muskel 2—3mal größer (außer VI, III, VII, V u. *Isoleucin*), in der Milz 2mal so groß wie im Plasma u. in der Leber 2—3mal so groß (außer V, VII u. II). In den genannten Geweben wurde der Amino-N bestimmt u. mit dem für die gefundenen I-Mengen berechneten verglichen (vgl. C. 1950. II. 2818). (J. biol. Chemistry 182. 39—45. Jan. 1950. Madison, Univ. of Wisconsin, Coll. of Agricult., Dep. of Biochem.) HOTHUM. 4589

**H. T. Thompson, P. E. Schurr, L. M. Henderson und C. A. Elvehjem, Der Einfluß von Fasten und Stickstoffentzug auf die Konzentrationen von freien Aminosäuren im Rattengewebe.** (Vgl. vorst. Ref.) Die Konz. von 12 Aminosäuren (I) in Wolframsäureextrakten von Leber, Muskel, Milz u. Gehirn von Ratten (SPRAGUE-DAWLEY) wurden nach einer Fastenzeit von 1, 3, 5, 7 Tagen oder Stickstoffentzug für 1, 3, 5, 7, 14 u. 21 Tage durch mikrobiol. Best. festgestellt. Bei den fastenden Tieren nahm der I-Geh. am Ende der Fastenzeit (manchmal nach einem anfänglichen Absinken) meistens zu. Dies traf nicht zu

für *Prolin*, das in allen Geweben unter die Norm abfiel, für *Lysin* in Muskel, Milz u. u. Gehirn, *Histidin* (II) in Muskel u. Gehirn, *Valin* u. *Phenylalanin* im Gehirn u. *Threonin* (III) in der Milz. Der Stickstoffzug führte zu anderen Ergebnissen. Der I-Geh. blieb hier gleich oder nahm langsam ab. Nur einige I zeigten zuerst eine Konzentrationszunahme: II in allen Geweben, *Arginin* in Muskel, Leber u. Milz, III in Muskel u. Leber. Die von Vff. angegebenen Werte geben jedoch keine absol. Konz. der I, da in den Extrakten Peptide enthalten sein können, die der Mikroorganismus ebenfalls verwerten kann. Die Summe der I während des Stickstoffzuges wurde schneller kleiner als während des Fastens. Der Verlust an Körpergewicht der Tiere betrug hier 17%, bei 7tägigem Fasten dagegen 25%. (J. biol. Chemistry 182, 47—53. Jan. 1950.) HOTHUM. 4589

**W. C. Hess**, *Über Resorption und Leberglykogenbildung des DL-Serins und DL-Threonins*. Bei Verfütterung der Na-Salze von *DL-Serin* u. *DL-Threonin* an Ratten war der Resorptionsbetrag größer als bei Verfütterung der freien Aminosäuren. Es wurden keine bedeutsamen Unterschiede im Resorptionsbetrag nach Resorptionsperioden von 1, 2 bzw. 3 Stdn. gefunden. Beide DL-Verbb. bilden während der ersten Stde. nach der Verfütterung erhebliche Mengen von zusätzlichem Leberglykogen. (J. Amer. chem. Soc. 72, 1407. März 1950. Washington, D. C., Georgetown Med. School, Dep. of Biol. Chem.) NIEMITZ. 4596

**Richard Abrams, J. M. Goldinger und E. S. Guzman Barron**, *Die Synthese von Proteinen und anderen Substanzen der Zelle aus Essigsäure im isolierten Knochenmark*. Vff. untersuchten mit *Essigsäure*, am Carboxyl <sup>14</sup>C-markiert, die synthet. Vorgänge am isolierten Knochenmark, das sie in dünnen Schnitten bzw. als Homogenat verwendeten. Sie stellten fest, daß <sup>14</sup>C rasch in Proteine eingebaut wurde u. daß diese Synth. mit der Atmung parallel verlief. Analyse dieser Proteine ergab, daß sich der größte Teil des <sup>14</sup>C in den Carboxylgruppen von *Glutaminsäure* (I) u. *Asparaginsäure* befand, bes. in der  $\gamma$ -Carboxylgruppe von I. Vff. zeigen, daß CO<sub>2</sub> als Zwischenstufe bei der Synth. nicht in Betracht kommt, statt dessen wird der Tricarbonsäurecyclus als Reaktionsweg diskutiert. Die Bldg. von markierten Phospholipoiden u. gesätt. Fettsäuren erfolgte ebenfalls rasch u. zum Teil auch unter anaeroben Bedingungen. Erstere wurden in bedeutend größeren Mengen synthetisiert als letztere. In Ribonucleinsäuren u. Desoxyribonucleinsäuren wurde <sup>14</sup>C nur in kleinen Mengen eingebaut. (Biochim. biophysica Acta [Amsterdam] 5, 74—80. März 1950. Chicago, Univ., Dep. of Med., Chem. Div. u. Inst. of Radiobiol. and Biophys.) HOTHUM. 4596

**Attilio Canzanelli, David Rapport und Ruth Guild**, *Die Wirkung einer vorübergehenden Verarmung an Kohlenhydraten auf die Synthese von Alanin durch die Leber in vitro*. Vff. untersuchten an Leberschnitten ausgewachsener Ratten des WISTAR-Stammes, die gehungert hatten bzw. mit einer Kohlenhydratmangeldiät gefüttert worden waren, die Fähigkeit, aus *Brenztraubensäure* (I) u. *Ammoniumsulfat Alanin* (II) zu synthetisieren. Während bei den n. gefütterten Kontrollen durchschnittlich  $7,1 \pm 0,26 \gamma$  Amino-N/mg Trockengewebe/Stde. gefunden wurde, nahm dieser Wert bei Tieren, die über 12 Stdn. gefastet hatten, schnell ab. Nach 24 Stdn. Fastenzeit sank er auf  $2,6 \pm 0,65 \gamma$  u. nach 48 Stdn. auf  $1,1 \pm 0,14 \gamma$ . Wenn nach 24std. Fastenzeit für 24 Stdn. die kohlenhydrathaltige Diät gefüttert wurde, stieg der Wert auf  $7,4 \gamma$ /mg Gewebe/Stde. u. auf  $6,2 \gamma$ , wenn sie erst nach 72std. Fasten gegeben wurde. Vff. kommen zu dem Ergebnis, daß die II-Synth. eine direkte Funktion der in der Diät verfügbaren Kohlenhydratmenge ist. Nachträglicher Zusatz von Glucose zu den Leberschnitten ausgehungelter Ratten erhöhte die Bldg. von II nicht. Vff. bestätigen die Beobachtung von WISS, daß die Synth. von II aus I unter anaeroben Bedingungen nicht verläuft, u. diskutieren den eventuellen Reaktionsmechanismus u. die Frage, ob der bei hungernden Tieren festgestellte Mangel an *Adenosintriphosphat* für die schlechten Ausbeuten an II verantwortlich ist. (J. biol. Chemistry 183, 291—95. März 1950. Boston, Tufts Coll. Med. School, Dep. of Physiol.) HOTHUM. 4596

**Walter G. Verly**, *Einführung von <sup>14</sup>C in die Methylgruppen von Cholin in vivo mit markiertem Methanol*. Der Ratte wurde eine wss. Lsg. von Methanol (mit <sup>14</sup>C markiert) injiziert. Etwa 50% der Gesamtaktivität wurden im ausgeatmeten CO<sub>2</sub> wiedergefunden. *Kreatinin* wurde als Kaliumpikrat, *Cholin* (I) als Chloroplatinat isoliert. I wurde zu Trimethylamin abgebaut u. als Chloroplatinat bestimmt. Die spezif. Aktivität der Verbb., bestimmt nach Verbrennen u. Isolieren des CO<sub>2</sub> als BaCO<sub>3</sub>, zeigen folgende Verhältnisswerte (Strahlung pro Min. pro Millimol): Injiziertes <sup>14</sup>CH<sub>3</sub>OH ca.  $7,00 \cdot 10^4$ , I-Chloroplatinat  $7,18 \cdot 10^5$ , Trimethylaminchloroplatinat  $6,45 \cdot 10^5$ , Kreatininkaliumpikrat  $1,11 \cdot 10^5$ . In vitro tritt kein Methylaustausch zwischen <sup>14</sup>C-Methanol u. Cholin ein. (J. Amer. chem. Soc. 72, 1049. Febr. 1950. New York, Cornell Univ., Dep. of Biochem.) STEGEMANN. 4596

**Herman M. Kalckar**, *Die biologische Einverleibung von Purinen und Pyrimidinen in Nucleoside und Nucleinsäure*. Besprechung der enzymat. Synth. von Purin-Ribonucleosiden,

von *Desoxyribonucleosiden* u. des biol. Einbaus von *Purin* u. *Pyrimidin* in *Nucleinsäuren* auf Grund der neuesten Literatur. (Biochim. biophysica Acta [Amsterdam] 4. 232—37. Jan. 1950. Kopenhagen, Univ., Enzym-Res. Div.) CARLS. 4596

**F. B. Shorland**, *Einfluß des Nahrungsfettes auf die Zusammensetzung des Depotfettes von Tieren*. Vf. hat festgestellt, daß im Gegensatz zur derzeitigen Ansicht das Nahrungsfett nicht generell ganz oder teilweise in das Depotfett übergeht. Bei Weidefütterung zeigt Pferdefett bis zu 17%, Rinder- u. Hammeltalg keine oder nur wenig der dafür typ. Linolensäure; das Nahrungsfett übt hier keinen wesentlichen Einfl. auf die Zus. des Depotfettes aus. Im Hinblick darauf kann man 2 Fettgruppen unterscheiden: „Heterolipoide“ Fette der zuletzt genannten Art u. „homolipoide“, die die Fettsäuren des Nahrungsfettes leicht in das Depotfett einbauen. Die meisten Tierfette gehören zur 2. Gruppe. Kuhmilchfett nimmt eine Zwischenstellung ein. (Nature [London] 165. 766. 13/5. 1950. Wellington, N. Z., Dep. of Scientif. and Ind. Res., Fats Res. Labor.) SCHULENBURG. 4596

**G. Popják und Marie-Louise Beekmans**, *Synthese von Cholesterin und Fettsäuren in Fötus und in Milchdrüsen trächtiger Kaninchen*. Unter Hinweis auf die im Schrifttum bereits vorliegenden Erfahrungen werden Verss. mit D<sub>2</sub>O sowie mit CH<sub>3</sub><sup>14</sup>COONa angestellt, um zu entscheiden, ob das *Cholesterin* (I) bzw. die *Fettsäuren* (II) des Fötus vom Kaninchen aus geeigneten Vorstufen im Fötus selbst synthetisiert oder, aus dem mütterlichen Körper stammend, über die Placenta zugeführt werden. Künstlich befruchtete Kaninchen erhalten zwischen dem 16. u. 28. Tag der Gravidität intravenös D<sub>2</sub>O bzw. CH<sub>3</sub><sup>14</sup>COONa u. außerdem Trinkwasser mit 2% D<sub>2</sub>O. Von dem am 28. Tag getöteten Tieren werden mütterliche Leber, fötale Placenta, fötale Leber u. Fötus selbst sowie das Blut von Mutter u. Fötus auf den Geh. an Deuterium im abgetrennten I u. die II (gesätt. u. ungesätt.) auf Geh. an Deuterium u. an <sup>14</sup>C untersucht. Ergebnisse: Sowohl die fötale Leber als auch die außerhepat. Gewebe des Fötus sind zur Synth. von I u. II aus kleinen Moll. befähigt; hierbei ist *Acetat* eine bes. wichtige C-Quelle, genau so wie bei erwachsenen Tieren. Das gesamte fötale I entsteht im Fötus selbst; in der fötalen Leber gehen Synth. u. Abbau des I nebeneinander einher, wobei die Synth. bei weitem überwiegt. Die Synth. von II (gesätt., ungesätt.) vollzieht sich in der fötalen Leber u. im außerhepat. Gewebe, wobei der Leber II zusätzlich von den mütterlichen Geweben zugeführt werden. Es wird vermutet, daß die Ausgangsstoffe für das Fett in der fötalen Leber u. in den Nichtlebergeweben nicht ident. sind. Die fötale Placenta synthetisiert ebenfalls die Lipide, erhält aber Zufuhr aus dem mütterlichen Organismus. Da im Fötus ein Fettabbau nicht erkennbar ist, wird als wahrscheinlich hingestellt, daß die erforderliche Energie aus dem Kohlenhydratumsatz stammt, u. daß das Wachstum auf vermehrter Synth. bei gleichzeitig verringertem Abbau beruht. Es wird ferner erwiesen, daß in der nichtlactierenden Milchdrüse trächtiger Kaninchen ebenfalls eine Synth. von I u. II erfolgt; die Bldg. von C<sub>4</sub>- bis C<sub>8</sub>-Fettsäuren geht speziell auf *Acetat* zurück. (Biochemie J. 46. 547—58. Mai 1950. London NW 3. Nat. Inst. for Med. Res.) TAUFEL. 4596

**Traugott Baumgärtel**, *Zur Klinik des Gallensäurestoffwechsels*. An Hand des Schrifttums wird das Verh. des in den Gallensäuren gelösten direkten u. indirekten *Bilirubins* unter besonderer Berücksichtigung des parenchymatösen Ikterus bzw. des mechan. Stauungsikterus diskutiert. (Med. Mschr. 4. 341—45. Mai 1950. München-Gräfelting, Labor. für individ. Colithérapie.) FIEDLER. 4596

**Robert R. Redfield und E. S. Guzman-Barron**, *Der Stoffwechsel des Wurmfortsatzes (bei Kaninchen)*. Die Unters. wurden zur Best. der Stoffwechselaktivität des lymphat. Syst. mit gesunden Kaninchen durchgeführt. Der Durchschnittswert von 8,05 für Q<sub>0</sub> entspricht dem der Lymphknoten. Bei Ggw. von Glucose betrug der Respirationsquotient 0,93. Aerobe Glykolyse war nur halb so groß wie anaerobe, ein Zeichen verminderten Ablaufes der KW-stoff-Oxydation. Pyruvate wurden hauptsächlich durch Oxydation ausgenutzt, Acetate wurden vom Gewebe schnell verwendet. Der Stoffwechsel scheint über die Bldg. von Citronensäure zu verlaufen, unter Kondensation mit Oxalacetaten. Akt. Aconitase wurde festgestellt. Bernsteinsäure-Dehydrogenase-Aktivität war gering, ebenso die Oxydation von Aminosäuren. Fettsäuren wurden sehr schnell ausgenutzt. (Arch. Biochemistry 26. 275—86. April 1950. Chicago, Univ., Chem. Div., Dep. of Med.) LÜPNITZ. 4596

**J. W. Meduski**, *Untersuchungen über den Citronensäurestoffwechsel im Herzmuskel*. Vf. stellte fest, daß in dem von ihm aus Herzmuskel von Schweinen hergestellten Homogenat, das nur mit W. gewaschen wurde, nach Zusatz von gekochtem Herzmuskelextrakt Citronensäure (I) gebildet wird, deren Ausbeute sich durch Zusatz von NaHCO<sub>3</sub> erhöhen läßt. Wenn das Homogenat zuerst mit W. u. anschließend noch mit NaHCO<sub>3</sub>-Lsg. gewaschen wurde, ließ sich nach Zusatz von NaHCO<sub>3</sub> zum Homogenat u. gekochtem Herzmuskelextrakt keine Erhöhung der gebildeten I-Menge mehr erreichen. Vf. nimmt an,

daß beim Auswaschen mit 0,5% ig. NaHCO<sub>3</sub>-Lsg. die Citrogenase entfernt wurde. — Best. von I erfolgte nach der Pentabromacetonmethode. (Biochim. biophysica Acta [Amsterdam] 5. 138—46. März 1950. Utrecht, Univ., Labor. for Physiol. Chem.)

HOTIUM. 4596

**Gilbert Ling und R. W. Gerard, Äußere Kaliumkonzentration und Membranpotential von einzelnen Muskelfasern.** (Vorl. Mitt.) Bei Messung des Membranpotentials von einzelnen Muskelfasern des Froschsartorius mit einer Mikroelektrode wurde eine annähernd geradlinige Beziehung zwischen dem log der äußeren K-Konz. u. dem gemessenen Membranpotential nach der NERNST'schen Formel gefunden. Die Verss. stimmen grundsätzlich überein mit in der Literatur beschriebenen Ergebnissen an Nerven u. ganzen Muskeln. Bei Füllung der Mikroelektrode mit 3 mol. KCl liegt das n. Membranpotential der Muskelfaser des Froschsartorius aber höher, nämlich bei 95 mV. (Nature [London] 165. 113—14. 21/1. 1950. Chicago, Ill., Univ. of Chicago, Dep. of Physiol.)

LOHMANN. 4597

**Á. Csapó, Das Actomyosin des Uterus.** Darst. von Myosin (I) u. Actomyosin (II) aus der quergestreiften Muskulatur des Menschen u. aus menschlicher u. tier. Uterusmuskulatur sowie Unters. der hieraus hergestellten Eiweißfäden. Die Menge von I u. II in nichtgravider menschlicher Uterusmuskulatur ist nur ca. 1/3 so groß wie in quergestreifter Muskulatur, von II nur etwa 1/5. Die kontraktile Fäden aus der Muskulatur des nichtgraviden Uterus kontrahieren sich langsamer u. weniger stark als aus quergestreifter Muskulatur. Die gesamte Menge von I u. II u. der %-Geh. von II nimmt während der Schwangerschaft bis zum Eintritt der Wehen maximal zu, wobei nach Verss. mit Ratten- u. Kaninchenuteri II bes. stark vermehrt wird. Die Kontraktion der Fäden nimmt dann mit zunehmendem Geh. an II zu. Sie ist abhängig von der Ggw. eines in W. lösl. Faktors (x-Faktor), in dessen Abwesenheit keine Kontraktion erfolgt. Für die Funktion der Uterusmuskulatur sind nach diesen Unterss. 3 Faktoren von Bedeutung: Die Gesamtmenge von I u. II, das Verhältnis I/II u. der Geh. an x-Faktor. (Amer. J. Physiol. 160. 46—52. Jan. 1950. Budapest, Univ., II. Gynecol. Clin. and Inst. of Biochem.)

LOHMANN. 4597

**Hans Ley, Modifikation des Weltmannschen Koagulationsbandes zur Steigerung seiner Empfindlichkeit als Leberfunktionsprobe.** Um die Meth. des WELTMANN'schen Koagulationsbandes als Leberfunktionsprobe auch für leichte Funktionsausfälle der Leber brauchbar zu machen, hat Vf. als neuen Interpolationswert zwischen Röhren 7 u. 7 1/2 ein Röhren 7 1/4 eingeschaltet u. hierdurch gute Resultate erzielt. (Klin. Wschr. 28. 344—47. 15/5. 1950. München, Univ., II. Med. Klinik.)

KRAFT. 4597

**Heinz Schaefer und Erika Hoffmann, Acetylierung und Leberfunktion.** Die einmalige Best. des acetylierten Anteiles eines verabreichten Sulfonamids (Eleudron) (I) im Harn gibt noch keine Anhaltspunkte für eine Leberfunktionsstörung, wohl aber die Aufstellung einer Ausscheidungskurve des gesamten u. des acetylierten I, wenn das Maximum des ausgeschiedenen gesamten I nach 6 Stdn. u. zu dem gleichen Zeitpunkt wenig acetyliertes I ermittelt wird u. keine Nierenschäden oder Störungen des Wasserhaushaltes vorliegen. (Med. Mschr. 4. 359—61. Mai 1950. Frankfurt/Main, Univ., Inst. für vegetat. Physiol. u. Med. Klinik.)

FEDLER. 4597

Harold A. Wooster jr. and Fred C. Blanck, Nutritional Data. Pittsburgh: H. J. Heinz Co. 1949. (VI + 114 S.)

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

**J. Kinner, Hautausschläge durch Medikamente.** Übersichtsbericht über die Entstehung von Hautausschlägen durch Medikamente (anorgan. Verb., Antibiotica, Sulfonamide u. As-Bi- u. Au-Präparate). (Practitioner 164. 213—17. März 1950. Dundee, Univ., Royal Infir.)

KUNZMANN. 4600

**H. Wilhelm Ernst, Über die Röntgen-Toleranzdosis.** Diskussion der verschied. Schutzverordnungen für Personen in Röntgenbetrieben u. Kritik der angegebenen Toleranzwerte. Der für Deutschland verbindliche Wert von 0,25 r pro Tag stellt einen Spitzenwert dar, keine tatsächlich verträgliche Dosis. Vf. zeigt, daß die verschied. Toleranzwerte (Tageswerte, Wochenwerte, Entschädigungswerte) in den Kulturländern begrifflich nicht ausreichend fixiert sind, so daß es im Interesse der Berufstätigen im Röntgenfach weiterer Klärung bedarf. Er schlägt als Anregung einige exakte Definitionen für den Vgl. verschied. Werte untereinander vor. Dabei muß u. a. beachtet werden, daß nicht nur die Eigg. der Geräte, sondern auch das Verh. der damit Arbeitenden die tatsächlich erhaltene Schädigungsdosis bestimmen. (Fortschr. Gebiete Röntgenstrahlen 73. 362—70. Juli 1950. Hamburg, Berufsgenossenschaft für Gesundheitsdienst u. Wohlfahrtspflege.)

REUSSE. 4604

**Sven Hultberg und Lars-Eric Larsson** (unter Mitarbeit von Lennart Eklund), *Einige Fälle von Strahlenschäden im Röntgenbetrieb*. Das Problem der Strahlenschädigungen durch Röntgenstrahlen wird ganz allg. diskutiert. Verschied. Fälle von Schäden werden als Beispiele beschrieben u. ihre Ursachen behandelt. (Acta radiologica [Stockholm] 33. 376—87. Stockholm, Inst. für Radiophysik.) REUSSE. 4604

**W. Naumann und A. Frank**, *Kritisches zur Röntgenstrahlung des Magengeschwürs*. Bericht über die Röntgenbehandlung von 10 Patienten mit Ulcus ventriculi (180 kV, 4 mA, Filter: 0,5 mm Cu, Fokus-Haut-Abstand 50 cm, Feldgröße 10 u. 15 cm). Überzeugende u. anhaltende Beeinflussung der Geschwüre u. der begleitenden Gastritis wurde nicht festgestellt; die superaciden Magensäurewerte sanken regelmäßig zur Norm ab. (Strahlentherapie 82. 223—30. 1950. Göttingen, Univ., Med. Klinik.) REUSSE. 4604

**Erich Knoche**, *Die radioaktive Wurzelfüllung*. Das vom Vf. zur Wurzelfüllung bei apikalen Prozessen verwendete *Radiothorin* (RADIUM LIGHT CO., London) liefert infolge seines Th-Geh. neben der stark baktericiden nur im Kanal selbst wirksamen  $\gamma$ -Strahlung, auch *Emanation-* u.  $\alpha$ -Strahlen, die auch ins periapikale Gewebe wirken. Das röntgenologisch nachgewiesene schnelle Verschwinden apikaler Herde übertrifft andere konservative Behandlungen u. soll auf der stimulierenden Wrkg. der  $\alpha$ -Strahlen beruhen. Damit werden sämtliche Strahlenbehandlungen einschließlich Röntgenstrahlen übertroffen u. sämtliche an ein gutes Dauerdesinfizien zu stellende Anforderungen bestens erfüllt. Die von LEVY, welcher seit 1930 bereits ähnliche Prodd. verwendet, vorgeschlagene Anwendung als Mumifikationspaste, zur Knochenneubldg. bei marginalen Einschmelzungen u. a. Zwecken, unterliegt noch der Nachprüfung. (Dtsch. Zahnärztl. Z. 5. 780—83. 1950. La Paz, Bolivien.) KIMPEL. 4604

**Steffen P. Berg**, *Elektroschock und Fibrinolyse*. Vf. untersuchte bei einer Reihe von Patienten das Verh. der Blutgerinnung u. der Fibrinolyse vor u. nach Elektroschock. Das fibrinolyt. Potential zeigte sich dabei nach dem Schock um ein Vielfaches gesteigert, eine Beeinflussung der Blutgerinnungszeit ließ sich nicht feststellen. Die Theorien des Wirkungsmechanismus beim Elektroschock werden diskutiert. (Klin. Wschr. 28. 507—08. 1/8. 1950. München, Univ., Inst. für gerichtl. Med.) BALZER. 4604

**W. E. Cornatzer, George T. Harrell jr., David Cayer und Canillo Artom**, *Subacute Giftigkeit radioaktiven Phosphors in Beziehung zur Zusammensetzung der Nahrung*. Weder die Fettinfiltration der Leber noch deren Verhinderung durch Beifütterung von *Cholin* kann bei Mäusen die Überlebenskurve nach Applikation radioakt. Phosphors verändern. Der Prozentsatz der am 21. Tag überlebenden Mäuse u. die Überlebenszeit sind am größten bei einer fett- u. eiweißarmen Kost. Sie nehmen deutlich ab bei Zunahme der Fettmenge, der Eiweißmenge oder beider in der Nahrung. Anreicherung der Nahrung mit anorgan. Phosphaten scheint einen geringen, aber deutlichen Schutz gegen die schädlichen Wirkungen des  $^{32}\text{P}$  zu gewähren. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 73. 492—95. März 1950. Winston-Salem, Univ., Biochem. Div.) BALZER. 4606

**Moisés Grinstein, Howard M. Wikoff, R. Pimenta De Mello und Cecil James Watson**, *Isotopenuntersuchungen des Porphyrin- und Hämoglobinstoffwechsels*. 2. Mitt. *Biosynthese von Koproporphyrin III bei experimenteller Bleivergiftung*. (1. vgl. C. 1950. II. 2338.) Verfütterung von  $^{15}\text{N}$ -haltigem *Glycin* (I) an Kaninchen, die subcutan Pb-Acetat erhalten hatten, zeigte, daß I-N unmittelbar zum *Koproporphyrin III* (II)- u. *Hämoglobinprotoporphyrin*-Aufbau verwertet wird, wobei überschüssiges II im Urin erscheint. II steht anscheinend in keiner Beziehung zum Hämoglobinabbau u. wird infolge der Bleivergiftung neu gebildet. Aus den Faeces wurde nach Extraktion, Veresterung u. Chromatographie neben *Protoporphyrin IX* ein unbekanntes Porphyrin x als Methyl ester, F. 210 bis 215°, isoliert, das ebenfalls  $^{15}\text{N}$  enthielt. (J. biol. Chemistry 182. 723—26. Febr. 1950. Minneapolis, Univ. of Minnesota Hosp., Dep. of Med.) K. MAIER. 4606

**Ernst Gadermann**, *Zur Frage toxischer Schädigungen bei der Stickstofflost-Behandlung*. Die klin. Prüfung von *Di-(chloräthyl)-amin* u. von *Tri-(chloräthyl)-aminhydrochlorid* ergab keinen erkennbaren Unterschied zwischen diesen N-Lost-Präpp. hinsichtlich ihrer therapeut. Wirksamkeit u. Verträglichkeit. (Klin. Wschr. 28. 394—99. 15/6. 1950. Hamburg, Univ., II. Med. Klinik.) NEUWALD. 4608

**K. R. Unna, E. W. Pelikan, D. W. Macfarlane, R. J. Cazort, M. S. Sadove, J. T. Nelson und A. P. Druker**, *Wertmessung curarewirksamer Substanzen am Menschen*. 1. Mitt. *Wirkungsstärke, Dauer und Vitalkapazitätseffekt von d-Tubocurarin, Dimethyl-d-tubocurarin und Decamethylenbis(trimethylammoniumbromid)*. Da die Wrkg. curareartiger Substanzen im Tiervers. keine direkten Rückschlüsse auf ihre Wirkungsstärke beim Menschen erlaubt, wurde an 4 gesunden Männern in 75 Vers. die Stärke von *d-Tubocurarin* (I), *Dimethyl-d-tubocurarin* (II) u. *Decamethylenbistrimethylammoniumbromid* (C 10) (III) geprüft. Um quantitative Vergleichsmöglichkeiten zu haben, wurde die 95%ig.



Senkung der Greifkraft (Ergograph) als Wirkungsmaß benutzt. Wirkungsgleich waren 107  $\gamma$  I, 41  $\gamma$  II u. 20  $\gamma$  III. Am längsten wirkte I, am kürzesten III. Bei äquivalenten Dosen wurde die Atmung (Vitalkapazität) am wenigsten durch II, am stärksten durch III gemindert. Eine bestimmte Muskellähmung war leichter mit I u. II als mit III zu erreichen. (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 98. 318—29. März 1950. Chicago, Univ. of Illinois, Coll. of Med., Dep. of Pharmacol. and Anaesthesia.) OETTEL 4608

**P. H. Voigt**, *Die intravenöse Applikation von Honiglösung in der Veterinärmedizin*. Da sich die Honiglsg. *M 2 Woelm* (I) in der Humanmedizin gut bewährt hat, wurde sie vom Vf. auch an Tieren erprobt u. ihre vielseitige Verwendungsmöglichkeit festgestellt. Bei Herz- u. Kreislaufkrankungen findet I ein großes Indikationsgebiet. Tox. Erscheinungen wurden nicht festgestellt. (Dtsch. tierärztl. Wschr. 57. 277—78. 1/9. 1950. Eschwege/Werra, Schlachthof.) DOSSMANN 4612

**A. Nemecek**, *Der wenig beachtete Narkoseschaden*. Die Allgemeinschädigung durch Äthernarkose zeigt sich u. a. in einer Erhöhung der Senkungsgeschwindigkeit der Blutkörperchen, die bei einer Lokalanästhesie nicht eintritt. (Wiener klin. Wschr. 62. [N. F. 5]. 372—74. 26/5. 1950. Friesach/Kärnten, Deutschordenskrankenhaus.) LAPP 4614

**Walter M. Booker, Pedro A. Molano, David M. French und Cecil Rhodes**, *Erneuter Beweis für die Wirksamkeit des Pentamethylentetrazols (Metrazol) als Analepticum während der Thiopentalnarkose*. Nachdem in den letzten Jahren einige Autoren den Wert des Pentamethylentetrazols (I) als Analepticum auf Grund von Tierverss. bestritten haben, wird an Hunden gezeigt, daß seine Brauchbarkeit nur eine Frage der Dosierung ist: *Pentothal* (II) (20, 30, 40 u. 50 mg/kg) erfordert entsprechend 75, 161, 330 u. 530 mg/kg I. Bei großer II- u. kleiner I-Gabe wird zunächst nur die Atmung beschleunigt, dann verlangsamt u. vertieft. Notwendig sind stets große Dosen, die aber unter den Krampfdosen liegen müssen, weil einem Krampf immer ein unerwünschtes Depressionsstadium folgt. (J. Pharmacol. exp. Therapeut. 98. 207—14. März 1950. Washington, Howard Univ., School of Med., Dep. of Pharmacol.) OETTEL 4615

**Horst Merkel**, *Die akute experimentelle Atrophangastritis*. Experimentelle *Atrophangastritis*-Schädigungen an der Magenschleimhaut, bes. solche der Drüsenzellen, Zirkulationsschädigungen in der terminalen Strombahn u. akute entzündliche Prozesse beim Meerschweinchen werden beschrieben. Gegen Versuchsende war kein saurer Magensaft mehr nachweisbar. Bei *Atrophangastritis* spielt die tox. Parenchymschädigung gegenüber der Zirkulationsstörung der terminalen Strombahn die größere Rolle. (Z. ges. innere Med. Grenzgebiete 5. 197—200. April 1950. Kiel, Univ., Pathol. Inst.) KUNZMANN 4617

**E. Hiller**, *Kritisches zur Therapie der chronischen Polyarthritiden*. Übersicht über die Effekte der *Pyramidon*-Therapie, bes. bei intravenöser Anwendung von hochkonz. Lsgg., u. über die Indikation von Reizkörpertherapie mit *Eigenblut*, *Gold* u. *Pyrifer*. Die eigenen Erfahrungen mit *Vadilon*, einem Ascorbinsäure-Pyramidon-Präp., *Rutin* u. *Nebennierenrindenhormon* werden mitgeteilt. Abschließend werden die Behandlung mit *Cortison* u. *Dicumarol* u. deren Erfolge erwähnt. (Med. Mschr. 4. 98—100. Febr. 1950. München, Univ., I. Med. Klinik.) HILDEGARD BAGANZ 4617

**Michael Smith**, *Pharmakologische Untersuchungen an 3 Sulfonen*. 1. Mitt. *Absorption. Verteilung. Ausscheidung. Diaminodiphenylsulfon* (I) u. sein Deriv. *Sulfetron* (II) u. *Diazon* (Formaldehydsulfoxylatderiv. von Diaminodiphenylsulfon; III) wurden an 300 Patienten unter Kontrolle des Sulfonamidgeh. von Blut, Harn u. Speichel geprüft. I wurde ausgezeichnet, II schlecht u. III sehr schlecht vom Magen-Darm-Kanal resorbiert. Von II wurden 70—100% in den Faeces wiedergefunden. Im Harn wurde I langsam, aber fast vollständig u. unverändert, II schnell u. weniger vollständig, III sehr schnell, aber nur zu 10—20% ausgeschieden. Die Substanzen verteilten sich im Organismus gleichmäßig ohne Affinität zu besonderen Geweben. Die perorale Zufuhr von III ist unökonom., I dagegen ist für die perorale Zufuhr sehr geeignet. (Leprosy Rev. 20. 78—88. Juli 1949.) OETTEL 4619

**Michael Smith**, *Pharmakologische Untersuchungen an 3 Sulfonen*. 2. Mitt. *Hydrolyse und spezifisch toxische Erscheinungen*. (1. vgl. vorst. Ref.) Esslote geklärt werden, ob ein höherer Sulfonspiegel von *Diaminodiphenylsulfon* (I), *Diazon* u. *Sulfetron* einen höheren therapeut. Effekt hat, oder ob nur das durch Hydrolyse aus den beiden letzteren Präpp. freiwerdende I therapeut. wichtig ist. Es wird eine Meth. zur ausschließlichen Best. des freien I angegeben, wodurch diese Frage aber nicht geklärt werden konnte. Als Nebenwrkg. bei der Sulfontherapie wurde Anämie beobachtet, die durch gleichzeitige Eisenzufuhr gemildert wurde. (Leprosy Rev. 20. 128—34. Okt. 1949.) OETTEL 4619

**Michael Smith**, *Pharmakologische Untersuchungen an 3 Sulfonen*. 3. Mitt. *Die spezifisch toxischen Erscheinungen*. (2. vgl. vorst. Ref.) Die unter Sulfonbehandlung zu beobachtende

Anämie ist keine reine hämolyt. Anämie, sondern zum Teil die Folge einer gestörten Blutbildung. Zur Prüfung der Blutgiftwrkg. des *Diaminodiphenylsulfons* (I), *Diasons* (II) u. *Sulfetrons* (III) wurden 300 Patienten während ihrer speziellen Lepra-Therapie untersucht, hinsichtlich Hämoglobinämie, „Methämalbumin“, Koturobin, Bilirubinämie, Erythrocytenresistenz, Porphyrinurie, Leber- u. Nierenfunktion. In keinem Falle wurde Porphyrinurie, Hämoglobinämie oder Resistenzverminderung beobachtet. Unter III-Therapie waren auch alle anderen Teste negativ; während II sehr geringe u. I, das bes. eingehend geprüft wurde, kaum stärkere, nur labormäßig feststellbare Veränderungen, aber keine tox. Symptome, bes. keine Leber- u. Nierenschädigungen, verursachte. Methämoglobin war bei direkter spektroskop. Prüfung nie sichtbar, solange die Dosierung allmählich anstieg u. bei 0,3 g/Tag blieb. 0,5 g/Tag scheint die minimale tox. Dosis zu sein. Durch die ausgezeichnete Resorption, die langsame Ausscheidung, die relativ geringe Toxizität ist I den Spezialpräpp. II u. III unbedingt vorzuziehen. Bei Nierenunterfunktion sollte aber die tägliche Dosis nicht über 0,1 g hinausgehen. Die ungiftigste Substanz ist III, die aber nur parenteral gegeben werden sollte: 25%ig. Suspension, 2mal wöchentlich 10 cm<sup>3</sup>. (Leprosy Rev. 21. 17—29. Jan./April 1950.) OETTEL. 4619

John Lowe, *Die perorale Diaminodiphenylsulfon-Therapie der Lepra. Diaminodiphenylsulfon* (I) wurde bereits 1908 synthetisiert u. 1937 auf seine baktericide Wrkg. untersucht. Da es aber 10—20mal giftiger war als *Sulfanilamid* u. bei Menschen Methämoglobinämie u. andere tox. Erscheinungen verursachte, wurde es aufgegeben. Erst die günstige Wrkg. der Sulfone *Promin* (II), *Diason* (III) u. *Sulfetron* (IV) führte wieder zu I zurück, das sich auch bei 88 Patienten des VI. als viel wirksamer erwies als die genannten Derivv. von I. Bei Beginn der Therapie mit 100 mg täglich, in 5 Wochen steigend bis zu 300 mg/Tag, wurden keine tox. Symptome beobachtet. Der dabei erhaltene ausreichende Blutspiegel von 1 mg-% ist die Folge der sehr guten Darmresorption u. langsamen Nierenausscheidung. Bei 50 Patienten, die länger als 6 Monate behandelt wurden, war niemals Verschlechterung, bei 96 klin., bei 31 bakteriolog. Besserung festzustellen. 3 wurden bakteriolog. negativ. Tuberkuloid-Fälle reagierten schneller u. besser als Nervenfälle. Die Therapie mit I ist also sicher ebenso wirksam wie mit den Sulfonen II u. IV. (Lancet 258. 145—50. 28/1. 1950. Usuakoli/Nigeria, Nigerian Leprosy Serv., Leprosy Res. Unit.) OETTEL. 4619

—, *Die Sulfone in der Behandlung der Lepra*. Bericht über ein Editorial von COCHRANE (Int. J. Leprosy 1949. 299) bzgl. 2 bes. bewährter Sulfone: *Sulfetron* (I) (5 cm<sup>3</sup> 50%ig., 2mal wöchentlich subcutan) u. *Diaminodiphenylsulfon* (II) (25%ig. Suspension in Öl). Bei letzterem zur Vermeidung tox. Symptome anfangs 1 cm<sup>3</sup>, später bis 2mal 5 cm<sup>3</sup> je Woche. Die Injektionsbehandlung ist viel ökonomischer als die perorale, bei der täglich 5 g Sulfon gebraucht werden. Wahrscheinlich wird I im Körper zu II, der eigentlich wirksamen Substanz, abgebaut. Wieweit die von der Sulfontherapie nach einigen Monaten zu beobachtenden granulären u. bipolaren Leprabacillen Degenerationsformen darstellen, ist nicht bekannt. Klin. beobachtet man bei der Sulfontherapie zunächst meist Verstärkung der Symptome; nur manche Patienten werden bereits nach 20 Monaten bakterienfrei, andere auch nicht nach längerer Behandlung. Allg. sollten Sulfone nur bei Chaulmoograresistenz angewandt werden, zumal die Möglichkeit der Erzeugung sulfonresistenter Bacillen besteht. Daß eine kombinierte Behandlung mehr leistet, ist nicht bewiesen. Eine wirklich spezif. Therapie gegen Lepra ist jedenfalls noch nicht möglich. (J. tropical Med. Hyg. 53. 111—15. Mai 1950.) OETTEL. 4619

A. Chodkowski, *Die baktericide Wirkung verschiedener Desinfektionsmittel gegen Stragalactiae auf der Haut der Kuh und in ihrer Umgebung*. Als eine wirksame Meth. der Galt-Bekämpfung wird die Desinfektion des äußeren Euters angesehen. Gute Erfolge wurden dabei mit CTAB (oder, „Cetavlon“; enthält 75% *Cetyltrimethylammoniumbromid*) in wss. Lsg. (0,5—1%ig) bzw. in Salbenform (3%ig in Lanolin, Lanettewachs u. Paraffin) erzielt. (Brit. veterin. J. 106. 181—96. Mai 1950. New Haw, Weybridge, Surrey, Veterin. Lab.) IRRGANG. 4619

A. Mols und A. Lenaerts, *Einige Beobachtungen von in Elisabethville durch Trypanosoma simiae verursachte Trypanosomiasis von Schweinen*. Während eine 3malige intravenöse Injektion von 0,01 g *Dimidiumbromid* (I) (alle Dosen je kg Lebendgewicht in 0,5%ig. Lsg.) erfolglos war, verschwanden die Trypanosomen endgültig durch einmalige Injektion von 1 g *Antimosan*, gefolgt nach 24 Stdn. von einer I-Injektion (0,005 g) bzw. umgekehrt. Minderung des Wachstums u. der Fleischqualität trat nicht ein. Subcutane I-Injektion rief ein (3—4tägiges) Ödem hervor. (Bull. agric. Congo belge 41. 427—36. Juni 1950.) HANNS SCHMIDT. 4619

W. V. Macfarlane, *Gonorrhöe und Penicillin: Ist eine Sechs-Monate-Beobachtungszeit notwendig?* Die Auswertung von 2600 Fällen u. aller Komplikationen vor u. nach der *Penicillin*(I)-Behandlung ergab, daß in der Regel eine 3-Monatsbeobachtung ausreichend

ist. Die anfangs in 2std. Intervallen angewandte fünfmalige Injektion von wss. I wurde später durch einmalige Injektion von 0,2 M. E. I in Äthylolcoat ersetzt. Am meisten wurde jedoch die Öl-Wachs-Suspension mit 0,3 M.E. angewandt, daneben auch gleiche Dosen von wss. krist. I sowie von Al-Stearat u. Procain-I. (Brit. J. vener. Diseases 26, 69—72. Juni 1950. Newcastle-upon-Tyne, General Hosp.) HANNS SCHMIDT. 4619

**J. D. Gray und M. D. McGill, Beobachtungen über Chloramphenicol.** Prüfung von *Chloromycetin* (= *Chloramphenicol*) (I) gegen *H. pertussis* von Kindern. In Anbetracht seines bitteren Geschmacks wurde I in Kapseln gegeben, ca. 100 mg/kg Anfangsdosen, dann 3std. 60 mg, 125 mg bzw. 250 mg, je nach Alter des Kindes. Sowohl bei Früh- als auch bei Spätfällen (je 7 Kinder u. 17 Kontrollen) verschwand in wenigen Tagen das Erbrechen, die Hustenanfälle wurden seltener u. leichter. Rectale Gabe war unwirksam. Als Nebenwrgk. trat bei den Kindern nach der großen Anfangsdosis eine vorübergehende Akkommodationslähmung auf, die erst beim Lesen deutlich wurde u. in der Ruhe schnell verschwand. Bei gleicher Dosierung wurde in einigen Verss. bei Erwachsenen eine gewisse Muskelschwäche beobachtet. Abstriche der Nasen- u. Rachenschleimhaut waren 2—3 Tage nach der I-Behandlung der Kinder völlig steril, also nicht nur hinsichtlich *H. pertussis*. Dadurch könnte I auch wichtig werden zur Sterilisierung der Atemwege für chirurg. Zwecke, zumal bisher keine I-Resistenzentw. beobachtet wurde. (Lancet 258, 150—60. 28/1. 1950. London, Royal Eye Hosp., u. Belgrave, Hosp. for Children.) OETTEL 4619

**Albert Lorbeer, Zur Actinomykose und ihrer Behandlung.** Vf. gibt Überblick über den Stand der Actinomykose u. plädiert bei gesicherter Diagnose zuerst für chirurg. Behandlung, ehe man die neueren Methoden (*Penicillin*, *Streptomycin*, *Suprunalum* usw.) anwendet. — Schrifttum. (Zahnärztl. Welt 5, 434—36. 10/8. 1950. Mannheim.) DOSSMANN. 4619

**Robert Ammon, Zur Therapie der Wurmerkrankungen unter besonderer Berücksichtigung neuer Wege zur Wurmbekämpfung.** Übersicht über die Häufigkeit der Wurminfektionen in Deutschland (um Darmstadt 100% Ascariasis! Die Eier sind 5 Jahre lebensfähig. Übertragung auch durch Papiergeld möglich). Kurze Besprechung von *Ascardol*, *Santonin* (das erst im Organismus in die wirksame Form umgewandelt werden soll), *Hexylresorcin* (= *Hexorzyl*), *Gentianaviolett* (= *Atrimon*, *Badil*, *Gentiapol*, *Pyoverm*, *Vermolylin*) u. *Phenothiazin* (= *Contraverm*). Verss. des Vf. mit Emulsionen von DDT u. *Hexachlorcyclohexan* bei *Ascaris* waren ohne Erfolg. Viel aussichtsreicher scheinen Vf. die Verss. mit *Ficin* (I) (keratinolyt. wirkendes Ferment einer Feige, *Ficus laurifolia*), das in 30 bis 60 Min. die Keratinhülle der Ascariden auflöst u. das erst in sehr großen Dosen entzündliche Veränderungen u. Erosionen der Darmschleimhaut bewirkt. I wird seit langer Zeit als „leche de higueron“ von den Eingeborenen Mittelamerikas gegen *Trichocephalus* benutzt. Es soll als „Nematolyt“ von MACK herausgebracht werden u. befindet sich zur Zeit in klin. Prüfung. (Pharmazie 5, 57—61. Febr. 1950. Illertissen, H. Maek Nachf.) OETTEL 4620

**Ludwig Hänel, Beitrag zur Toxikologie der gebräuchlichsten Anthelminthica.** Übersicht über die Gefahren der als Wurmmittel benutzten Stoffe: *Chenopodiumöl* ist häufig tödlich bei Kindern durch Überdosierung; gegen *Santonin* (I) besteht sehr unterschiedliche Empfindlichkeit, Filixpräpp., bes. *Filmaronöl*, sollten nach Ansicht des Vf. nicht ins neue DAB übernommen werden: Bei 22000 Wurmbabreibungen 4 dauernde, mehr als 20 vorübergehende Erblindungen mit dauernder Sehschädigung. Nach anderer Statistik erblindeten 33, starben 12 von 78 Vergifteten. *Thymol*-Vergiftungen haben Phenolcharakter: 2,6 g peroral wirkten in 3 Stdn. tödlich,  $CCl_4$  ist viel giftiger als  $C_2HCl_3$  u. vor allem als *Tetrachloräthylen*. *Kristallviolett* (II) u. *Gentianaviolett* wirken nekrotisierend (Tintenstiftvergiftung). Vf. zeigt an Ratten, daß auch die Lsg. von II in der als Wurmmittel üblichen Dosierung Gastroenteritis u. Anämie bewirkt: 13 mg/kg täglich wurden höchstens 22 Tage lang getragen, 5 mg/kg 28 Tage lang überlebten nur 9 von 60 Ratten. *Phenothiazin* (III) wirkte bei Ratten viel weniger hämatotoxisch. Die gleiche Mortalität bewirkte bei täglicher Gabe (je kg Ratte) III 170 mg, II 26 mg, I 14,3 mg. III, das als *Contraverm* von HEUMANN herausgebracht wird, soll also weniger giftig sein als alle bekannten Wurmmittel. (Pharmazie 5, 18—23. Jan. 1950. Nürnberg, Ludw. Heumann Co.) OETTEL 4620

**J. E. N. Sloan, Kohlenstofftetrachloriddosierung bei Schafen. Einige Beobachtungen über mögliche Toxizität.** Kleine therapeut. Dosen von  $CCl_4$  können 9 Monate lang in monatlichen Abständen gegeben werden, ohne daß chron. Leberschäden entstehen. Interessant ist die Beobachtung, daß das Mittel gegen weibliche Würmer (*Bunostomum trigonocephalum*) besser wirkt als gegen männliche. (Veterin. Rec. 62, 380—81. 1/7. 1950.) LÜPNITZ. 4620

**F. A. Lokschina, Vergleichende Resultate bei der Behandlung der Hypertonie mit Rhodansalzen und mit Röntgenstrahlen.** Man behandelt bei Hypertonikern das Zwischen-

hirn u. das Gebiet der großen Halsgefäße mit Röntgenstrahlen. Von 110 Kranken erhielten 90 Rhodansalze (I) (3 Monate bis 2½ Jahre Beobachtungszeit). Eine wirksame Dosis der I beträgt 0,2—0,6 g pro Tag, entsprechend einer Konz. von 5,5—6 mg-% im Blute der Kranken. Besserung erzielt man gewöhnlich am Ende der ersten Woche. Es wird empfohlen, von dann ab noch eine Zeit lang 0,1—0,3 g I pro Tag zu verabreichen. Bei 80 der 90 Kranken trat eine rapide Besserung ein. Die cerebralen Erscheinungen (Kopfschmerzen, Schwindel u. ähnliches) gingen zurück; bei einer Reihe der Kranken verschwanden auch die stenokard. Erscheinungen. Der Blutdruck sank. Die meisten der Kranken wurden wieder arbeitsfähig. Nur 10 Patienten blieben refraktär, 4 davon litten an einer schweren progressiven Form der Erkrankung. V. nimmt eine sedative Wrkg. der I auf das zentrale Nervensyst. an. Herabsetzung des Tonus der Arterien wurde ebenfalls beobachtet. I wirkte auch bei Kranken mit Magen- bzw. Zwölffingerdarmgeschwüren, u. zwar ausgesprochen sedativ. Bei 20 mit Röntgenstrahlen behandelten Kranken trat keine nennenswerte Besserung ein, bei 4 wurde sogar eine Verschlimmerung der subjektiven Erscheinungen beobachtet. (Советская Медицина [Sowjet.-Med.] 14. Nr. 1. 24—26. Jan. 1950. Moskau, Therapeut. Klinik, II. Med. Stalin-Inst.) DU MANS. 4623

**Hans Friedrich Zipf**, *Die Beeinflussung des Bezold-Jarisch-Reflexes durch zentralwirksame Analeptica und Sympathicomimetica*. Am wirksamsten von allen untersuchten zentral angreifenden Analeptica erwies sich gegenüber dem tierexperimentellen, durch *Veratrin* oder *Viscotoxin* erzeugten Kollaps (BEZOLD-JARISCH-Effekt) CO<sub>2</sub>, zu 5—10% mit Luft gemischt. *Coramin* u. *Strychnin* waren wirkungslos, *Cardiazol* nur schwach wirksam. *Adrenalin* u. *Sympatol* wirkten vorübergehend, *Perilin* längere Zeit steigend auf Blutdruck u. Pulsfrequenz. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 210. 49—59. 1950. Bonn, Univ., Pharmakol. Inst.) HAUSCHILD. 4623

**Wilhelm Biehler**, *Über die Wirkung steigender überhoher Dauergaben von Veritol (β-[p-Oxyphenyl]-isopropylmethylamin) im Tierversuch*. Da bisher bzgl. des Kreislaufmittels *Veritol* (I) nur akute Vergiftungen untersucht wurden u. akut tox. Dosen eines Heilmittels nichts über die etwaige Verträglichkeit chron. Verabreichung aussagen, wurden Versuchstieren steigende u. überhohe Dosen von I über längere Zeit regelmäßig verabfolgt. Sie führten an Hund, Katze u. Kaninchen zu keinerlei Aortenveränderungen. Wachsende junge Tiere blieben zum Teil an Gewicht u. Wachstum zurück, bei 2 Katzen wurde ein Abfall der Erythrocytenzahl beobachtet. Weitere pathol. Veränderungen ließen sich nicht feststellen. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 210. 105—10. 1950. Ludwigshafen/Rh., Knoll-Akt.-Ges.) HAUSCHILD. 4623

**Travis Winsor**, *Wirkung von SC 1950 (2,6-Dimethyldiäthylpiperidinbromid) auf die periphere Zirkulation*. SC 1950 (G. D. SCARLE CO.) (I) hat nach Befunden an 5 Gesunden u. 21 Patienten mit peripheren arteriellen Störungen eine starke Wrkg. auf die periphere Zirkulation. Dosierung: 0,5 mg/kg innerhalb 15 Min., langsam infundiert. Blutdrucksenkung wurde bei n. Personen u. solchen mit peripheren vasculären Störungen beobachtet. Pulsfrequenz u. Vol. werden beeinflusst. I ist ein wirksames spasmolyt. Mittel u. geeignet, den peripheren Blutfluß zu steigern, es besitzt aber sowohl nach rektaler als auch intravenöser Verabreichung Nebenwirkungen. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 73. 417—23. März 1950. Los Angeles, Calif., Hosp. of the Good Samaritan, Nash Cardiovascular Found.) KUNZMANN. 4623

**Arthur Emmler**, *Entwicklung und Fortschritte der Kollapstherapie der Lungentuberkulose und deren Beeinflussung durch Antibiotica*. Überblick über den heutigen Stand der Kollapstherapie der Lungentuberkulose. Besondere Fortschritte sind durch intracavitäre u. allg. Anwendung von *Sulfonamiden*, *Penicillin*, *Streptomycin*, *p-Aminosalicylsäure* u. *Conteben* erzielt worden. Dies gilt bes. für die Behandlung des tuberkulösen u. mischinfizierten Empyems, bei der Pneumolyse mit nachfolgendem extrapleuralem Pneumothorax u. bei der Thorakoplastik; bei all diesen Operationen lassen sich durch die Anwendung der antiinfektiösen Mittel Operationsinfekte besser beherrschen u. postoperative Komplikationen auf ein Mindestmaß herabsetzen. (Dtsch. med. Rdsch. 4. 5—9. 7/1. 38—41. 14/1. 1950. St. Blasien, Sanatorium für Lungenkranke.) A. HEUSSNER. 4626

**L. Nègre**, *Behandlung der Tuberkulose von Laboratoriumstieren mit Methylantigen in Verbindung mit Streptomycin*. Werden im Tiervers. (Meerschweinchen, Kaninchen) gegen eine künstlich gesetzte Tuberkulose *Methylantigen* (I), eine Lsg. einer *Tuberculin*-Fraktion in absol. Methylalkohol, u. *Streptomycin* (II) zugleich appliziert, so lösen beide Mittel eine solche synergist. Wrkg. aus, die jedes Mittel für sich nicht auszuüben vermag. Durch Kombination von I mit II wird es möglich, die I-Dosis viel höher zu wählen, als es sonst speziell bei Lungentuberkulose möglich u. ratsam ist, da die II-Wrkg. die Toxinbildg. dezimiert u. dadurch die Allgemein-Rk. auf I-Gaben auf ein Minimum reduziert. (Presse méd. 58. 241—42. 11/3. 1950. Paris, Inst. Pasteur.) LAUBSCHAT. 4626

**Carl Riebeling**, *Zur Liquorprognostik der mit Streptomycin behandelten tuberkulösen Meningitis*. Es wird über die Prognose der tuberkulösen Meningitis unter der Behandlung mit *Streptomycin* berichtet. Nach Besprechung der üblichen Befunde wird auf die Bedeutung des *Cl*-Spiegels (als einzig verwertbares sicheres Zeichen) hingewiesen, der sich auch vom Eiweißgeh. des Liquors völlig unabhängig verhielt. (Klin. Wschr. 28. 519. 1/8. 1950. Hamburg, Univ., Psychiatr. u. Nervenklinik.) BALZER. 4626

**R. Ginader und L. Rickmann**, *Die Chemotherapie der Kehlkopf-tuberkulose*. Da die Erkrankung ihren Ausgang von den tieferen Schichten der Submucosa u. nicht von der Schleimhautoberfläche nimmt, kann von der chemotherapeut. Lokalbehandlung nur eine oberflächliche Besserung exsudativer Fälle erwartet werden, eine volle Wrkg. jedoch nur der parenteralen Behandlung zusammen mit den klass. Methoden, Kaustik u. Bestrahlung, zugesprochen werden. Mit Lokalbehandlung erzielte Scheinheilung von Früh- u. exsudativen Fällen (produktive sprechen hierauf überhaupt nicht an) ist möglicherweise auf die ungewollte perorale Verabreichung lokal angewandter Chemotherapeutica, *TB I*, *Streptomycin*, *PAS* u. a., zurückzuführen. (Tuberkulosearzt 4. 340—45. Juni 1950. Schömberg, Kr. Calw, Waldsanatorium Dr. Schröder.) LAUBSCHAT. 4626

**Karl Auersbach und Ingeborg Schütz**, *Resistenz gegen TB I*. Bei vergleichender Sensibilitätsprüfung auf HOHN-Nährböden mit TB-Stämmen aus Sputum vom Behandlungsbeginn u. nach 5monatiger Behandlung mit *Thiosemicarbazon* (*TB I* mit u. ohne *TB VI*) ergibt sich eine Resistenz gegen *TB I* u. *TB VI* im Gegensatz zu *Streptomycin* u. *PAS*. (Klin. Wschr. 28. 373—74. 1/6. 1950. Berlin, Städt. Tuberkulosekrankenhaus Heekeshorn.) HANNS SCHMIDT. 4626

**Walter Gürich**, *Kohlenhydratstoffwechsel und Thiosemicarbazon*. Störungen des Kohlenhydratstoffwechsels nach *Thiosemicarbazon* (*TB I*) (in Dosen von 0,15—0,25 g täglich zur Behandlung von leichten Tuberkulosefällen) werden mit der doppelten Glucosebelastungskurve nach STAUB festgestellt; der Gipfel nach der zweiten Belastung liegt höher als nach der ersten. Bei fortgesetzter Verabreichung wird der zweite Gipfel niedriger, die STAUBsche Probe negativ; ebenfalls 8 Tage nach dem Absetzen von *TB I*. — Eine exkretor. Organschädigung ließ sich nicht mit Sicherheit nachweisen; Diastasewerte in Blut u. Harn waren nicht erhöht, aber die Zeichen der Unverträglichkeit (Brechreiz, Übelkeit, Appetitlosigkeit) gingen nach *Pankreon*-Gaben vorüber. In 2 Fällen wurde ein latenter Diabetes manifest. — Diese leichten Störungen der Insulfunktion dürften wegen der raschen Rückbildungerscheinungen nicht auf herdförmigen, sondern auf diffusen Organschädigungen beruhen. (Aerztl. Wschr. 5. 70—72. 15/2. 1950. St. Andreasberg/Harz, Heilstätte Oderberg.) KLINGMÜLLER. 4626

**von Varga**, *Neue Beobachtungen über die Infusionstherapie beim Icterus*. Bericht über 25 Fälle, die durch intravenöse Dauertropfinfusionen von physiol. NaCl-Lsg. schnell geheilt wurden. (Med. Mschr. 4. 442—44. Juni 1950. Siegen, Stadtkrankenhaus.) HANNS SCHMIDT. 4628

**Jean Delay**, *Die Chemotherapie des Alkoholismus*. Vf. unterscheidet zwischen Abschreckmitteln, Ersatzmitteln u. psychotherapeut. Maßnahmen unter Zufuhrenahme der Narcotica. Zur ersten Gruppe zählen *Apomorphin* u. *Tetraäthylthiuram*, zur zweiten Gruppe die große Zahl der euphorisierenden, nicht risikolosen *Weckamine*, zur dritten Gruppe die nicht näher bezeichneten leichten u. mittleren Anaesthetica, deren Anwendung durch den Psychiater die oft wirksamste Maßnahme in hoffnungslosen Fällen darzustellen pflegt. (Presse méd. 58. 13. 7/1. 1950.) LAUBSCHAT. 4628

**J. E. Wilson**, *Mepacrinhydrochlorid bei der Behandlung von Vogelcoccidiose*. Nach neueren Verss. ist *Mepacrinhydrochlorid* im Vgl. zu *Sulfamezathin-Natrium* zur Behandlung von akuter caecale Coccidiose der Kücken weniger geeignet. (Vgl. C. 1950. I. 436.) (Nature [London] 165. 450—51. 18/3. 1950. Lasswade [Eskrove], Midlothian, Poultry Labor.) KUNZMANN. 4628

**H. E. Kleine-Natrop**, *Klinische Gesichtspunkte zu einer neuen Anwendungsform von Schieferöl-Sulfonaten in der Oberflächentherapie*. Bei Fett- oder KW-stoff-überempfindlichen Patienten oder dort, wo eine milde Ichthyolwrkg. erwünscht ist, steht im *Ichthogel* eine neuartige Ichthyolmodifikation zur Verfügung. Es stellt eine völlig fettfreie, wasserlösliche, gallertige echte Öl-W.-Emulsion dar, die Sulfonate des stark S-haltigen DIRSCHENIT-Schieferöls zusammen mit S-haltigen Erdölen ohne besondere Emulgatoren u. Trägerstoffe enthält. Diese „autogene“ Emulsion ist durchaus stabil u. bei luftdichter Aufbewahrung unbegrenzt haltbar. Sie besitzt, wie alle Öl-W.-Emulsionen, echte Kühlwirkung. Das Präp. erscheint bes. vorteilhaft bei Behandlung von Dermatosen, seborrhoischen Ekzemen u. Psoriasis. Bei chron. vegetierenden Pyodermien, ausgedehnten Furunkulosen u. Sykosis lupoides ist es wegen zu geringer Tiefenwrkg. nicht ausreichend. (Dtsch. med. Wschr. 75. 713—15. 26/5. 1950. Kiel, Univ., Hautklinik.) G. SCHULZE. 4628

G. T. Wilkinson, *Die Anwendung von Amphotropin (BAYER; Hexamin-Campher) bei der Behandlung der „Hartballenerkrankung“ der Hunde.* Nach POTTER werden die Symptome in 4 Stadien eingeteilt, denen ein weiteres angefügt wird, das durch nervöse Störungen des Atemmechanismus (Vagushemmung) charakterisiert ist. Besprechung von 35 Fällen. Über 12 Monate alte Tiere haben bessere Heilungsaussichten bei der Anwendung von *Amphotropin* (I). Die Anwendung muß vor dem Erscheinen der Nervenaffektion erfolgen. Die lokale Umgebung hat Einfl. auf die Virusvirulenz. I soll langsam injiziert werden, eine längere Pause zwischen den einzelnen Injektionen ist zuweilen von Vorteil. I hat in einzelnen Fällen eine leicht anregende Wrkg. auf den Sexualkomplex männlicher Hunde ausgeübt. (Veterin. Rec. 62. 453—55. 5/8. 1950. Norwich.) LÜPNITZ. 4628

P. Rohrbach, *Knochenmarkschädigung und Panhämocytopenie durch Hydantoinkörper.* Es wird über 5 Fälle von Epilepsie berichtet, bei denen nach mehrmonatiger Behandlung mit *Hydantoin*-Derivv. Knochenmarkschäden mit schweren Blutveränderungen im Sinne einer Panhämocytopenie auftraten. Zwei der Fälle verliefen tödlich infolge Knochenmarkinsuffizienz. In 2 Fällen soll *Mesantoin* (3-Methyl-5,5-phenyläthylhydantoin) in den anderen sollen *Diphenylhydantoin*-Präp. die Vergiftung herbeigeführt haben. Period. Blutkontrollen sind somit bei der therapeut. Anwendung von Hydantoinderivv. erforderlich. (Schweiz. med. Wschr. 80. 337—40. 1/4. 1950. Bern, Insel-Spital.) BRAUKMANN. 4650

F. Lickint, *Von der vermeintlichen Augenschädigung durch Ersatzkaffee.* Vf. weist nach, daß die immer wieder auftauchende Behauptung über Augenschädigungen durch Ersatzkaffee auf eine Arbeit von HAUFF (1836): „Über die schädlichen Wirkungen des Roggenkaffees“ zurückgeht. Auf Grund von Beobachtungen u. Selbstvers. stellte HAUFF Störungen des Sehvermögens nach Genuß von Roggenkaffee fest, die aber im gleichen Jahre durch KAMMERER als wahrscheinlich durch Unkrautsamenbeimengung verursacht angenommen werden. Nach Ansicht des Vf. kann *Taumelloch* (*Lolium temulentum*) für die beobachtete Schädigung verantwortlich gewesen sein. (Dtsch. Gesundheitswes. 5. 795—97. 22/6. 1950. Dresden-Neustadt, Stadtkrankenhaus.) OETTEL. 4650

Robert Doerr und Hans Schlossberger, *Ergebnisse der Hygiene, Bakteriologie, Immunitätsforschung und experimentellen Therapie.* Forts. d. Jahresberichts über d. Ergebnisse d. Immunitätsforschg. Bd. 26. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer-Verl. 1949. (393 S. m. 45 Abb. u. 1 Port.) 49. DM 68,—.

P. Sédalhan und R. Sohier, *Précis d'hygiène et d'épidémiologie.* Paris: Masson & Cie. 1949. (805 S. m. 208 Abb.) Kl. 8°. fr. 32,—.

## F. Pharmazie. Desinfektion.

Egon Hannig, *Borago officinalis als Heil- und Gewürzpflanze in kritisch-experimenteller Betrachtung.* Übersichtsbericht über Botanik, Etymologie, Anbau, Inhaltsstoffe u. Anwendung des Borretsch (*Borago officinalis*). Das Samenöl (0,1 cm<sup>3</sup>/Tag) hatte bei Mäusen eine schwache laxierende Wrkg., 0,3—0,5 cm<sup>3</sup> wirkten diuretisch. Ein 15%ig. Dekokt der trockenen Droge 5 Wochen täglich Meerschweinchen mit Schlundsonde gegeben, hatte keine nachweisbare Wirkung. Aus Borretsch isolierter Gerbstoff hatte stopfende Wrkg. bei Mäusen. Die Droge gehört also zu den zahlreichen unspezif. Gerbstoff- u. Schleimdrogen. (Pharmazie 5. 35—40. Jan. 1950. Halle, Univ., Pharmazeut. Inst. u. Pharmakol. Inst.) OETTEL. 4782

E. F. Heeger und K. Brückner, *Cereus grandiflorus [L.] Mill. (Selenicereus grandiflorus [L.] Br. et R.), Königin der Nacht.* Übersicht über Botanik, Herkunft, Verbreitung, Kultur, Krankheiten u. Schädlinge der homöopath. gebrauchten *Cereus*-Arten, über deren Inhaltsstoffe (Alkaloide, Glykoside?) wenig bekannt ist. (Pharmazie 5. 30—33. Jan. 1950. Berlin, Ministerium für Land- u. Forstwirtschaft, Sortenamnt.) OETTEL. 4782

R. A. Mayer und Marguerite Mayer, *Solidago Virga aurea L., Goldrute.* Übersicht über Botanik, Nomenklatur, Geschichte, Inhaltsstoffe u. Verwendung der Goldrute (*Solidago Virga aurea L.*). Inhalt: *Gerbstoff*, *Saponin* u. *äther. Öl*, das diuret. wirkt. Verwendung in der Pflanzenheilkunde als Nierenheilmittel bzw. Diureticum. — 61 Literaturstellen. (Pharmazie 5. 82—85. Febr. 1950.) OETTEL. 4782

Josef Klosa, *Die Gewinnung von Penicillinen auf biosynthetischem Wege.* 1. Mitt. *Phenyllessigsäure* (I) verhindert zwar das Keimen von Erbsensamen, fördert aber das Wachstum von Schimmelpilzen. Durch Zusätze von I u. I-Derivv. zur *Penicillin*(II)-Kultur-Fl. konnte die Ausbeute an II erhöht werden, wobei I nicht nur als Wachstumsfaktor, sondern als Baustein für *Penicillin G* wirkt. (Pharmazie 5. 23—24. Jan. 1950. Erfurt, Lessing-Chemie.) OETTEL. 4810

Giuseppe Fracasso, *Haltbarkeit und Konservierung von Adrenalinlösungen biologischen Ursprungs.* Titration mit dem Photozellencolorimeter von Lange. Der Adrenalingeh. von

Lsgg. biol. Herkunft mit einem Zusatz von Fluoriden, Hyposulfiten, Benzoesäure, Nipagin, Thymol u. Chloreton wurde nach Lagerungszeiten bis zu 73 Monaten in Ampullen mit  $O_2$ -freier Atmosphäre u. andererseits nach künstlicher Alterung (15 Min. langes Erhitzen im Wasserbade von 38—40°) nach der colorimetr. Meth. von LANGE u. durch Best. des  $p_H$ -Wertes ermittelt. Die Verss. ergaben nur geringe Unterschiede in der Wirksamkeit der verschied. Konservierungsmittel, dagegen einen sehr großen Einfl. der Sterilisation der Lsgg. auf ihre Haltbarkeit. (Chimica 5. 129—31. Mai. 1950.) KALIX. 4836

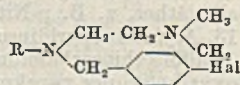
**Richard Neu**, *Bemerkung zu der Arbeit: Über die Analytik der Weckamine von E. Graf.* Ergänzende Ausführungen zu der 1950. II. 1260 referierten Arbeit von GRAF. (Pharmazie 5. 245. Mai 1950.) HOTZEL. 4880

**Erich Wegner**, *Beitrag zur photometrischen Bestimmung der Mohnalkaloide. Die Bestimmung der Mohnalkaloide. Die Bestimmung von Codein, Thebain und Narkotin in reinen Lösungen.* Es wird eine Meth. zur colorimetr. Best. von Codein (100—500  $\gamma$ ), Thebain (20—100  $\gamma$ ) u. Narkotin (0,2—1 mg) angegeben (Diazotierung), die aber nur für reine Lsgg. gilt u. die vorherige Trennung der Alkaloide voraussetzt. (Pharmazie 5. 33—35. Jan. 1950. Forchheim, Tabakforsch.-Inst., Abt.-Arzneipflanzenforschung u. -züchtung.) OETTEL. 4880

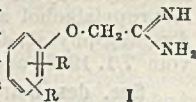
**Imperial Chemical Industries Ltd., London, England, und Canadian Industries Ltd., Montreal, Quebec, Can.,** übert. von: **William Elliott Frew Gates**, Welwyn Garden City, England, *Herstellung von Zahnersatz.* Ein Wachmodell des Zahnes wird in einer Küvette an einem Gipsmodell befestigt, um das Wachmodell ein Kanal gebildet, das Wachs entfernt, in den Kanal eine elast. Dichtung gelegt u. die vom Wachs gebildete Höhlung mit einer plast. knetbaren Mischung aus einer polymerisierbaren Verb. mit einem Kunstharz gefüllt u. polymerisiert. Die dabei entstehende Zusammensetzung der polymerisierenden Mischung wird durch die Relativbewegung der Formhälften kompensiert. (Can. P. 463 195 vom 8/1. 1945, ausg. 14/2. 1950.) PANKOW. 4799

**Eli Lilly & Co.**, übert. von: **Ewald Rohrmann**, Indianapolis, Ind., V. St. A., *Azomethine* der allg. Formel  $CH_3-CH(R_1)-N=CH-R_2$ , worin  $R_1$  eine Alkylgruppe mit 4—7 C-Atomen u.  $R_2$  einen Alkylrest mit 1—3 C-Atomen oder einen Phenylrest bedeuten, besitzen *blutgefäßverengende* Eigenschaften. Man erhält sie durch Einw. entsprechender Aldehyde auf entsprechende 2-Aminoalkane; z. B. aus Benzaldehyd u. 2-Aminoheptan das 2-Benzal-aminoheptan. (Can. P. 466 560 vom 26/7. 1945, ausg. 11/7. 1950. A. Prior. 26/7. 1944.) GANZLIN. 4807

**I. R. Geigy Akt.-Ges., Basel, Schweiz.** *Äthylendiaminderivate* der allg. nebenst. Formel (s. nebenst.), worin R den Phenyl-, 2-Pyridyl- oder 2-Pyrimidylrest u. Hal, F, Cl oder Br bedeuten, erhält man aus einem Amin  $R-NH_2$  durch Umsatz, in beliebiger Reihenfolge, mit einem  $\beta$ -Dimethylaminoäthyl- u. einem p-Halogenbenzylrest, u. durch ähnliche bekannte Methoden. Die Prodd., bes. die p-Chlorverb., haben eine größere therapeut. Breite, bezogen auf das Verhältnis Toxizität zu Antihistamin-Aktivität, als entsprechende nichtsubstituierte Grundkörper. — Beschrieben wird die Herst. von: *N,N-Dimethyl-N'-(p-chlorbenzyl)-N'-(2-pyridyl)-äthylendiamin* (aus 2-( $\beta$ -Dimethylaminoäthylamino)-pyridin u. p-Chlorbenzylchlorid (I), blaßgelbes, viskoses Öl,  $Kp_{0,2}$  154—155°; *Pikrat*, F. 188—190°; *Hydrochlorid*, weißes Kristallpulver, in W. gut lösl., F. 172—174°; *Jodmethylat*, in W. leicht lösl., fast farblose Kristalle. — *N-Phenyl-N-(p-chlorbenzyl)-N',N'-dimethyläthylendiamin* (aus  $\beta$ -Dimethylaminoäthylanilin u. I), schwach gelbes, viskoses Öl,  $Kp_{0,1}$  156,7—157°; *Hydrochlorid*, F. 192—193°, in W. mit neutraler Rk. gut löslich. — *N,N-Dimethyl-N'-(p-chlorbenzyl)-N'-(2-pyrimidyl)-äthylendiamin* (aus 2-( $\beta$ -Dimethylaminoäthylamino)-pyrimidin u. I), fast farbloses, leicht viscoses Öl,  $Kp_{0,1}$  140—142°; bildet mit anorgan. u. starken organ. Säuren gut kristallisierende, in W. leicht lösl. Salze. (Oe. P. 164 533 vom 4/8. 1948, ausg. 25/11. 1949. Schw. Prior. 19/8. 1947.) GANZLIN. 4807



**Ciba Akt.-Ges., Basel, Schweiz.** *Phenoxyacetamide* der Formel I, worin die beiden R in zwei der Stellungen 2, 3 u. 4 stehen u. H, Halogen oder Methylgruppen bedeuten können, zeigen sowohl am versagenden als auch am n. Herzen *stimulierende* Wirkung. — Sie werden nach an sich bekannten Methoden aus am N nicht substituierten Thioamiden, Imidoäthern, Thioimidoäthern entsprechenden Phenoxyessigsäuren durch Umsetzen mit  $NH_3$ , aus entsprechenden Phenoxyessigsäurenitrilen durch Umsetzen mit  $Na NH_2$  oder  $NH_3$  in Ggw. von  $H_2S$  oder mit  $NH_4$ -Salzen in Ggw. von  $NH_3$ , oder aus entsprechenden Amidoximen durch Red. erhalten. — In Beispielen wird die Herst. folgender Verb. nach den genannten Methoden erläutert: *Phenoxyacetamidin*, *HCl* (I), F. 127



bis 128,5°, gut lösl. in W.; *p*-Chlor-I, F. 183—185°; 3,4-Dimethyl-I, F. 202—203,5°; 2,4-Dimethyl-I, F. 176—177°; 3-Methyl-I, F. 179 bis 180,5°; 2-Methyl-I, F. 147,5—148,5°; 4-Methyl-I, F. 169,5—170,5°; 3-Methyl-4-chlor-I, F. 193—194°. (Oe. P. 165 069 vom 19/6. 1948, ausg. 10/1. 1950. A. Prior. 23/6. 1947 u. 28/5. 1948.) GANZLIN. 4807

E. R. Squibb & Sons, New York, N. Y., übert. von: Walter G. Christiansen, Glen Ridge, N. J., und Louis W. Green, New York, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Harnstoffderivaten der Phenylstibinsäure*. Man erhitzt ein Gemisch frisch hergestellter, nichtisotlierter Phenylstibinsäure mit überschüssigem Harnstoff in wss. Medium, filtriert das Reaktionsgemisch u. gibt es zu Aceton, wobei sich ein Prod. abscheidet, das vermutlich folgende Formel besitzt:  $\text{NH}_2\text{CONH} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{SbO}_3\text{HNH}_4$ . Man löst es in W., filtriert nach 2tägigem Stehen das Unlös. ab u. versetzt das Filtrat mit Aceton, wobei sich eine „Bramacharoidverb.“ abscheidet, die sich für die *Behandlung von Tropenkrankheiten*, bes. von *Kala-Azar*, eignet. (A. P. 2 488 268 vom 6/10. 1945, ausg. 15/11. 1949.) BRÜSAMLE. 4807

Chinoin Gyógyszer és Vegyészeti Termékek Gyára R. T. (Dr. Kereszty és Dr. Wolf), Budapest, Ungarn, *Herstellung von neuen Thiocarbamidderivaten*, dad. gek., daß man 1. Isothiocarbamid- $\alpha$ -alkoxyalkyläther mit arom. oder heterocycl. Sulfonsäureradikale enthaltenden Acylierungsmitteln umsetzt; 2. als Acylierungsmittel Halogenide von arom. oder heterocycl. Sulfonsäuren verwendet; 3. Acylierungsmittel verwendet, die ein Radikal der Formel  $\text{A}-\text{Y}-\text{SO}_2-$  (worin A eine Amino-, Alkylamino-, Acylamino- oder acylierte Alkylaminogruppe bzw. einen in eine solche Gruppe umwandelbaren Substituenten, wie eine Nitro- oder Azogruppe bzw. Halogen u. Y einen arom. oder heterocycl. Rest bedeuten); 4. als Acylierungsmittel *p*-Acylaminobenzolsulfohalogenide, wie *p*-Acetaminobenzolsulfochlorid oder Acylaminopyridinsulfohalogenide, z. B. 2-Acetaminopyridin-4-sulfochlorid, verwendet; 5. als Ausgangsstoffe Isothiocarbamid- $\alpha$ -äthoxyäthyläther verwendet; 6. als Ausgangsstoff Isothiocarbamidalkoxymethyläther, bes. den Isothiocarbamidmethoxymethyläther, verwendet; 7. im Falle der Anwendung der Isothiocarbamidäther in Form ihrer Salze, z. B. Hydrochloride, die Acylierung in Ggw. eines säurebindenden Mittels, z. B. Pyridin, Na-Acetat usw. ausführt; 8. Isothiocarbamidätherchlorhydrate in absol. alkoh., bes. methylalkoh. Lsg. mit einer zur Abbindung der HCl ausreichenden Menge eines Alkalialkoholats, bes. bei niedriger Temp., versetzt u. dann ebenfalls bei niedriger Temp. das Acylierungsmittel zusetzt; — 9. aus den acylierten Isothiocarbamid- $\alpha$ -alkoxyalkyläthern die  $\alpha$ -Alkoxyalkylgruppe abspaltet; — 10. als Ausgangsstoffe Arylsulfoisothiocarbamidalkoxymethyläther verwendet; — 11. Acylaminoarylsulfoisothiocarbamid- $\alpha$ -alkoxyalkyläther, z. B. *p*-Acetaminobenzolsulfoisothiocarbamidmethoxymethyläther verwendet; — 12. Nitroarylsulfoisothiocarbamid- $\alpha$ -alkoxyalkyläther, z. B. *p*-Nitrobenzolsulfoisothiocarbamidmethoxymethyläther verwendet; — 13. Acylaminopyridinsulfoisothiocarbamid- $\alpha$ -alkoxyalkyläther, z. B. 2-Acetaminopyridin-5-sulfoisothiocarbamidmethoxymethyläther verwendet; — 14. die Abspaltung der  $\alpha$ -Alkoxyalkylgruppe zweckmäßig durch Erwärmen der als Ausgangsstoffe in Betracht kommenden acylierten Isothiocarbamid- $\alpha$ -alkoxyalkyläther in absol. alkoh., bes. methylalkoh., Lsg. in Ggw. eines sauren Katalysators, z. B. 0,1—0,3%ig. HCl-Gas, bewirkt; — 15. im Falle, daß das Sulfonradikal  $\text{A}-\text{Y}-\text{SO}_2-$  keine freie Aminogruppe enthält, nach beendeter Umsetzung den an deren Stelle befindlichen Substituenten A in eine prim. Aminogruppe umwandelt. — Eine methylalkoh. Lsg. von Methoxymethylisothiocarbamidhydrochlorid wird mit einer gekühlten Na-Methylatlsg. bei  $-10^\circ$  versetzt. Danach wird bei  $-10^\circ$  gepulvertes *p*-Acetaminobenzolsulfochlorid zugegeben. Es bildet sich der *p*-Acetaminobenzolsulfoisothiocarbamidmethoxymethyläther, F. 167°. — In analoger Weise kann man die Acylierung mit Hilfe von *p*-Nitrobenzolsulfochlorid oder mit 2-Acetaminopyridin-5-sulfochlorid ausführen. — Man erhält Ausgangsstoffe für die Herst. therapeut. wertvoller Verbindungen. — Vgl. Belg. P. 452 610; C. 1945. I. 601 u. F. P. 898 995; C. 1948. I. 1254. (Oe. P. 164 790 vom 27/9. 1946, ausg. 10/12. 1949. Ung. Prior. 3/10. 1939.)

M. F. MÜLLER. 4807

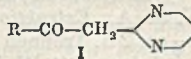
Con Products Refining Co., übert. von: Neal E. Artz, V. St. A., *Herstellung von Alkali-phytaten*. Ca-Phytat, Mg-Phytat oder Phytin wird bei einer Temp. über 93°, später auf 88° fallend, ca. 2—3 Stdn. lang mit wss. Alkalihydroxydls. umgesetzt, aus der das Metallhydroxyd abgeschieden u. das Alkali-phytat mit 10—25% Methylalkohol, A. oder Isopropylalkohol ausgefällt wird. Hierbei ist das Verhältnis zwischen dem trockenen Ausgangsphytat, dem Alkalihydroxyd u. dem W. wie 5 : 6 bis 10 : 2 bis 20. (F. P. 961 350 vom 7/1. 1948, ausg. 10/5. 1950. A. Prior. 17/3. 1947.) OVERBECK. 4807

Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc, Paris, übert. von: Maurice Auguste Fluchaire und Serge Javorsky, Lyon, Frankreich, *Herstellung von 2-(p-Aminobenzolsulfonylamido)-4-methylpyrimidin*. Man kondensiert Benzolsulfonylguanidine, die in *p*-Stellung eine  $\text{NH}_2$ -Gruppe oder eine in diese überführbare Gruppe besitzen, mit 1-Halogen-1-



buten-3-on u. führt gegebenenfalls anschließend den p-Substituenten in die  $\text{NH}_2$ -Gruppe über. Bei der Rk. verwendet man vorteilhaft ein Kondensationsmittel, z. B. Alkali-alkoholat, Mineralsäuren, Pyridin. — In den Beispielen wird p-Acetylaminobenzolsulfonylguanidin in 2-(p-Aminobenzolsulfonamido)-4-methylpyrimidin, F. 235°, übergeführt. — Therapeut. Bedeutung. (A. P. 2 488 081 vom 25/6. 1945, ausg. 15/11. 1949. F. Prior. 22/5. 1944.)

BRÜSAMLE. 4807

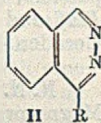
**American Cyanamid Co.**, New York, N. Y., übert. von: James M. Smith jr., North Plainfield, und Barbara Roth, Middlesex, N. J., V. St. A., *Herstellung von 2-Phenacylpyrimidinen* der allg. Formel I, in welcher R ein monocycl. Arylrest ist. Man erhitzt in einer inerten, wasserfreien, organ. Fl. ein Aroyl-  $\text{R}-\text{CO}-\text{CH}_2$   I acetamidin mit einem  $\beta$ -Alkoxyacroleinacetal. — Aus Benzoylacetamidin u.  $\beta$ -Äthoxyacroleinacetal wird 2-Phenacylpyrimidin, F. 148°, erhalten. Dieses kann zu 5-Brom-2-phenacylpyrimidin, F. 145°, bromiert werden. Dargestellt werden ferner: 2-Phenacyl-4,6-dimethylpyrimidin, F. 75°, u. 2-Phenacyl-4-methyl-6-oxypyrimidin, F. 250°. — Verwendung in der pharmazeut. Industrie bzw. als Zwischenprodd. der organ. Industrie. (A. P. 2 487 391 vom 11/3. 1948, ausg. 8/11. 1949.)

BRÜSAMLE. 4807

**Lävösan-Gesellschaft Chemisch-Pharmazeutische Industrie Franck und Dr. Freudl**, Linz, Österreich, *Verfahren zur Herstellung von Lävulose enthaltenden Injektionslösungen*. Man hydrolysiert bis zur pharmazeut. Reinheit gereinigtes Inulin in wss. Lsg., zweckmäßig unter Druck, z. B. in Ggw. von katalyt. wirkenden flüchtigen Säuren, wie  $\text{CO}_2$  oder  $\text{HCOOH}$ , die aus der Lävulose lsg. abgetrieben werden, oder in Ggw. von Säuren, die bei der Neutralisation gesundheitsunschädliche oder therapeut. wirksame Salze bilden, entfärbt gegebenenfalls, filtriert u. sterilisiert die Lsg. ohne Isolierung der Lävulose in an sich bekannter Weise. Die so erhaltenen Lsgg. dienen — intravenös oder auch intraarteriell injiziert — bes. zur Therapie bei parenchymatösen Lebererkrankungen sowie Gefäßschäden, koronaren Durchblutungsstörungen, ferner zur Steigerung der Herzleistung sowie zur Zuckertherapie. — 2 Beispiele. (Oe. P. 165 548 vom 28/11. 1947, ausg. 10/3. 1950.)

RAETZ. 4807

**Ciba Akt.-Ges.**, Basel, Schweiz, *Formylphthalazinyldiazon* (I) erhält man durch Umsetzen von Phthalazinen der allg. Formel II (R = austauschfähiger Substituent, wie veresterte Oxygruppe, Halogenatom, Phenoxy- oder Thioäthergruppe) mit Hydrazin zu 1-Hydrazinophthalazin (III), das mit Formaldehyd zu I weiter umgesetzt wird. — Beispiel: 30 (Gewichtsteile) Phthalazin werden in bekannter Weise in 1-Chlorphthalazin übergeführt, die noch feuchte Verb. wird mit einem Gemisch aus 100 Voll. A. u. 90 Voll. Hydrazinhydrat 2 Stdn. auf dem Wasserbad erhitzt. Beim Erkalten krist. III in gelben Nadelchen, aus Methanol, F. 172 bis 173° (rasches Erhitzen). Mit alkoh.  $\text{HCl}$  das *Hydrochlorid*, F. 273° (Zers.), in W. zu ca. 3% lösl.; *Sulfat* etwas leichter lösl.; *Methansulfonat*, noch leichter. 4,8 III in 15 Volumenteilen Methanol werden bei 60° mit 15 Volumenteilen wss.  $\text{HCHO}$ -Lsg. (40% ig) 10 Min. zum Sieden erhitzt, beim Erkalten fällt I in gelben Kristallen aus, F. 116°. An Stelle von  $\text{HCHO}$  kann auch Paraformaldehyd oder Hexamethylentetramin verwendet werden. — *Arzneimittel*. (Schwz. P. 266 231 vom 29/11. 1946, ausg. 17/4. 1950.)



**Ciba Akt.-Ges.**, Basel, Schweiz, *1-Hydrazinophthalazine*, *3-Hydrazino-* und *6-Hydrazinopyridazine* erhält man durch Umsetzen der durch austauschfähige Substituenten, wie veresterte Oxygruppen, Halogen, Phenoxy- oder Thioäthergruppen, substituierten Phthalazine bzw. Pyridazine mit Hydrazin. — Beispiele: 4 (Gewichtsteile) 3,5-Diphenyl-6-chlorpyridazin (erhalten aus  $\alpha$ -Phenyl- $\beta$ -benzoylpropionsäure durch Kondensation mit Hydrazinhydrat, Oxidation des erhaltenen 3,5-Diphenylpyridazins, F. 162—165°, mit  $\text{Br}_2$  zum 3,5-Diphenylpyridazon, F. 182°, u. Behandlung mit  $\text{POCl}_3$ ; F. 102—103°), werden mit 10 Voll. Hydrazinhydrat in 10 A. 3 Stdn. in einem Bad von 120° erhitzt, dann dampft man im Vakuum zur Trockne ein, gibt 40 gesätt.  $\text{NaHCO}_3$ -Lsg. zu, extrahiert mit 100 Bzl., verjagt Bzl., löst den Rückstand in 2nHCl, dampft zur Trockne ein, wobei man 3,5-Diphenyl-6-hydrazinopyridazindihydrochlorid erhält, aus  $\text{Chlf.}$ , F. 205—208° (Zers.). — Die Umsetzung erfolgt zweckmäßig in Ggw. von Verdünnungsmitteln, erforderlichenfalls auch in Ggw. eines Kondensationsmittels u. außerdem noch eines Katalysators, wie Cu-Pulver. — 3-Chlor-6-phenylpyridazin  $\rightarrow$  3-Hydrazino-6-phenylpyridazin, aus Methanol Blättchen, F. 144°. *Hydrochlorid*, aus verd.  $\text{HCl}$ , F. 233° (Zers.). — 1-Chlor-7-methoxyphthalazin, F. 136° (aus 7-Methoxyphthalazin +  $\text{POCl}_3$ )  $\rightarrow$  1-Hydrazino-7-methoxyphthalazin, F. 160° (Zers.); *Hydrochlorid*, aus wss.  $\text{HCl}$  filzige gelbliche Nadelchen, F. 242,5° (Zers.). — 1-Chlor-4-benzylphthalazin  $\rightarrow$  1-Hydrazino-4-benzylphthalazin, F. 145—146°  $\rightarrow$  1-Chlor-4-methylphthalazin, F. 124°  $\rightarrow$  1-Hydrazino-4-methylphthalazin, Zers. ca. 310°. *Hydrochlorid*, F. 285° (Zers.). — *Blutdrucksenkende Heilmittel* (vgl. vorst. Ref.). (Schwz. PP. 266 284, 266 285, 266 286, 266 287 u. 266 288 vom 21/12. 1945, ausg. 17/4. 1950. Zusatz zu Schwz. P. 262 114; G. 1950. I. 1123.)

KRAUSS. 4809

**Shell Development Co.**, San Francisco, übert. von: **Gino J. Pierotti**, Albany, **Mott Souders jr.**, Piedmont, und **Frederic A. French**, Berkeley, Calif., V. St. A., *Reinigung von Penicillin*. Nach Lösen des Penicillins (I) in Amylacetat, Methylisobutylketon u. ähnlichen Lösungsmitteln wird durch stufenweisen Zusatz von Alkalihydroxyd das I extrahiert. Der  $p_H$ -Wert der Alkalistufen steigt bis auf 8 an. Der wss. Penicillinsalzextrakt wird dann in üblicher Weise konz. u. entweder das Salz oder das I gewonnen. (A. P. 2 488 558 vom 13/8. 1946, ausg. 22/11. 1949.) SCHINDLER. 4811

**Shell Development Co.**, San Francisco, übert. von: **Mott Souders jr.**, Piedmont, Calif., V. St. A., *Extraktion von Penicillin (I) aus wss. Legg. mit Methylisobutylketon (II) bei  $p_H$  ca. 2 u. Trennen der beiden unmischbaren Flüssigkeiten*. Der das I enthaltende Extrakt wird dann mit W. bis  $p_H$  9 gewaschen u. dadurch das I aus dem II entfernt, das durch Dest. wiedergewonnen wird. (A. P. 2 488 559 vom 2/2. 1948, ausg. 22/11. 1949.) SCHINDLER. 4811

—, *General Survey of the B. P. 1948*. Von verschiedenen Autoren. London: Pharmaceutical Press. 1949. (79 S.) s. 5 d. 6.

—, *New and nonofficial remedies, 1949*. Lippincott, Philadelphia: Council on Pharmacy and Chemistry of the American Medical Association. 1949. (805 S.) § 3,—.

## G. Analyse. Laboratorium.

**J. F. Corwin** und **R. Mc Gonigal**, *Augenspüler für allgemeinen Laboratoriumsgebrauch*. Ein Gummibecher mit Abflußlöchern ist an die Wasserleitung (red. Druck) angeschlossen. Das über den Becher gehaltene Auge wird beim Öffnen eines Hahns von dem aufsteigenden Wasserstrom gespült. (J. chem. Educat. 27. 461. Aug. 1950. Yellow Springs, O., Antioch Coll.) BLUMRICH. 5004

**W. R. B. Martin**, *Ein empfindlicher Dampfdruck-Thermoregulator*. (J. sci. Instruments 26. 412. Dez. 1949. New Zealand, Dominion Phys. Labor.) GOTTFRIED. 5046

**J. K. Alderman** und **Basil Standing**, *Korngrößenverteilung*. Trägt man den %-Satz an feinkörnigem Material, das eine gegebene Siebweite innerhalb einer bestimmten Zeit passiert, in Abhängigkeit vom log dieser Zeit (in Min.) graph. auf, so erhält man für *Flußsand* u. *Bleischrot* als Beispiele zwei sich in einem Übergangspunkt schneidende Geraden. (Nature [London] 166. 275—76. 12/8. 1950. Manchester, Univ.) HENTSCHEL. 5048

**N. N. Alexejew**, *Methode zur Gewinnung von Eisenpulver*. Die Herst. des für die Magnetprobe verwendeten Fe-Pulvers erfolgt durch Erhitzen des Gemisches von 10 (Gewichtsteilen)  $Fe_2O_3$  u. 3,5 Turbinen- oder Transformatoröl im Muffelofen auf 750—800°. Nach beendeter Rauchtentw (2—2,5 Stdn.) werden die Porzellan- oder Eisentiegel rasch abgekühlt u. die durch Luft-O oxydierte obere 2—3 mm-Schicht wird entfernt. Das erhaltene Pulver wird im gut geschlossenen Gefäß aufbewahrt. (Заводская Лаборатория [Betriebs-Lab.] 16. 256. Febr. 1950.) LEBTAG. 50052

—, *Tragbares Ultraschall-Materialprüfgerät*. Kurze informat. Beschreibung eines von der Firma SPERRY PRODUCTS, INC., Danbury, Conn., herausgebrachten Geräts für Zwecke der Materialprüfung unter Verwendung von kurzzeitigen Ultraschallimpulsen. Die Beobachtung erfolgt an einem Kathodenstrahlscillographen. (Steel 126. 98. 27/2. 1950.) REUSSE. 5052

**W. Kofler**, *Trennung und Reinigung organischer Substanzen durch Sublimation über Adsorptionsmittel*. Es wird ein Verf. beschrieben, das eine Kombination der gasanalyt. Adsorptionsverff. mit der chromatograph. Adsorptionsanalyse nach TSWETT darstellt. Das zur Adsorptionsublimation dienende Gerät wird im einzelnen beschrieben (Mh. Chem. 80. 694—701. Okt. 1949. Innsbruck.) WESLY. 5062

**L. Rutter**, *Behandlung des Papiers für die Chromatographie einiger Kolloidelektrolyte*. Da die Oberfläche von Filtrierpapier in Berührung mit W. eine schwach negative Ladung aufweist, erfolgt keine Adsorption bei der Entw. saurer Farbstoffe mit Wasser. Dagegen gelingt die Entw. z. B. eines Gemisches von *Tartrazin*, *Geranin*, *Eosin* u. *Fluorescein*, wenn man das Papier zuvor mit einer 0,03%ig. wss. Lsg. von *Cetyltrimethylammoniumbromid* tränkt. In ähnlicher Weise können Netzmittel vom Anionentyp abgetrennt u. die farblosen Adsorbate durch Bepinseln mit einer verd. Lsg. von *Tartrazin* kenntlich gemacht werden. (Nature [London] 166. 273. 12/8. 1950. London, Sir John Cass Coll.) HENTSCHEL. 5062

**J. L. Hales**, *Aufstellung und Benutzung eines registrierenden Doppelstrahl-Infrarotspektrometers*. Beschreibung eines verbesserten Infrarotspektrometers u. Anleitung zur Aufstellung des App. u. zur Ausführung der Messungen. (J. sci. Instruments 26. 359—65. Nov. 1949. Teddington, Middlesex, Chem. Res. Labor.) GOTTFRIED. 5063

**M. C. Bacheider**, *Der Einfluß von Grundbestandteilen auf die spektrographische Messung von sieben Verunreinigungselementen* Vf. untersucht den Einfl. der Grundsubstanzen  $\text{NaCl}$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Fe}$  u. *Kohle* auf die spektrograph. Best. von Beimengungen an *Sn*, *V*, *Be*, *Cd*, *Co*, *Sb* u. *Mn*. Die halbquantitative Meth. von HARVEY („A Method of Semi-quantitative Spectrographic Analysis“, Glendale, Calif., 1947) wird modifiziert, 0,35 mg Pulver werden im Gleichstromkohlebogen vollständig verbrannt. Aus den experimentell ermittelten Intensitätsverhältnissen der Linien des Elements u. des Bezugelements (*Bi* u. *Mo*) in einem Grundmaterial werden Beziehungen für die Intensitätsverhältnisse in anderen Grundsubstanzen gefunden. Bei zweckmäßiger Wahl dieser letzteren liegt die Genauigkeit der Best. der Verunreinigungselemente zwischen dem doppelten u. halben Betrag des richtigen Wertes. (Analytic. Chem. 21. 1366—69. Nov. 1949. Los Alamos, N. M., Los Alamos Sc. Labor., Univ. California.) SCHÖTTLER. 5063

**L. Jenšovský**, *Automatische potentiometrische Titration ohne Elektronenverstärker*. Der Gedanke von MÜLLER (Z. angew. Chem. 41. [1928] 1176), die bei Erreichung der Äquivalenz auftretende Potentialdifferenz zum Anhalten der Titration zu benutzen, wurde wieder vom Vf. aufgegriffen. Dabei wurde die Elektronenverstärkung durch ein einfaches, empfindliches, elektromagnet. Relais (Syst. DEPRez), mit elektromagnet. Bürettenverschluß kombiniert, ersetzt. Da dieses Relais dem Titrationssyst. elektr. Strom entnimmt u. Polarisation der Elektroden verursacht, ist diese Meth. nur für Red.-Oxydations-Titrationen mit bimetal. Elektroden anwendbar. Für oxydometr. Titrationen geeignet ist das Elektrodenpaar *Pt/Graphit*, für reduktometr. Titrationen *Pt/Pyrolusit*. (Chem. Listy Vědu Průmysl 44. 59—66 10/3. 1950. Prag, Karls-Univ., Inst. für anorgan. Chem.) FREYTAG. 5066

#### a) Elemente und anorganische Verbindungen.

**R. S. Ingols, E. H. Shaw, W. H. Eberhardt und J. C. Hildebrand**, *Bestimmung des Fluoridions mit Ferrirhodanid*. Die Empfindlichkeit des Ferrirhodanidcomplexes gegenüber Fluoridionen ist auch von den Konz. an  $\text{Fe}^{+++}$ ,  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{H}^+$  u.  $\text{SO}_4^{--}$ -Ionen abhängig. Die störenden Einflüsse von  $\text{Fe}^{+++}$ ,  $\text{SCN}^-$  u.  $\text{H}^+$  lassen sich durch Zugabe von  $\text{ZrOCl}_2$  ausschalten. Die Fluoridionen setzen die  $\text{Fe}^{+++}$ -Konz. herab u. schwächen damit die  $\text{Fe}(\text{SCN})_2$ -Färbung. Das Zirkonylion reagiert mit dem Fluoridion stärker als das  $\text{Fe}^{+++}$ -Ion u. bewirkt eine Zunahme der Farbtintensität, die ein Maß für die Fluoridionkonz. darstellt. Der Einfl. der  $\text{SO}_4^{--}$ -Ionen läßt sich mit  $\text{ZrOCl}_2$  jedoch nicht beseitigen u. muß durch eine Vergleichsprobe ausgeschaltet werden. Auf Grund von Unters. über die Beeinflussung der Rk. durch Reagenkonz.,  $\text{pH}$ -Wert u.  $\text{SO}_4^{--}$ -Konz. wird eine Arbeitsvorschrift zur *Fluorid*-Best. in *W.* gegeben. Zwei Wasserproben von je 100  $\text{cm}^3$  werden mit 1,0  $\text{cm}^3$   $\text{nHClO}_4$  versetzt, so daß ihr  $\text{pH}$ -Wert 1,9—2,0 beträgt, dann werden 1,0  $\text{cm}^3$   $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$ -Lsg. in 0,01  $\text{nHClO}_4$  (0,15 mg  $\text{Fe}^{+++}/\text{cm}^3$ ) u. 1,0  $\text{cm}^3$   $\text{NH}_4\text{SCN}$ -Lsg. (10 mg  $\text{SCN}^-/\text{cm}^3$ ), mit  $\text{NH}_4\text{OH}$  auf  $\text{pH}$  7,5—8,0 eingestellt) zugegeben. Zu der einen Probe gibt man 1,0  $\text{cm}^3$  0,3%ig.  $\text{ZrOCl}_2$ -Lsg., zu der zweiten Probe 1,0  $\text{cm}^3$  dest. Wasser. Daneben wird eine (dritte) Blindprobe aus 101  $\text{cm}^3$  dest. *W.* u. je 1,0  $\text{cm}^3$   $\text{HClO}_4$ ,  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$ -Lsg. u.  $\text{NH}_4\text{SCN}$ -Lsg. angesetzt. Die Lichtdurchlässigkeit dieser drei Lsgg. wird im Vgl. zu *W.* unter Verwendung eines Blaufilters (maximale Durchlässigkeit bei 460—490  $\mu\mu$ ) gemessen. Der Unterschied der Farbtintensitäten in den beiden ersten Proben ist dem Geh. an Fluoridion zuzuschreiben. Der Unterschied zwischen der ersten u. der dritten Probe beruht auf der Ggw. anderer Ionen, vor allem von Sulfat. Die Auswertung der Messungen erfolgt an Hand eines Diagramms oder mit Hilfe eines Nomogramms. (Analytic. Chem. 22. 799—803. Juni 1950. Atlanta, Ga., Georgia Inst. of Technol.) FORCHE. \*248

**Ralph E. Oesper und Joseph J. Klingenberg**, *Verwendung von Glykolsäurederivaten bei der Zirkoniumbestimmung*. Die auf ihre Eignung als Reagens für die quantitative Fällung von Zirkonium aus stark saurer Lsg. nach der Meth. von KUMINS (C. 1947. 1485) untersuchten Glykolsäurederiv. (I) (Mandelsäure [II], o-, p-, m-Nitro-II, p-Brom-II, p-Chlor-II, p-Jod-II,  $\alpha$ -Oxydecaensäure, Benzilsäure, 2-Naphthylglykolsäure, Milchsäure, Glykolsäure u. p-Methyl-II) ergaben alle Fällungen mit Zr. Als am besten geeignet u. II überlegen erwiesen sich p-Brom-II u. p-Chlor-II, die auch in gleicher Weise selektiv wirken wie II, so daß Ti, Al, Fe, V, Cr, Sn, Bi, Sb, Ce, Ca, Th, Cu, Cd u. Ba nicht stören. Bei einigen anderen, sonst ebenfalls vorteilhaft zu verwendenden I störte die mangelhafte Wasserlöslichkeit derselben. Testanalysen wurden mit reinem  $\text{ZrOCl}_2$ , mit einer Fe-Zr-Al-Legierung u. mit einem Zr-Silicat ausgeführt. Abschließend teilen Vf. noch Ergebnisse von Verss. mit, Zr nach der beschriebenen Meth. ohne Veräschung der Zr-I-Verbb. durch direkte Wägung derselben nach Trocknung bei 130° zu bestimmen. Zr ließ sich so auch bei Zusatz von Fremdionen gut bestimmen. Bei entsprechender analyt. Unters. von Legierungen u. Erzen traten jedoch Differenzen auf, die noch geklärt werden sollen. (Analytic. Chem. 21. 1509—11. Dez. 1949. Cincinnati, O., Univ.) GERHARD GÜNTHER. \*319

**V. Majer**, *Pernanganometrische Bestimmung kleiner Thoriummengen*. Zu 5 ml *Th-Sulfat-Lsg.*, entsprechend 30—0,3 mg  $\text{ThO}_2$ , werden 5 ml 2n  $\text{HNO}_3$  gegeben, diese Lsg. wird auf dem Wasserbad erwärmt u. gesätt. Oxalsäurelsg. (ca. 9%ig) bis zu 5 ml zugetropf. Die Lsg. mit dem Nd. wird 1—2 Stdn. weiter erwärmt u. bei n. Temp. über Nacht stehen gelassen. Am anderen Tage wird nach EMICH filtriert, der Nd. 4 mal mit insgesamt 15 ml W., das auf 100 ml 0,5 ml 2n  $\text{HNO}_3$  enthält, durchgewaschen. Den *Th-Oxalat-Nd.* löst man im Becher u. auf dem Filter mit  $2\text{NH}_2\text{SO}_4$  auf, erhitzt die Lsg. auf  $90^\circ$  u. titriert mit 0,01n  $\text{KMnO}_4$ -Lsg. wie üblich. Eine andere Meth. des Vf. entspricht der geschilderten mit dem Unterschied, daß keine  $\text{HNO}_3$  verwendet wird. Die Oxalatfällung erfolgt also bei neutraler Rk., wobei der durchschnittliche Fehler etwas größer ist. Trotzdem führen beide Verff. zu befriedigenden Ergebnissen. (Chem. Listy Vědu Průmysl 44. 68—70. 10/3. 1950. Prag, Techn. Univ., Inst. für chem. Technologie anorgan. Stoffe.)

FREYTAG. \*321

**Hugo Krause**, *Phosphattitration weiterer Schwermetallionen*. Zur Phosphattitration des  $\text{Fe(III)}$ -Ions wird die wenigstens 2 mg  $\text{Fe}^{3+}/\text{cm}^3$  enthaltende, an freier HCl ca. 0,1 mol. Lsg. zu einer ca. 0,13% enthaltenden Diammoniumhydrogenphosphatlsg. genau bekannten Geh. aus einer Bürette zugelassen. Der Endpunkt wird durch die zugesetzte  $\text{NH}_4\text{CNS}$ -Lsg. erkannt, die Temp. der vorgelegten Lsg. beträgt 30—40°. Die gefundenen Werte liegen ca. 0,5—3,0% zu tief. Beim *Ni*-Ion wird die annähernd neutrale Ni-Lsg. zu einer einen ca. 6fachen Überschuß an  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  enthaltenden heißen Lsg. zugesetzt. Nach 10 Min. Stehen auf dem Wasserbad wird der Nd. abfiltriert u. der Phosphatüberschuß nach Zusatz von Essigsäure u. Ammonacetat mit  $\text{ZnCl}_2$ -Lsg. zurücktitriert.  $\text{Cu}^{2+}$  wird ähnlich wie Ni-Ion zu heißer  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ -Lsg. gegeben, die 1,5—2% freie Essigsäure enthält. Nach 10 Min. wird heiß filtriert u. 6mal mit je 3  $\text{cm}^3$  W. gewaschen, das mit Essigsäure u. Ammonacetat versetzte Filtrat wird mit  $\text{ZnCl}_2$ -Lsg. heiß zurücktitriert. Bei  $\text{Sn}^{2+}$  werden 10,00  $\text{cm}^3$  Phosphatlsg., 2,00  $\text{cm}^3$  Ammonacetatlsg. u. 10,00  $\text{cm}^3$  der *Sn*-Lsg.  $\frac{1}{2}$  Min. geschüttelt, abgesaugt u. in 10  $\text{cm}^3$  des klaren Filtrats der Phosphatüberschuß mit  $\text{ZnCl}_2$ -Lsg. bestimmt. *Bi*-Ion ist direkt bestimmbar. Zur heißen *Bi*-Lsg., die nicht viel über 2% freie  $\text{HNO}_3$  u. nicht mehr als 5 mg *Bi*/ $\text{cm}^3$  enthalten darf, wird aus einer Bürette die Phosphatlsg. zugesetzt, der Äquivalenzpunkt ist scharf durch einen Tropfen Phosphatlsg. festzulegen.  $\text{Hg}^+$  ist direkt titrierbar, jedoch ist  $\text{Hg}_3\text{PO}_4$  auch in sehr verd.  $\text{HNO}_3$  leicht löslich. Salpetersäure Lsgg. müssen daher vorsichtig mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  abgestumpft werden.  $\text{Hg}^{2+}$  ist kalt u. heiß direkt titrierbar, jedoch nicht  $\text{HgCl}_2$ -Lsgg. wegen der geringen  $\text{Hg}^{2+}$ -Konzentration. *Titanyl*-Ion ist direkt nicht titrierbar, die Meth. der Rücktitration gibt aber recht befriedigende Resultate. (Z. analyt. Chem. 129. 43—61. 1949. Aschaffenburg.)

SCHÜTZA. \*364

**J. Aubry und G. Turpin**, *Die Bestimmung von freiem Quarz in den Eisenerzen aus Lothringen*. Inhaltlich ident. mit der C. 1950. I. 590 referierten Arbeit. (Rev. Métallurg. 47. 146—47. Febr. 1950.)

HOCHSTEIN. 5290

**Glenn A. Marsh und Hugh J. McDonald**, *Schnelle Identifizierung von Mangandioxyden*. Vf. beschreiben die Meth. der Impulspolarisation u. die entsprechende apparative Anordnung, mit deren Hilfe innerhalb kurzer Zeit die  $\text{MnO}_2$ -Erze auf ihre Eignung als Depolarisator im Trockenelement untersucht werden können. (Analytic. Chem. 21. 936—38. Aug. 1949. Chicago, Ill., Illinois Inst. of Technol.)

FRETZDORFF. 5290

**H. Schurk und N. Konopik**, *Über eine rasche Gesamtanalyse von Eisenhüttenschlacken*. Es wird ein Analysenweg angegeben, der großenteils auf der Kombination bekannter Verff. beruht, aber das Ziel erreicht, die Vollanalyse mit nur 2 Einwaagen, bei Abwesenheit von Sulfidschwefel mit 1 Einwaage, dadurch durchzuführen, daß mit Ausnahme der gravimetr. Best. des  $\text{SiO}_2$  alle anderen Bestandteile, nämlich Fe, Al,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , Mn, Ca u. Mg volumetr. in einer einzigen Aufschlußlg. bestimmt werden. Nur für die Best. des Mn nach dem durch Genauigkeit ausgezeichneten Bismutatverf. werden Verbesserungen für eine einfachere Ausführung u. eine Vorschrift für die Herst. eines feinkristallinen  $\text{NaBiO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  mit 88—95%  $\text{NaBiO}_3$  (I) angegeben. Nach einer Vorbehandlung, durch welche das Mn in stickoxydfreier salpetersaurer Lsg. erhält, oxydiert man es in dieser mit geringem I-Überschuß, filtriert durch ein Jenaer Glasfilter G 4, wäscht mit kaltem W. u. titriert die  $\text{HMnO}_4$  mit  $\text{As}_2\text{O}_3$  bis grün, was durch das Auftreten mehrerer Zwischenfarben erleichtert wird. Halogenionen sind vor dieser Best. zu entfernen; von Metallen stören nur Ce, Co u. in großer Menge Cr. (Österr. Chemiker-Ztg. 51. 63—66. April 1950. Wien, Univ., I. Chem. Labor.)

METZENER. 5300

### b) Organische Verbindungen.

**Marcel Renard und Joseph Jadot**, *Die Mikrobestimmung des Sauerstoffs in organischen Verbindungen nach der Methode von Unterzaucher*. Bericht über die Erfahrungen mit der

zuerst von SCHÜTZE (C. 1940. I. 1715) entwickelten, von ZIMMERMANN (C. 1940. I. 1715) sowie von UNTERZAUCHER (C. 1940. I. 3302) modifizierten Methode. Die Reinigung des  $N_2$  von  $O_2$ ,  $CO_2$  u. W., der Vorgang der Pyrolyse selbst, die Rk. u. Absorption, die Behandlung des  $J_2O_5$ , des granulierten Rußes sowie die Durchführung der Verbrennung u. die Titration des freigesetzten Jods werden eingehend beschrieben. Die Ergebnisse sind sehr befriedigend, die Genauigkeit etwas weniger gut als bei der Mikrobest. von C. u. H. Die benutzte Einrichtung liefert einen konstanten Blindwert von 0,8 ml  $Na_2S_2O_3$ , entsprechend dem von ALUISE u. Mitarbeitern (C. 1947. 1881) mitgeteilten Wert. Es ist notwendig, den Luftertritt in das Gerät zu vermeiden u. es im unbenutzten Zustand unter  $N_2$ -Druck zu belassen. Auf die angegebene Möglichkeit einer teilweisen Verflüchtigung des Quarzes bei hohen Temp. u. Red. des  $SiO_2$ , wobei das hierbei gebildete  $CO$  den Blindwert liefert, wird erneut hingewiesen. (Meded. vlaam. chem. Vereen. 12. 48—54. Jan.-Juni 1950. Liège, Univ., Centre de Microchimie analyt. et préparative, Chim. générale Organique.) FREYTAG. 5352

J. Gordon Hanna und Sidney Siggia, *Bestimmung von Acetylen und monosubstituierten Acetylenen*. Das Verf. beruht auf der Best. des bei der Umsetzung  $2 R-C\equiv CH + K_2HgJ_4 + 2 KOH \rightarrow (R-C\equiv C-)_2Hg + 4 KJ + 2 H_2O$  verbrauchten Alkalis. Zu einer Mischung aus 100 cm<sup>3</sup> Methylalkohol u. 50 cm<sup>3</sup>  $K_2HgJ_4$ -Lsg. (hergestellt durch Auflösen von 50 g  $HgJ_2$  in 250 cm<sup>3</sup> 20%ig. KJ-Lsg.) gibt man die Substanzprobe u. 50 cm<sup>3</sup> 0,5n NaOH u. titriert sofort den NaOH-Überschuß mit 0,5n  $H_2SO_4$  gegen Phenolphthalein als Indicator zurück. Die Best. wird durch die Ggw. geringer Mengen (bis 0,5%) Aldehyd nicht gestört. Beleganalysen für *Acetylen*, *3-Butin-1-ol*, *1-Hexin* u. *Propargylalkohol*. (Analytic. Chem. 21. 1469—70. Dez. 1949. Easton, Pa., General Aniline Film & Corp.) FORCHE. \*520

G. A. Howard und A. J. P. Martin, *Die Trennung der  $C_{12}$  bis  $C_{15}$ -Fettsäuren durch umgekehrphasige Verteilungschromatographie*. Mit dem Ziele, sehr kleine Mengen von Fettsäuren (ca. 2 mg) analyt. zu erfassen, wird unter Anlehnung an die bisher bekannten Verf. eine neue Meth. der Verteilungschromatographie entwickelt. Als hydrophober Träger wird eine mit Dichlordimethylsilan behandelte Kieselgur herangezogen, die die weniger polare Phase als stationäre Phase aus vielen Lösungsmittelgemischen zurückhält. Für Fettsäuregemische erweisen sich wss. Methanol-Octan-, wss. Methanol-Cyclohexan- u. wss. Aceton-Paraffin-Systeme als gut geeignet. Über Herst. der präparierten Kieselgur, der Lösungsm., Herst. der Adsorptionssäulen (20 cm lang, 1,2 cm Durchmesser) u. Beladung derselben, Titration der Eluate mit 0,01n KOH unter  $N_2$  in einer Spezialapp. s. Original. Bei der Behandlung zeigen reine Fettsäuren Gipfelwerte in der Titrationskurve, die für jede einzelne charakterist. sind. Dadurch ist die Analyse von Fettsäuregemischen durch Vgl. der Kurven möglich, wie aus der Prüfung von geradzahigen, unverzweigten Fettsäuren mit 12—18 C-Atomen hervorgeht; auch Fettsäuren mit 22 u. mehr C-Atomen sowie Fettsäuren gleicher Kettenlänge, aber unterschiedlichen Grades des ungesätt. Charakters dürften der Unters. zugänglich sein. Ölsäure verhält sich ähnlich wie Dibromstearinsäure. Elaidinsäure wandert in der Säule rascher als Ölsäure; dies trifft auch auf das Paar Eruca-Brassidinsäure zu. Oxysäuren lassen sich leicht von den zugehörigen gesätt. u. ungesätt. Fettsäuren abtrennen; hierdurch ergibt sich eine Trennungsmöglichkeit der gesätt. von den ungesätt. Vertretern nach vorheriger Oxydation. (Biochemie. J. 46. 532—38. Mai 1950. London, Lister Inst., Med. Res. Council, Unit for Bact. Chem.) TÄUFEL. \*810

H. W. Marlow, *Betitelte Gruppen in den Zimmermann- und Kober-Reaktionen*. Sexualhormone u. verwandte Verb. werden photometr. auf ihre Fähigkeit zur Farbldg. mit ZIMMERMANN- u. KOBER-Reagenzien geprüft. Die quantitative Ermittlung der Lichtabsorption der Reaktionsgg. bei 508  $m\mu$  gibt Aufschlüsse über die strukturellen Bedingungen, die für positiven Ausfall der Z.-Rk. (ZIMMERMANN) u. K.-Rk. (KOBER) erforderlich sind. — Z.-Rk.: Größte Farbtintensität zeigen Verb. mit 17—16ständiger  $CO-CH_2$ -Gruppierung, z. B. *Östron*, *3-Benzoyloxyöstron* u. *3-Methoxyöstron*. Ungesätt. A- bzw. A- u. B-Ringe haben nur geringen Einfl. auf die Lichtabsorption, daher geben *Androsteronacetat*, *Equilin* u. *Equilenin* ebenfalls Farbreaktion. K.-Rk. wird beobachtet bei obengenannten Verb. (mit Ausnahme von Androsteron), ferner bei *Östriol*, *Iso-östriol-A*,  $\alpha$ -*Östradiol*,  $\beta$ -*Östradiolbenzoat* u. *Testosteron*. Weder positive Z.-Rk. noch K.-Rk. zeigen Verb. mit  $CH_2-CH_2-CH_2$  u.  $CO-CO-CH_2$ -Struktur. Das wird an *16-Östron*, *16-Ketoöstron* u. einigen Deriv. bestätigt. Eine Ausnahme macht *3-Methoxy-16-keto- $\alpha$ -östradiol*, das positive K.-Rk. gibt. Vf. diskutiert schließlich die Wrkg. 3-substituierter Methoxy- u. Benzoyloxygruppen auf die Lichtabsorption solcher Verb., die positive Farb-Rk. geben. (J. biol. Chemistry 183. 167—71. März 1950. Dallas, Univ. of Texas, Southwestern Med. Coll., Dep. of Biochem.) SCHÖTTLER. \*3750

- R. Tlojals et M. Le Berre, Manipulations de chimie analytique. Paris: Dunod, 1949. (218 S. m. 9 Abb.) fr. 580.—
- Congrès (11c) du G. A. M. S. Groupement pour l'avancement des méthodes d'analyse spectrographique des produits métallurgiques. Mèru, Olse: J. Brard, 1950. (291 S. m. Abb.) 8°.
- Symposium over microchemie, gehouden te Antwerpen op 11 en 12 Nov. 1949, ter gelegenheid van de 2e Iustrumviering van de Vlaamse Chemische Vereniging. Brüssel: Vlaamse Chem. Vereniging, 1950. (132 S. m. Abb. u. Diagr.) 8°.

## H. Angewandte Chemie.

### II. Feuerschutz. Rettungswesen.

**Karl H. Sroka**, *Über Berufskrankheiten in der Gummiindustrie*. Es werden die den in der Gummiindustrie tätigen Arbeitern drohenden Gesundheitsgefahren u. Maßnahmen zu ihrer Verhütung besprochen. Der Arbeitsprozeß wird beschrieben. (Med. Wschr. 4. 498—501. Juli 1950. Singen, Hohentwiel.) BRAUKMANN. 5910

**Karl H. Sroka**, *Von Berufskrankheiten im Nahrungs- und Genussmittelgewerbe*. Es werden die Berufskrankheiten behandelt, die für folgende Betriebe charakterist. sind: Mülerei einschließlich Dreschen, Bäckereien, Konditoreien, Zuckerindustrie, Kakao-Schokoladeindustrie, Zichoriendarstellung mit Kaffeerösterei, Teigwarenherst., Stärke- u. Kartoffelmehlfabrikation, Schlächtereien, Fischereibetriebe, Konservenindustrie, Kühl- u. Kälteindustrie, Margarineherst., Essig- u. Senffabrikation. (Dtsch. med. Rdsch. 4. 124—29. 4/2.; 152—56. 11/2. 1950.) EISENBARTH. 5910

**Donald Hunter**, *Ratschläge zum Schutze des Arbeiters gegen Verletzungen und Krankheiten*. 2. Mitt. (1. vgl. C. 1950. II. 1989.) Fortsetzung der Besprechung allg. Unfallverhütungsmaßnahmen. Neue Unfallgefahren entstanden u. a. durch die Entw. der neuen Insektenbekämpfungsmittel: z. B. 3,5-Dinitro-o-Kresol, Dinitrophenol, Tetraäthylpyrophosphat, Hexaäthyltetraphosphat, Diäthyl-p-Nitrophenylthiophosphat (Parathion). Vergiftungssymptome sowie Gegenmaßnahmen werden besprochen. (Brit. med. J. 1950. I. 506—12. 4. März. London.) BRAUKMANN. 5910

**Walther Rumpel**, *Ursachen und Verhütung von Explosionen in chemischen Betrieben*. Nach Definition der physikal. u. chem. Faktoren, die bei einer Explosion mitwirken, werden die verschied. Arten der Explosionen mit ihren sek. Nachwirkungen u. die spezif. Gefahren in den einzelnen gefährdeten Industrien neben den allg. bei der Bedienung von Druckgefäßen geschildert u. daraus Maßnahmen zur Verhütung abgeleitet. Ferner werden Angaben über die niedrigsten Zündtemp. u. Zündgrenzen verschied. Gase u. Dämpfe im Gemisch mit Luft u. O<sub>2</sub> gemacht. (Mitt. chem. Forsch.-Inst. Ind. Österreichs 4. 19—22. Mai 1950. Wien.) SCHULENBURG. 5910

—, *Verhütung von Kohlenstaubexplosionen*. Diskussionsbemerkungen zum gleichen Thema (vgl. C. 1950. II. 1269) mit folgenden Gesichtspunkten: Anwendung u. Kontrolle des Gesteinsstaubes, Schiefer-, Kalk- u. künstlicher Staub (Darblax), NaCl-Staub, Auslösevorrichtungen, feuchte u. trockne Arbeitsweise. (Colliery Guard. J. Coal Iron Trades 180. 227—28. 16/2. 1950. The Institution of Mining Engineers.) SCHULENBURG. 5910

### III. Elektrotechnik.

**Hans Jaffe**, *Titanhaltige Erden für elektromechanische Zwecke*. Vf. führt an Hand von vergleichenden Messungen, graph. u. tabellar. zusammengestellt, eine Gegenüberstellung von Quarzkristall, Rochelle-Salz u. TiO<sub>2</sub> bzw. SrTiO<sub>3</sub>, CaTiO<sub>3</sub> durch. Das BaTiO<sub>3</sub>, das an sich vorteilhaft die Eig. piezoelekt. Kristalle mit, therm., mechan. u. chem. Widerstandsfähigkeit vereinigt, wird auf Grund seiner polykristallinen Struktur, der hohen relativen Dielektrizitätskonstanten u. des piezoelekt. Moduls als geeignetes Material angegeben. Es wurde gefunden, daß nach Vorbehandlung des BaTiO<sub>3</sub> im polarisierten elektr. Feld dieses bei Anlegung eines hochfrequenten elektr. Schwingungskreises Kontraktion u. Expansion zeigt, die eine lineare Funktion der Feldstärke darstellt, während die bisher verwendeten Materialien Deformationen proportional dem Quadrat des angelegten Feldes aufweisen. Der verhältnismäßig niedere Preis u. die Möglichkeit der vielseitigen Formgebung (scheiben-, zylinder-, schalenförmig) lassen das Material als bes. geeignet für die Erregung von Ultraschall in Flüssigkeiten erscheinen. (Ind. Engng. Chem. 42. 264—68. Febr. 1950. Cleveland, O., Brush Development Co.) ANIKA. 5976

**H. Smith**, *Herstellung von Berylliumfolie*. Das Prinzip der Herstellungsmeth. beruht auf der Verdampfung des Metalls im Hochvakuum u. Kondensation auf den kälteren Wänden des als Ofen benutzten Pyrexglasrohres. Die Erhitzung geschieht durch Elektronenbeschleunigung. Als Unterlage für das zu verdampfende Metall werden Scheiben von Achesongraphit benutzt, die eine größere Anzahl kleiner Löcher enthielten. Auf diese

Weise wurden leicht fehlerfreie Folien bis zu 30  $\mu$  Dicke erhalten. Durch längere Beschöpfung gelang es 0,16 mm dicke Be-Blättchen zu erhalten, die vollkommen homogen waren u. sich als Fenster für Röntgenröhren eigneten. (J. sci. Instruments 26. 378—79. Nov. 1949. London, Royal Inst., Davy Faraday Res. Labor.) GOTTFRIED. 5988

**National Lead Co.,** New York, N. Y., V. St. A. (Erfinder: **E. Wainer**), *Keramisches dielektrisches Material*. Als dielektr. Material für *Radiokondensatoren* u. ähnliche Vorr. wird eine M. aus 95—5 (Gew.-%)  $MgTiO_3$  u. 5—95  $ZnTiO_3$  verwendet. Zur Herst. werden beide Komponenten gemischt u. bei ca. 1260—1290° gebrannt. Die DEE. u. Verlustfaktoren werden für 8 verschied. Gemische für den Temperaturbereich von 20 bis 150° tabellar. zusammengestellt. (Schwed. P. 126 329 vom 16/5. 1947, ausg. 11/10. 1949. A. Prior. 16/5. 1946.) J. SCHMIDT. 5977

**National Lead Co.,** New York, N. Y., V. St. A. (Erfinder: **E. Wainer**), *Keramisches dielektrisches Material*, bestehend aus Erdalkalitanat u. einer vorzugsweise nicht über 50% liegenden Menge Erdalkalitanat. Derartige Gemische, die auch 3 Komponenten enthalten können, weisen für Radiofrequenzen DEE. > 1000 auf u. zeigen zwischen 20 u. 150° einen stark negativen Temperaturkoeff. dieser Konstante. Sie sollen daher bes. für Kondensatoren in der Radio- u. Fernsehtechnik verwendet werden. — Beispiele, Tabellen. (Schwed. P. 126 477 vom 12/6. 1944, ausg. 25/10. 1949. A. Prior. 11/6. 1943.) J. SCHMIDT. 5977

**Westinghouse Electric Corp.,** East Pittsburgh, Pa., V. St. A. (Erfinder: **E. L. Schulman** und **J. S. Johnson**), *Behandeln von mit Glimmerisolierung versehenen Kupferleitern*. Bei der Isolierung von Cu-Leitern mit einer Glimmerisolierung werden die Effektfaktoren der Leiter bei nicht völligem Anschmiegen der Isolierung häufig beeinträchtigt, was bei flüchtigen Bindemitteln vielfach nicht zu vermeiden ist. Verwendet man ein sich polymerisierendes Bindemittel aus Vinylverb. mit der Atomgruppe  $H_2C=C<$  (sogenannte „bindemittelfreie“ Überzüge), so wird in diesen Fällen die Polymerisation der Bindemittel durch das Cu stark gehemmt. Diese Nachteile werden vermieden, wenn man die elektr. Leiter zunächst mit einem glimmerhaltigen Überzug versieht, diesen Überzug dann so hoch erhitzt, daß das hierbei verwendete Bindemittel zers. u. verflüchtigt wird. Hierzu sind Temp. von ca. 400—450° erforderlich. Erst dann wird ein Harzüberzug, der als Bindemittel polymerisierbare Verb. mit der erwähnten Atomgruppe enthält, aufgetragen u. durch Polymerisieren erhärtet. Hierbei tritt dann die Polymerisationshemmung durch das Cu, das durch das voraufgehende Erhitzen oberflächlich verändert wurde, nicht mehr auf. Als Polymerisationsharze verwendet man z. B. solche aus 76 (Teilen) Propylenglykol, 112 Bernsteinsäure u. 4,9 Maleinsäureanhydrid. Auch Ricinusölsäurepolymerisate sind geeignet. Als Bindemittel kommen vor allem Styrol, Vinylacetat,  $\alpha$ -Methylacrylsäuremethylester, Methylvinylketon, Acrylnitril, p-Chlorstyrol, Alkydalkohol (?) u. Acrylsäure in Betracht. (Schwed. P. 126 548 vom 20/7. 1946, ausg. 1/11. 1949. A. Prior. 20/7. 1945.) J. SCHMIDT. 5977

**Anacoda Wire and Cable Co.,** New York, N. Y., übert. von: **Latimer F. Hickernell**, Dobbs Ferry, N. Y., V. St. A., *Elektrisches Kabel*. In einem äußeren Metallmantel (aus Pb) liegen ein oder mehrere einzelne Leiter. Jeder Leiter ist zunächst mit einer Schicht faserigen Isolationsmaterials bedeckt, das mit einem Isolieröl imprägniert ist. Darüber ist ein aus mehreren Schichten bestehender, in jeder Oberflächenrichtung u. durch seine Dicke hindurch elektr. leitender Streifen gewickelt. Dieser Schichtstreifen besteht aus einem (Pack-)Papierstreifen, der mit Adsorptionskohle (Gasruß) für die Verunreinigungen des Isolieröls imprägniert ist. Auf diesen Papierstreifen ist eine Metallfolie geklebt mittels eines durch einen Geh. von 1—50% Kohleteilchen (Gasruß) elektr. leitenden Klebstoffs. Dieser Schichtstreifen wird so um den mit faserigem Isolationsmaterial umhüllten Leiter gewickelt, daß die Papierschicht innen (auf dem Isoliermaterial) u. die Metallfolie außen (in Berührung mit dem Kabelmantel u. gegebenenfalls mit den Metallfolien der benachbarten Leiter) liegt. Bei Unterbringung mehrerer Leiter in einem Kabelmantel werden die Zwischenräume zwischen den Leitern mit faserigem Material ausgefüllt. — Abbildungen. (Can. PP. 466 495 und 466 496, beide vom 11/2. 1948, ausg. 11/7. 1950.) SCHREINER. 5977

**Hartford National Bank & Trust Co.,** Hartford, Conn., V. St. A., übert. von: **Evert Johannes Willem Verwey**, Eindhoven, Holland, *Elektrische Widerstände* von geringem Temperaturkoeff., hoher Belastbarkeit, Temperaturbeständigkeit u. chem. Resistenz werden hergestellt durch Sintern eines Gemisches aus techn. reinem  $MgO$  u. höchstens ca. 3% reinem  $TiO_2$  bei ca. 1700—2000° in  $H_2$ -haltiger Atmosphäre (ca. 80 (Vol.-%)  $N_2$ , ca. 20  $H_2$ ), die einen  $O_2$ -Geh. von ca. 0,003% des  $H_2$ -Vol. aufweist. (A. P. 2 507 233 vom 9/5. 1946, ausg. 9/5. 1950. Holl. Prior. 6/6. 1941.) KESSEL. 5981

**Egyesült Izzólámpa és Villamossági Részvénytársaság**, Ujpest, Ungarn (Erlinder: **E. Winter**), *Herstellung von Emissionsüberzügen auf Oxydkathoden*. Man fällt Erdalkali-

carbonate aus wss. Lsgg. u. bringt die Fällungen auf die Elektroden auf. Hierbei muß jegliche Berührung mit der Luft vermieden werden, wenn man hochwirksame u. gleichmäßige Überzüge erhalten will. Vorzugsweise werden daher die Ndd. sehr vorsichtig unter Ausschluß von Luft zunächst gewaschen, worauf man das anhaftende W. durch ein mit W. mischbares, organ. Lösungsm., wie Methanol oder A., verdrängt u. schließlich dieses durch ein nicht wasserlös. Lösungsm., wie Isobutylalkohol, verdrängt. (Schwed. P. 123 391 vom 9/2. 1945, ausg. 18/10. 1949. Ung. Prior. 9/2. 1944.) J. SCHMIDT. 5983

**N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken**, Eindhoven, Holland, *Röntgenröhre mit scheibenförmiger Drehanode*. Um die Belastung der Röhre möglichst hoch zu gestalten, wird zur besseren Abführung der Wärme die scheibenförmige Anode mit einer Trag- u. Stützscheibe versehen, die aus Ni oder einem anderen mindestens ebenso hoch schmelz., aber leichter als W. bearbeitbaren Metall besteht. Bes. geeignet sind Mo oder Titaneisen, deren Oberfläche zur Erhöhung der Abstrahlung geschwärzt ist. — Zeichnung. (Schwed. P. 126 334 vom 14/7. 1947, ausg. 11/10. 1949. Holl. Prior. 17/7. 1946.) J. SCHMIDT. 5989

**Hartford National Bank & Trust Co.**, Hartford, Conn., V. St. A., übert. von: **Nikolaas Willem Hendrik Addink**, Eindhoven, Holland, *Selengleichrichter*. Eine Se lösende organ. Fl. (z. B. Piperidin, Chinolin, Pyridin, Triäthanolamin) wird in Luft auf ihren Kp. erhitzt, so daß sie z. T. verharzt (ca. 0,1% Harz in Lsg.). Die mit einer Sperrschicht zu versehenende Se-Fläche wird für ca. 1 Min. bei einer Temp. unterhalb des F. des Se (z. B. bei 180°) in die Fl. getaucht. Roste der Fl. werden durch Verdampfen von der Se-Oberfläche entfernt. Die durch Anlösen der Se-Oberfläche u. Einbettung isolierender Teilchen gebildete Sperrschicht wird in der üblichen Weise mit einer Gegenelektrode versehen. (A. P. 2 510 361 vom 9/4. 1946, ausg. 6/6. 1950. Holl. Prior. 6/4. 1944.) KESSEL. 5991

#### IV. Wasser. Abwasser.

**M. A. Gubar**, *Zur Frage der Wirksamkeit verschiedener Chlorierungsmethoden des Wassers bei Anwesenheit von Ammoniak*. Bei Chlorierung des W. mit Chlorkalk bzw. reinem Kalk wird die baktericide Wrkg. des Cl<sub>2</sub> durch Hinzufügen von NH<sub>3</sub> (0,5 mg N/Liter) gestört. Erst bei Neutralisierung des W. wird das darin enthaltene Cl<sub>2</sub> wirksam. *Pantocid* bleibt durch Hinzufügen von NH<sub>3</sub> in seiner baktericiden Wirksamkeit unbeeinflusst. Bei Herabsetzung des p<sub>H</sub> des W. auf 4,5—5 steigt die baktericide Wrkg. der Cl<sub>2</sub>-Präparate. Die (nach der Meinung des Vf. unwahrscheinliche) schädliche Wrkg. des W. mit herabgesetztem p<sub>H</sub>-Wert auf den menschlichen Körper müßte ausgeschlossen werden. Die korrodierende Wrkg. eines solchen W. auf die Wasserleitungsrohre ist sehr wahrscheinlich. (Гигиена и Санитария [Hyg. u. Sanitätswes.] 1950. Nr. 2. 13—16. Febr.) DU MANS. 6008

**A. A. Meijers**, *Die Beseitigung von Geruchs- und Geschmacksstoffen aus Trinkwasser als Teil des Wasserreinigungsverfahrens*. Beschreibung des „threshold-tests“ zur zahlenmäßigen Best. der Geruchsstoffe; Verwendung akt. Kohle zur Geruch- u. Geschmackslosmachung von W. u. zur Verhinderung des Algenwachstums; Zusatz von Cl in Form von gasförmigem Cl<sub>2</sub> u. von ClO<sub>2</sub> (aus NaClO<sub>2</sub>-Lsg. u. Cl<sub>2</sub>). (Ingenieur [s-Gravenhage] 62. 33—38. 7/7. 1950.) PICKER. 6016

**A. E. J. Pettet, W. F. Collett und T. H. Summers**, *Mechanische Filtrierung von Abwasserabläufen*. 1. Mitt. *Beseitigung von Schlamm*. Nach Verss. in halbertechn. Maßstab werden durch Filtrierung über Kies von 10—18 Maschen oder Anthrazit von 4—18 Maschen bei 4,9—9,7 m/h Filterbelastung 72—92% der Schwebstoffe, 47—78% des BSB u. 12—29% des KMnO<sub>4</sub>-Verbrauches bei 2—3% Spülwasserverbrauch u. zeitweiliger Chlorung der Filter entfernt. Ein Feinsiebfilter mit etwa 15500 Öffnungen von 0,045 mm je cm<sup>2</sup> entfernte 68—77% der Schwebstoffe, 25—52% des BSB u. 17—27% des KMnO<sub>4</sub>-Verbrauches bei 228 mm Druckhöhe gegenüber 0,6—1,5 m bei den Filtern. Die Vergleiche werden nach Erstellung großtechn. Anlagen fortgesetzt. (J. Proc. Inst. Sewage Purificat. 1949. 399—411. 452—57.) MANZ. 6042

**F. Oliver**, *Filtrierung einer Teilmenge des Vorklärbeckenablaufes in Mischung mit einer Teilmenge des Nachklärbeckenablaufes*. Zur Entlastung der Tropfkörperanlage der Nord-Harrogate-Kläranlage wird etwa 1/3 des n. Zulaufs nach dem Vorklärbecken abgezweigt u. gemischt mit einem Teil des Ablaufes aus den Nachklärbecken auf den für die Reinigung des Sturzregengewässers bestimmten Tropfkörpern gereinigt. Damit wurde im n. Betrieb das Gesamtergebnis verbessert u. eine bessere Funktion der sonst zeitweise brachliegenden Tropfkörper für das Regenwasser erzielt. (J. Proc. Inst. Sewage Purificat. 1949. 263—69.) MANZ. 6042

**E. J. Hamlin**, *Abwasserbeseitigung in subtropischen Ländern mit besonderer Berücksichtigung der Südafrikanischen Union und von Mauritius*. Die von europäischen Verhältnissen stark abweichende Ausbildg. der Kläranlagen ist durch die bei geringen Regenhöhen schwierige Wasserversorgung, das zeitweilige Austrocknen vieler Vorfluter, die dünne Besiedelung



u. das starke Anfaulen des Abwassers in den langen Entwässerungsnetzen, sowie die Rücksichtnahme auf spezif. Infektionskrankheiten wie Poliomyelitis, Ancylostomiasis, Ascariden bedingt. Zusammenstellung der für den Entwurf wichtigsten Vorerhebungen über Regenhöhe u. ihre jahreszeitliche Verteilung, Grundwasserverhältnisse, Verdunstung usw. (J. Proc. Inst. Sewage Purificat. 1949. 235—56.) MANZ. 6042

**W. H. Hillier**, *Stadt Bradford — Esholt-Kläranlage*. Beschreibung u. betriebswirtschaftlicher Bericht der neuen Kläranlage. (J. Proc. Inst. Sewage Purificat. 1949. 273—81.) MANZ. 6042

**A. J. Clifford**, *Experimentelle Arbeiten über die Reinigung von Gaswasser*. Nach einem Betriebsvers. konnte die Beigabe von Gaswasser von 0,11 auf 0,51% bei einer Tropfkörperbelastung von 0,688 cm<sup>3</sup>/Tag u. 100% Rücknahme gesteigert werden, wobei etwa 60% der Abbauleistung der Körper auf das Gaswasser entfallen. (J. Proc. Inst. Sewage Purificat. 1949. 458—72. West Bromwich, County Borough.) MANZ. 6042

**S. Briggs**, *Der Betrieb der Crowthorne- und Sandhurst-Klärwerke des Guildford Rural District*. Beheizung des Faulraumes ermöglichte betrieblich stark schwankende Belastungen der Kläranlage erheblich zu erleichtern. Erzielt wurde eine bessere Entschlammung der Becken u. leichtere Entwässerung des Faulschlammes auf den Trockenbeeten. (J. Proc. Inst. Sewage Purificat. 1949. 423.) MANZ. 6042

**L. A. Allen und Eileen Brooks**, *Abtötung von Bakterien in Abwasser und anderen Flüssigkeiten durch Chlor und Chlorcyan*. Bei Zugabe von Cl<sub>2</sub>-Mengen unter dem Cl-Bedarf zu häuslichem Abwasser hängt die keimvernichtende Wrkg. von dem abgesätt. Anteil des Cl-Bedarfs u. von der absol. Höhe der Zugabe ab. Mit Cl-Mengen, die eine mit o-Tolidin meßbare Rest-Cl-Menge hinterlassen, werden nach 15 Min. Kontaktzeit 96,2—98,7% der Keime abgetötet. Bei häuslichem Abwasser folgt auf die Herabsetzung des Keimgeh. ein Nachwachstum, das zu gleichen u. sogar höheren Keimzahlen als vor der Zugabe führt. Um das Nachwachstum zu verzögern, muß eine größere Cl<sub>2</sub>-Menge zugesetzt werden. Die Wirksamkeit der Chlorung ist nicht nur nach der Keimminderung nach kurzer Kontaktzeit, sondern auch nach dem Intervall bis zum Eintritt eines merklichen Nachwachstums zu beurteilen. Ist die Cl-Gabe so hoch, daß die Protozoen abgetötet werden, so übersteigt das Nachwachstum (meist gramnegative, nicht sporenbildende Stäbchen von Proteus u. Pseudomonas pyocyanea) weit die ursprüngliche Keimzahl. In Ggw. von kleinen Mengen Thiocyanat oder Gaswasser wird das Nachwachstum auch bei kleinen Zugaben infolge Bldg. des lange wirksamen Chlorcyans sehr stark verzögert. (J. of Hyg. 47. 320—36. 30/12. 1949. Watford, Water Pollution Res. Labor.) MANZ. 6042

**M. A. Kershaw**, *Zeitweilige Erweiterungen einer kleinen Kläranlage*. Die bis zum Anschluß an eine größere Anlage bestehende Überlastung der Anlage durch konz. Abwasser wurde durch Erstellung einer einfachen freistehenden Tropfkörperanlage behoben. (J. Proc. Inst. Sewage Purificat. 1949. 439—511.) MANZ. 6042

## VI. Silicatchemie. Baustoffe.

**Hans Heide**, *Die Ordnung der farbigen Glasuren in der Wandplatten- und Kachelofenindustrie*. Der Vf. gibt eine systemat. Übersicht u. Einordnung der 5 Glasurgrundtypen u. ihrer Farben in den OSTWALDSchen Farbkreis bzw. Farbkörper. Mit 4 Grundglasuren (Bleibor-, bleifreie Bor-, borarme Blei-, bleiborfreie Glasur) u. 5 Farboxyden (Co<sub>2</sub>O, CuO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Mn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, UO<sub>2</sub>) baut der Vf. 2 Holfarbkreise, 1 Vollfarbkreis u. 1 Trübfarbkreis auf, die trotzdem noch 680 Farben umfassen. Vf. schlägt Kurzbezeichnungen vor u. trifft eine Auswahl von 74 Farben als für die Praxis ausreichend. (Ber. dtsh. keram. Ges. e. V. Vereins dtsh. Emailfachleute e. V. 26. 88—110. Sept./Okt. 1949.)

SCHÜTZ. 6212

**I. P. Kirssanow und N. O. Seldin**, *Über die Verwertung der Ssuworower Tone*. Bericht über betriebsmäßige Verss. zur Herst. feuerfester Steine aus uncinheitlichen Tonen der Ssuworower Vorkommen. Bei geeigneter Auswahl der plast. Spielarten dieser an sich relativ mageren Massen lassen sich rißfreie Erzeugnisse herstellen, wenn rund 33% halbsaure Tone von Tschassow-Jar hinzugesetzt werden. Der Anteil an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> im Rohmaterial schwankt zwischen 30 u. 40%, u. es werden, bei einem Brand bei 1300—1320°, Feuerfestigkeiten bis zu 1730 u. 1740° erreicht. (Огнеупоры [Feuerfeste Mater.] 15. 44—45. Jan. 1950.)

V. MICKWITZ. 6218

**N. F. Dubrow**, *Die Eigenschaft von Dinas im Deckenbogen eines 70 t-Martinofens*. Bericht über Ergebnisse der Prüfung der Dinas-Ausfütterung eines 70 t-Martinofens, die 333 Stahlschmelzen überdauert hatte. Die von der Fabrik in Perwouralsk gelieferten Dinassteine enthielten 95,5—96,0(%) SiO<sub>2</sub>, 0,6—1,0 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub>, 1,0—1,4 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1,9—2,2 CaO, bei einer D. von 2,38—2,40. Üblicherweise wurde der Ofen mit 40—45% kaltem Gußeisen u. 55—60% Schrott beschickt u. mit Generatorgas auf mindestens 1530°

beheizt. Als Hauptursachen für die lange Lebensdauer des Dinasfutters wird die hohe Qualität des Porwouralsker Materials angesehen, langsames Anwärmen des frischgemauerten Futters, allmähliches Einfahren des Ofens u. gleichmäßige Brennrichtung der Gasfackel während der gesamten Beanspruchungszeit der Ofenbögen. Einzelheiten über Aussehen, chem. u. kristallograph. Zus. der Futtersteine nach Abbruch der Bögen werden gebracht. (Орнеупоры [Feuerfeste Mater.] 15, 108—12. März 1950.) v. MICKWITZ. 6218

**W. A. Bron**, *Feuerfeste Materialien für Pechkoksöfen*. Erörterungen über zerstörende Einflüsse auf die feuerfeste Ausfütterung von Öfen zur Erzeugung von Pechkoks. Nach Beschreibung des Zustandes von Dinas- u. Schamottesteinen aus den verschied. Ofenzonen wird an Hand halb-betriebsmäßiger Verss. nachgewiesen, daß die größte Beständigkeit Materialien aufweisen, deren Ausdehnungskoeff. u. Gasdurchlässigkeit gering sind, die jedoch hohe Druckfestigkeit u. Wärmeleitfähigkeit besitzen. Für Dinasmassen sei Rohmaterial auszuwählen, das beim Brennen gesteigerte Tridymit- u. verminderte Cristobalitbdg. gewährleistet, während bei Verwendung von halbsauren u. Schamotteerzeugnissen stark gemagertem Material der Vorzug zu geben ist. (Орнеупоры [Feuerfeste Mater.] 15, 19—28. Jan. 1950.) v. MICKWITZ. 6218

**E. R. Holden**, *Verminderung des Alkaligehaltes im Portlandzement durch Anwendung von Calciumchlorid*. VI. führt Verss. durch, um den Einfl. von  $\text{CaCl}_2$  als Zusatz zum Zementrohmehl in bezug auf den Alkaligeh. des erbrannten Zementklinkers zu klären. Es werden das Naß- u. Trockenverf. untersucht u. die gefundenen Werte für jeweils gleiche Versuchsbedingungen unter Berücksichtigung der Einflüsse der zum Vorwärmen verwendeten alkali- u.  $\text{CaCl}_2$ -haltigen Abgase, der Wrkg. des  $\text{CaCl}_2$  als Flußmittel, der verschied. Brenndauer tabellar. zusammengefaßt, gegenübergestellt u. ausgewertet. Dabei wurde gefunden, daß sich der Alkaligeh. des erbrannten Portlandzementklinkers beim Naßverf. proportional dem zugegebenen  $\text{CaCl}_2$  verringert. Bei 0,75%, bezogen auf Trockengewicht des Rohmehls, verbleibt noch 0,29% Gesamtalkali als  $\text{Na}_2\text{O}$  berechnet. Beim Trockenverf. wurde beim maximalen Zusatz von 1,5% kein Alkali im erschmolzenen Klinker gefunden. (Ind. Engng. Chem. 42, 337—41. Febr. 1950. St. Louis, Mo., Missourian Portland Cement Co.) ANIKA. 6222

**E. L. Ritman**, *Faserbauplatten*. VI. gibt eine kurze histor. Übersicht über die internationale Entw. der Faserplattenindustrie u. -herstellung. Die Vorbearbeitung der Holzfasernach den verschied. Verff. wird besprochen u. nach drei Prinzipien unterschieden: Kaltes Anfeuchten des Materials; Wärmeentw. durch die meehan. Mahlergie. Vordämpfen oder Vorkochen mit W. u. anschließende Mahlung. Zu gleicher Zeit Dämpfen u. Mahlen (Masonit- u. Defibratorverf.). Die Verleimung von Leicht- u. Hartfaserplatten wird geschildert unter Berücksichtigung der Bindemittel u. ihrer Wrkg.; Festigkeiten, Preßzeiten, Preßvorgänge, deren Gefahren u. ihre Vermeidung werden erläutert. Zweck u. Wesen der Temperung u. Konditionierung werden diskutiert u. entsprechende Prüfverff. kurz angegeben. — 23 Schrifttumsangaben. (Chem. Weckbl. 46, 397—401. 10/6. 1950.) WINGCHEN. 6228

**Baupa Akt.-Ges.**, Zug, Schweiz, *Herstellung von Porenbeton*. Dem Anmachewasser für Beton wird neben gasentwickelnden Stoffen noch ein Gemisch aus Harzseifenlsg. u. Mineralöl zugesetzt. Dieses Gemisch wird in der Weise hergestellt, daß man 2 (Gewichtsanteile) mit 25%ig. NaOH getränktes Kolophonium mit 3 Mineralöl, z. B. Spindelöl, auf 50° erwärmt u. das Prod. bei ca. 120° einkocht, worauf das Reaktionsgemisch mit 10 W. verd. wird. Diese Lsg. wird dem Anmachewasser zugesetzt. (Schwz. P. 266 314 vom 30/12. 1947, ausg. 17/4. 1950. Oe. Prior. 4/2. 1946.) HANS HOFFMANN. 6225

**Gebr. Brun Akt.-Ges.**, Bauunternehmung Luzern, Luzern, Schweiz, *Mörtel mit kurzen Erhärtungszeiten*. Zur Herst. des Mörtels wird ein Bindemittel verwendet, bei dem wenigstens 50 Gew.-% aller Teilchen unter 10  $\mu$  liegen u. das keine Bestandteile größer als 30  $\mu$  enthält. Als Bindemittel kommen Zement, hydraul. Kalk oder Gips in Frage. Ein Stabilisator, wie Wasserglas,  $\text{CaCl}_2$ , Cascin oder dgl., kann dem Mörtel in Mengen von 0,1—2% des Bindemittelgewichtes zugesetzt werden. (Schwz. P. 263 901 vom 20/5. 1946, ausg. 16/12. 1949.) HANS HOFFMANN. 6227

**Ernst Frei**, Suhr, Aargau, Schweiz, *Herstellung von Leichtbauplatten*. In einer Gießform wird zunächst ca. ein Drittel der Plattendicke mit einem Baugips enthaltenden Brei ausgegossen. Darüber werden mindestens zwei gekreuzte Lagen von unter sich parallelen Piassavastäben gelegt, worauf bis zu der gewünschten Plattendicke Gipsbrei nachgegossen wird. Das Ganze wird dann getrocknet. (Schwz. P. 266 311 vom 22/7. 1949, ausg. 17/4. 1950.) HANS HOFFMANN. 6229

**A. Maling**, Södertälje, Schweden, *Herstellung von Isolierkörpern, besonders Platten aus Torfmoos*. Das Torfmoos wird nach einer Defibrirung bei einer Temp. von 150—200° in

einer rotierenden Trommel solange behandelt, bis die wachs-, leim- u. gelartigen Stoffe geschmolzen sind u. aus den Capillaren als in W. unlösl., leimartige M. heraustreten. Diese Stoffe hindern dann nach Zusatz des Bindemittels ein Eindringen von W. entlang den Capillaren des Torfmooses. Man erhält auf diese Weise sehr dichte u. nicht hygroskop. Platten. Man kann auch weitere wasserabstoßende Bindemittel, wie Casein, Blutalbumin, zusammen mit dem Bitumen vor dem Verpressen zumischen. (Schwed. P. 126 360 vom 31/10. 1946, ausg. 11/10. 1949.) J. SCHMIDT. 6229

W. G. Balz, Kalamazoo, Mich., V. St. A. (Erfinder: W. G. Balz und L. R. Davidson), *Poliermittel*, enthält außer den üblichen Schleifmitteln (z. B. Polierrot u. Bimsstein) Granitbruchstücke von 12—38 mm, die vorher von hervorstehenden Kanten u. Spitzen befreit wurden, ohne daß hierbei ihre allg. Form wesentlich verändert wurde. Das Poliermittel wird z. B. in Putzmitteln verwendet, wobei dann die Granitbruchstücke die teuren, sonst verwendeten Stahlkugeln ersetzen sollen. (Schwed. P. 126 445 vom 20/10. 1942, ausg. 18/10. 1949. A. Prior. 20/10. 1941.) J. SCHMIDT. 6239

## VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung.

Gotthold Tewes, *Verwertung von Molkereiabwässern für die Landwirtschaft*. Nach bisherigen Erfahrungen kommt als ganzjährige Verwertungsmöglichkeit unverdünnter Molkereiabwässer nur die Grünlandberieselung in Betracht. (Süddtsch. Molkerei-Ztg. 71. 1293—96. 15/9. 1950.) HÜCKSTÄDT. 6296

Luigi Della Gatta, *Neuere Untersuchungen über puglieser Roterden*. 1. Mitt. *Austauschfähiges Kali*. Vf. untersuchte 96 Roterdenproben der Provinz Apulien auf ihren Geh. an austauschfähigem  $K_2O$  nach der Meth. RIEHM. 92 der Proben waren Kreidelerdeböden, 4 gehörten zum Eozän. Der Geh. an austauschfähigem  $K_2O$  lag zwischen 870 u. 300 kg/1 h. Es wurde festgestellt, daß keine Beziehungen bestehen zwischen Gesamt- u. Austauschkali, daß auf den puglieser Böden eine weitere  $K_2O$ -Zufuhr keinen Sinn habe u. daß diese Roterden reicher sind als die übrigen italien. Roterden. (Ann. Speriment. agrar. [N. S.] 4. 169—78. 1950. Bari, Staz. Agrar. speriment.) GRIMME. 6300

J. Livens, *Böden und Gräser von Haut-Lomami*. Bericht über physikal. u. chem. Bodenunterss. im Gebiete von Haut-Lomami, sowie über den Einfl. des Geh. der Böden an  $CaO$  u.  $P_2O_5$  auf das Wachstum der wichtigsten Weidegräser. Die Roterden erwiesen sich als ausgesprochen  $CaO$ -arm gegenüber den Braun- u. Gelberden. Dementsprechend waren die Roterden reicher an  $P_2O_5$ . Bei eventuellen Düngungsmaßnahmen ist auf diese Verhältnisse Rücksicht zu nehmen. Bei Anbaumaßnahmen zur Erzielung ertragreicher Weiden hat die Auswahl auf Grund der verschied.  $Ca/P$ -Verhältnisses der Einzelgräser zu erfolgen. (Bull. agric. Congo belge 41. 349—60. Juni 1950. Löwen, Kath. Univ. Stat. pédolog.) GRIMME. 6304

M. I. Lepnowa, *Schwefelmangel in der Pflanze als eine der Ursachen des Abbaues der Kartoffel*. Ausreichende S-Versorgung trägt zur Gesundung der Kartoffel bei, umgekehrt führt S-Mangel neben anderen Faktoren zu Erkrankungen. Zur Erzeugung guten Saatgutes muß daher auf eine genügende Versorgung mit S geachtet werden. Häufig ist es angezeigt, bei der Düngung  $KCl$  durch  $K_2SO_4$  zu ersetzen. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 71. 721—23. 1/4. 1950. Wiss. Forschungsverinst. für Kartoffelanbau.) JACOB. 6308

Salvatore Di Prima, *Schädliche Wirkungen von Hexachlorcyclohexan auf Pflanzen*. Vf. hat untersucht, welchen Einfl. das Mittel bei den Bekämpfungsmaßnahmen auf die Wirtspflanzen selbst ausübt. In den Verss. wurden eingesetzt: Hafer, Luzerne, Pferdebohnen, Weizen, Mais, Gerste, Reis, Erbsen, Sojabohnen, Hirse, Ricinus u. Wicken. Pflanzenschädigungen zeigen sich vor allem im Wurzelsyst., in geringerem Maße auch im vegetativen System. Die Stärke der Schädigung hängt ab von der Höhe der Gabe, jedoch sind die Pflanzen unterschiedlich anfällig, z. B. Blattpflanzen stärker als Getreide. In den meisten Fällen sind die Schädigungen erträglich gegenüber denen durch die Pflanzenschädlinge. (Ann. Speriment. agrar. [N. S.] 4. 307—20. 1950. Bari, Staz. agrar. speriment.) GRIMME. 6312

E. L. Green, *Haftmittel für staubförmige Fungicide*. Es wird ein App. für labormäßige Prüfungen von Haftmitteln in Stäuben beschrieben. Bei der Versuchsdurchführung wird während des Verstäubens des Fungicids — hier S u. Haftmittel — die vierfache  $H_2O$ -Menge zerstäubt hinzugefügt, um die Versuchsstoffe in  $H_2O$  zu dispergieren. Objektträger werden mit ihren Belägen vor u. nach dem Aussetzen eines künstlich erzeugten Regens gewogen. Nur wenige der 110 geprüften, meist vom Handel angebotenen u. chem. nicht definierten Stoffe ließen S auch nach 8maliger Beregnung noch genügend haften. Befriedigend wirkte z. B. Polyäthylenglykolmonooleat. Oberflächenakt. Stoffe (einschl. Reinigungsmittel) wie Tergitol, Penetrol, Mineralölsulfonate, Bentonite u. Stärkeprodd.

enttäuschen im allgemeinen. (Ind. Engng. Chem. 42. 324—30. Febr. 1950. Beltsville, Md., Agric. Res. Admin. U.S., Dep. Agriculture.) **DÖHRING. 6312**

**K. D. Jacob, Düngemittel.** Krit. Sichtung des Schrifttums über die Best. der wertbestimmenden Bestandteile der Düngemittel. Besprochen werden 186 Arbeiten des neuesten Schrifttums. (Analytic. Chem. 22. 215—21. Febr. 1950. Beltsville, Md., Bureau of Plant Ind., Soils and Agric. Engineering.) **GRIMME. 6322**

**P. W. Werschinin und N. P. Pojassow, Über ein Verfahren zur Analyse von Bodenluft.** Es wird ein Verf. u. eine Vorr. zur Best. von O<sub>2</sub> u. CO<sub>2</sub> im Felde in Bodenluftproben angegeben, wobei CO<sub>2</sub> mit wss. KOH-Lsg. (1 : 2) u. O<sub>2</sub> mit Pyrogallol, später mit metall. Cu in gesätt. NH<sub>4</sub>Cl-Lsg. (in wss. NH<sub>3</sub> 1 : 1) absorbiert wird. (Доклады Всесоюзной ордена Ленина Академии Сельскохозяйственных Наук имени В. И. Ленина [Ber. All-unions landwirtsch. (Lenin-Orden) Lenin-Akad.] 15. Nr. 6. 34—38. 1950. Agrophysikal. Inst.) **V. WILPERT. 6324**

**H. W. Gardner, Eine gegabelte Pipette.** Eine Y-förmige Meßpipette mit Gummikappe an einem Schenkel bewährte sich zum schnellen Abmessen kleiner Flüssigkeitsmengen für die Bodenanalyse u. ist leicht durchspülbar. (Nature [London] 165. 495. 25/3. 1950. St. Albans, Herts., Inst. of Agric.) **BLUMRICH. 6304**

**Enrico Romano, Über die Analyse von Octachlor.** Octachlor, C<sub>10</sub>H<sub>6</sub>Cl<sub>8</sub>, ist ein neuerdings empfohlenes Insektizid. (In Deutschland hat es die Bezeichnung Chlordan.) Der theoret. Cl-Geh. beträgt 69%; das Handelsprod. enthält 60—75%. Zur Wertbest. versetzt man das Prod. in PAc.-Lsg. mit alkoh. KOH u. titriert das Cl nach VOLHARD. (Ann. speriment. agrar. [N. S.] 4. 295—306. 1950. Rom. Staz. chim.-agrar. speriment.) **GRIMME. 6328**

**N. V. Koninklijke Nederlandsche Zoutindustrie, Boekelo, Holland (Erfinder: H. W. Nicolai), Herstellung von Kupferoxychlorid.** Man behandelt eine Lsg. von CuCl<sub>2</sub> in Ggw. von Cu mit O<sub>2</sub> u. gleichzeitig mit Cl<sub>2</sub>. Vorzugsweise verwendet man eine im Kreislauf geleitete Lsg., die 20—100 g, bes. 40—80 g, CuCl<sub>2</sub> im Liter enthält, wobei die Zuführung von Cl<sub>2</sub> so eingeregelt wird, daß die CuCl<sub>2</sub>-Konz. in der Lsg. konstant gehalten wird. Das als Schlamm sich absetzende Kupferoxychlorid wird in einer besonderen Kammer zum Absitzen gebracht, worauf die Lsg. in die Behandlungskammer zurückgeführt wird. Der Flüssigkeitstransport kann durch die eingeblasenen Gase erfolgen. Das Prod. dient bes. zur *Pilzbekämpfung*. (Schwed. P. 126 562 vom 17/12. 1947, ausg. 8/11. 1949. Holl. Prior. 23/12. 1946.)

**J. SCHMIDT. 6313**

**Karlsruher Parfümerie- und Toiletteseifenfabrik F. Wolff & Sohn G. m. b. H., Karlsruhe i. B. (Erfinder: J. W. Kranich und P. A. Nöcker), Ausrottungsmittel für Ungeziefer.** Das Mittel enthält als wesentlichsten Bestandteil den bei der Tabakverarbeitung anfallenden *Tabakstaub* oder Tabaksand, der ca. 0,3—0,5% Nicotin enthält. Daneben enthält das Mittel als Verstärker *Salicylsäureester*, bes. den Phenylester; es wird dann in Paraffinum liquidum verteilt u. soll zur Behandlung von Menschen u. Tieren dienen, ist für diese unschädlich, tötet aber alles Ungeziefer, einschließlich der Brut. (Schwed. P. 126 316 vom 22/9. 1942, ausg. 4/10. 1949. D. Prior. 2/10. 1941.) **J. SCHMIDT. 6313**

## VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

**F. P. Bowden und D. Tabor, Das Festfressen von Metallen.** Wenn Metalloberflächen aufeinander gelegt werden, ist die Fläche, mit der sie sich berühren, gewöhnlich sehr klein. Es wird gezeigt, daß die örtlichen Drucke an den Punkten der wirklichen Berührung genügend hoch sind, um ein plast. Fließen des Metalls hervorzurufen. Auch unter stat. Bedingungen können diese hohen Drucke ein „Kaltschweißen“ zwischen den Oberflächen bedingen, u. die so erzeugten Metallverb. sind sehr fest. Beim Gleiten der Oberflächen aufeinander werden diese Verb. abgeschert, u. es tritt, wenn sie eine höhere Festigkeit als die ursprünglichen Metalle besitzen, eine Beschädigung der Oberflächen auf, die nicht auf die Stelle der ursprünglichen innigen Berührung beschränkt bleibt. Die Größe u. die Zunahme dieser örtlichen Beschädigungen bestimmen den Anfraß von Metallen. Diejenigen Faktoren, die ein örtliches Verschweißen der Metalle erleichtern, erhöhen im allg. die Möglichkeiten für die Bldg. eines ausgedehnten Lochfraßes. Oberflächenhäutchen, welche jedoch eine Verringerung einer lokalen Adhäsion hervorrufen, verringern auch die Möglichkeit zum Anfraß der Oberflächen. (Instn. mech. Engr., J. Proc. 160. 380—83. Dez. 1949. Cambridge, Univ.) **HOCHSTEIN. 6388**

**Nils Sjögren, Die chemischen Vorgänge im Hochofen.** Allg. Überblick. (Mitt. chem. Forsch.-Inst. Ind. Oesterreichs 3. 105—09. Dez. 1949.) **HABEL. 6400**

**Ernst Nowak, Betriebsführung und Bau des Hochofens bei der Verhüttung von rohen Feinerzen.** Unterss. der Reduktionsverhältnisse im Ofenschacht ergaben, daß in einem

verhältnismäßig kleinen Gebiet im oberen Teil des Ofenschachtes die indirekte Red. in sehr erhöhtem Maße stattfindet. Der Verhüttungsvorgang ist daher so zu führen, daß möglichst günstige Bedingungen für die Entsehung einer hohen indirekten Erzred. erzielt werden. Dabei ist wesentlich, daß das Eisen als  $Fe_2O_3$  vorliegt, gleichgültig ob im Roherz, Rösterz oder Sinter. Die Unters. ergab ferner, daß bei den zur Verhüttung kommenden rohen Feinerzen bes. nicht zu große Windmengen u. nicht zu hohe Windtemp. die indirekte Red. sehr günstig beeinflussen u. zu einer gleichmäßigen Durchgasung der feinen Beschickung führen. Es werden Folgerungen für den Ofenbau gezogen. (Stahl u. Eisen 70. 829—36. 14/9. 1950. Sulzbach-Rosenberg.) **HABBEL. 6400**

**H. Bornstein**, *Entwicklung, Bedeutung und Anwendung der Gußeisennorm*. Vf. beschreibt die Entw. der amerikan. Gußeisennorm ausgehend von der Norm A 48-05 aus dem Jahre 1905 bis zur heute gültigen A 48-48 aus dem Jahre 1936, die in den Jahren 1941, 1946 u. 1948 nur kleine Veränderungen erfuhr. Neben dieser Norm besteht noch A 190-47 für dünnwandigen, gut bearbeitbaren Guß mit besonderen Ansprüchen an Genauigkeit u. Oberflächenbeschaffenheit sowie Normen für Fittings, Ventile, Automobilguß u. Rohre. (Foundry 78. Nr. 4. 78. 222—27. April 1950. Molinc, Ill., Deere u. Co.) **KRÄMER. 6402**

**Armand Descy**, *Erstarrung und Gefüge von Gußeisen*. Vf. stellt den Zementitanteil eines Gußeisens in Abhängigkeit von der Abkühlungsgeschwindigkeit dar, wonach der Zementitanteil mit steigender Abkühlungsgeschwindigkeit ein Maximum durchläuft, dann den Wert 0 erreicht, diesen Wert über das sogenannte Ferritfenster beibehält u. dann sprunghaft ansteigt. Die Ferritmenge in der Randzone eines hoch-Si-haltigen Gußstücks steigt in der Reihenfolge: nasse Form, trockene Form, Kokille. Der Ferritrand wird mit steigendem Si-Geh. breiter. Erhöhung der Wandstärke wirkt in gleicher Richtung. Stücke von 12, 24, 48 mm Wandstärke haben im Trockenguß Ferritränder von 0, 2,5, 7 mm; in Naßguß werden die Ferritränder auf 1, 4, 24 mm verbreitert. Wenn man mit einem Eisen von 3,3 (%) C u. 2—2,5 Si in Naßguß Platten von 4 bzw. 40 mm Dicke gießt, hat die 4 mm Platte überall mehr Ferrit als die 40 mm-Platte in der am langsamsten abgekühlten Mitte. In Kokille gegossene Winkelproben zeigen, wenn sie heiß vergossen werden, am Rand eine ferrit. Zone, welche mit tiefer Temp. gegossene Proben nicht haben. Vf. erläutert die vorstehenden Fälle an oben erwähntem Schaubild. — Wenige Schrifttumangaben. (Fonderie 1950. 1973—80. März.) **KRÄMER. 6402**

**C. K. Donoho**, *Festigkeitsprüfung und Festigkeitseigenschaften von Grauguß*. Der Einfl. der Wandstärke auf die Zugfestigkeit ist bei geimpftem Grauguß stetiger u. eher vorherzusagen als bei ungeimpftem. Die Lage eines Eisens in dem Zugfestigkeit-Härte-Schaubild nach J. MACKENZIE gibt Aufschluß über Graphitform u. Verteilung, wobei Lage unter der Parabel unterkühlten Graphit des Typs D, Lage über der Parabel feinklamellaren Graphit in Verb. mit hohen Festigkeitswerten andeutet. Hohe Werte für das Verhältnis Zugfestigkeit : Härte ergeben bei der Schlagprobe hohe Zähigkeitswerte. Die Eig. von Gußeisen mit Kugelgraphit sind am besten durch das Spannungs-Durchbiegungsdiagramm im Biegeversuch oder durch Zerreiðvers. an Probestäben aus Keilblöcken zu erfassen; dieses Eisen hat ein weit höheres Verhältnis Zugfestigkeit : Härte als lamellar-graphit. Gußeisen u. nähert sich den Stählen. Das Verhältnis Druckfestigkeit : Brinellhärte dagegen ist für kugeliges u. lamellaren Graphit annähernd das gleiche. (Foundry 78. Nr. 6. 96—99. 218—19. Juni 1950. Birmingham, American Cast Iron Pipe Co.) **KRÄMER. 6402**

**Jean Dupont**, *Metallische Tiegel für das Schmelzen von Aluminium*. Als Austausch für Graphit-Tiegel werden neben ferrit. Cr-Guß (0,5 [%] C, 1,5 Si, 0,87 Mn, 0,07 P, 0,02 S u. 25—30 Cr), solche aus Grauguß mit 3,2—3,4 (%) C, 2—2,1 Si, 0,7—0,9 Mn, <0,3 P, <0,12 S u. 0,4—0,6 Cr genannt. C liegt verhältnismäßig hoch, um therm. Stoßbeanspruchungen aufnehmen zu können; Si ist so gewählt, daß die Grundmasse perlit. fällt, wobei Cr zur Stabilisierung dient. Erste Verss. ergaben für Grauguß obiger Zus. 100 Schmelzen/Tiegel, für Schwarzkern-Temperguß mit 1,05 (1,24) (%) Si, 0,45 (0,47) Mn, 0,8 P, 0,11 (0,10) S, 106 (77) Schmelzen/Tiegel. Für Al-Guß sollen Tiegel aus Fe-Legierungen nicht genommen werden, wenn der maximale Fe-Geh. 0,45% nicht überschreiten darf. Bei der Konstruktion der Tiegel ist auf gleichmäßig dünne Wandstärke (20—25 mm) u. Ausdehnungsmöglichkeit bei der Erwärmung zu achten. Zahlreiche Konstruktionsbeispiele. (Fonderie 1950. 2017—23. April; Foundry Trade J. 89. 45—48. 13/7. 1950.) **KRÄMER. 6404**

**Jean Gélain**, *Einfluß der Belastungsgeschwindigkeit auf die Zugfestigkeit von Grauguß*. An einem Grauguß mit 3,32 (%) C, 1,88 Si, 0,73 Mn, 0,15 P, u. 0,05 S u. einer Zugfestigkeit von 24 kg/mm<sup>2</sup> im 20 mm Probestab wurde für die Belastungsgeschwindigkeiten von 0,8, 1,6 bzw. 3,2 kg/mm<sup>2</sup>/Sek. festgestellt, daß die Belastungsgeschwindigkeit keinen Einfl. auf die Zugfestigkeit hat. Diskussionsbeitrag von **P. Bastien**: Bei Probestäben

mit glatten Köpfen steigt die Streuung mit steigender Belastungsgeschwindigkeit stark an, da unkontrollierbare Biegemomente in immer stärkerem Maße auftreten. Für Probe-  
stäbe mit Gewindeköpfen dagegen ergibt sich nur eine schwache Streuung mit einem  
Minimum bei einer Belastungsgeschwindigkeit von 1 t/Sekunde. (Fonderie 1950, 1933 bis  
1940, Febr.) KRÄMER. 6404

Milton Tilley, *Einfluß der Oxydation im Kupfeln auf das Glühverhalten von Temper-  
guß*. In Abhängigkeit vom Si-Abbrand ermittelte Werte für die Zahl der Temperkohle-  
keime/mm<sup>3</sup> liegen bei 0% Abbrand um 4000, bei 25% um 2500 u. bei 35% um 500. Der  
mittlere Wert ist als n. zu betrachten. Wird er um nur 6—7% überschritten, fällt die  
Keimzahl schon auf nur 550, wodurch die Graphitisierungsgeschwindigkeit gleichfalls  
abfällt. Bei 35% Si-Abbrand ist schon der Punkt erreicht, wo sich der Carbidzerfall wirt-  
schaftlich nicht mehr durchführen läßt. Für Schmelzen mit starker bzw. schwacher  
Oxydation sind die Zusammenhänge zwischen Keimzahl u. Abbrand dargestellt. (Foundry  
78, Nr. 5. 142—43. 313. Mai 1950. Cleveland, National Malleable and Steel Castings Co.)  
KRÄMER. 6406

Gabriel Joly, *Festlegung des Glühprozesses für Schwarzkerntemperguß*. (Vgl. C. 1947.  
Erg.-Bd. 603.) Die Temp. der Primärgraphitisation kann um so höher liegen, je kleiner  
die Temperaturdifferenzen an verschied. Punkten des Ofens sind. 940° sollen nicht über-  
schritten werden. Die Temp. der Sekundärgraphitisation steigt mit dem Si-Geh.: bei  
0,8—1 (%) Si: 725°; bei 1—1,2 Si: 730°; bei 1,2—1,4 Si: 735°; bei 1,4—1,6 Si: 745°.  
Um den Zerfall des freien Zementits zu beschleunigen, soll der Einsatz möglichst schnell  
auf Temp. gebracht werden. Der ARDENNEN-Temperofen benötigt 30 Stdn., der Kohlen-  
staubofen mindestens 40 Stdn. u. der mit Masut beheizte Ofen 15—20 Stunden. Die  
Haltezeiten werden durch Glühen von zylindr. Proben (16 mm Durchmesser, 25—30 mm  
hoch) in mit Quarzsand gefüllten Rohren bestimmt. Nach 2½ Stdn. bei 930° entnimmt  
man dem Laborofen die erste Probe, steigert die Glühzeit stufenweise bis auf 40 Stdn.  
u. bestimmt den Zeitpunkt des Verschwindens von freiem Zementit. Bei 730° hält man  
zunächst 10 Stdn., steigert bis auf 100 Stdn. u. bestimmt den Zeitpunkt des völligen  
Perlitzerfalls. Die Abkühlung von 930 auf 730° erfolgt in 12 Stunden. (Fonderie 1950,  
2097—99. Juni.) KRÄMER. 6406

Anton Pomp und Max Hempel, *Dauerfestigkeit von Schraubenfedern unterschiedlicher  
Fertigungsart*. (Arch. Eisenhüttenwes. 21. 243—62. Juli/Aug. 1950. Max-Planck-Inst. für  
Eisenforschung.) HABELL. 6408

Anton Pomp und Max Hempel, *Dauerfestigkeit von Schraubenfedern bei erhöhter  
Temperatur*. (Arch. Eisenhüttenwes. 21. 263—72. Juli/Aug. 1950. Max-Planck-Inst. für  
Eisenforschung.) HABELL. 6408

H. Umstätter, *Gegenwartsfragen der Strukturmechanik*. An theoret. Unters. über  
rheolog. Erscheinungen unter Berücksichtigung dessen, daß die Viscosität u. damit die  
Relaxationsdauer selbst zeitabhängig sind (MAXWELLSches Stoffgesetz), wird gezeigt,  
daß die Fließerscheinungen eine erhebliche prakt. Bedeutung haben u. daß oft der eigen-  
tümliche Zufallscharakter der Werkstoffprüfungen auf das Fließen zurückzuführen ist.  
Es besteht daher nicht ohne weiteres die Berechtigung, die an Werkstücken gemessenen  
Verformungsgrößen, wie Zähigkeit, Elastizität u. Scherverformung als feste Zahlenwerte  
hinzunehmen, weil in Wirklichkeit in allen Werkstoffen Fließerscheinungen auftreten.  
Diese werden aber meist gar nicht beachtet, da die Zeitspanne ihres Ablaufs gegenüber  
der n. Versuchsdauer zu kurz oder zu lang ist. An Hand von Raumdiagrammen werden  
Kriechvorgänge in festen Stoffen, die zähelast. Hysteresis u. Streckhärtung bei Fließ-  
vorgängen besprochen. (Z. Ver. dtsh. Ing. 92. 57—61. Jan. 1950. Berlin.)

MEYER-WILDHAGEN. 6480

Kurt Lücke, *Neue Arbeiten über Rekristallisation aus der Schule von R. F. Mehl, Pitts-  
borough, USA*. Es werden die indirekte Best. der Keimzahl u. der linearen Keimwachs-  
tumsgeschwindigkeit aus Gefüßgrößen u. die direkte Messung derselben besprochen. An-  
schließend werden Problemstellungen aus diesen Arbeiten herausgearbeitet. (Z. Metall-  
kunde 41. 114—24. April 1950. Göttingen, Univ., Inst. für allg. Metallkunde.)

HILGERS. 6480

W. A. Wood, *Der Mechanismus des Kriechens von Metallen*. Frühere Arbeiten über  
die Verformung von Metallen bei höheren Temp. haben gezeigt, daß die Körner zu  
einer Sub-Struktur von Elementen dissoziieren, deren Größe einem der Verformungs-  
temp. u. Spannung entsprechendem Gleichgewichtswert zustrebt. Die Einzelheiten dieser  
Erscheinung wurden an angelassenem Al untersucht. Es wird gezeigt, daß die Art des  
Zerfalls durch die Größe der Spannung bedingt ist. Bei größeren Spannungen wird die  
Dissoziation des Korns von einer Veränderung der Struktur begleitet, bis durch fort-  
laufende Verformung die sogenannte Sub-Struktur entsteht. Dieser Vorgang ist mit  
zunehmender Erweichung des Metalls verbunden. Bei niederen Spannungen geht der

Dissoziationsvorgang des Kernes direkt vor sich, d. h. ohne vorherige Veränderung der Gitterordnung. (J. Inst. Metals 77. 423—34. Juli 1950. Melbourne, Australien, Univ.)  
Gov. 6480

**Whitehead Brothers Co.**, New York, übert. von: Burgess P. Wallace, Brooklyn, N. Y., V. St. A., *Synthetischer Gießereiformsand*. Ein Modellsand mit bes. guten Eigg. wird unter Verwendung von tonhaltigem Sand hergestellt durch Zusatz von 0,5—5% der festen Teilchen eines polymerisierten, unschmelzbaren Harzkondensationsprod., das erhalten wird durch Rk. eines mehrwertigen Alkohols, z. B. Glycerin, mit organischen Säuren, z. B. Phthalsäure oder Phthalsäureanhydrid. Dieses Kondensationsprod. ist nahezu frei von festem C u. flüchtig bei der Temp. des geschmolzenen Eisens. Es ist in der Lage, große Mengen von Ruß zu entwickeln, wenn es in der Form während des Gießens bei Luftmangel verbrannt wird. (A. P. 2 501 297 vom 31/5. 1947, ausg. 21/3. 1950.)

BÜLTMANN. 6383

**Mechanite Metal Corp.**, übert. von: William Worly Kerlin, Cleveland Heights O., V. St. A., *Herstellen von Gießereiformsand*. Es werden 3,2 (Teile) Bentonit mit 32,3 pulverisiertem Porzellanton trocken gemischt. Dann werden bei kräftiger weiterer Mischung 64,2 W. langsam zugegeben. Der entstandene Brei muß daraufhin mehrere Stdn. stehenbleiben, ehe er weiter verarbeitet wird. Für die Formsandmischung sind 91 getrockneter Quarzsand u. 9 des Tonbreis miteinander zu mischen. (A. P. 2 504 133 vom 22/3. 1947, ausg. 18/4. 1950.)

BÜLTMANN. 6383

**Birlec Ltd.**, Birmingham, England, *Herstellung von Temperguß* durch Behandlung von auf über 900° erhitzten Temperrohgußstücken mit einem entkohlenden Gasgemisch. Die Behandlung wird in einer prakt. gasdichten Kammer vorgenommen u. das Gasgemisch durch Verbrennung von Kohlenstoffverb. enthaltenden Gasen mit einer solchen Menge von Luft hergestellt, daß das erhaltene Gasgemisch einen entkohlenden u. einen reduzierenden Bestandteil enthält. Ein derartiges Gasgemisch kann durch geregelte Verbrennung von Holzkohlen- oder Kohlengeneratorgas, Kokereigas oder Leuchtgas mit berechneten Luftmengen u. durch Abscheidung unerwünschter Reaktionsprod. erhalten werden. Das entkohlende Gasgemisch kann folgende Zus. aufweisen: 2—25 (%) H<sub>2</sub>, 4—9 CO<sub>2</sub>, 0,1—3 H<sub>2</sub>O, 6—25 CO, Rest N<sub>2</sub>. (Schwz. P. 267 457 vom 3/5. 1947, ausg. 17/7. 1950. E. Priorr. 4/4. 1941 u. 1/4. 1942.)

HABEL. 6407

**Union Carbide and Carbon Corp.**, New York, übert. von: Russell Franks und William O. Binder, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Legierungen für hohe Temperaturen*, die über 650° hitzebeständig u. warmfest u. ferner be- u. verarbeitbar, gießbar u. schweißbar sind, bestehen aus Fe (>5[%]) mit bis 1 C, 15—25 Cr, 25—45 Ni, 10—25 Co, 10—15 W, bis 3,5 Mo, 0,5—3 mindestens eines der Elemente Nb, Ta, Ti u. V (wobei der Geh. jedes einzelnen dieser Elemente <2 u. des Ti <1,5 sein soll) u. 0,05—0,25 N. Ferner können bis 2 Mn u. bis 1 Si vorhanden sein. Als Beispiel ist angegeben: 0,14 C, 20 Cr, 40 Ni, 20 Co, 3 Mo, 11 W, 1 Nb, 0,1 N u. Rest Fe. (A. P. 2 513 469 vom 9/5. 1946, ausg. 4/7. 1950.)

HABEL. 6411

**Union Carbide and Carbon Corp.**, New York, übert. von: Russell Franks und William O. Binder, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Eisenlegierungen mit großer Warmfestigkeit* bei hohen Temperaturen, die bei >370° hitzebeständig u. ferner be- u. verarbeitbar, gießbar u. schweißbar sind, bestehen aus Fe (>10[%]) mit bis 0,35 C, 10—30 Cr, 10—40 Co, 0—7,5 Mo, 0,5—15 W (bei Abwesenheit von Mo jedoch mindestens 7,5 W), 0,5—3 mindestens eines der Elemente Nb, Ta, Ti u. V (wobei der Geh. jedes einzelnen dieser Elemente <2 sein soll), 0,05—0,25 N, bis 2 Mn, bis 1 Si, bis 15 Ni u. Rest Fe. Als Beispiel ist angegeben: 0,15 C, 18 Cr, 30 Co, 0,5 Mo, 15 W, 1 Nb, 0,12 N, 10 Ni, Rest Fe. (A. P. 2 513 470 vom 9/5. 1946, ausg. 4/7. 1950.)

HABEL. 6411

**Union Carbide and Carbon Corp.**, New York, übert. von: Russell Franks und William O. Binder, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Legierungen für hohe Temperaturen*, die über 370° hitzebeständig u. warmfest u. ferner be- u. verarbeitbar, gießbar u. schweißbar sind, bestehen aus Fe (>5[%]) mit bis 0,35 C, 10—30 Cr, 10—45 Co, 0—7,5 Mo, 0,5 bis 15 W (bei Abwesenheit von Mo jedoch mindestens 7,5 W, bei Anwesenheit von Mo jedoch höchstens 10 W), 0,5—3 mindestens eines der Elemente Nb, Ta u. Ti (Ti <2), 0,01—3 Al u./oder B (B <0,7; bei Abwesenheit von B jedoch >0,5 Al) u. bis 0,25 N. Als Beispiel ist angegeben: 0,1 C, 18 Cr, 40 Co, 15 W, 1 Nb, 0,5 B u. Rest Fe. (A. P. 2 513 471 vom 9/5. 1946, ausg. 4/7. 1950.)

HABEL. 6411

**Union Carbide and Carbon Corp.**, New York, übert. von: Russell Franks und William O. Binder, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Legierungen für hohe Temperaturen*, die über 370° hitzebeständig u. warmfest u. ferner be- u. verarbeitbar, gießbar u. schweißbar sind, bestehen aus Fe mit bis 0,35(%) C, 10—30 Cr, 10—45 Co, 0—7,5 Mo, 0,5—15 W (bei Abwesenheit von Mo jedoch mindestens 7,5 W), 0,01—3 Al u./oder B (B <0,7;

bei Abwesenheit von B jedoch  $>0,5$  Al) u. bis 0,25 N. Als Beispiel ist angegeben: 0,12 C, 18 Cr, 40 Co, 15 W, 0,6 B u. Rest Fe. (A. P. 2 513 472 vom 9/5. 1946, ausg. 4/7. 1950.)

HABELL 6411

Westinghouse Electric Corp., East Pittsburgh, übert. von: Robert K. McGeary, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Magnetische Legierung* mit hohem spezif. elektr. Widerstand, geringer Koerzitivkraft, geringen Hystereseverlusten, hoher Permeabilität u. guter Verarbeitbarkeit besteht aus Fe mit  $<0,01$  (%) C, 33–37 Co u. 1,9–2,1 Cr (vorzugsweise mit  $<0,01$  C, 35 Co u. 2 Cr) u. ist bei 725–775° in  $H_2$ -Atmosphäre geglüht. — Diagramm. (A. P. 2 512 358 vom 6/8. 1948, ausg. 20/6. 1950.)

HABELL 6411

Soc. d'Électro-Chimie, d'Électro-Métallurgie et des Aciéries Électriques d'Ugine, Paris, Frankreich (Erfinder: R. M. V. Perrin), *Herstellung von Eisenlegierungen*. Bei der Herst. von Ferrolegierungen, bes. *Ferrochrom, Ferronickel, Ferrotitan u. Ferromolybdän* mit einem niedrigen Geh. an C u. Si bereitet man zunächst eine Vorlegierung mit hohem Si- u. niedrigem C-Gehalt. Diese wird dann in 2 Stufen entkieselt. Hierbei wird in der 1. Stufe eine partielle Entkieselung mit Hilfe einer Zwischenschlacke aus der 2. Stufe vorgenommen. In der 2. Stufe wird der Si-Geh. auf den gewünschten Wert gebracht mit Hilfe einer frischen Schlacke mit hohem Geh. an dem Metalloxyd, das man in die Legierung einführen will. Beide Stufen werden durch Umrühren oder anderweitiges Durchmischen von Schlacke u. Metallschmelze gefördert. Bei dieser Arbeitsweise wird das gesamte Metall, das zulegiert werden soll u. sich in der ursprünglichen Schlacke befindet, prakt. vollständig verwertet. Die Herst. der Vorlegierung wird hierbei in einem sauren Ofen durchgeführt, wodurch z. B. bei der Herst. von Chromsiliciumvorlegierungen ca. 20–30% der erforderlichen elektr. Energie eingespart werden können. Z. B. beschickt man den Ofen mit 150 (Teilen) Chromerz, 190 Quarz u. 98 Koks. Man erhält dann eine Vorlegierung mit 45 (%) Si, 0,030 C u. 40 Cr, Rest Fe. Dieses Chromsilicium wird mit 365 kg Schlacke aus der 2. Entkieselungsstufe, die 7  $Cr_2O_3$ , 25  $SiO_2$ , 0,2 Fe, 9,5  $Al_2O_3$ , 46 CaO u. 11,5 MgO enthält, 2 Min. unter kräftigem Durchmischen behandelt. Man erhält 395 kg teilweise entkieseltes Chromsilicium mit 32 Si, 52 Cr u. 0,027 C, während in der Schlacke nur 0,5 CrO u. 0,14 FeO verbleiben. Die teilweise entkieselte Chromsiliciumlegierung wird in der 2. Stufe mit 1500 kg einer aus 103 (Teilen) Chromerz u. 80 Kalk erhaltenen Schlackenschmelze (Zus. 33 Si, 51 Cr u. 0,027 C) ca. 2 Min. unter Durchrühren behandelt. Man erhält ein Ferrochrom mit 0,12 Si, 0,024 C, 73,5 Cr, Rest Fe. (Schwed. P. 126 544 vom 5/8. 1944, ausg. 1/11. 1949. F. Prior. 4/8. 1939.) J. SCHMIDT. 6419

General Electric Co., übert. von: Edward Epremian, Schenectady, N. Y., V. St. A., *Kobaltlegierungen* zur Verwendung bei hohen Tempp. bestehen aus 19–21 (%) Cr, 4–6 Ni, 3,5–4,5 Mo, 3,5–4,5 W, 0,25–0,7 C, 0,2–1 Ti, 0,02–0,1 B, nicht über 4 Fe, Rest Co, wobei Mn u. Si, die bei der Herst. als Desoxydationsmittel verwendet wurden, in einer Menge von weniger als 1 vorhanden sind. Die Legierungen, die hohen Widerstand gegen Spannungsbruch u. gute Duktilität bei hohen Tempp. aufweisen, sind bes. als Gußmaterial für Behälter für Gasturbinen geeignet. (A. P. 2 515 755 vom 15/7. 1947, ausg. 18/7. 1950.)

MEYER-WILDHAGEN. 6435

General Electric Co., New York, übert. von: Robert B. Johnson jr., Melrose, Mass., V. St. A., *Kobaltlegierungen* zur Verwendung bei hohen Tempp. bestehen aus 0,1–0,75 (%) C, 17–22 Cr, 12–18 Ni, 10–15 W, 0,5–2 Nb, nicht über 3 Fe, 1 Mn, 1 Si, Rest Co. Ein Teil des W kann durch Mo ersetzt werden. Bevorzugte Zus.: 0,6 C, 19 Cr, 15 Ni, 12 W, 1 Nb, 0,8 Si, 0,7 Mn, 2 Fe, Rest Co. Die Legierungen besitzen hohen Widerstand gegen Spannungsbruch bei hohen Tempp. u. eignen sich bes. für Präzisionsguß, für Gasturbinenteile u. für Brennstoffbehälter für Fliegerbenzin. (A. P. 2 515 774 vom 23/5. 1945, ausg. 18/7. 1950.)

MEYER-WILDHAGEN. 6435

Soc. d'Électro-Chimie, d'Électro-Métallurgie et des Aciéries Électriques d'Ugine, Paris, Frankreich (Erfinder: A. Greffe), *Herstellung von eisenarmem Chromerz oder Chrom aus eisenreichem Chromerz*. Man schmilzt Fe-reiches Chromerz zusammen mit einem Cr-reichen Ferrochrom mit vorzugsweise ca. 70% Cr. Zugleiche können auch Flußmittel zugegeben werden. Hierbei setzt sich das Cr mit den Fe-Oxyden im Chromerz um, so daß das Chromerz fast völlig frei von Fe-Oxyden wird. Nachdem Schlacke von der Metallschmelze getrennt ist, wird die Schlacke gemahlen u. einer Magnetscheidung unterworfen. Hierbei wird weiteres Fe abgetrennt, da auch das in dem Erz zurückgebliebene Fe vorwiegend als Ferrochrom vorliegt. Die Red. der von Fe gereinigten Schlacke kann vorzugsweise in 2 Stufen erfolgen, wobei man die zu reduzierende Schlacke in der 1. Stufe einer Behandlung mit einer Si-armen Chromsiliciumlegierung u. Kalk, gegebenenfalls unter kräftigem Durchrühren, aussetzt, worauf die hier erhaltene Schlacke in einer 2. Stufe mit einer Chromsiliciumlegierung mit hohem Cr-Geh. (hergestellt aus von Fe gereinigtem Chromerz, Quarz u. Kohle im elektr. Ofen) behandelt wird. Die in der 2. Stufe anfallende



Chromsiliciumlegierung mit niedrigem Cr-Geh. wird als Reduktionsmittel in der 1. Stufe verwendet. (Schwed. P. 126 620 vom 13/9. 1944, ausg. 8/11. 1949. F. Prior. 13/12. 1943.)  
J. SCHMIDT. 6437

Louis Ferrand, Paris, Frankreich, *Gewinnung von Leichtmetallen durch Schmelzflußelektrolyse* in einem Herdofen (nach Art des HÉROULT-Ofens), dessen mindestens eine Wand im unteren Teil des zur Aufnahme des Salzbad dienenden Herdes einen nach außen geneigten Abflußkanal für das Metall besitzt, das auf dem Boden abgeschieden wird u. durch diesen Abflußkanal in einen mit dem Herd kommunizierenden Raum fließt, in welchem in das abgeschiedene Metall den Strom zuführende Metallplatten aus 10%ig. Mn-Stahl tauchen. Die aus elektr. leitendem Material bestehende Bodenplatte des Herdes ist durch das fl. abgeschiedene Metall in dem Kanal mit den Metallplatten leitend verbunden u. bildet somit die Kathode der Zelle. Die Anoden können durch Elektroden gebildet werden, die wie bei der Al-Gewinnung von oben in das Salzbad eintauchen. Durch diese Art der Stromzuführung zur Kathode werden die Spannungsverluste vermindert; sie kann auch bei dem Dreischichtenverf. angewandt werden. — Abbildungen. (Schwz. P. 263 330 vom 10/8. 1944, ausg. 16/11. 1949. F. Prior. 11/8. 1943.)  
MEYER-WILDHAGEN. 6443

Aluminium-Industrie-Akt.-Ges., Chippis, Schweiz, *Durch einen Schutzmantel aus Aluminium gegen Abbrand geschützte negative Graphitelektrode für nach dem Dreischichtenverfahren arbeitende Aluminiumraffinationsöfen*. Die negative Elektrode ist unter dem Schutzmantel mit einer Schutzschicht aus chem. Verbb. versehen, deren Anwendung prakt. keine Verunreinigung des kathod. abgeschiedenen Metalls verursacht; der Schutzmantel ist an den oberen Teil der Elektrode luftdicht angedrückt. Die Schutzschicht besteht aus Oxyden, Hydroxyden, Carbonaten, Sulfaten, Boraten oder Phosphaten der Erdalkali-, der Erdmetalle oder des Mg. Der Schutzmantel aus reinem Al besitzt eine Wandstärke von ca. 4—7 mm. (Oe. P. 164 494 vom 21/5. 1947, ausg. 10/11. 1949. Schwz. Prior. 14/3. 1938.)  
HOLM. 6443

General Electric Co., übert. von: Alexander G. Jarvie und Cyril H. Hannon, Pittsfield, Mass., V. St. A., *Verhinderung des Zusammenklebens von Aluminiumfolien beim Glühen*. Die Wärmebehandlung von Al-Folien wird in einer Atmosphäre vorgenommen, die nicht weniger als 70 (Vol.-%) N<sub>2</sub>, nicht mehr als 10 CO<sub>2</sub>, nicht mehr als 1 O<sub>2</sub>, weniger als 2,1 Wasserdampf u. als Rest reduzierende Gase enthält. (A. P. 2 508 364 vom 3/3. 1948, ausg. 2/5. 1950.)  
MARKHOFF. 6443

Institute of Metals, Symposium on Metallurgical Aspects of Non-Ferrous Metal Melting and Casting of Ingots for Working, held in London on the occasion of the Annual General Meeting of the Institute, 31. 3. 1949. (Monograph and Report Series, No. 6) London: Inst. of Metals. 1949. (168 S. m. 19 Taf.) s. 15.—

Friedrich Vogel, *Wirtschaftliche Verwertung einiger bergmännischer und hüttenmännischer Abfallprodukte*. Halle (Saale): Knapp. 1950. (194 S. m. 12 Abb.) 8° = Die Metallhüttenpraxis in Einzeldarstellungen. Bd. 7. DM 15,20.

— International Tin Study Group: *Statistical Year Book, 1949*. Den Haag: International Tin Study Group. (232 S. m. Abb.) s. 30.—

— Österreichisches Montan-Handbuch. Wien: Industrie und Fachverlag. 1949. (160 S.) S. 35.—

— *Welding handbook*. 3rd ed. New York: Amer. Welding Soc. 1950. (1661 S. m. Abb. u. Diagr.) § 12.—

## IX. Organische Industrie.

D. H. R. Barton und M. Mugdan, *Die Synthese von Vinylchlorid aus Acetylen und Chlorwasserstoff*. Vff. untersuchten eine Reihe von festen Katalysatoren bei der Synth. von Vinylchlorid aus Acetylen u. HCl u. zeigen die vorteilhafte Anwendung von feingepulverten Katalysatoren u. von Bimssteingranulat als Trägersubstanz. Die Verwendung von Tonerde- u. Silicagel an Stelle von Aktivkohle wurde geprüft; Tonerde erwies sich als brauchbar. — Anschließend wird der Mechanismus der Rk. kurz diskutiert. (J. Soc. chem. Ind. 69. 75—79. März 1950. Epsom, Surrey, The Distillers Co., Res. & Dev. Dep.)  
SCHÄFF. 6600

—, *Bericht über eine neue Methode der Herstellung von Cetylalkohol*. Nach dem neuen Verf. wird Spermacetiöl in Äthylenglykol mit Ätzkali in einer mit Rührwerk versehenen Blase aus nichtrostendem Stahl verseift u. sodann zunächst bei n. Druck Äthylenglykol sowie darauf im Vakuum der Cetylalkohol abdestilliert. Die Verseifung geht schnell u. restlos vonstatten u. liefert ein sehr reines Produkt. (Chem. Engng. News 28. 1824. 29/5. 1950.)  
SEIFERT. 6600

—, *Synthetische Lösungsmittel aus dem Erdöl*. Die Haupterzeugnisse sind Propan, Isopropylalkohol, Aceton u. Methylisobutylketon. (Chem. Trade J. chem. Engr. 125. 95—96. 98. 104. 22/7. 1949.)  
ROSENDAHL. 6600

**Salvador Gil Quiza und Pedro Ribosa, Hydrierung von Chaulmoograölderivaten.** Die Ester, Säuren u. Natriumsalze der Fettsäuren von Calanocoba Welwitschii Gilg. wurden unter Zusatz von RANEY-Ni hydriert, u. der Einfl. der Katalysatormenge auf die Geschwindigkeit der Hydrierung wurde ermittelt. Ebenso wurde der Einfl. der Kontaktzeit bei der Best. der JZ. mit Hilfe der HANUS-Meth. festgestellt. (Perfum. essent. Oil Rec. 41. 42. Febr. 1950.) NISCHK. 6600

**Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, N. Y.,** übert. von: Everett Gorin, Dallas, Tex., V. St. A., *Chlorieren von Kohlenwasserstoffen*, bes. von Naturgas, zu Alkylchloriden, erfolgt mittels HCl, O<sub>2</sub> (Luft) u. Kupferchloriden bei Temp. zwischen 200 u. 500° u. Drucken bis 10 at. Die Rk., die kontinuierlich ausgeführt wird, erfolgt nach dem Reaktionsschema: 1.  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2 + \frac{1}{2}\text{O}_2 = \text{CuO} \cdot \text{CuCl}_2$ ; 2.  $\text{CuO} \cdot \text{CuCl}_2 + 2\text{HCl} = 2\text{CuCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$ ; 3.  $2\text{CuCl}_2 + \text{RH} = \text{Cu}_2\text{Cl}_2 + \text{RCl} + \text{HCl}$ ; oder Gleichung 2 + 3 zusammengefaßt:  $\text{RH} + \text{HCl} + \text{CuO} \cdot \text{CuCl}_2 = \text{RCl} + \text{Cu}_2\text{Cl}_2 + \text{H}_2\text{O}$ . Der Cu-Katalysator wird entweder als geschmolzene M. oder auf Trägern (Al-Gel, Silicagel) angewandt. Die O-Aufnahme wird durch die Ggw. von Alkalimetallchloriden (KCl) gefördert u. gleichzeitig der Dampfdruck des CuCl<sub>2</sub> erniedrigt. An Stelle von oder in Mischung mit Alkalichloriden können auch andere Metallechloride (Pb, Ag, Zn, Tl) angewandt werden. — Vorrichtung. (A. P. 2 498 546 vom 11/1. 1946, ausg. 21/2. 1950.) G. KÖNIG. 510

**Socony-Vacuum Oil Co., Inc., New York, N. Y.,** übert. von: Evert W. Kilgreen und Everett Gorin, Dallas, Tex., V. St. A., *Chlorieren von Paraffinkohlenwasserstoffen* in kontinuierlichem Betrieb zu Alkyl- oder Alkylenchloriden, erfolgt mittels Cl<sub>2</sub> als prim. Chlorierungsmittel u. Kupferoxychloriden, gebildet aus Kupferchloriden u. O<sub>2</sub>, bei Temp. von vorzugsweise 200—500° u. Drucken bis 10 at. Die Katalysatoren sind auf Träger aufgetragen oder befinden sich im geschmolzenen Zustand. Temp. über 425° bewirken bei pulverförmigen Katalysatoren ein Spalten der gebildeten Cl-KW-stoffe. Durch die Zugabe von KCl 20—45%) wird die O<sub>2</sub>-Aufnahme verbessert u. der Schmelzpunkt der ctekt. Mischung herabgesetzt. Andere Metallchloride (Pb, Zn, Ag, Tl) können allein oder in Mischung mit Alkalichloriden ebenfalls verwendet werden. Die Rk. verläuft nach dem Reaktionsschema: 1.  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2 + \frac{1}{2}\text{O}_2 = \text{CuO} \cdot \text{CuCl}_2$ ; 2.  $\text{RH} + \text{Cl}_2 = \text{RCl} + \text{HCl}$ ; 3.  $\text{CuO} \cdot \text{CuCl}_2 + 2\text{HCl} = 2\text{CuCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$ ; 4.  $2\text{CuCl}_2 + \text{RH} = \text{RCl} + \text{Cu}_2\text{Cl}_2 + \text{HCl}$ ; oder Gleichung 2—4 zusammengefaßt:  $2\text{RH} + \text{Cl}_2 + \text{CuO} \cdot \text{CuCl}_2 = 2\text{RCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{Cu}_2\text{Cl}_2$ . — Vorrichtung. (A. P. 2 498 552 vom 11/2. 1946, ausg. 21/2. 1950.) G. KÖNIG. 510

**Donau Chemie Akt.-Ges., Wien** (Erfinder: Otto Fruhwirth, Brückl), Österreich, *Herstellung von Perchloräthylen*, gegebenenfalls im Gemischer mit Tetrachlormethan, durch Chlorierung eines strömenden Gasgemisches vergasbarer aliph. KW-stoffe mit mehr als 2 C-Atomen oder deren Halogensubstitutionsprodd., mit Ausnahme von n<sub>4</sub>-KW-stoffen, mit ca. der theoret. Menge Chlor bei 300—800°, dad. gek., daß die Ausgangsstoffe in Abwesenheit von Katalysatoren bzw. Stoffen mit großer akt. Oberfläche, bes. bei 500 bis 600°, zur Rk. gebracht werden. — 1 (Vol. Teil) Propan wird mit 12 70% ig. Abchlor (Rest: 5[%] H<sub>2</sub>, 16 CO<sub>2</sub>, 9 Luft) durch ein auf 550° vorgewärmtes Rohr von 10 cm Durchmesser geleitet. Aus den Reaktionsgasen wird durch Kühlung auf 10° ein äquimol. Gemisch von Perchloräthylen u. Tetrachlormethan abgeschieden. — Ein Treibgas mit einem Geh. von ca. 25(%) Propan, 20 Propylen, 15 n-Butan, 10 i-Butan, 30 i-Buten liefert ein Chlorierungsprod. mit 66(%) Perchloräthylen, 22 Tetrachlormethan u. 12 Hexachlorbutadien. (Oe. P. 164 479 vom 21/8. 1946, ausg. 10/11. 1949. D. Prior. 15/9. 1941.) M. F. MÜLLER. 510

**Universal Oil Products Co.,** übert. von: Hermann H. Warzke, Chicago, Ill., V. St. A., *Trennung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen*. Um C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> (I) aus einem KW-stoffgemisch, welches auch leichtere u. schwerere Verbb. als dieses enthält, zu trennen, wird das Gemisch mit einer absorbierenden Fl. bei erhöhtem Druck gemischt. Die Mischung wird gekühlt, wobei I, schwere Gase u. nur ein geringer Teil der leichteren Gase in der Fl. absorbiert werden. Diese wird von den ungelösten Gasen getrennt u. einer Fraktionierung in einer besondern App. unterworfen. Die schwereren KW-stoffe werden zurückgeleitet u. mit dem ursprünglichen Gemisch vereinigt. Die App. besteht aus einer Absorptions- u. 4 Fraktionierkolonnen. Es wird ein Gas gewonnen, das ungefähr 90% I enthält. — Zeichnungen. (A. P. 2 486 543 vom 27/3. 1943, ausg. 1/11. 1949.) v. SCHILLER. 520

**Standard Oil Development Co.,** übert. von: Walter H. Rupp, Mountainside, N. J., V. St. A., *Reinigung von Butadien* (I), das in einem Diolefinextrakt anfällt, der aus einem KW-stoffgemisch mit ammoniakal. Cu-Acetat hergestellt ist. I enthält als Verunreinigung bes. Acetylen. Der Extrakt wird in Ggw. eines wss. fl. Stroms, der frei von O<sub>2</sub> ist, auf 80—95° erhitzt, wobei Dämpfe von I entwickelt werden u. Acetylenverbb. im Ge-

misch mit W. hinterbleiben. Die I-Dämpfe werden mit einem aus gesätt. KW-stoffen bestehenden Öl gewaschen u. kondensiert. Die KW-stoffe enthalten mindestens je 5 C-Atome im Molekül. (A. P. 2 487 184 vom 6/7. 1944, ausg. 8/11. 1949.) BRÖSAMLE. 520

**Publicker Industries, Inc.**, übert. von: **Paul Mahler**, New York, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Dichlorbutenen*. Man leitet gasförmiges Butadien (I) durch eine Reaktionszone, führt unverd. Cl<sub>2</sub> in den I-Strom ein, u. zwar in einer zur völligen Sättigung des I nicht ausreichenden Menge, hält die Reaktionstemp. auf 25—100° u. leitet das erhaltene Reaktionsgemisch rasch durch W., wobei sich die Dichlorbutene in Form öliger Tropfen abscheiden. Durch fraktionierte Dest. erhält man 1,7-Dichlorbuten-(3) u. 1,4-Dichlorbuten-(2), letzteres in größerer Mengo. (A. P. 2 484 042 vom 29/11. 1944, ausg. 11/10. 1949.) BRÖSAMLE. 520

**Standard Oil Development Co.**, übert. von: **Erwin H. Amick jr.**, Linden, und **William S. Harney jr.**, Elizabeth, N. J., V. St. A., *Trennen von Isopropylalkohol und sekundärem Butylalkohol (I)* durch azeotrop. Dest. in Ggw. von W. erfolgt durch Zugabe eines niedrigsd. aliph. Äthers (Isopropyläther; Äthyl-tert.-butyläther, Kp. 68—69°; Butylmethyläther, Kp. 70,3°; Äthylisopropyläther, Kp. 54°; Äthylpropyläther, Kp. 64°; Isobutylmethyläther, Kp. 59° bei 741 mm). Es bildet sich ein tern. azeotrop. Gemisch von Äther-Isopropylalkohol-W. vom Kp. 61,6°. I wird als Rückstand gewonnen. (A. P. 2 487 086 vom 28/12. 1946, ausg. 8/11. 1949.) G. KÖNIG. 560

**Wyandotte Chemicals Corp.**, Wyandotte, übert. von: **Paul E. Burchfield**, Grosse Ile, Mich., V. St. A., *Destillation von Allylalkohol (I)* aus einem Gemisch mit Allylacetat (III), Essigsäure (IV), Propionaldehyd (II), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (V) u. W., wie es etwa bei der sauren Hydrolyse von Propylenglykoldiacetat anfällt. Es wird erst II abdest., dann der Rückstand einer Schnellbest. unterworfen, wobei III, IV u. I sowie W. als Dämpfe entweichen u. V im fl. Rückstand hinterbleibt. Das dampfförmige Destillat wird nun einer Destillationskolonne zugeleitet, von deren Boden IV abgezogen wird, während III, I u. W. einer zweiten Destillationskolonne zugeführt werden, von deren oberem Ende III u. W. weggehen, während wasserfreier I sich am Boden findet. Die Dämpfe von III u. W. werden kondensiert, überschüssiges W. wird aus dem Kondensat abgetrennt, das III des Kondensats in zwei Teile geteilt u. der eine wieder der zweiten Kolonne zugeführt. (A. P. 2 485 694 vom 16/2. 1945, ausg. 25/10. 1949.) BRÖSAMLE. 560

**E. I. du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, Del., übert. von: **Edward S. Yates**, Fultonville, N. Y., V. St. A., *Stabilisierung von Formaldehyd (I)*. 30—95 gew.-%ig., wss. I-Lsgg. werden mit 0,0001—0,1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> oder in W. lösl. Phosphaten (Na- oder K-Phosphaten, -Pyrophosphaten, -Hexametaphosphaten, Alkylphosphaten, Mono- u. Dibutylphosphaten), zweckmäßig unter Zusatz von 0,005—0,05% eines prim., aliph. Amins oder Oxyalkylamins mit nicht mehr als 4-C-Atomen (Äthylendiamin, Methylamin, Äthylamin, Propylamin, Butylamin, Oxymethylamin, Oxyäthylamin, Oxybutylamin) oder Hexamethylentetramin stabilisiert. In 4 Tabellen u. in einer graph. Darst. ist der Einfl. von verschied. Stabilisierungsmitteln auf die Ameisensäureblg. bei der Stabilisierung einer 50%ig. wss. I-Lsgg. bei 6—8 wöchentlicher Lagerung angegeben. (A. P. 2 488 363 vom 1/8. 1946, ausg. 15/11. 1949.) KRAUSS. 660

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Deutschland (Erfinder: **J. Nelles**), *Herstellung von n-Butyraldehyd*. Man red. Crotonaldehyd (I) mit Edelmetallkatalysatoren auf einem Träger, z. B. mit Pd auf Kieselgel bei 60—70° u. 300 at H<sub>2</sub>. Im Gegensatz zur Red. mit Katalysatoren ohne Träger, die viel Butanol liefern, erhält man ein Prod., das 95% n-Butyraldehyd neben hochmol. Kondensationsprodd. enthält, die durch Dest. abgetrennt werden können. (Schwed. P. 126 376 vom 29/3. 1944, ausg. 18/10. 1949.) J. SCHMIDT. 660

**Distillers Co. Ltd.**, Edinburgh (Erfinder: **Herbert Muggleton Stanley** und **Grégoire Minkoff**, England), *Ungesättigte Aldehyde mit olefinischer Bindung* erhält man in einem Arbeitsgang durch die gleichzeitige Kondensation u. Wasserabspaltung aus gesätt. Aldehyden u. W. bei Temp. zwischen 100—250° in Abwesenheit von Katalysatoren u. unter Drucken, die eine fl. Phase bedingen. Die Rk. kann auch kontinuierlich ausgeführt werden. Man gewinnt die ungesätt. Aldehyde, z. B. *Crotonaldehyd* aus Acetaldehyd (I); *Methylcrotonaldehyd* aus I u. Propionaldehyd, durch Dest. oder durch Extraktion mittels einer mit W. nicht mischbaren Fl., z. B. Xylol. Die Konz. an gesätt. Aldehyd kann zwischen weiten Grenzen schwanken, bevorzugt sind jedoch Konz. von 25—50 Gew.-%. (Schwz. P. 262 795 vom 21/3. 1947, ausg. 17/10. 1949. E. Priorr. 9/4. 1940 u. 28/2. 1941.) G. KÖNIG. 660

**Distillers Co. Ltd.**, Edinburgh, England (Erfinder: **H. M. Stanley**, **K. H. W. Tuerck** und **A. Elce**), *Herstellung von Essigsäureanhydrid (I)*. Man oxydiert Acetaldehyd (II) in fl. Phase in einem mindestens 40% I enthaltenden Flüssigkeitbad bei 45—55° mit O<sub>2</sub> (mindestens 85%ig), wobei die Zufuhr von II u. O<sub>2</sub> so eingeregelt werden, daß zwischen

2 u. 7% II im Reaktionsbehälter vorhanden sind, die Konz. an I nicht unter 40% sinkt u. die Verweilzeit von II  $\frac{1}{2}$  Stde. nicht überschreitet. Die Konz. des Co-Katalysators soll zwischen 0,02 u. 0,2%, bes. zwischen 0,02 u. 0,05%, Co liegen. Vorteilhaft wird daneben noch ein Cu-Kontakt in einer Menge von 0,05—0,5, bes. zwischen 0,2 u. 0,3% Cu verwendet. Mit diesem Mischkontakt werden anfängliche Ausbeuten an I zwischen 83 u. 98% u. Endausbeuten zwischen 58 u. 66% erhalten. Der Druck soll ca. 1—5 at betragen. Zur Abführung der Reaktionswärme kann man kontinuierlich oder zeitweise einen Teil der Fl. abziehen u. nach Kühlung im Kreislauf zurückführen. Als Reaktionsbehälter haben sich bes. enge Glasspiralen bewährt, durch die das Reaktionsgemisch mit großen Geschwindigkeiten hindurchgeleitet wird, so daß der Gegendruck ca. 1,1 at beträgt. (Schwed. P. 126 377 vom 26/2. 1917, ausg. 18/10. 1949. E. Prior. 15/3. 1946.)

J. SCHMIDT. 810

**Courtaulds Ltd., London, England** (Erfinder: J. G. Spencer), *Verminderung des Gehaltes an aldehydischen und/oder ungesättigten organischen Verbindungen in Essigsäureanhydrid* (I). Man behandelt das zu reinigende I mit  $\text{SO}_2$ -Gas, bes. bei etwas erhöhter Temperatur. Man kann auch  $\text{SO}_2$  in der Lsg. selbst erzeugen, z. B. aus  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  u. einer geringen Menge Mineralsäure. Im Anschluß an diese Behandlung kann man I noch mit etwas  $\text{Cl}_2$  nachbehandeln u. dann über wasserfreiem Na-Acetat destillieren. Z. B. leitet man durch rohes I, das 0,3% Acetaldehyd enthält, bei 20°  $\text{SO}_2$ , in ca. 50% ig. Überschuß über die zur Oxydation des Acetaldehyds notwendige Menge. Man erhält nach der Dest. über Na-Acetat ein Prod. mit nur 0,02% Acetaldehyd. (Schwed. P. 126 378 vom 19/11. 1947, ausg. 18/10. 1949. E. Prior. 19/11. 1946.)

J. SCHMIDT. 810

**Eastman Kodak Co., Rochester, N. Y.**, übert. von: **Hugh J. Hagemeyer jr., Kingsport, Tenn., V. St. A.**, *Propionsäuren* erhält man durch katalyt. Hydrierung von  $\beta$ -Propiolactonen der allg. Formel  $\text{CH}_2\text{—CH(R)—COO}$  (R = H, Alkyl, Aralkyl oder Aryl) in

Ggw. von Cu (Cu-Salzen, Cu-Carbonat, -acetat, -acrylat) u. bzw. oder W. in einer solchen Menge, daß Polymerisation verhindert wird, vorteilhaft 0,1—1 Mol., bezogen auf Lacton, bei erhöhtem Druck u. ca. 130—180°. Beispiele: 200 (g)  $\beta$ -Propiolacton u. 5 RANEY-Ni, das mit dest. W. gewaschen wurde, werden in einem mit Cu ausgekleideten Rührautoklaven bei 650—700 lbs/sq.in. auf 160° erhitzt. Nach dem Aufarbeiten erhält man durch Dest. 185 Propionsäure. — Aus 172  $\alpha$ -Methyl- $\beta$ -propiolacton erhält man bei 130° u. 500—800 lbs/sq.in. 165 Isobuttersäure. — Aus  $\alpha$ -Äthyl- $\beta$ -propiolacton  $\alpha$ -Methylbuttersäure. — Weitere Beispiele. (A. P. 2484 500 vom 28/10. 1947, ausg. 11/10. 1949.) KRAUSS. 810

**Eastman Kodak Co., Rochester, N. Y.**, übert. von: **Hugh J. Hagemeyer jr., Kingsport, Tenn., V. St. A.**, *Buttersäure* (I) erhält man durch katalyt. Hydrierung von Diketon (II) bei erhöhtem Druck in Ggw. eines inerten organ. Verdünnungsmittels u. eines Katalysators (RANEY-Ni, Pt, Cu-Chromit, Ni auf Kieselgur) bei Anfangstemp. von 25—90° u. Endtemp. von 130—200°. Beispiel: In einem Dreibautoklaven werden 100 (g) I in 100 Dioxan u. 2 RANEY-Ni bei einem  $\text{H}_2$ -Druck von 1200 lbs/sq.in. anfangs auf 50—60° erwärmt. Nach Beginn der Rk. steigt die Temp. auf 160° u. die Hydrierung ist nach 3 Stdn. beendet. Durch Dest. erhält man 8 eines azeotropen Gemisches aus Butyraldehyd-W. u. 84 I; Kp.<sub>739</sub> 163°. Weitere 4 Beispiele unter Verwendung von verschied. Katalysatoren; weitere 2 Beispiele unter Verwendung einer bestimmten Apparatur. — Zeichnung. (A. P. 2 484 498 vom 9/7. 1946, ausg. 11/10. 1949.) KRAUSS. 810

**Peter Kurtz, Leverkusen-Wiesdorf, Acrylsäurenitril** (I) erhält man durch Umsetzen von Acetylen (II) mit HCN in saurer Lsg. (HCl, HBr,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) vorteilhaft bei pH 6 in Ggw. von CuCl u. eines Ammonium-, Amin- u. Alkalisalzes, bei 0—200°, zweckmäßig ca. 80°. Die saure Lsg. besteht z. B. aus 45,5 (Teilen) CuCl, 24,5  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 42 W. u. 2,8 konz. HCl. Beispiel: 20 HCN gibt man bei 80° tropfenweise zu einer Mischung aus 300 CuCl, 100  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 5 HCl, 10 Cu-Pulver u. 400 W. in  $\text{N}_2$ -Atmosphäre unter Rühren, wobei II im Überschuß eingeleitet wird. Nach der Zugabe der HCN erhitzt man auf 130° u. leitet weiter II ein, wobei ein Öl u. W. überdestillieren. Das ölige Destillat wird dest. u. man erhält etwas Vinylacetylen u. dann I, der Rückstand besteht aus Divinylacetylen. Weitere 5 Beispiele mit veränderten Reaktionsbedingungen, wobei auch kontinuierlich gearbeitet wird. (A. P. 2 486 659 vom 29/6. 1940, ausg. 1/11. 1949. D. Prior. 10/7. 1939.) KRAUSS. 810

**Eastman Kodak Co., Rochester, N. Y.**, übert. von: **John R. Caldwell, Kingsport, Tenn., V. St. A.**, *Glykolmonoester der Acryl- (I) und  $\alpha$ -Methacrylsäure* (II) erhält man

durch Umsetzen von I u. II mit Äthylen- oder Propylenoxyd ( $\text{CH}_2\text{—CH—CH}_3$ ) in Ggw. von 0,1—5% eines tert.amins mit einer Dissoziationskonstanten  $1 \cdot 10^{-8}$  bis  $1 \cdot 10^{-10}$  (Dimethyl-, Diäthylanilin, Pyridin, Chinolin,  $\beta$ -Picolin, Äthylpyridin) bei 50—80°, vorteilhaft 70—756, zweckmäßig in Ggw. eines Lösungsm. (Bzl., Isopropyläther, 1,4-Dioxan,

A., Methanol, Wasser. — Beispiele: 36 (g) I, 25 Äthylenoxyd, 50 cm<sup>3</sup> Bzl., 0,1 Hydrochinon u. 0,5 Pyridin werden im Druckgefäß 48 Stdn. auf 75—80° erhitzt u. dann im Vakuum dest., wobei man 30  $\beta$ -Oxyäthylacrylat erhält; Kp., 77—80°; VZ. 115;  $n_D^{20}$  1,4415. —  $\beta$ -Oxyäthyl- $\alpha$ -methacrylat, Kp., 89—92°; VZ. 131. —  $\beta$ -Oxypropyl- $\alpha$ -methacrylat, Kp., 90 bis 93°. — Zwischenprodd. von Herst. von Polymerisaten u. Mischpolymerisaten mit Acrylnitril, Methylmethacrylaten, Dimethylfumarat, Styrol. Vgl. auch A. P. 1810318, 1931. II. 1754. (A. P. 2 484 487 vom 8/9. 1948, ausg. 10/10. 1949.) KRAUSS. 810

Celanese Corp. of America, übert. von: George W. Seymour, Blanche B. White und Elisabeth Barabash, Cumberland, Nd., V. St. A., *Crotonsäure* (I) erhält man durch katalyt. Oxydation von Crotonaldehyd (II) in Eisessig, wobei man zuerst 10—15 Gew.-% II in Eisessig löst, diesen dann auf 5—10° kühlt, den übrigen II zusetzt u. fein verteilten O<sub>2</sub> durch die Lsg. bei 5—10° leitet unter Verwendung von 0,1—0,2% einer Mischung aus Mn-Acetat u. KMnO<sub>4</sub> im Verhältnis 5—7: 1. Beispiel: 2 (Teile) einer Mischung aus Mn-Acetat u. KMnO<sub>4</sub> (6,6: 1) werden in 1000 Eisessig gelöst, dann kühlt man auf 5—8°, fügt zur Lsg. langsam 435 II u. leitet gleichzeitig O<sub>2</sub> durch eine Glasfritte während 72 Stdn. bei 5—8° ein. Die Oxydation ist beendet, wenn die Farbe von braun nach grün umschlägt. Die nicht umgesetzten Prodd. werden bei 28°/25 mm abdest., wobei I auskristallisiert. Ausbeute 78%. (A. P. 2 487 188 vom 19/5. 1945, ausg. 8/11. 1949.) KRAUSS. 810

Allied Chemical & Dye Corp. und General Chemical Co., New York, übert. von: Maxwell J. Brooks, New York, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Oxalsäure* durch Oxydation von Monosacchariden mit HNO<sub>3</sub> in Ggw. von etwa 50%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. eines V-Fe-Oxyd-Katalysators bei 150—165° F. Dieser enthält etwa 0,001—0,05% V in Form von V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> u. 0,39—0,8% Fe in Form von Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. (Can. P. 464 776 vom 22/4. 1942, ausg. 2/5. 1950. A. Prior. 27/9. 1941.) M. F. MÜLLER. 820

Allied Chemical & Dye Corp., übert. von: Géza E. Neuman de Végvár, New York, N. Y., V. St. A., *Reinigen von Maleinsäure* (I) und *Isomerisierung zu Fumarsäure* (II). I-Lsgg., die durch katalyt. Oxydation von KW-stoffen erhalten wurden, werden zuerst mit Harnstoff (III) behandelt, um die Verunreinigungen zu binden, u. anschließend mit einer Verb. der Zus. (R'') (R')N—C(S)—NH—R, (R, R' u. R'' = H, KW-stoff, Acylrest, also Thioharnstoff, N, N'-Diäthylthioharnstoff, N-Allylthioharnstoff, N, N'-Di-n-butylthioharnstoff, N-Acetylthioharnstoff, N-Phenylthioharnstoff). — Beispiel: Eine Mischung aus 1 g Harnstoff (III) u. 100 cm<sup>3</sup> einer wss. I-Lsg. (enthaltend 44 g I) werden unter gelegentlichem Rühren 2 Stdn. stehen gelassen, dann setzt man 0,8 g Thioharnstoff (IV) zu, läßt 24 Stdn. stehen, filtriert II. Ausbeute 90%. Setzt man keinen III zu u. verwendet man zur Isomerisierung IV allein, so erfolgt keine Abscheidung von II. — Weiteres Beispiel. (A. P. 2 483 576 vom 1/11. 1947, ausg. 4/10. 1949.) KRAUSS. 820

Comp. de Produits Chimiques et Électrometallurgiques Alais, Froges & Camargue, Paris, Frankreich, *Kristallisation von Harnstoff in sandiger Form*, dad. gek., daß man den Harnstofflösungen kleine Mengen, etwa von 0,1—1,0 Gew.-%, bes. 0,2—0,5 Gew.-%, Cyanursäure oder ihr Zn-Salz, letzteres bes. in einem Ausmaß von 0,5 Gew.-%, zusetzt. (Oe. P. 164 254 vom 28/4. 1948, ausg. 25/10. 1949. F. Prior. 3/2. 1942.) K. F. MÜLLER. 880

Otto Wichterle, Tschechoslowakei, *Lactame durch Umlagerung cyclischer Oxime*. Man löst das Oxim, z. B. Cyclohexanonoxim in einem inerten Lösungsm., z. B. CS<sub>2</sub>, dessen Kp. in der Nähe der Umlagerungstemp. liegt u. läßt die Lsg. in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oder in eine Lsg. von Lactam, z. B.  $\epsilon$ -Caprolactam in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> eintreten, die auf eine Temp. vorerhitzt ist, bei der die Umlagerung prakt. vollständig ist. Eine besondere Anordnung gestattet, daß das Lösungsm. im Kreislauf nach seiner Kondensation kontinuierlich mit frischem Oxim gesätt. wird u. darauf wieder der Rk. zufließt. Das Reaktionsprod. wird an einer Stelle aus der heizbaren App. abgezogen, die so weit wie möglich von der Eintrittsstelle des frischen Oxims u. der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> entfernt ist. Der Boden der Reaktionsapp. hat Vorrichtungen, die den Durchlauf zwischen Eintrittsstelle u. Abfluß verlängern, z. B. eine spiralförmige Zwischenwand. — Zeichnung. (F. P. 958 957 vom 30/12. 1947, ausg. 20/3. 1950. Tschech. Prior. 8/3. 1946.) DÖRKEN. 940

Edwal Laboratories, Inc., übert. von: Julius F. Kaplen und Charles Mellick, Chicago, Ill., V. St. A., *o-Chlormercuriphenol* entsteht beim Erwärmen von Phenol (I) mit Hg(OOCC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub> (II) u. HF, BF<sub>3</sub> oder SbF<sub>5</sub>. — Man erwärmt 28,2 (g) I mit 4 cm<sup>3</sup> BF<sub>3</sub> u. 31,9 I in Eisessig 1/4 Stde. auf ca. 90°, versetzt mit 860 W. u. kocht 5 Min., filtriert heiß, fällt im Filtrat das o-Chlormercuriphenol mit 11 NaCl, filtriert u. kühlt. Ausbeute: 63%. — Weitere Beispiele. (A. P. 2 502 382 vom 21/9. 1945, ausg. 28/3. 1950.) LANGER. 1300

N. V. de Bataafsche Petroleum Mij., Holland (Erfinder: Alan C. Nixon und Carl H. Deal jr., V. St. A.), *Trennung von Naphthen- und Paraffinkohlenwasserstoffen* durch extractive Dest. in Ggw. eines Lösungsm., bestehend aus einem arom. Amin, welches

2—10% W. enthält, oder aus Phenol in Verb. mit 5—10% Wasser. — Genannt sind Anilin, N-Methylanilin, N,N-Dimethylanilin, N-Äthylanilin, o-, m-, p-Toluidin u. α-Naphthylamin. — Nach dem Verf. wird z. B. *Cyclohexan* aus einem Gemisch mit Paraffin-KW-stoffen getrennt. — Zeichnung. (F. PP. 957 739 u. 957 741 vom 23/12. 1947, ausg. 23/2. 1950. A. Prior. 23/12. 1946.) M. F. MÜLLER. 1810

Merck & Co., Inc., Rahway, N. J., V. St. A., übert. von: Otto Hromatka, Darmstadt, Deutschland, *Chromanverbindungen* erhält man durch Kondensation von Dienen, Allylhalogeniden oder -alkoholen mit einem 2.3.6-Trimethyl-4-oxybenzol, das in 1-Stellung durch eine Acylamino-, Amino-, Nitro-, Nitroso-, Sulfonsäuregruppe oder durch Halogen substituiert ist, wie 4-Acylaminophenolen, z. B. 4-Acylamino-2.3.5-trimethylphenol, mit einem Phitylhalogenid (-bromid) in Ggw. eines sauren Kondensationsmittels (ZnCl<sub>2</sub>). — Als nach dem Verf. herstellbare Endprodd. werden genannt: *6-Formylamino-2.5.7.8-tetramethyl-2-(4'.8'.12'-trimethyltridecyl)-chroman*, die entsprechende freie Base (aus 3-Amino-6-oxy-1.2.4-trimethylbenzol u. Phytol), deren *Hydrochlorid* u. *oxalsäures* Salz (Can. PP. 466 366 vom 12/5. 1939, ausg. 4/7. 1950. D. Prior. 14/5. 1938, u. 466 367 vom 5/12. 1939, ausg. 4/7. 1950, D. Priorr. 31/1., 20/5. u. 1/6. 1939.) GANZLIN. 3201

Reilly Tar & Chemical Corp., übert. von: William H. Rieger, Indianapolis, Ind., V. St. A., *Alkylierte Pyridinverbindungen* erhält man durch Erhitzen von Pyridin (I) mit einem Gemisch aus Essig- oder Propionsäure u. deren vierwertigen Pb-Salzen, wobei Methanol oder A. als Katalysator zugegen ist. — Aus I, Essigsäure (IV) u. Bleitetraacetat erhält man *2-Picolin* u. *4-Picolin*; aus 2-Picolin das *2.4-* u. *2.6-Lutidin*; aus 4-Picolin (II) das *2.4-Lutidin*; aus I, Propionsäure (III) u. dem entsprechenden Bleitetraacetat das *2-Äthylpyridin* u. *4-Äthylpyridin*; aus II u. III das *2-Äthyl-4-methylpyridin*; aus Chinolin u. IV *Chinaldin* u. *Lepidin*. (A. P. 2 502 174 vom 19/5. 1947, ausg. 28/3. 1950.)

BRÜSAMLE. 3221

Imperial Chemical Industries Ltd., London, übert. von: Francis Henry Swinden Curd, Clifford Gordon Reason und Francis Leslie Rose, Blackley, Manchester, England, *Herstellung von 2-Phenyl-4-chlor-6-alkyl (bzw. phenyl)-pyrimidinen*, die im 2-Phenylrest mindestens 1 Halogenatom tragen. Genannt wird: *4-Chlor-6-methyl-2-(4'-chloranilino)-pyrimidin*. (Can. P. 466 694 vom 1/11. 1944, ausg. 18/7. 1950.) GANZLIN. 3252

Imperial Chemical Industries Ltd., London, übert. von: Francis Henry Swinden Curd und Francis Leslie Rose, Blackley, Manchester, England, *Herstellung von 2-Arylguanidino-4-halogenpyrimidinen*, deren Arylreste frei von sauren Substituenten sein sollen u. aus einem Ringsyst. von höchstens 10 C-Atomen bestehen, während die beiden C-Atome des Pyrimidinrestes in 5- u. 6-Stellung entweder je ein H-Atom tragen, von denen das eine oder das andere oder beide durch einen KW-stoffrest oder beide auch durch einen divalenten aliph. KW-stoffrest substituiert sein können, der dann mit den beiden C-Atomen in 5- u. 6-Stellung einen alicycl. Ring bildet, durch Halogenieren entsprechender 2-Arylguanidino-4-oxypyrimidine mittels PCl<sub>5</sub>, PBr<sub>5</sub>, POCl<sub>3</sub>, POBr<sub>3</sub>, oder deren Gemischen. Bes. erwähnt werden: *2-Arylguanidino-4-halogen-6-methylpyrimidine*. — Zu den Ausgangsverbb. gelangt man durch Umsetzen von entsprechenden Arylbigganiden mit Estern von Formylessigsäuren, z. B. Acetoessigsäureester zur Herst. der *2-Arylguanidino-4-oxy-6-methylpyrimidine*. (Can. PP. 466 691 u. 466 692 vom 1/11. 1944, ausg. 18/7. 1950.)

GANZLIN. 3252

Imperial Chemical Industries Ltd., London, übert. von: Francis Henry Swinden Curd und Francis Leslie Rose, Blackley, Manchester, England, *Herstellung von 2-Arylguanidino-4-oxypyrimidinen*, die im Arylring keine sauren Substituenten tragen, durch Umsetzen entsprechender Arylamine in Ggw. eines Alkohols als Verdünnungsmittel mit 2-Cyanimino-4-oxypyrimidinen, die in 5.6-Stellung durch einen 2-wertigen aliph. KW-stoffrest unter Ringbildg. substituiert sein können oder deren C-Atome in 5- u. 6-Stellung je ein H-Atom, oder das eine ein H-Atom, das andere einen KW-stoffrest, oder beide KW-stoffreste tragen. (Can. P. 466 695 vom 20/2. 1945, ausg. 18/7. 1950.) GANZLIN. 3252

## X. Färberei. Organische Farbstoffe.

C. L. Bird, C. M. Nanavati und C. B. Stevens, *Verteilung von Direktfarbstoffen zwischen Wolle und Baumwolle beim Färben nach dem Einbaderverfahren*. 1. Mitt. *Durazolrot 2 B*. Wolle u. Baumwolle wurden mir gereinigtem Durazolrot 2 B (I) gefärbt, wobei die Abhängigkeiten von folgenden Parametern ermittelt wurden: Zeit; Temp.; pH; Konz. des Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oder NaCl; Flottenverhältnis; Konz. an I; Verhältnis zwischen Wolle u. Baumwolle. Bei 25° sind 28 Moll. I, bei 95° 5 aggregiert. I verhält sich gegen Wolle wie ein typ. neutralziehender saurer Farbstoff, gegen Baumwolle wie ein rasch aufziehender Direktfarbstoff. Aus den Unterss. (10 Tabellen u. 8 Abbildungen) werden die optimalen Färbebedingungen abgeleitet, einerseits für eine stark bevorzugte Anfärbung der Baum-

wolle andererseits für eine gleichmäßige Färbung beider Fasern. (J. Soc. Dyers Colourists 66. 281—88. Mai 1950. Leeds, Univ., Department Colour Chemistry and Dyeing.)

ZAHN. 7002

—, *Neue Farbstoffe und Hilfsmittel*. Erzeugnisse der I. R. GEIGY, Basel. *Cuprophénylgelbbraun RGL*. Zirkular Nr. 1152. Nachkupferungsfarbstoff mit guten Echtheitseigg., der sich zum Färben von pflanzlichen Faserstoffen eignet. — *Diazophenylechtgrün 4 G*. Zirkular Nr. 1157. Guter Druckfarbstoff. Ergibt ausgezeichnete ätzbare Grün-Nuancen. — *Tinosolgelb V*. Nachtrag zur Musterkarte 1040. Druckfarbstoff. — *Tinosolrot AB*. liefert auf Baumwoll-, Viscose- u. Zellwollgeweben schöne, ausgiebige Rottöne von guter Licht- u. Waschechtheit. Läßt sich auch als Druckfarbstoff verwenden. — *Tinonchlorgelb 2 GW* Feinpulver, *Tinongelb 2 GW* Teig extra rapid. Zirkular Nr. 1154 u. 1140. Waschetes Küpengelb von guter Licht- u. Chlorenchtheit. Verwendbar in der Färberei u. im Direkt- u. Ätzdruck. — *Setacyldirektätzblau GNN* extra Zirkular Nr. 1156. Acetatseidenfarbstoff mit guter Wasser-, Wasch- u. Schweißechtheit. — *Halbwollcuprophénylmarineblau 2 RL*. Propaganda-Kärtchen Nr. 0909. Wasch- u. sehr lichtechter Halbwollfarbstoff. — *Omnia*- u. *Inocyl*-Farbstoffe. Musterkarte 0906. Dienen zum Färben von Mischgeweben. Die Indocylfarbstoffe sind Spezialprodd., die neben den üblichen Fasergemischen auch Acetatseide tongleich färben. — *Eriochromviolett 4 B* = *Eriochromviolett 4 B*, *Eriochromviolett BRL* = *Eriochromviolett BRL*. Zirkular Nr. 1153. Egalisieren gut u. besitzen hervorragende Echtheitseigg. u. reservieren Effekte von pflanzlichen Fasern u. Acetatseide. Ätzbare Wollfarbstoffe. Musterkarte D 125. — Ätzbare Farbstoffe auf Viscoseseide. Musterkarte D 132. Farbstoffe für den Weiß- u. Buntätzartikel. — Chromdruckfarbstoffe im Rouleaux-Druck auf Baumwolle. Musterkarte 125. Die Farbstoffe lassen sich durch kurzes Dämpfen fixieren. — Erzeugnisse der CIBA AG, Basel. — *Chlorantitichtblau 7 GL*, Zirkular Nr. 658/1249. Färbt reine grünstichige Blautöne von guter Lichtechtheit. Deckt streifig färbende Viscoseseide u. gibt auf Baumwolle u. Viscoseseide tongleiche Färbungen. — *Neolantgrün BF* u. *8 G*. Zirkular Nr. 659/1249. Geben auf Wolle u. Naturseide reine Färbungen von sehr guten Echtheiten. — *Coprantinrubin RLL*, liefert auf Baumwolle, Kunstseide u. Zellwolle reine sehr gut lichtechte Nuancen, die der Knitterappretur widerstehen. — *Cibanongelb-2 GK* ⊕ Mikropulver. Zirkular Nr. 657/1249. Kupferfarbstoff von guten Echtheitseigenschaften. — *Synchromarineblau B*. Chromfarbstoff, der nach dem Synchromatverf. gefärbt wird. — Erzeugnisse der DURAND & HUGUENIN AG., Basel, Broschüre Nr. 120, *Surfactol DH*. Netzmittel. Besitzt ein hohes Dispergiervermögen. (Textil-Rdsch. [St. Gallen] 5, 206—07. Mai 1950.) P. ECKERT. 7020

J. Arnold Heyder und G. N. Sandor, *Kritik und Praxis des Kúpensäureverfahrens*. Gegenstand der Ausführungen sind: Das Entstehen des Kúpensäureverf.; die Herst. der Kúpensäure; das Färben mit der Kúpensäure; das Färben von Wickelkörpern auf dem App.; Beispiele einer Kúpensäurefärbung auf Kreuzspulen; das Färben von Stranggarn auf der Terine; Vgl. des Kúpensäureverf. mit dem Pigment-Klotzverfahren. (Textil-Rdsch. [St. Gallen] 5. 179—86. Mai 1950. Mexiko D. F., Mafreyfus S. A.) P. ECKERT. 7020

—, *Das Färben von Wolle mit Indigosolen nach einem neuen Kurzfärbe-Verfahren*. Das Verf. bietet gegenüber den alten Verff. zum Färben der Indigosole auf Wolle sowie gegenüber den gebräuchlichen Verff. mit anderen Farbstoffklassen einige beträchtliche Vorteile: Das Färben geschieht in neutralem Bade, wodurch eine wesentliche Schonung des Färbegutes gewährleistet ist. Die Behandlungsdauer (Färben plus Oxydation) ist erheblich kürzer als bei allen bisher üblichen Wollfärbemethoden. Sie beträgt nur 35—45 Min. gegenüber 2½—3½ Stdn., beim alten Indigosolverf. oder bei den anderen Wollfärbemethoden. Die Behandlungstemp. liegt nicht höher als bei 85°, was gleichfalls eine Schonung der Wolle bedeutet. Das Prinzip des neuen Färbeverf. beruht darin, daß unter Zusatz von Glaubersalz gefärbt wird, anschließend wird dann mit Kaliumbichromat-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> entwickelt. Ferner kann die Oxydation im selben Bad vorgenommen werden. Eine genaue Färbvorschrift wird angegeben. (Textil-Rdsch. [St. Gallen] 5. 141—44. April 1950.) P. ECKERT. 7020

—, *Filmdruck auf Glasgeweben*. Zum Bedrucken von Glasgeweben werden diese zuerst mit einem Schmier- u. Schutzmittel überzogen, das gleichzeitig als Haftmittel für die Druckpaste dient. Hieran schließt sich das HYCAR-QUILON-Verf., das im wesentlichen eine Harzbehandlung darstellt, der eine Härtung folgt. Als Druckpaste wird folgende Zus. verwendet: 79 (Teile) *Keltex*-Lsg., 20 *Hycar OR-1542* u. 1 *Tergitol Nr. 7*. Nach dem Bedrucken wird 30 Sek. bei 300° F getrocknet, das bedruckte Gut mit *Quilon*-Lsg. behandelt u. bei 250° F getrocknet. Angaben über die Zus. der verwendeten Hilfsmittel werden nicht gemacht. (Brit. Rayon Silk J. 27. Nr. 316. 69. Sept. 1950.) P. ECKERT. 7022

American Maize-Products Co., New York, N. Y., übert. von: Harry M. Weber, Chicago, Ill., V. St. A., *Maisprotein enthaltende Druckfarbenfirnisse* mit p<sub>H</sub> nicht > 10 werden durch

Behandeln von Maisgluten (I) mit einer Fl. hergestellt, in der das in I enthaltene Zein gelöst u. das damit verbundene Protein dispergiert wird. Die Fl. enthält W., ein organ. Lösungsm., Alkali u. eine in dem Gemisch lösl. Harzseife, die als Puffersubstanz u. Benetzungsmittel wirkt. (Can. P. 466 794 vom 2/2. 1942, ausg. 25/7. 1950. A. Prior. 17/2. 1941.) ASMUS. 7007

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: Nicholas Roderick Vieira, Charlotte, N. C., V. St. A., *Färben mit Küpenfarbstoffen* in kontinuierlichem Verfahren. Die mit dem unred. Küpenfarbstoff in Pigmentform geklotzten Textilfasern durchlaufen eine geschlossene Kammer, in der sie unter Ausschluß von Luft der Einw. einer kochenden alkal. Lsg. eines Reduktionsmittels u. mindestens viermal solange der von Dampf ausgesetzt sind. Die Behandlung wird bis zur nahezu völligen Fixierung des Farbstoffs in der Faser fortgesetzt. (Can. P. 465 341 vom 7/2. 1946, ausg. 23/5. 1950.) HOPPE. 7021

Celanese Corp. of America, übert. von: Cyril M. Croft und Thomas S. Walter, Cumberland, Md., V. St. A., *Klotzfärbung von Cellulose-Derivaten*. Textilien aus Celluloseestern oder -äthern werden schnell u. gleichmäßig mit einem direkt färbenden Farbstoff gefärbt, wenn dieser sich in einer Lsg. eines niedrigen aliph. Alkohols (CH<sub>3</sub>OH) befindet u. anschließend das Textilgut ohne Trocknen u. Waschen mit einer konz. Lsg. eines Thio-cyanats als quellendem Mittel geklotzt wird. (A. P. 2 511 103 vom 12/2. 1946, ausg. 13/6. 1950.) V. SCHILLER. 7021

## XIa. Farben. Anstriche. Lacke. Naturharze.

N. J. Read, *Die Erdalkaliplumbate als Pigmentfarben*. Inhaltlich ident. mit der C. 1950. II. 2009 referierten Arbeit. (J. Oil Colour Chemists' Assoc. 33, 295—311. Juli 1950.) WILBORN. 7090

Louis Susmeyer, *Die Herstellung der Leinölstandöle im Vakuum*. Vf. empfiehlt die Herst. von Leinölstandöl im Vakuum, wodurch die Zeit verkürzt wird u. hellere u. besser riechende Öle erhalten werden. (Chim. Peintures 13, 274—76. Juni 1950.) WILBORN. 7096

Felix Wilborn, *Über die Wirkung von Trockenstoffen auf Holzölstandöl*. Vortrag. Vf. zeigt, daß die starke katalyt. Wrkg. des Eisens auf Holzölstandöl nur bei Lichtzutritt auftritt. Er erhält bei Holzölstandölfirnissen mit prakt. äquivalenten Mengen Metall (1% gefälltem Resinat), wenn die Trocknung am Tageslicht erfolgt, folgende Wirkungsskala: Co, Fe, Cu, Mn, Th, Pb, Ni, Zn. Erfolgt die Trocknung im Dunkeln, so ergibt sich folgende Skala: Co, Ce, Cu, Mn, Th, Fe, Ni, Pb, Zn. Der Ce-Firnis ist hinsichtlich der Trocknung weitgehend unabhängig vom Licht. Die Metalle verhalten sich beim Holzölstandöl ähnlich wie beim Leinöl; das gleiche gilt für den Einfl. der Menge des Trockners auf die Trockenzeit. (Chem. Technik 2, 123—25. April 1950. Magdeburg.) WILBORN. 7096

Pierre Colomb, *Untersuchung über die Vergilbung des Leinölfilmes*. Allgemeines über die Theorie des Vergilbens u. Mitt. von Verss., mit Hilfe der Chromatographie des Leinöles, gegebenenfalls nach Vorbehandlung mit Bleicherde oder Benzoylperoxyd, eine Vergilbung zu vermeiden. Allerdings wird hierdurch nur eine gewisse Verzögerung erzielt. Diskussion über den Einfl. der Schleimstoffe u. der Sikkative auf das Vergilben. (Ind. Vernice 4, 64—66. April 1950. Däniken, Schweiz, Soc. Hans Maurer S. A.) FIEDLER. 7096

J. Rinse, *Styrolisierte Öle*. Die Styrolisierung trocknender Öle kann durch Ketone (Anthrachinon, Benzophenon u. Methoxychinone) beschleunigt werden; Polymerisationskatalysatoren dagegen sind unwirksam. Nach Ansicht des Vf. handelt es sich um eine Protonenreaktion. — Für die Farben- u. Lackpraxis haben sich die Prodd. aus ungesätt. Ölen mit bis zu 45% gebundenem Styrol bewährt. Höherer Styrolgehalt führt zu hochviscosen bzw. festen Verbb. u. zur Bldg. von längeren Polystyrolketten. Öle, die gesättigter sind als Sojaöl, liefern keine klaren Prodd., da zu wenig Doppelbindungen vorhanden sind. Oxydiertes Leinöl reagiert langsamer als gebleichtes; isomerisiertes am schnellsten. (Chem. Weekbl. 46, 373—78. 3/6. 1950.) WINGCHEN. 7096

T. H. Glynn Michael, *Verwendung von Styrol in Schutzüberzügen*. Copolymerisation von Styrol (I) mit fetten Ölen kann in M. oder in Lsg. erfolgen. Dehydratisiertes Ricinusöl (II) bzw. 9.11-Octadecadiensäure eignet sich am besten für die Umsetzung. Als Reaktionsbeschleuniger wirken O-haltige Substanzen, Benzoyl-, Cymolperoxyd geblasene Öle von hoher Peroxydzahl. Mit I behandeltes II u. im geringeren Grad mit I behandeltes Sojaöl sind schneltrocknend, im Film hochglänzend u. hart, haltbar auf Metall u. von guter Dispersionsfähigkeit für Pigmente, aber andererseits von mäßiger Chemikalienresistenz u. beschränkter Wetterfestigkeit auf Holzuntergrund. Das Verhältnis Styrol/Triglycerid



kann in weiten Grenzen variiert werden, bei II mit etwa  $\frac{1}{3}$  9.11-Octadecadiensäure von 1 : 2 bis 3 : 1. — Die Mischpolymerisation von I mit Alkydharzen kann erfolgen: 1. durch Alkohololyse von styrolisiertem Öl u. Rk. mit Phthsäureanhydrid (III), 2. durch Copolymerisation von Fettsäuren mit I u. Umsetzung mit einem Alkohol u. III, 3. durch Alkohololyse von unbehandeltem Öl u. Umsetzung des Monoglycerids mit I u. dann mit III, 4. durch direkte Rk. von I mit einem Ölalkydharz. Styrolalkyde mit hohem Styrolgeh. (30—40%) trocknen langsamer u. sind weniger hart, aber von noch besserer Filmhaltbarkeit u. bes. für Streichlacke geeignet. Für Mischpolymerisation mit fetten Ölen kommen außer I zur Anwendung: Maleinsäureanhydrid, Cyclopentadien, Butadien, Allylalkohol, Acrylnitril u. andere. Zu beachten ist, daß mit I behandelte Stoffe eine beschränkte Verträglichkeit gegen andere Lackstoffe aufweisen. (Amer. Paint J. 34. 60—70. 28/9. 1950. Toronto, Ontario, Can., Woburn Chemicals, Ltd.) SCHEIFELE. 7096

Erich Kopinski, *Emulsionen, aber mal anders*. Es wird auf die anstrichtechn. Bedeutung von WO-Emulsionen als Vorstreichgrundfarbe hingewiesen. (Farben, Lacke, Anstrichstoffe 3. 271. Aug. 1949. Berlin-Marienfelde.) K. MEIER. 7096

Pierre F. Dewinter, *Die Anwendung der Lösungsmittel in den Celluloselacken vom technischen und zugleich vom wirtschaftlichen Standpunkte aus*. Vf. empfiehlt auf Grund der angeführten Verss. u. Berechnungen die Bevorzugung der Ketone vor den Estern. (Chim. Peintures 13. 290—97. Juni 1950.) WILBORN. 7100

J. E. O. Mayne, *Die Blasenbildung bei Farbfilmern*. 1. Mitt. *Blasenbildung ohne Korrosion*. Vf. knüpft an die Arbeit von KITTELBERGER u. ELM (vgl. C. 1947. 935) an u. zeigt, an unpigmentierten, plastifizierten Polystyrolfilmen auf Glas, daß die Blasen keine Fl., sondern Luft enthalten. Wenn die Blasenbildung im Seewasser geringer ist als im dest. W., wie die Verss. zeigten, so hängt das damit zusammen, daß die Wasseraufnahme des Filmes nur so weit geht, bis der osmot. Druck des W. im Film der gleiche ist, wie der in der Lösung. Die unterschiedliche Blasenbildung auf verschied. Untergründen hängt von der Verschiedenheit der Haftfestigkeit ab. (J. Oil Colour Chemists' Assoc. 33. 312—16. Juli 1950. Cambridge, Univ.) WILBORN. 7106

W. Husse, *Über Versuchsergebnisse an Unterwasseranstrichen von ortsfesten Stahlbauten*. Vortrag. Hierzu vgl. die C. 1950. II. 347 referierte Arbeit. Außer den dort erwähnten Ergebnissen zeigte sich eine wesentliche Überlegenheit der geschmolzen aufgetragenen Anstrichmittel vor den mit Lösungsmitteln hergestellten Lacken u. eine Überlegenheit der mit Füllstoffen (Mikroasbest, aber auch Schiefermehl) versehenen Überzüge. Mennige-Leinöl-Grundierung ist nur gut, wenn sie mager u. mindestens sechs Wochen durchgetrocknet ist. (Chem. Technik 2. 126—28. April 1950. Grünau, Chem. Fabrik.) WILBORN. 7106

Sherwin-Williams Co., Cleveland, O., übert. von: Charles D. Downs, Coffeyville, Kans., und Harold F. Saunders, Shaker Heights, O., V. St. A., *Titanioxydpigment* mit verbesserter Textur. Calciniertes TiO<sub>2</sub> wird trocken mit genügenden Mengen (um ein freirieselndes Pigment zu erhalten) Zn-Resinat oder Adipinsäure in Luft vermahlen. Aus dem gemahlenden Gut wird durch Windsichtung der feinste Anteil (Teilchengröße 0,2—0,8  $\mu$ ) gewonnen, während der gröbere Anteil zu weiterer Vermahlung zurückkehrt. (Can. P. 464 699 vom 2/8. 1945, ausg. 25/4. 1950.) SCHREINER. 7091

Anglo Iranian Oil Co. Ltd., London, übert. von: Eric Sylvester Narracott, Sunbury-on-Thames, England, *Herstellung eines Rohstoffes für Lacke und Farben aus SO<sub>2</sub>-Extrakten von Erdöldestillaten*. Eine zur Herst. von Schmierölen geeignete Mineralölfraction wird entparaffiniert u. hierauf mit einem Lösungsm., z. B. einer Mischung von SO<sub>2</sub> u. Bzl., extrahiert. Der erhaltene Extrakt wird vom Lösungsm. durch Dest. befreit u. während 8—50 Stdn. bei Temp. zwischen 150 u. 300°, vorzugsweise 180—280°, mit SO<sub>2</sub> behandelt, u. zwar in einer Menge bis zu 25% seines Gewichts. Das so erhaltene harzartige Prod. (Erweichungspunkt 92,5°, Mol.-Gew. ca. 1300) kann durch Dest. oder Behandlung mit Bleicherden weiter gereinigt werden. Es ist geeignet, die üblichen filmbildenden Stoffe in Lacken u. Anstrichfarben ganz oder teilweise zu ersetzen. (A. P. 2 485 911 vom 1/5. 1945, ausg. 25/10. 1949. E. Prior. 9/5. 1944.) BEIERSDORF. 7097

Ciba Akt.-Ges., Basel, Schweiz (Erfinder: G. Ott und W. Kraus), *Herstellung von Lackrohstoffen*. Zur Herst. von Lackrohstoffen, bes. für Einbrennlacke, herstellt man ein harzartiges Phenolkondensationsprod., das je Phenolkern mindestens 2 Äthylenoxydgruppen enthält, mit Dicyandiamid u. einem Aldehydkondensationsprod., das verätherte Methylolgruppen enthält, u. gegebenenfalls mehrwertigen Phenolen. Die Phenolkondensationsprod. werden vorzugsweise unter Verwendung von mehrkernigen Phenolen, deren Kerne durch eine C-Brücke miteinander verbunden sind, wie 4,4'-Dioxydiphenyldimethyl-

methan (I), 4,4'-Dioxydiphenylmethan oder 4,4'-Dioxydiphenylmethan, durch Erhitzen mit Epihalogenhydrinen oder Dihalogenhydrinen im alkal. Medium hergestellt. Als weitere Phenolkomponenten sind genannt 4,4'-Dioxydiphenylsulfon, Resorcin, Hydrochinon. Als Aldehydkondensationsprodd., die verätherte Methylolgruppen enthalten, sind erwähnt: Alkylätherverb. von Melamin-, Harnstoff-, Dicyandiamid-, Phenol-Aldehydkondensationsprodukten. Z. B. werden 32,94 (Teile) Harz aus I bei 90—100° mit einer Lsg. aus 27,55 Cyclohexanol, 3,29 Cyclohexanon, 9,18 o-Dichlorbenzol u. 3,29 Toluol gelöst, dann portionsweise bei 100° mit insgesamt 3 Dicyandiamid u. nachfolgend mit 5,7 einer 75%ig. Lsg. von Hexamethylolmelaminbutyläther in Butanol u. 0,1 25%ig. NH<sub>3</sub> versetzt u. 1—1,5 Stdn. bei 100° bis zur völligen Lsg. erhitzt. Die erhaltene Lackharzlg. kann nach dem Trocknen bei 100—200° eingebracht werden u. gibt außerordentlich biegsame Überzüge, die auch beim Stanzen u. Tiefziehen nicht reißen. Da sie ferner sehr beständig gegen Chemikalien (Lösungsmittel, Fette, Öle, Alkalien, Säuren) sind, können sie bes. als Überzüge für Konservendosen (aus Al usw.) verwendet werden. (Schwed. P. 126 555 vom 1/8. 1947, ausg. 1/11. 1949. Schweiz. Priorr. 8/8. 1946 u. 1/7. 1947.)

J. SCHMIDT. 7097

**Alox Corp.**, New York, N. Y., übert. von: James E. Shields und Edward V. Reilly, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Korrosionsverhütungsmittel*. Durch Extraktion einer in einem flüchtigen, indifferenten Lösungsm. dispergierter Mischung oxydierter u. nicht-oxydierter, im wesentlichen aliphat. KW-stoffe, wie sie bei der partiellen Oxydation einer Erdölfraktion in fl. Phase anfällt, mit mindestens der gleichen Gewichtsmenge konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei nicht > 125° u. Aufarbeiten des H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Extraktes wird ein polares, öllösl., in W. unlösl. Korrosionsverhütungsmittel hergestellt. (Can. P. 464 608 vom 7/6. 1943, ausg. 25/4. 1950. A. Prior. 18/6. 1942.)

ASMUS. 7097

**Bakelite Corp.**, übert. von: Leo R. Whiting, East Orange, N. J., und Mark V. Goodyear, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Grundiermittel für Metalle*. Man löst in W. unlösl., OH-Gruppen enthaltende Vinylharze, z. B. teilweise hydrolysierte Polyvinylester, in organ. Lösungsmittel u. versetzt mit einer Mischung aus CrO<sub>3</sub> u. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (im Überschuß), u. zwar 0,8 bis 21,2% CrO<sub>3</sub> u. 3,2—36,1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, bezogen auf das Harz. Die Lsgg. ergeben festhaftende Metallüberzüge. (A. P. 2 488 651 vom 26/4. 1948, ausg. 22/11. 1949.)

FABEL. 7097

**Raybestos-Manhattan, Inc.**, Passaic, N. J., übert. von: Izador J. Novak, Trumbull, Conn., V. St. A., *Reinigen trocknender Öle*. Mit O<sub>2</sub> oder solches enthaltenden Gasen bei tiefen Temp. (unterhalb 250° F) geblasene pflanzliche Öle werden mit der gleichen Menge W. unter Rühren versetzt, nach mehreren Stdn. Verweilzeit die Schichten getrennt, die ölige Schicht vorsichtig auf ca. 300° erhitzt, um das restliche W. zu entfernen, u. schließlich auf 500—600° weitererhitzt. Die Aufhellung sowie die SZ. der vorbehandelten Öle sind zufriedenstellend. (A. P. 2 488 680 vom 30/4. 1947, ausg. 22/11. 1949.)

G. KÖNIG. 7097

**Francisco Ambrosio Ricardo Franchi**, Lausanne, Schweiz, *Einbrennlack als Zwischenschicht auf Metallen*, die noch mit einem gegen Nahrungsmittel u. chem. Agenzien beständigen Lack überzogen werden. Der Lack besteht aus einem Harz (synthet. oder künstlichem Kopal), mindestens einem Sikkativ (Co, Mn) aus bei hoher Temp. gekochtem Leinöl, einem Lösungsm., einem Metallpulver (Al, Sn, Pb, Cd) u. einem Metalloxyd oder -hydroxyd, ausgenommen die der Alkalien u. Erdalkalien (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SnO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, PbO bzw. deren Hydroxyde). Zweckmäßig setzt man je kg Lack noch 1—4 kg Holzöl zu. Der Lack wird zweckmäßig aus 6—14 (Teilen) eines Einbrennlackes, 1,5—4 eines Metallpulvers, 0,5 bis 3 eines Metalloxydes oder -hydroxydes u. 0,2—3 eines Lösungsm. (Terpentinöl) hergestellt. Die M. wird z. B. bei 150—220°, nachdem sie auf Schwarzblech aufgestrichen oder aufgespritzt wurde, ca. 20—60 Min. eingebrannt. (Schwz. P. 259 446 vom 18/10. 1945, ausg. 16/10. 1949.)

KRAUS. 7117

**Interchemical Corp.**, übert. von: Ernest D. Lee, Teaneck, Rupert J. Schafbauer jr., Union City, und Hugh J. Dunn, Hollis, N. Y., V. St. A., *Oxydation von Harzen*. Aus harzhaltiger Kohle gewinnt man Harze durch Trennen von der Hauptmenge der Kohle u. erzeugt so ein Harzkonzentrat, dem noch Kohle beigemischt ist. Dieses extrahiert man mit einem KW-stoff, z. B. 2-Methylpentan, u. behandelt das extrahierte Harz mit Luft bei Temp. von 145—155°. (A. P. 2 488 546 vom 26/3. 1948, ausg. 22/11. 1949.)

NEBELSIEK. 7141

**Locke, Spier & Co. Ltd.**, Manchester, England, *Verbesserung der Eigenschaften von Schellack (I)*, bes. Senkung seines Feuchtigkeitsgeh. u. Erhöhung seiner Löslichkeit in Methanol. In einer geeigneten Vorr. wird der I durch Erhitzen plast. gemacht u. dann in Form feiner Fäden durch feine Öffnungen gedrückt. (Schwz. P. 262 557 vom 1/4. 1947, ausg. 1/10. 1949.)

FABEL. 7143

## XIb. Polyplaste (Kunstharze. Plastische Massen).

**Robert L. Pett**, *Synthetische Harze und die neueste Entwicklung auf dem Gebiet der Harze*. Kurze Übersicht über die Herst. von Klebstoffen aus synthet. Harzen (mit besonderer Berücksichtigung des Klebens von Papier u. Pappen) sowie von Schichtstoffen u. Überzügen. (Wld. Paper Trade Rev. 134. 608. 31/8. 1950.) ROSSOW. 7170

**G. Schulz und K. Mehnert**, *Kältefestigkeit von Kunststoffen*. Vff. schlagen vor, die Kältefestigkeit von Filmen u. Folien aus thermoplast. Kunststoffen durch deren Kältebruchtemp. zu beurteilen. Diese wird als diejenige Temp. definiert, bei der eine Filmschleife mit vorgeschriebenen Abmessungen u. Krümmungsradius zerbricht, wenn sie mit einem kurzen Ruck durch einen Spalt gezogen wird, der das 4—5fache der Foliendicke beträgt. Beschreibung des Prüfverf. u. der erforderlichen Vorrichtung. (Kunststoffe 9. 157—59. Juli 1949. Frankfurt/M.-Höchst, Farbwerke Hoechst.) NOUVEL. 7170

**F. H. Müller**, *Über die elastische Dispersion bei Kunststoffen und Kunststoffmischungen. Zum plastisch-elastischen Verhalten der Materie II*. Da der Elastizitätsmodul der makromol. Substanzen nicht nur von der Temp., sondern auch von der Schergeschwindigkeit abhängt, machen sich bei einer period. Verformung für passend gewählte Temp.- u. Frequenzbereiche starke Dispersionsverschiebungen bemerkbar. Vf. führte entsprechende Verss. (Biegung einer bändchenförmigen Probe) bei einer Reihe von Kunststoffen durch. Die Ergebnisse sind in Kurven wiedergegeben. Mit Hilfe des rechner. zu ermittelnden Relaxationsspektr. kann das Verh. der Substanz gegenüber irgendeinem zeitlichen Verformungsverlauf vorausbestimmt werden. (Kunststoffe 39. 215—18. Sept. 1949. Marburg/Lahn.) NOUVEL. 7170

—, *Ein Beitrag der USA zum Kunststoffsektor. Wertvolle Eigenschaften von  $\alpha$ -Methylstyrol*. Die Polymerisation von  $\alpha$ -Methylstyrol (I) mit sauren Katalysatoren führt zu niedermol., ungesätt. bzw. gesätt. (cycl.) Polymeren, die Lösungspolymerisation bei tiefen Temp. (bis  $-130^\circ$ ) zu Prodd. mit Mol.-Gew. bis 84000. Ferner sind I-Mischpolymerisate u. Kombinationen von I mit trocknenden Ölen bekannt. (Chem. Age 62. 755. 20/5. 1950.) SCHÄFF. 7172

**Erich Ziegler und Gustav Zigeuner**, *Über die Bildung von Dioxydiphenylmethanderivaten aus Phenolalkoholen in Gegenwart von Laugen und Säuren*. 13. Mitt. *Über Phenolalkohole*. Übersicht über die in der Literatur erörterten Theorien der Harzbdg. aus Phenolalkoholen. Nach Ansicht der Vff. werden Oxybenzylalkohole schon durch verd. HCl in die bes. reaktionsfähigen Chlormethylphenole umgewandelt, die mit Phenolen unter HCl-Abspaltung zu Dioxydiphenylmethanderiv. v. zusammentreten. Aus diesem Grunde läßt sich bei der sauren Phenol- $\text{CH}_2\text{O}$ -Kondensation die Bldg. von Phenolalkoholen nicht feststellen. Bei der alkal. Phenol- $\text{CH}_2\text{O}$ -Kondensation liefern diejenigen Phenole, deren Phenolalkohole gegen Alkali relativ beständig sind, Prodd. von Resolcharakter, während diejenigen Phenole, deren Oxy-methylverb. in alkal. Medium leicht in Methylenverb. übergehen, novolalähnliche Prodd. geben. (Kunststoffe 39. 191—92. Aug. 1949. Graz, Univ., Inst. für Organ. u. Pharmazcut. Chem.) NOUVEL. 7176

**R. Vieweg und W. Knappe**, *Einige physikalische Messungen während der Polymerisation eines Kunststoffes*. Vff. bestimmten an einem unter n. Bedingungen innerhalb weniger Stdn. polymerisierenden Kunststoff (Hostacoll C) die Volumenschumpfung (unter Paraffinöl), die Brechzahl (im Refraktometer) u. den spezif. elektr. Widerstand (in einer Brückenordnung). Während die Kurven für die beiden ersten Eigg. anfangs steil ansteigen u. bereits nach 2—4 Stdn. verflachen, sinkt die Kurve für den elektr. Widerstand während der ersten Stunde ab, passiert ein Minimum u. steigt dann langsam an. Der Beharrungszustand stellt sich erst nach ca. 3 Tagen ein. (Kunststoffe 39. 279—80. Nov. 1949. Darmstadt, TH, Inst. für techn. Physik.) NOUVEL. 7210

**L. E. Sieffert und E. M. Schoenborn**, *Die Temperaturbeständigkeit von Kunststoff-Schichtstoffen. Charakterisierung mit Hilfe der kritischen Wärme-Instabilitäts-Temperatur*. Kleine Proben handelsüblicher Schichtstoffe auf Kunststoffbasis werden (an einer Waage aufgehängt) in einem elektr. Ofen über längere Zeiträume (bis 72 Stdn.) Temp. bis  $450^\circ$  ausgesetzt u. der Gewichtsverlust in Abhängigkeit von Zeit u. Temp. gemessen. Mit Hilfe eines graph. Verf. wird eine für den Schichtstoff charakterist. empir. Wärme-Instabilitätstemp. ermittelt. (Ind. Engng. Chem. 42. 496—502. März 1950. Washington 25, D. C. Bureau of Ships, U. S. Navy Dep., u. Raleigh, N. C., North Carolina State Coll.) SCHNELL. 7210

**Heinrich Hammes**, *Flüchtigkeitsbestimmung an Weichmachern für Kunststoffe bei höheren Temperaturen*. Vf. untersuchte die Flüchtigkeit von 8 verschied. Weichmachern bei  $100$ — $150^\circ$  innerhalb von 1—6 Stunden. Es zeigte sich, daß z. B. nach 1 Stde. bei  $150^\circ$

von WM 482 ca. 3%, von Benzylbutylphthalat ca. 5%, von Synestrol T 621, Elaol u. WM 481 ca. 8%, von Palatinol BF ca. 12%, von Plastomoll KF ca. 17% u. von Dibutylphthalat ca. 22% verdampft waren. (Kunststoffe 39. 213—14. Sept. 1949. Wuppertal-Vohwinkel, Kabelwerke Vohwinkel A.-G.) NOUVEL. 7210

**B. Wurzschmitt**, *Nachweis und Bestimmung von o-Trikresylphosphat bzw. o-Kresol in technischem Trikresylphosphat und Bedarfsgegenständen aus weichgemachten Kunststoffen*. Man extrahiert aus dem zerkleinerten Kunststoff das Trikresylphosphat mit Ae., verdampft den Ae., verseift den Rückstand mit NaOH oder KOH in Ggw. von reinstem Glykolmonoäthyläther (Kp. 134°), brennt die Dämpfe des letzteren ab, löst das zurückbleibende Kresolat in W., entfernt störende Verunreinigungen durch Ausschütteln mit Ae., scheidet durch Zusatz von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> die Kresole ab u. extrahiert sie mit Äther. Nur wenn eine Prüfung der zurückgebliebenen sauren Lsg. die Anwesenheit von PO<sub>4</sub>-Ionen zeigt, wird der Äthylätherauszug weiter untersucht. Man verdampft den Ae., gibt Benzaldehyd u. 75%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zu, erhitzt einige Min. auf 140°, kühlt ab, versetzt mit W., extrahiert mit Ae. u. verdampft die Äthylätherlösung. Bei Anwesenheit von o-Kresol ist der Rückstand blutrot. Seine Lsg. in Methanol ist dann orangerot, sie färbt sich mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> rot u. mit NaOH blauviolett. Durch m- u. p-Kresol wird diese Farb-Rk. nicht hervorgerufen. Phenol verhält sich ebenso wie o-Kresol; es kommt jedoch im Trikresylphosphat nicht vor. (Kunststoffe 39. 219—20. Sept. 1949. Ludwigshafen a. Rh.) NOUVEL. 7210

**California Research Corp.**, San Francisco, übert. von: **Irving E. Levine** und **Leon T. Folsoni**, Berkeley, Calif., V. St. A., *Polymerisation von gasförmigen Olefinen*. Die Polymerisation, z. B. von Propylen, n-Butenen, Isobuten oder Mischungen dieser, findet in fl. Phase unter Verwendung von FRIEDEL-CRAFTS-Katalysatoren statt, wobei das Olefin in einem verflüssigten, normalerweise gasförmigen KW-stoff, wie Methan, Äthan, Propan, Butan, gelöst wird. Die Lsg. des Olefins wird nach Trocknung mittels Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bei einer Temp. von ca. 60° F u. unter einem Druck von ca. 18 at in ein vertikales zylinderförmiges Reaktionsgefäß eingespritzt, u. zwar auf eine Siebplatte, die in der Dampfzone des Gefäßes angeordnet ist. Gleichzeitig wird in die untere Flüssigkeitszone des Gefäßes eine Lsg. des Katalysators, z. B. in verflüssigtem Butan, die eine Temp. von mindestens 165° F aufweist, bei einem Druck von ca. 15 at eingespritzt. Die vom Boden des Reaktionsgefäßes abgezogene fl. Lsg. der Polymeren passiert nach Abtrennung von teerartigen Anteilen u. der Hauptmenge des Katalysators einen Kühler u. hierauf ein mit adsorbierendem Ton gefülltes Filter, um noch vorhandene Katalysatorreste abzuscheiden, u. geht dann zu einer Destillationsanlage, in der das Lösungsm. abgetrennt wird. Die das Reaktionsgefäß am oberen Ende verlassenden Dämpfe werden in einem Wärmeaustauscher erhitzt, komprimiert u. anschließend bei einer Temp. von ca. 100° F kondensiert. Nach Abtrennung der Gase von dem Kondensat passiert dieses noch einmal den Wärmeaustauscher u. wird dann mit einer Temp. von nicht unter 30, aber nicht über 180° F in die Dampfzone des Reaktionsgefäßes zurückgeführt. (A. P. 2 484 384 vom 11/2. 1946, ausg. 11/10. 1949.) BEIERSDORF. 7173

**E. I. du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, Del., übert. von: **Ralph Albert Jacobson**, Landenberg, Pa., V. St. A., *Polyäthylene (I)* werden durch die Zugabe von Paraffin-KW-stoffen (II) (erhalten bei der CO-Hydrierung; F. > 120°) im Verhältnis von 80—60% I zu 20—40% II in der Wasserfestigkeit, Plastizität u. im F. verbessert, worauf sie sich als Überzugsfilme für elektr. u. therm. Isolierungen bes. eignen. (A. P. 2 499 756 vom 6/9. 1945, ausg. 7/3. 1950.) G. KÖNIG. 7173

**E. I. du Pont de Nemours & Co.**, übert. von: **Herman Elbert Schröder**, Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung von 3.3.3-Trifluorpropen (I) enthaltenden Mischpolymerisaten*. Man erhält Mischpolymerisate, die sich zur Herst. von Gußmassen, Filmen, Folien, Bindemitteln für Fasern u. Einlagen für Sicherheitsglas eignen, wenn man I zusammen mit aliphat. KW-stoffen mit 2—4 C-Atomen u. nur einer endständigen Äthylen-Doppelbindung, z. B. Äthylen, der Polymerisation unterwirft. Die Polymerisation kann mit oder ohne Verwendung von Lösungsmitteln (z. B. Bzl., tert. Butanol, Methanol) oder in Emulsion unter Einw. von Wärme (bis 250°) u. in Ggw. von O<sub>2</sub> sowie Katalysatoren (bis zu 5% Peroxyd- oder Azoverbb.), bei Drucken bis zu 1000 at durchgeführt werden. Die Menge I soll in dem erhaltenen Mischpolymerisat 5—95% betragen. Zwecks Modifizierung des Endprod. können bei der Polymerisation noch andere polymerisierbare Verbb., wie Vinyl- oder Vinylidenverbb. (Vinylchlorid oder -fluorid, Acrylsäure- oder Methacrylsäurenitril, Methacrylat, Vinylidenchlorid oder -fluorid, Methylmethacrylat), Diene (Butadien, Isopren), halogenierte Monoolefine (Tetrafluoräthylen, Chlortrifluoräthylen, 1,1-Dichlor-2,2-difluoräthylen), halogenierte Diene (Chloropren), in Mengen unter 50% mitverwendet werden. (A. P. 2 484 530 vom 24/5. 1948, ausg. 11/10. 1949.) BEIERSDORF. 7173

**American Cyanamid Co.**, New York, N. Y., übert. von: **Edward L. Kropp**, Old Greenwich, Conn., V. St. A., *Fluorieren hochpolymerer aliphatischer Verbindungen*, enthaltend bis zu 5% H im Mol., erfolgt mittels verd., gasförmigem F oder auch mit F-haltigen Verbb., wie SbF<sub>3</sub>, SbF<sub>5</sub>Cl<sub>6</sub>, in Ggw. von Katalysatoren (SbCl<sub>5</sub>, J, AgF) bei Temp. von -30 bis 100°, gegebenenfalls unter Drucken bis 50 at oder mehr. Die Rk. wird zuerst mit gasförmigem F, das durch inerte Gase verd. ist, eingeleitet u. mit konz. F beendet. Freier O oder organ. Verbb. die O enthalten, sollen in der Regel nicht zugegen sein. Verbb. mit bis zu 5% H werden zweckmäßig vorher chloriert oder bromiert. Die Fluorierung wird vorteilhaft mit Verbb. durchgeführt, die keine H-Atome im Mol enthalten, z. B. Polymeren des Trifluorbromäthylens, Trifluorjodäthylens, 1,2-Dichlor-1,2-difluoräthylens, Polyvinylestern der Trifluoressigsäure, Copolymeren von Vinylidenchlorid u. Vinylchlorid, Polymeren von chlorierten Methylsiliconen. Es ist nicht notwendig, das Fluorieren an fertigen Endprod. auszuführen, man kann auch von Interpolymeren ausgehen. Ferner läßt sich die Fluorierung bei Fertigprod., wie geformten Gegenständen, Geweben, Fäden, durchführen. Die F-haltigen hochpolymeren Verbb. (Mol.-Gew. von 10000 u. mehr) u. die damit behandelten Gegenstände sind resistent gegen Lösungsmittel, korrosive Stoffe u. besitzen eine hohe Wärmefestigkeit, lassen sich sterilisieren, so daß aus ihnen hergestellte Fäden sich als chirurg. Nähmaterial eignen. Auch als elektr. Isoliermaterial sind die Verbb. geeignet. (A. P. 2 497 046 vom 12/10. 1945, ausg. 7/2. 1950.)

G. KÖNIG. 7173

**E. I. du Pont de Nemours & Co.**, Wilmington, übert. von: **Kenneth L. Berry**, Hockessin, Del., V. St. A., *Dispersionen aus Polytetrafluoräthylen enthaltenden Mischpolymerisaten*. Man erhält Dispersionen, die sich zum Überziehen bzw. Imprägnieren von Papier, Textilien, Glasgeweben, Metalloberflächen oder zur Herst. von Filmen eignen, wenn man Mischpolymerisate aus Tetrafluoräthylen (I) u. anderen polymerisierbaren ungesätt. Verbb., wie Äthylen, Styrol, Vinylchlorid, Vinylidenchlorid, Chlortrifluoräthylen, Vinylacetat, Äthylacrylat, Methylmethacrylat, in oberhalb 175° sd. Medien dispergiert. Als solche eignen sich neutrale Ester von Carbonsäuren u. Ketone, wie Äthylcaprylat, Methyl-laurat, -palmitat, -oleat, Äthylbenzoat, Diäthylmalonat, Dimethylmalonat, -succinat, -glutarat, -adipat, -azelat, -phthalat, -hexahydrophthalat, Dibutylsebacat, -phthalat, Tributylphosphat. Sie können gegebenenfalls mit KW-Stoffen, wie Leuchtöl, hochsd. Äthern oder Alkoholen vermischt werden, die nicht quellend oder lösend auf das Mischpolymerisat wirken. Man kann der Dispersion noch Pigmente, Plastifizierungsmittel, Wachse, Harze, Metallpulver zusetzen. Der Geh. an I im Mischpolymerisat soll 50—85%, der Durchmesser der dispergierten Teilchen 0,1—15 μ betragen. Beispiel: Eine Mischung aus 1 (Teil) Mischpolymerisat aus I u. Äthylen u. 3 Diisobutyladipat wird in einem Salzbad unter Rühren schnell auf 290° erhitzt. Dann läßt man die Temp. auf 230° absinken u. rührt weiter, bis das Mischpolymerisat vollständig ausgefallen ist, worauf die Mischung auf n. Temp. abgekühlt wird. Man konz. nun die Dispersion auf einen Geh. von 40% an festen Anteilen durch Zentrifugieren. Dann wird filtriert u. das fein zerteilte Polymerisat mit Dimethylphthalat gewaschen, bis es frei von Diisobutyladipat ist, worauf es bei n. Temp. unter lebhaftem Rühren in Dimethylphthalat dispergiert wird. Die Dispersion eignet sich zum Überziehen von Drähten. (A. P. 2 484 483 vom 26/7. 1945, ausg. 11/10. 1949.)

BEIERSDORF. 7173

**United States Rubber Co.**, New York, N. Y., übert. von: **Alfred J. Green**, Waterbury, Conn., V. St. A., *Emulsionspolymerisation von 1,3-Butadienen mit Verbb.*, welche die Gruppen >C=C< oder CH<sub>2</sub>=C< enthalten, erfolgt in Ggw. einer Lsg. von Natriumsilicat u. HCl in nicht alkal. Medium. Die Menge des Kieselsäuregels soll 0,2—2 Gew.-% betragen. Die Dispersion der Ausgangsstoffe wird durch Dispergatoren, die im saurem Medium wirksam sind, aufrecht erhalten. Außerdem kann man noch bekannte Regulatoren, wie Mercaptane, zusetzen. Das Ende der Emulsionspolymerisation kann man durch Unterbrecher, wie Hydrochinon, bestimmen. (A. P. 2 497 447 vom 11/1. 1945, ausg. 14/2. 1950.)

G. KÖNIG. 7173

**Stabalen Chemical Co.**, übert. von: **Charles J. Chaban**, Toledo, O., V. St. A., *Behandlung von Polymerisaten von chlosubstituierten Äthylenen*. Polymerisationsprod. von Vinylchlorid oder Vinylidenchlorid oder Mischpolymerisate aus beiden mit oder ohne Zusatz eines Vinylsters, wie Vinylacetat, kann man hinsichtlich ihrer Widerstandsfähigkeit gegen Licht, Hitze, Atmosphärrillen, Abnutzung, Biegen usw. wesentlich verbessern, wenn man ihnen ein kristallwasserhaltiges Alkaliperborat, wie NaBO<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>·3 H<sub>2</sub>O, in Mengen von 1—10% bei n. oder erhöhter Temp. einverleibt. Dies kann im Falle fester Polymerisate bei n. Temp. mit Hilfe von Kugelmöhlen geschehen. Ist das Polymerisat fl. oder liegt es in Form einer Lsg. oder Dispersion vor, verwendet man eine übliche Dispergiervorrichtung. — Beispiele. (A. P. 2 487 099 vom 11/6. 1945, ausg. 8/11. 1949.)

BEIERSDORF. 7173

N. V. de Bataafsche Petroleum Mij., Den Haag, Holland, (Erfinder: R. H. Mettvier-Meijer und W. L. J. de Nie), *Mischpolymerisation von schwer- und leichtpolymerisierbaren Stoffen in einer wässrigen Emulsion*. Zur Herst. von Imprägnierungsmitteln oder Formmassen stellt man Mischpolymerisate von Stoffen, die, wie Vinyl- oder Vinylidencchlorid (I) in wss. Phase leicht polymerisiert werden, mit Stoffen, die, wie Isobuten (II), Äthylen, Vinyläther, Maleinsäureanhydrid, Fumarsäureester, in wss. Emulsion nicht oder nur schwer polymerisierbar sind, in der Weise her, daß man in der wss. Phase zunächst die leicht polymerisierbaren Stoffe teilweise oder fast fertig polymerisiert u. dann gegen Ende der Polymerisation schwer polymerisierbare Stoffe zusetzt. Hierdurch kann die Polymerisationszeit für die schwer polymerisierbaren Stoffe wesentlich verkürzt werden. Die Prodd. zeichnen sich durch bes. gute Gleichmäßigkeit aus, da bes. hochpolymerisierte Moll. nicht vorhanden sind. Hierdurch wird die Stabilität erhöht. — Z. B. polymerisiert man 225 g I in wss. Phase bei 45° 1 Stde. u. setzt dann unter Druck II zu. Die Polymerisation ist bereits nach 3 Stdn. beendet. (Schwed. P. 126 412 vom 23/3. 1945, ausg. 18/10. 1949. Holl. Prior. 23/3. 1944.) J. SCHMIDT. 7173

Westinghouse Electric Corp., East Pittsburgh, Pa., übert. von: Newton C. Foster, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Kunstharze aus Mischpolymerisaten*. Man erhält harzartige Prodd., wenn man Verbh., die eine reaktionsfähige Vinyl- oder Vinylidengruppe enthalten, zusammen mit Metallsalzen, vorzugsweise Zn-Salzen, von durch Alkylgruppen halbveresterten ungesätt. Dicarbonsäuren (z. B. Malein-, Fumar-, Itacon-, Citracon-, Monochlormaleinsäure) polymerisiert. Die Metallsalze der Ester stellt man her, indem man z. B. ein Gemisch von 1 Mol. Monoisopropylmaleat u. ½ Mol. ZnO ca. 30 Min. auf 125° erhitzt. An Stelle von ZnO kann man auch ZnCl<sub>2</sub>, ZnCO<sub>3</sub>, Zn(OH)<sub>2</sub>, ZnBr<sub>2</sub> usw. verwenden. Als Verbh. mit reaktionsfähiger Vinyl- oder Vinylidengruppe eignen sich z. B. Mono- oder Distyrol, p-Methylstyrol, Vinylacetat, Methylvinylketon, Acrylsäurenitril, Methylmethacrylat, Allylacrylat, Diallylphthalat. Die Polymerisation wird in bekannter Weise durch Erhitzen der Komponenten auf etwa 100° in Ggw. eines Katalysators, wie Benzoylperoxyd, durchgeführt. Die erhaltenen Harze sind gegen organ. Lösungsmittel widerstandsfähig u. eignen sich bes. als Imprägnierungsmittel für die Herst. von Mehrschichtstoffen. (A. P. 2 484 216 vom 22/5. 1948, ausg. 11/10. 1949.) BEIERSDORF. 7173

Monsanto Chemical Co., St. Louis, Mo., übert. von: Robert R. Lawrence, Springfield, Mass., V. St. A., *Stabilisieren von Vinylchlorid enthaltenden Kunstharzen*. Vinylchlorid enthaltende harzartige Polymerisationsprodd. können gegen Verfarbung bei Einw. höherer Temp. durch Zusatz von Propylenglykoldiricinoleat (I) geschützt werden. Auf 100 (Gewichtsteile) Harz verwendet man mindestens 0,5 u. höchstens 8 I. Gleichzeitig mit I können gegen Einw. von Licht stabilisierend wirkende Organometallverbh., wie Dibutylzinn-diäacetat oder Dibutylzinn-dilaurat, zugesetzt werden. Auch die Ggw. von Glycerinestern von ungesätt. Fettsäuren (Lein-, Holz-, Sojabohnen-, Sonnenblumen-, Saflor-, Mohn-, Oliven-, Sesam-, Walnuß-, Baumwollsaamen-, Ricinus-, Perilla-, Mais-, Raps-, Walfisch-, Erdnußöl) ergibt in den mit I versetzten Harzen eine Stabilisierung gegen Lichteinwirkung. Außer reinen Vinylchloridpolymerisaten können auch Mischpolymerisate von Vinylchlorid mit anderen polymerisierbaren Verbh., wie Vinylacetat, Diäthylmaleat usw. durch Zusatz von I stabilisiert werden. (A. P. 2 486 182 vom 5/4. 1947, ausg. 25/10. 1949.) BEIERSDORF. 7173

Doso Chemical Co., übert. von: Robert R. Trull, Midland, Mich., V. St. A., *Herstellung von Filmen aus Polyvinylidencchlorid*. Aus einer Ringdüse läßt man das geschmolzene Polymere in ein Unterkühlungsbad (I) eintreten, plattet das gebildete Rohr zwischen Walzen ab, bläst es auf unter erheblicher Vergrößerung des Durchmessers, verstreckt u. schneidet zum Film auf. Das Vergießen erfolgt von oben nach unten. Innerhalb des frisch gebildeten Schlauches befinden sich 2 „Schmier-Fill.“, u. zwar eine obere Schicht (Öl) von nicht mehr als 50 mm Höhe, die über den Spiegel von I hinausragt, u. eine untere Schicht (W. oder Propylenglykol), die bis zu den ersten Quetschwalzen reicht u. deren D. gleich oder höchstens 1,15 mal so groß wie die D. von I (z. B. W.) ist. Man erhält so Filme von gleichmäßiger Wandstärke. (A. P. 2 488 571 vom 11/12. 1947, ausg. 22/11. 1949.) FABEL. 7173

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: Jesse O. White, Arlington, N. J., V. St. A., *Polymerisation von Vinylestern*. Zwecks Herst. von Polymerisaten von Vinylacetat oder anderen Vinylestern, Estern der Acryl- oder Methacrylsäure usw. in körniger Form u. gleichmäßiger Größe u. Form der Körnchen, dispergiert man den Vinylester in W. unter Zusatz eines Katalysators, wie H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, u. eines Pufferstoffes, wie NaHCO<sub>3</sub>, u. fügt auf 100 (Teile) Vinylester 0,28—0,66 eines vollständig hydrolysierten Äthylen-Vinylacetat-Mischpolymerisats, das nach der Hydrolyse 2—8% Äthylen enthält, hinzu. (A. P. 2 485 796 vom 25/1. 1946, ausg. 25/10. 1949.) BEIERSDORF. 7173

**Eastman Kodak Co., Rochester, N. Y.,** übert. von: **Hugh J. Hagemeyer jr., Kingsport, Tenn., V. St. A.,** *Halogenierung von Polyvinylalkohol und seinen Verbindungen.* Man kann die alkohol. OH-Gruppen von Polyvinylverb. durch Halogenatome ersetzen, wenn man auf sie wasserfreien HCl, HBr oder HJ in Ggw. von HCN oder Nitrilen einwirken läßt. Dabei entstehen wasserunlös. Verb., die zur Herst. von Filmen, Folien, Fasern oder gegossenen Gegenständen geeignet sind. Ausgangsstoffe für das Verf. sind z. B. Polyvinylalkohol, teilhydrolysierte Ester desselben (Polyvinylacetat, -propionat, -butyrat, -isobutytrat), Polyisopropenylalkohol u. dessen teilhydrolysierte Ester, ferner Alkylalkohole, Glykole u. deren teilverätherte oder teilveresterte Deriv., Ester von Oxyäuren (Methyl-, Äthyl-, n-Propylacetat, Methyl- oder Äthylglykolat), Celluloseäther u. -ester. Geeignete Nitrile sind z. B. Aceto-, Propio-, n-Butyro-, Isobutyro-, n-Valero-, Isovalero-, Benzo-, Phenylacetonitril. Die Halogenierung kann in Ggw. inerter Lösungs- oder Verdünnungsmittel, wie 1,4-Dioxan, Bzl., Toluol, Äthylendichlorid, vorgenommen werden. Die Reaktionstemp. sollen zwischen 40 u. 150° liegen. Zweckmäßig läßt man zuerst HCN auf den wasserfreien Halogenwasserstoff unter Kühlung auf 0° einwirken, gibt dann die Hydroxylverb. zu u. läßt die Temp. auf 40—150° ansteigen. Man kann auch die Hydroxylverb. in dem Nitril oder HCN suspendieren u. dann den trockenen Halogenwasserstoff bei 40—150° einwirken lassen. (A. P. 2 484 502 vom 26/11. 1947, ausg. 11/10. 1949.) BEIERSDORF. 7173

**Eastman Kodak Co.,** übert. von: **Louis M. Minsk, William O. Kenyon und John H. van Campen, Rochester, N. Y., V. St. A.,** *Polymerisieren von Acrylsäureamid.* Man erhält ein wasserlös. Polyaerylsäureamid, wenn man Acrylsäureamid (I) in einer Mischung von 60—95 (Vol.) W. u. 40—5 eines gesätt., einwertigen aliph. Alkohols mit 1—4 C-Atomen löst (1 g I auf 10 cm<sup>3</sup> Lösungsm.) u. die Lsg. in Ggw. von 30% ig. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (0,04 cm<sup>3</sup> je g I) auf 90° erhitzt. Als Alkohole eignen sich Methyl-, Äthyl-, Propyl-, Isopropyl-, tert. Butylalkohol. An Stelle von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> kann man als Katalysator auch ein Alkalipersulfat oder -perborat verwenden. In gleicher Weise läßt sich auch  $\alpha$ -Methacrylsäureamid polymerisieren. (A. P. 2 486 191 vom 22/7. 1946, ausg. 25/10. 1949.) BEIERSDORF. 7113

**United States of America, Secretary of the Navy,** übert. von: **Howard J. Lucas und Franklin R. Hepner, Pasadena, Calif., V. St. A.,** *Herstellung von Gegenständen aus Methylmethacrylatkunstharz.* Zwecks Verformung von Polymethylmethacrylat soll man dieses bei n. Temp. mindestens 30 Sek., zweckmäßig 30 Min., mit gasförmigem HF vorbehandeln, um es weich u. geschmeidig zu machen. Nach erfolgter Verformung gibt man dem Harz die ursprüngliche Härte durch mehrstd. Behandlung mit Luft zurück. (A. P. 2 485 896 vom 11/10. 1946, ausg. 25/10. 1949.) BEIERSDORF. 7173

**Erich Schaefer und Erinoid Ltd., England,** *Herstellung dünner Polystyrolfolien* (nicht über 0,05 mm). Man verwendet ein Polystyrol vom Mol.-Gew. >200 000 (an einer sehr verd. Lsg. gemessen), das in 5% ig. Lsg. eine Viscosität von wenigstens 10 000 cP aufweist u. in höchstens 10% ig. Lsg. angewandt wird. Eine 5% ig. Lsg. gibt bei einem Abstand der Gießvorr. von der Gießunterlage von 0,2 mm eine Folie von 0,013 mm Stärke u. bei 0,12 mm Abstand eine Folie von 0,006 mm. Die Folien können nach einer oder beiden Seiten leicht gereckt werden. Die Gießlsg. kann ein Mineral mit höherer DE., z. B. Rutil, Ba- oder Sr-Titanat oder Pulver von keram. Material enthalten. Die Filme haben erhöhte dielektr. u. therm. Eigg. u. können als Dielektrika in Kondensatoren verwendet werden. (F. P. 960 341 vom 31/12. 1947, ausg. 17/4. 1950. E. Prior. 27/2. 1945.) PANKOW. 7173

**Quaker Oats Co.,** übert. von: **Andrew P. Dunlop, Riverside, und Paul R. Stout, Chicago, Ill., V. St. A.,** *Herstellung von Alkylfuranharzen.* Erhitzt man Alkylfurane, bes. Methylfuran, mit sauren Verb. unter Rückfluß, so erhält man viscose Fl. u. aus ihnen nach Abdampfen der flüchtigen Anteile durch Erhitzen auf 160—175° feste, schmelzbare, lösl. Harze. Als saure Verb. eignen sich bes.: anorgan. Säuren, wie HCl, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, doch können auch organ. Säuren oder saure Salze, wie Ameisen-, Oxal-, Trichloressig-, p-Toluolsulfonsäure, FeCl<sub>3</sub>, SnCl<sub>4</sub>, BF<sub>3</sub> verwendet werden. Die Rk. kann durch Zusatz einer geringen Menge eines Phenols, wie Naphthol, Resorcin, Kresol, Xylenol, Saligenin, beschleunigt werden. Erhitzt man die erhaltenen Harze mit einem Aldehyd, wie CH<sub>2</sub>O, Paraformaldehyd, Trioxymethylen, in saurem Medium, so erhält man unlösl. u. unschmelzbare Produkte. Die lösl. schmelzbaren Harze können zur Herst. von Lacken u. Gußmassen verwendet werden. (A. P. 2 486 392 vom 10/10. 1945, ausg. 1/11. 1949.) BEIERSDORF. 7173

**Borden Co., New York,** übert. von: **David J. Lieb und Laurence E. Clark jr., Bainbridge, N. Y., und Raymond J. Spahr, New Brunswick, N. J., V. St. A.,** *Synthetische Aldehyd-Amin-Harze (I)* werden durch organ. Bortrihalogenide der allg. Formel R(OH)<sub>7</sub>·(BX<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (II) bei n. Temp. gehärtet. In II bedeuten: R = aliph., arom., cycl. oder

heterocycl. Gruppe, die auch substituiert sein kann mit Gruppen, welche eine geringere Neigung aufweisen, sich der II zu koordinieren; X = Cl, Br, J oder F; y = eine ganze Zahl, aber nicht größer als 6; z = eine ganze Zahl, nicht größer als y. II wird mit I unmittelbar vor der Anwendung in Berührung gebracht. Z. B. wird bei der Herst. von Sperrholz eine Platte mit I u. die andere mit II bestrichen u. anschließend werden die Platten unter Druck bei n. Temp. zusammengepreßt. Beim Imprägnieren von Holz, Papier, Textilien u. dgl. Schichten wird zuerst II, dann I aufgebracht. Die so behandelten Stoffe sind widerstandsfähig gegen Feuchtigkeit, Pilze u. Schwamm. (A. P. 2 489 145 vom 18/1. 1947, ausg. 22/11. 1949.) G. KÖNIG. 7181

**Monsanto Chemical Co.**, St. Louis, Mo., übert. von: Colver P. Dyer, Winchester, Mass., V. St. A., *Melamin* erhält man in einwandfreier Farbe durch Umsetzen von Dicyandiamid mit wasserfreiem fl. NH<sub>3</sub> in Ggw. von 0,2—2 Gew.-% eines neutralen Salzes einer anorgan. Säure (Ammoniumchlorid, -borat) unter Druck. I mit fl. CH<sub>2</sub>O bei Temp. von ca. 95° in Ggw. eines bas. Katalysators (NaOH) erhitzt, ergibt *Melamin-Formaldehyd-Kondensationsprodukte*. (A. P. 2 499 373 vom 5/6. 1946, ausg. 7/3. 1950.) G. KÖNIG. 7181

**Monsanto Chemical Co.**, übert. von: Milton J. Scott, V. St. A., *Herstellung von Kunstharzen*. Man läßt Arylsulfonamid (0,2—0,4 Mol) mit Melamin (1 Mol), CH<sub>2</sub>O (1—6 Mol) u. aliphat., cycloaliphat., aromat. Alkoholen, Nitro- oder Aminoalkoholen reagieren. Man erhitzt z. B. eine Mischung aus 100 (Gewichtsteilen) Melamin, 43 Santicizer 9, u. 463 37% ig. Formalin bei p<sub>H</sub> 8—9 unter Rückfluß ca. 1 Stde. bis zur leichten Trübung, gibt 505 92% ig. Butanol u. 0,5nHCOOH bis zur sauren Rk. zu u. kocht weiter 2 Stdn. unter Rückfluß, entfernt W. durch azeotrop. Dest. mit Butanol, konz. bei Unterdruck (58,4 cm), bis die Temp. der Lsg. 98° erreicht hat, u. versetzt mit Xylol. Diese Lsg. gibt sehr harte Überzüge. Die daraus erhaltenen Harze können mit Kopalharz, Kauri-, Traganthgummi, Methoxycellulose, Casein, Phenolharzen u. bes. Alkydharzen verarbeitet werden. Niedermol. Poly- $\alpha$ -methylstyrol kann als Plastiziermittel für die Harze, z. B. zur Herst. von Rührern für Waschmaschinen mit alkal. Lsgg. dienen. Die Harze können als Zwischenlagen zur Herst. von Schichtstoffen aus Geweben dienen u. in Verb. mit Harnstoff-, Harnstoffmelamin-, Melamin-, Thioharnstoff- u. Phenolharzen zur Herst. von Druckplatten, Oleoharzfirnis, Ölen, Ölfirnissen. (F. P. 961 922 vom 23/2. 1948, ausg. 25/5. 1950. A. Prior. 24/12. 1946.) PANKOW. 7181

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Werke: Badische Anilin & Soda-Fabrik, Deutschland, Kontinuierliche Herstellung von Polyamiden**. Man kondensiert äquimol. Mischungen von Diaminen u. Dicarbonsäuren oder deren Salze, auch in Mischung mit Aminosäuren oder Kondensationsprodd. aus Alkylenglykolen u. Dicarbonsäuren, kontinuierlich in Ggw. geringer Mengen (1—15%) äquimol. Anteile an Diisocyanaten oder Diisothiocyanaten u. Dicarbonsäuren bei 100—300°, bes. 200—280°, auch in Ggw. von Lösungsmitteln, wie W. oder A., deren Reaktionsprodd. mit den Isoocyanaten wie diese selbst wirken. Butylen-1.4-, Hexylen-1.6-, 3-Methylhexylen-1.6-, Octodecylen-1.12-diisocyanat, 4.4'-Diisocyanatodicyclohexylmethan, 3.3'-Diisocyanatodipropylsulfid, Phenylen-1.3- oder -1.4-diisocyanat, 2.4-Diisocyanato-1-methylbenzol, 4.4'-Diisocyanatodiphenylmethan, u. 3.3'-Diisocyanatodipropyläther sind genannt. Man leitet kontinuierlich eine Lsg. von 100 (Teilen) Hexamethylendiamin u. Adipinsäure, 7,72 Hexamethylendiisocyanat, 6,7 Adipinsäure u. 100 W. bei gewöhnlichem Druck bei 270—280° in ein vertikales Eisenrohr, das unten eine Evakuierföhr. für das geschmolzene Kondensat u. einige Siebe, die die Mischung der geschmolzenen M. verhindern, enthält. Die Rk. in dem Rohr dauert 3—6 Stdn. u. gibt ein hochmol. Kondensat. Die Kondensation kann in mehreren Stufen vorgenommen werden, wobei man in der ersten Stufe bei 1—3 at arbeiten kann. (F. P. 961 011 vom 15/5. 1946, ausg. 2/4. 1950.) PANKOW. 7181

## XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

**W. S. Penn, Die Verschiedenheit von Elastomeren. Ein Studium der Beziehungen zwischen Molekulargewicht und physikalischen Eigenschaften von Polymerisaten**. In einem Übersichtsref. diskutiert Vf. den Einfl. des Durchschnittsmol.-Gew. u. der Mol.-Gew.-Verteilung auf die Eigg. (Verarbeitungs- u. Vulkanisationseigg., Zugfestigkeit usw.) von kautschukelast. Prodd. (Naturkautschuk, GR-S bzw. Butylkautschuk). (India Rubber J. 119. 4—8. 22/7. 1950.) SCHÄFF. 7220

**Pierre Thirion, Beziehungen zwischen der Struktur und der Elastizität kautschukelastischer Substanzen**. Überblick über den heutigen Stand der Kenntnisse über das Bauprinzip kautschukelast. Substanzen, bes. des Naturkautschuks. Der amorph-kristalline Aufbau, die Vernetzung (Vulkanisation) u. die Kolloidstruktur werden besprochen u. gezeigt, daß das elast. Verh. des Kautschuks vor allem durch seinen amorphen Aufbau bedingt wird.



(Rev. gén. Caoutchouc 27. Nr. 5. 267—73. Mai; Nr. 7. 404—08. Juli 1950. Centre de Recherches de l'Institut Français du Caoutchouc.) SCHNELL. 7220

**Pierre Martinon**, *Studium der Erscheinungen der inneren Reibung in gewöhnlichen und verbesserten Naturkautschuktypen*. Der Einfl. der Vulkanisationstemp. u. -zeit, der Plastizität der Mischung, der Art u. Wrkg. des Vulkanisationsbeschleunigers, des S u. bas. Zusätze auf die innere Reibung (dynam. Eigg.) verschied. Kautschuk-(I)-Typen wurde untersucht. Der verbesserte I ergibt Vulkanisate mit guter Rückprallelastizität u. geringer Wärmeentw. bei dynam. Beanspruchung. Diese Eigg. werden durch natürliche Beschleuniger verursacht, die sich im Latex infolge der besonderen Zubereitung des I bildeten. Dieser I eignet sich bes. zu Karkasemischungen. (Rev. gén. Caoutchouc 27. Nr. 8. 469—73. Aug. 1950. Lyon, E.C.I.) SCHÄFF. 7220

**T. L. Tarassowa und N. A. Chlebnikowa**, *Über die Bedeutung des Phosphors für den Wuchs und die Entwicklung des Kok-Saghyz auf Podsolböden*. Auch auf Podsolböden zeigt P einen entscheidenden Einfl. bei gleichzeitig vorhandenen genügenden Mengen an N u. K auf den Wuchs der Kautschuk führenden Pflanze Kok-Saghyz. Nur bei P-Ggw. kommt der positive Einfl. von N u. K zur Geltung. Auf die große Empfindlichkeit der Pflanz gegenüber Al-Ionen, die durch Düngemittel in den Boden gelangen u. die toxisch wirken, wird hingewiesen. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 73. 149—51. 1/7. 1950.) ULMANN. 7222

**D. M. Michlin und S. Ss. Bronowitzkaja**, *Oxydierende Fermente und der Grad der Polymerisation des Pflanzenkautschuks*. Vff. untersuchen das Verhältnis von oxydierenden Fermenten zum Prozeß der Umwandlung des hypothet. Isoprens in Kautschuk (I), d. h. zum Polymerisationsprozeß. Gemessen wird die Aktivität von Polyphenoloxydase (II), Peroxydase (III) u. Katalase (IV) in den Wurzeln des Kok-Saghyz bei gleichzeitiger viscosimetr. Best. des Polymerisationsgrades des vorliegenden I. Während der Polymerisationsgrad von I vom Zeitpunkt der Knospenbildg. der Pflanzen (1500) bis zum Vegetationsabschluß ständig ansteigt (3538), ändert sich die II-Aktivität wenig (1—2 ml n. J auf 1 g absol. trockenens Material), auch die IV-Aktivität bleibt auf einem gleichmäßig hohen Niveau (ca. 70 ml 0,01nNa<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), während die III-Aktivität mit dem Vegetationsfortschritt absinkt (von ca. 18 auf etwa die Hälfte in ml 0,01nNa<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Nimmt man an, daß Peroxyde in Pflanzen, gleich wie im Falle der Polymerisation von synthet. I, eine Polymerisation begünstigen, so kann man das Abfallen der III-Aktivität beim wachsenden Kok-Saghyz mit dem Vorliegen von Peroxyden in Zusammenhang bringen, aus welchen sich freie Radikale bilden, vermittelt derer Ketten-Rkk. beginnen. (Доклады Академии Наук СССР [Ber. Akad. Wiss. UdSSR] [N. S.] 71. 1089—91. 2/14. 1950. Bach-Inst. für Biochem. der Akad. der Wiss. der UdSSR.) ULMANN. 7222

**J. W. Meeks, T. F. Banigan jr. und R. W. Planck**, *Eine Guayule-Kautschukfraktion mit niedrigem Molekulargewicht*. Eine Kautschukfraktion (ca. 1—2 Gew.%) in Guayule (*Parthenium argentatum*, GRAY) mit einem Mol.-Gew. von ca. 2000—20000 wurde eingehend untersucht. Der prozentuale Anteil in den einzelnen Pflanzenteilen wurde bestimmt u. die Entstehung diskutiert. Durch Bromierung wurden Polyisoprenbromide [(C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>Br<sub>2</sub>)<sub>n</sub>] dargestellt. (India Rubber Wld. 122. 301—04. Juni 1950. Washington, D. C., US Dep. Agricult., Agricult. Res. Admin., Bur. Agricult. & Ind. Chem.) SCHÄFF. 7222

**G. J. van Veersen**, *Die Herstellung von cyclisiertem Kautschuk aus dem Naturkautschuklatex*. Vff. beschreibt die Cyclisierung von Kautschuk (I) im Latex in Ggw. von Schwefelsäure als Katalysator bei verschied. Temperaturen. Der Einfl. der Temp. (70 bis 100°) u. der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Konz. auf den Grad der Cyclisierung wurde untersucht. Die Geschwindigkeit dieser Rk. nimmt mit steigender Temp. zu. Unter 60 Gew.-% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> im Serum tritt keine Rk. ein. Nach dem Waschen u. Trocknen des Reaktionsprod. wird der noch vorhandene Prozentsatz der ungesätt. Anteile (Polyisopren) als Maß für die Cyclisierung bestimmt. (Rev. gén. Caoutchouc 27. Nr. 8. 473—74. Aug. 1950. Delft, Rubber-Stichting.) SCHÄFF. 7224

**S. C. Stokes**, *Das Gießen von Latex in Gipsformen*. Das Gießen von Kautschuklatex erfolgt in Gips- oder Metallformen. An der Oberfläche der Gipsform bildet sich durch Wasserentzug eine Kautschukschicht, die nach Ausgießen des überschüssigen Latex entfernt u. vulkanisiert wird. In der vorteilhaft rotierenden Metallform wird die Kautschukschicht durch Erhitzen gebildet. (I.R.I. Trans. 25. 407—11. April 1950.) SCHNELL. 7228

—, *Die Herstellung von Schläuchen für Luftreifen*. (Times Rev. Ind. 4. 9. Sept. 1950.) SCHNELL. 7228

**J. M. Buist und W. J. S. Naunton**, *Gummiverklebung*. Eigg., Anwendung u. Prüfung der zum Verkleben von Gummi mit Metallen u. Textilien verwendeten Kleber (Phenol-Formaldehydharze, Polyisocyanate, Chlorkautschuk, Ebonit) werden beschrieben.

(I. R. I. Trans. 25. 378—406. April 1950. Blackley, Manchester, Imperial Chem. Ind. Ltd., Rubber Service Laborr.)  
SCHNELL. 7228

**Kenneth V. Hardman**, Monclair, N. J., V. St. A., *Vulkanisieren von depolymerisiertem Kautschuk*. Um beim Vulkanisieren von durch Erhitzen von Rohkautschuk erhaltenem depolymerisierten Kautschuk eine porenfreie kompakte M. zu erhalten, setzt man ihm CaO oder P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in Mengen von 1—10% zu. Außer S (0,5—50%, je nachdem, ob das Endprod. weich, halbhart oder hart sein soll), Vulkanisationsbeschleunigern, wie Mercaptobenzothiazol (I), Tetramethylthiuramdisulfid (II), Diphenylguanidin, Di-tolyguanidin (0,5—5%) können Füllstoffe, wie Ton, Ruß, blanc fixe (5—180%) mitverwendet werden. Beispiel: 100 (Teile) depolymerisierter Kautschuk, 5 CaO, 4 S, 2 I, 1 II, 3 Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, 60 Ton, 5 ZnO, 5 Ölsäure. Die Vulkanisation wird durch ca. 1—6std. Erhitzen auf ca. 250—300° F durchgeführt. (A. P. 2 486 782 vom 9/1. 1948, ausg. 1/11. 1949.)  
BEIERSDORF. 7227

**John Otis Navone**, Oakland, Calif., V. St. A., *Regenerieren von Gummi*. Zerleinerte Gummiteilchen werden von beigemengten Textiltelchen, z. B. mittels strömender Luft, befreit, passieren anschließend einen Magneten, um gegebenenfalls vorhandene Fe-Teilchen zu entfernen, u. werden dann in einer Knetvorr. unter Kontrolle der Temp. (bis 400° F) geknetet. Wenn eine Entw. von Gasen (SO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, CS<sub>2</sub> oder Mercaptanen) wahrnehmbar, wird die M. in dünnen Filmen, als Schnüre oder als Brocken, gewonnen u. rasch gekühlt, z. B. in einem Luftstrom. — Vorrichtung. (A. P. 2 487 666 vom 24/9. 1946, ausg. 8/11. 1949.)  
G. KÖNIG. 7233

### XIII. Ätherische Öle. Parfümerie. Kosmetik.

**W. R. Littlejohn**, *Die Chemie der ätherischen Öle und Terpene. Einige ungelöste Probleme*. Hinweis auf einige noch der Lösung harrenden Aufgaben auf dem Gebiet der Terpene. (Perfum. essent. Oil Rec. 41. 281—85. Aug. 1950.)  
SEIFERT. 7262

—, *Ngaion*. Übersicht. (Perfum. essent. Oil Rec. 41. 51—52. Febr. 1950.)

NISCHK. 7262

**Edgar Lederer**, *Bibergeil und graues Ambra. Chemische und biochemische Bestandteile*. Übersicht. (Perfum. essent. Oil Rec. 40. 353—59. Okt. 1949.)  
NISCHK. 7268

**William Mitchell**, *Trichloromethylphenylcarburylacetat*. Im Gegensatz zu den Angaben der Literatur stellte Vf. fest, daß das Acetat des [Trichlormethyl]-phenylcarbinols keinen rosenähnlichen Geruch u. keine wesentlichen Fixativeigg. besitzt. Das gleiche gilt von dem Propionat (Kp.<sub>0,75</sub> 108°), dem Benzoat (Nadeln aus Methanol, F. 99° korr.) u. dem Phenylacetat (Nadeln aus Methanol, F. 62° korr.), die aus dem Alkohol u. den entsprechenden Säurechloriden erhältlich sind. (Perfum. essent. Oil Rec. 41. 41—42. Febr. 1950.)  
NISCHK. 7276

—, *Butyrate als Bestandteile von Geruchsstoffen*. Für die Ester von aliph., arom. u. Terpenalkoholen mit Buttersäure u. Isobuttersäure werden Übersichten (Kp., D., Refraktion, Geruchsrichtung) gebracht. (Perfum. essent. Oil Rec. 41. 176—78. Mai 1950.)  
SEIFERT. 7276

**Hans Zöttl**, *Der Lippenstift*. Die Forderungen für einwandfreie Lippenstifte werden mitgeteilt. Beigegeben sind erprobte Rezepte. (Dtsch. Drogisten-Ztg. 4. 527—28. 15/12. 1949. München.)  
GRIMME. 7284

**Gerd Fröb**, *Durch chemische Einwirkung entstehende Haarschäden und ihr Nachweis*. Zur Erkennung von alkal. Haarschädigungen dienen die Diazo-Rk. nach PAULY, von Bleich- u. Färbeschäden die Messung der Alkalilöslichkeit nach HARRIS. (Seifen-Oele-Fette-Wachse 76., Beil. Kosmetik 23. 253—54. 7/6. 1950. Reutlingen.)  
GRAU. 7284

**F. O. Walter Meyer**, *Bestimmung von Haarschädigungen als Beurteilungsgrundlage von Kalt-Dauerwell-Präparaten*. Die im Schrifttum beschriebenen Haarschädigungen durch Kalt-Dauerwell-Präp. sind wenigstens für deutsche Verhältnisse in der Regel auf unsachgemäße Verwendung der n. unschädlichen Mittel zurückzuführen. (Dtsch. Drogisten-Ztg. 4. 432—33. 15/10. 1949. Leipzig.)  
GRIMME. 7284

**W. R. Littlejohn**, *Die Bestimmung des Safrolgehaltes in Sassafrasöl*. Vf. schlägt eine Abänderung der Gefrierpunktmeth. von GUENTHER vor. (Perfum. essent. Oil Rec. 40. 422. Dez. 1949.)  
NISCHK. 7286

**Firmenich & Cie., Successeurs de la Soc. A. M. Naef & Cie., Genf, Schweiz**, *6-Methyl-α- (I) und -β-jonon (II) mit Irongeruch* erhält man durch Ringschluß von n-Methylpseudojonon (III) mit Cyclisierungsmitteln, wie H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. Salzen. III erhält man aus γ-Methylinalool durch Allylumlagerung zu ε-Methylgeraniol, das in ε-Methylcitral

übergeführt u. anschließend mit Aceton kondensiert wird. — Beispiel: 1 (kg) III wird in 4 H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (D.<sup>15</sup><sub>4</sub> 1,65) gelöst, auf -4° gekühlt u. gerührt, dann hält man noch 20 Min. bei 0°, erhitzt 15 Min. auf 50—55°, gießt auf Eis u. erhält durch Aufarbeiten in bekannter Weise 660 g eine I-Isomeren-Mischung, die noch 15% II enthält; Kp.<sub>0,01</sub> 68—73°; n<sub>D</sub><sup>10</sup> 1,5001; D.<sup>110</sup> 0,9345. In einem weiteren Beispiel wird zum Ringschluß 98%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + Eisessig verwendet, wodurch man 5—10% I u. 90—95% II erhält; Kp.<sub>0,01</sub> 69 bis 75°; n<sub>D</sub><sup>16</sup> 1,5182; D.<sup>16</sup><sub>0</sub> 0,9501. In einem anderen Beispiel wird zum Ringschluß BF<sub>3</sub> verwendet; Kp.<sub>0,3</sub> 90—94°; n<sub>D</sub><sup>20</sup> 1,5040; D.<sup>20</sup><sub>0</sub> 0,936, mit 20% II. *Phenylsemicarbazon*, F. 150—160°, daraus erhält man zwei 2,4-Dinitrophenylhydrazone mit F. 148—149° u. 121°. In einem anderen Beispiel wird 60%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> verwendet. — Verwendung in der Parfümerie. (Schwz. P. 262 270 vom 21/10. 1946, ausg. 17/10. 1949.) KRAUSS. 7273

Givaudan Corp., übert. von: William Jennings Poppel, Lodi, N. J., V. St. A., 2-Nonencarbonsäure (I) erhält man durch Erhitzen von 3-Nonencarbonsäure (II) oder einer Mischung aus I u. II mit einer überschüssigen 40—60%ig. wss. Alkalislg., vorzugsweise auf 140—160°. — Beispiel. Prod. vom Kp.<sub>2</sub> 118—132. Als Nebenprod. 3-Nonalacton, Kp.<sub>3</sub> 101—102°. Zwischenprod. für *Riechstoffe*. (A. P. 2 488 557 vom 15/2. 1947, ausg. 22/11. 1949.) KRAUSS. 7273

#### XIV. Zucker. Kohlenhydrate. Stärke.

J. De Roubaix und R. Marechal, *Der Einfluß des Bodenprofils auf die Erzeugung von Zuckerrüben*. Die Ernten waren am höchsten in Böden ohne Gley, sie verminderten sich bereits auf braunen humosen Typen mit einer Gleyschicht tiefer als 1 m u. waren am niedrigsten auf Typen mit graubrauner Krume, vor allem, wenn der Gley in geringeren Tiefen als 1 m auftrat. Die Ertragsunterschiede zwischen den extremen Bodentypen sind ungefähr 20%. (Naturwetensch. Tijdschr. 31. 152—53. 31/8. 1949.) JACOB. 7406

Albert Ulrich, *Kritische Nitratniveaus von Zuckerrüben auf Grund der Analyse von Stiel und Blatt mit besonderer Bezugnahme auf Erträge und Zuckerkonzentrationen*. Im Topf- u. Feldvers. wurden Zuckerrübenpflanzen mit steigenden Mengen Ca-Nitrat versetzt. Das krit. N-Niveau war erreicht, sobald das Wachstum nicht mehr merklich zunahm. N wurde am ofengetrockneten Pflanzenmaterial ermittelt. Die krit. N-Niveaus der Blattstiele betragen annähernd 1000 ppm. im Feld- u. etwas weniger als 3000 ppm. im Topfversuch. Im Gegensatz zu den Nitratwerten erhöhten sich die Zuckerkonzentrationen bis zur Erntezeit. 14 Literaturzitate. (Soil Sci. 69. 291—309. April 1950. Univ. of California, Berkeley 4, Calif.) SCHEIFELE. 7406

J. W. Dunning und D. E. Dallas, *Analytische Maßnahmen zur Überwachung von Zuckerbildungsvorgängen*. Es werden Betriebsüberwachungsverf. für die Schnellbest. von Pentosanen u. Cellulose in landwirtschaftlichen Rückständen u. von Pentosen, Furfurol u. Dextrose in Zuckerlsgg. angegeben u. Gleichungen zur Berechnung der Ausbeuten entwickelt. (Analytic. Chem. 21. 727—29. Juni 1949. Pretoria, Ill., Synthetic Liquid Fuels Projct, U. S. Dep. of Agric.) WESLY. 7470

Hans Weiß, *Trockensubstanzbestimmung von Maltose*. Beim Vgl. der verschied. Methoden zur Best. der Trockensubstanz wurden die im Vakuum über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ermittelten als die wahren Werte angenommen. Trocknen bei 105° im Trockenschrank ergab keine brauchbaren Werte. Refraktometr. ermittelter Trockensubstanzgeh. ergab bei 55% um 3% höhere Werte. Die Differenz stieg oder fiel, je nachdem der Geh. ober- oder unterhalb 55% lag. Die Differenz der pyknometr. ermittelten Werte betrug 2%. (Getreide, Mehl Brot 3. 102—05. Juni 1949. Hamburg.) HAEVECKER. 7488

Raffinerie Tirimontoise, Tirimont, Belgien, *Verfahren und Vorrichtung zum Extrahieren von Bestandteilen fester Stoffe*, wobei diese dem Strom der Extraktions-Fl. entgegenwandern, dad. gek., daß man den Flüssigkeitsstrom in wenigstens zwei voneinander getrennte Teilströme unterteilt, die parallel arbeiten u. in gleicher Richtung wandern u. daß man dem Extraktionsgut eine solche Bewegung erteilt, daß es in period. Aufeinanderfolge mit jedem der Flüssigkeitsteilströme in Berührung kommt. — Dazu weitere Unteransprüche. — Die Vorr. wird z. B. zur Zuckergewinnung aus Zuckerrüben verwendet. — 3 Blatt Zeichnungen. (Oe. P. 164 535 vom 23/8. 1948, ausg. 25/11. 1949. Belg. Prior. 23/8. 1947.) M. F. MÜLLER. 7413

Soc. An. Établissements Philips & Pain, Seine, Frankreich (Erfinder: Albert B. Mindler), *Reinigen wässriger Lösungen, die schwerer als Wasser sind, z. B. von Zuckerlösungen* Dichte 1,03—1,10, mittels Kationen- oder Anionenaustauschern. Ein senkrechter, zylindr., geschlossener Behälter ist vom Boden bis zur halben Höhe mit dem Ionenaustauscher (A) u. darüber mit einer (zunächst stagnierenden) Wasserschicht gefüllt. Am Boden, in halber

Höhe (direkt über dem oberen Niveau des A) u. direkt unter dem Deckel des Behälters liegen perforierte Rohrschlangen, deren äußere Rohranschlüsse sich über verschied. Ventile verzweigen. Eingehende Beschreibung der Schaltung der Ventile u. Rohrschlangen während der Wasserreinigung, des Durchspülens u. Regenerierens des A. — Abbildung. (F. P. 954 104 vom 9/10. 1947, ausg. 19/12. 1949. A. Prior. 22/4. 1947.) SCHREINER. 7417

**Hans Ginter und Hans Manzoni**, Österreich, *Gewinnung von Zucker aus Melasse*. Gegebenenfalls verd. Melasse wird mit so viel Ba(OH)<sub>2</sub> versetzt, daß durch dessen Überschuß das Löslichkeitsprod. des Monobariumsaccharats überschritten ist, dessen Kristallisation bei 20° durch Impfen mit einem aus reinen Lsgg. gewonnenen Kristall des gleichen Stoffes ausgelöst wird. (Oe. P. 163 862 vom 12/8. 1946, ausg. 25/8. 1949.) OVERBECK. 7419

**Hans Ginter und Hans Manzoni**, Wien, Österreich, *Herstellung von Monobariumsaccharat aus gelöstem Zucker, besonders aus Melasse*. Durch Zusatz von Ba(OH)<sub>2</sub> zu der Zuckerlsg. wird eine derartige Konz. an Ba-Ionen eingestellt, daß das Löslichkeitsprod. von Monobariumsaccharat (I) überschritten wird, um die Kristallisation von I durch Impfung mit aus reinem Zucker u. Ba(OH)<sub>2</sub> gezüchteten I-Kristallen bei Temp., die 45° nicht überschreiten dürfen, zu bewirken. Die Kristallisationsbedingungen werden so gewählt, daß die Ausscheidung des I lediglich durch Wachstum der Impfkristalle erfolgt. (Schwz. P. 262 786 vom 15/2. 1947, ausg. 17/10. 1949. Oe. Prior. 5/7. 1940.) HEINSEN. 7419

**A. W. Bäckman**, Malmö, Schweden, *Reinigung von Kartoffelstärke oder ähnlichen Produkten durch Flotation*. Um Kartoffelstärke von Geweberesten u. wasserlös. Stoffen zu befreien, wird sie durch Flotation gereinigt, wobei als Flotations-Fl. W. verwendet wird, dem einige Zehntel Prozente Kartoffelfruktwasser zugesetzt sind, das aber vorher ganz oder im wesentlichen von Eiweißstoffen befreit sein muß. — Zeichnung. (Schwed. P. 126 454 vom 12/8. 1946, ausg. 18/10. 1949.) J. SCHMIDT. 7449

Fritz Tödt. Betriebskontrolle und Meßwesen in der Rübenzuckerindustrie unter besonderer Berücksichtigung physikalisch-chemischer Methoden, 2. erw. Aufl. Berlin-Nikolassee: Naturwissenschaftlicher Verl. 1949. (VIII + 143 S. m. 61 Abb., 16 Tab. u. 1 Farbtaf.) 8° DM 9.60.

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

**William Rabak**, *Schutzüberzüge mit geschmolzenen Thermoplasten*. Veredelte mikrokrist. Paraffine mit niedrigem F. zeigen bei tiefen Temp. große Geschmeidigkeit, die durch Weichmacher wie Polyisobutylen noch verbessert werden kann. Sie sind sehr geeignet für den Schutz von gefrorenen Lebensmitteln, u. zwar sowohl durch direkten Überzug, der durch Eintauchen in das geschmolzene Paraffin erreicht wird, als auch durch den Schutz des Packmaterials. Die KW-stoffe können durch ungiftige Farbstoffe gefärbt werden. 1 Sek. Eintauchen in das geschmolzene Paraffin ergibt im allg. einen vollständigen Film, der gegen Wasserdampf u. Luft ausreichend beständig ist. Der Überzug kann durch Abschälen oder Abstreifen entfernt werden. Es können auch andere Thermoplaste verwendet werden. (Paper Trade J. 131. 8. 28—29. Aug. 1950.) ROSSOW. 7634

**L. Federico und T. Valle**, *Beiträge zur Kenntnis des Vitamin Gehaltes von landwirtschaftlichen und in der Landwirtschaft verwendeten Produkten*. 2. Mitt. *Vitamin C-Gehalt von Gemüsen*. (1. vgl. Ann. Speriment. agrar. [N. S.] 3. [1949.] 949.) Der Vitamin C-Geh. zahlreicher Gemüsearten wurde direkt bei der Ernte u. in auf dem Markte entnommenen Proben bestimmt. Die in der Zeit zwischen Ernte u. Verkauf eingetretenen C-Verluste sind teilweise sehr beträchtlich. (Ann. Speriment. agrar. [N. S.] 4. 219—22. 1950. Mailand u. Padua, Staz. speriment. del Freddo.) GRIMME. 7690

**Werner Gabel**, *Früherhaltung von Süßwaren mit dem Ferment Invertase*. Es wird die Verwendung von Invertase (z. B. Invertase-Bayer u. Invertin Merck) empfohlen, von der im allg. ein Zusatz von 0,1—0,15% genügt. (Zucker- u. Süßwaren-Wirtsch. 3. Nr. 4. 10—11. 20/2. 1950. Starnberg.) LIEBNER. 7704

**Hermann Ohler**, *Zitronat und seine Herstellung*. (Zucker- u. Süßwaren-Wirtsch. 3. Nr. 2. 12. 20/1. 1950. Coburg, Konserventechnisches Praktikum.) LIEBNER. 7704

—, *Mononatriumglutamat. Herstellung und Verwendung*. Die Herst. von Glutaminsäure aus Weizen gluten durch Hydrolyse mit HCl sowie ihre Gewinnung aus Melasse (STEFFENS-Verf.) werden erwähnt. Glutaminsäure kommt vor als natürliche akt. L-Form, als inakt. Form u. als racem. Gemisch. Nur das Mononatriumsalz der akt. Form weist die Geschmacksverstärkung beim Zusatz zu Nahrungsmitteln auf. Übersichten betreffs des Geh. an Glutaminsäure in Proteinen u. die Verwendung von Proteinhydrolysaten für Nahrungsmittel. (Vgl. auch C. 1950. II. 2017.) (Food Manufact. 25. 378—80. 1/9. 1950.) LIEBNER. 7714

**W. Lange**, *Sterilisierte Kaffeesahne*. Vf. behandelt die Herst. sterilisierter Kaffeesahne; er bespricht Anforderungen an die Ausgangsmilch, Einstellung des Rahms, Vor-

erhitzung, Homogenisierung, Kühlung, Probesterilisation, Abpackung, Sterilisation u. Lagerung. (Süddtsch. Molkerei-Ztg. 71. 1262—63. 8/9. 1950. Eschach/Schwäbisch-Gmünd.)  
LIEBNER. 7756

**Dagmar Talce**, *Stockflecken auf der Butter*. Durch Schimmelpilze verursachte Stockflecken auf ausgeformter Butter u. auf Margarine sind sowohl auf Luft- u. Kontaktinfektion der Apparate als auch auf bereits vorhandenen Befall der Pergamentwickler zurückzuführen. (Süddtsch. Molkerei-Ztg. 71. 1292—93. 15/9. 1950. Weihenstephan, Süddtsch. Vers.- u. Forsch.-Anst. für Milchwirtschaft, Bakteriolog. Inst.) HÜCKSTÄDT. 7758

**Joris**, *Die Futterwirtschaft im Zuckerrübenbetrieb*. Eine richtige Ausnutzung der Rückstände der Rübenzuckerfabrikation für die Viehfütterung kann nur durch intensive Zusammenarbeit zwischen Rübenbauer u. Zuckerfabrik erreicht werden. Die für Futterzwecke verfügbaren Nebenerzeugnisse der Zuckerrübe liefern pro ha 431 kg verdauliches Rohprotein u. 2600 kg Stärkewert, das ist mehr als der durchschnittliche Futterertrag von 1 ha, der mit Hafer bebaut ist. (Zucker 2. 81—83. Juni 1949. Hannover.) TÜDT. 7784

**Hans Wegner**, *Die Bestimmung des Sandgehaltes in Kartoffelstocken, Kartoffelwalmehl und Kartoffelstärkemehl*. Übersicht über Methoden zur Sandbest. (Veraschungs-, Säure-, Ausschüttelungsmeth.), bes. für die Betriebskontrolle. (Stärke 2. 133—36. Mai 1950. Berlin, Forschungsinst. für Stärkefabrikation.)  
LIEBNER. 7799

**A. R. Deschreider** und **A. Fouassin**, *Die Bestimmung des Fruchtgehaltes von Konfitüren und Marmeladen*. Aus den bisherigen Arbeiten geht hervor, daß die Best. des Säuregeh. u. des Unterschieds zwischen dem Geh. an Citronensäure u. dem an Apfelsäure den Nachw. von Früchten gestattet, die nicht in einer Konfitüre enthalten sein dürfen. (Ind. Obst- u. Gemüseverwert. 35. 297—301. 21/9. 1950. Brüssel, Zentrallabor. des Wirtschaftsministeriums, u. Lüttich, Univ.)  
LIEBNER. 7807

**C. H. Knorr G. m. b. H.**, Wels, Oberösterreich, *Herstellung veredelter Nährmittel*. Entbittertes Sojamehl wird mit stärkehaltigen Stoffen u. gegebenenfalls mit Geschmacks- u. Aromastoffen gemischt, mit W. angeteigt u. zu Teigwaren geformt. Diese werden nach einer Vortrocknung bei 35—45° unter ständiger Durchmischung 10—25 Min. lang auf 120—140° erhitzt. (Oe. P. 163 864 vom 3/12. 1946, ausg. 25/8. 1949.) OVERBECK. 7673

**Richard Brunner**, Linz, Österreich, *Herstellung von eiweißhaltigen Nährstoffen*. Der in den Brauereien bei der Hopfenkocherei anfallende Bittertrub wird mit HCl bei zweckmäßig erhöhtem Druck aufgeschlossen u. vom ungelösten Rückstand abgetrennt. Dann wird mit weiterer HCl offen gekocht, wodurch Bitter- u. Gerbstoffe ausgeschieden werden, mit Soda bis zum  $p_H$  5—5,5 neutralisiert u. so der typ. Suppenwürzgeschmack erzielt. (Oe. P. 164 820 vom 27/6. 1946, ausg. 27/12. 1949. D. Prior. 16/12. 1942.) OVERBECK. 7715

## XVIII a. Holz. Cellulose. Zellstoff. Papier. Papierdruck. Celluloid. Linoleum.

**Otto M. Bade** und **Torgrim Holte**, *Chemikalienbehandlung von Holzschliff zur Verhütung des Pilzbefalls*. 2. Mitt. Bei Zusatz im Stoffwasser. (1. vgl. Norsk. Skogind. 2. [1948.] 223.) Die Vff. berichten über Betriebsverss. in 3 norweg. Schleifereien, den Pilzbefall des Holzschliffs durch Zusatz der organ. Hg-Verbb. *B SM-11B*, *Pulpasan F* u. *Scutamol* in den Stoffanlauf oder das Rückwasser zu verhüten. Der Befall mit *Penicillium roqueforti* konnte nicht verhindert werden. Infolge erhöhter Kosten empfiehlt sich Chemikalienzusatz nur in Betrieben mit Heißschliff u. für Sommerlagerung. *Pulpasan F* (Hg-Phenylacetat mit 4% Hg) wurde z. B. zu 217 g je 1 to feuchtem Schliff zugegeben. (Norsk. Skogind. 4. 29—34. Febr. 1950. Oslo, Forschungsinst. der Papierindustrie.)  
BORCHERS. 7974

**C. S. Maxwell** und **W. F. Reynolds**, *Die Haltbarkeit von wasserfestem Papier*. Mit Melaminharz u. Harnstoffharz wasserfest gemachte Papiere werden auf den Bestand der Wasserfestigkeit u. auf die Festigkeit des Papiers geprüft. Die Wasserfestigkeit sinkt bei der Lagerung mit steigender Temp., steigender Luftfeuchtigkeit u. sinkendem  $p_H$ -Wert. Sie ist besser bei den Melaminharzen als bei den Harnstoffharzen. Der Einfl. von Mikroorganismen muß berücksichtigt werden. Die Reiß- u. Falzfestigkeit von Papieren kann durch Behandlung mit Melaminharzen erhöht werden. (Paper-Maker Brit. Paper Trade J. 1950. 48—52.)  
ROSSOW. 7984

**R. Sève**, *Untersuchungen über die elektrische Leitfähigkeit von Papier*. Die transversale Leitfähigkeit ändert sich während der ersten Min. stark. Nach den ersten 10 Min. hat die Leitfähigkeit die Größenordnung von  $10^{-10}$  bis  $10^{-12}$  cm/ $\Omega$  bei 120 V, 18° u. 65% relativer Feuchtigkeit. Unterbricht man den Stromdurchgang einige Zeit, so wächst die Leitfähigkeit wieder an gemäß der Diffusionsgeschwindigkeit der elektrolysierten Verunreinigungen. Die Erscheinungen hängen vom Druck u. der Natur der Elektroden sowie

vom Aschengeh. des Papiers ab. Das OHMsche Gesetz gilt nicht; der Strom, der nach 10 Min. angelegter Spannung fließt, wächst mit dem Quadrat dieser Spannung. Für die Oberflächenleitung gilt das OHMsche Gesetz annähernd u. es besteht keine Abhängigkeit von der Vorgeschichte. Der Logarithmus des Stromes wurde bei 22° proportional dem Wasserdampfdruck gefunden zwischen 4 u. 8 sowie 8 u. 16 mm Hg mit einer Unstetigkeit bei 8 mm Hg. (J. Physique Radium 11. 47—48. Jan. 1950.) E. G. HOFFMANN. 7984

**Paper Patents Co.**, Neenah, übert. von: **Richard J. Auchter**, Appleton Wisc., V. St. A., *Mit Faserschicht bedecktes Mehrschichtenholz*. In ein Papiergewebe wird bei der Herst. ein kondensierbares Harz eingebracht, so daß das Gewebe 20—50% seines Trockengewichts an Harz enthält. Das harzhaltige Gewebe wird bis zu einem Feuchtigkeitsgeh. von 10 bis 20% getrocknet u. kalandert. Dann wird das Gewebe beiderseits mit einem kondensierbaren Harz überzogen u. das flüchtige Material durch Trocknen beseitigt. Eine Schicht dieses Gewebes wird auf eine Seite eines Fourniers, welches die äußere Lage eines Mehrschichtenholzes darstellt, aufgebracht u. das Fournier Hitze u. Druck ausgesetzt, um das Harz zu kondensieren. Dadurch wird das Fournier mit einer Schutzschicht aus Harz u. Faser versehen. Die äußere Deckschicht besteht dann im wesentlichen aus Harz. Die innere Seite wird durch das Harz enthaltende Gewebe mit dem benachbarten Fournier verbunden. — 3 Abbildungen. (A. P. 2 497 712 vom 5/6. 1944, ausg. 14/2. 1950.)

v. SCHILLER. 7953

**Siegfried Glaubert**, Frankreich, Seine, *Herstellung einer Holzpreßmasse*. Man behandelt Holzabfälle im Vakuum (200 mm Hg) mit schwacher (0,5%) Säure, danach mit einer starken Säure nebst einer S-Verb. oder einer Säure des S, z. B. 0,25 Gewichts-% einer 15%ig. wss. SO<sub>2</sub>-Lsg. u. z. B. 3 Gewichts-% einer organ. Verb. mit 5 oder 6 C-Atomen mit Alkohol- oder Aldehydfunktion u. mit F. 150—170°. Das erhaltene Prod. wird bei 120° u. 20 kg/cm<sup>2</sup> gepreßt. Das Preßprod. steht in seinem Eigg. zwischen Naturholz u. einer plast. M.; den Holzabfällen können zu Anfang auch Stoffe mit hohem Ligningeh. oder Lignin selbst zugesetzt werden. Das fertige Prod. kann auch der Wrkg. einer Base, einer Säure oder eines Harzes unterworfen werden. (F. P. 960 228 vom 10/1. 1948, ausg. 13/4. 1950.)

PANKOW. 7953

**Hercules Powder Co.**, Wilmington, Del., übert. von: **Forest Bickford Evans**, Hopewell, Va., V. St. A., *Herstellung von reiner Cellulose*. Zur Entfernung der Palisadenzellen werden rohe Baumwollfasern mit 5—15%, vorzugsweise 10%, kaust. Soda ohne mercerisierende Eigg. unter Zusatz von 0,4—1,2% Türkischrotöl als Reinigungsmittel 10 Min. bei 390° F u. 200 lbs/sq.in. bis ca. 4 Stdn. bei 260° F u. 15 lbs/sq.in. behandelt. Die so aufgeschlossenen Linters werden anschließend mehrfach mit verd. wss. HOCl-Lsg. gebleicht u. ausgewaschen. (Can. P. 464 667 vom 20/9. 1944, ausg. 25/4. 1950. A. Prior. 11/3. 1944.)

KISTENMACHER. 7955

**K. L. Ellilä**, Helsingfors, Finnland, *Filtrieren mit Filtertrommeln*. Beim Filtrieren mit Filtertrommeln, bes. von Cellulosemassen, wird der Filtrvorgang dadurch beeinträchtigt, daß die Abnahme des Filterkuchens von der Trommel, während gleichzeitig noch innen ein Saugdruck herrscht, dadurch erschwert wird, daß einzelne Cellulosefasern sich durch den Saugdruck senkrecht stellen. Diesem Übelstand wird in der Weise abgeholfen, daß das umlaufende Filtertuch durch eine besondere Führung über neben der Trommel laufende Walzen zunächst von der Filtertrommel abgehoben wird u. erst dann die Abnahme des Filterkuchens erfolgt. — Vorr., Zeichnung. (Schwed. P. 126 303 vom 29/7. 1946, ausg. 4/10. 1949. Finn. Prior. 25/4. 1946.)

J. SCHMIDT. 7957

### VIIIb. Textilfasern.

—, *Kontinuierliche Bleichereivorrichtungen*. Kontinuierliche Bleichanlagen verschied. Bauart haben in den USA große Bedeutung erlangt. Die Ware geht teils in Strangform, teils breit durch die Maschinen. Es wird nach dem 1- u. dem 2-Stufenverf. gearbeitet. Meist wird nach dem DU PONTschen Verf. gearbeitet, bei dem mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> u. NaOH gebleicht wird bzw. mit Hypochlorit. (Dyer, Text. Printer, Bleacher, Finisher 104. 155. 11/8. 1950.)

FRIEDEMANN. 8026

**G. Sulzer**, *Zur Frage der Katalysatoren und Stabilisatoren in der Textilveredung mit Amid-Formaldehyd-Kondensationsprodukten*. Nach allg. Ausführungen über die Polykondensation von Harnstoff-Formaldehyd unter Verwendung von Ammoniumsalzen als Katalysatoren, deren Nachteile besprochen werden, weist Vi. auf einen von der CIBA herausgebrachten neuen Härtungskatalysator „Katalysator A Ciba“ hin, dessen Vorteile beschrieben werden. (Textil-Rdsch. [St. Gallen] 5. 144—47. April 1950. Basel, Ciba AG.)

P. ECKERT. 8036

**D. D. Gagliardi** und **A. C. Nuessle**, *Änderung der Faser- und Gewebeigenschaften durch Knitterfestmachen und Stabilisierungsmittel (Mittel gegen Schrumpfen)*. Die chem., physikal.

u. mechan. Eigg. der Cellulosefaser u. -gewebe können in verschied. Grade durch Behandeln mit einer großen Zahl von Verb. geändert werden, die die Vernetzung von Molekülketten bewirken. Die Vernetzung vermindert das Quellungsvermögen der Cellulose, ändert ihre färber. Eigg., vermindert ihre Löslichkeit u. Dehnbarkeit, erzeugt Knitterfestigkeit u. Nichtschrumpfen bzw. Maßbeständigkeit, erhöht die Naßfestigkeit der Faser, vormindert die allg. Zähigkeit u. liefert Gewebe mit geringerem Widerstand gegen Abnutzung. Die Stärkeeigg. werden nicht durch Säure- oder Wärmeabbau der Cellulose, sondern durch Abnahme der Dehnbarkeit vermindert. Außer für CH<sub>2</sub>O u. Glyoxal können die Rkk., die beim Behandeln mit knitterfest machenden u. stabilisierenden Mitteln auftreten, durch schwache Säurehydrolyse rückgängig gemacht werden. Entfernung der Reaktionsprodd. aus der Cellulose stellt im allg. die ursprünglichen Eigg. der Faser u. Gewebe wieder her. — 7 Abbildungen. (Amer. Dyestuff Reporter 39. 12—19. 9/1. 1950.)

FRANZ. 8040

**Sydney Coppick, James M. Church und Robert W. Little**, *Thermisches Verhalten von Geweben bei Entflammungstemperaturen*. Wenn Baumwolle (I) mit einer Hitzequelle von z. B. 500° in Berührung kommt, so entflammt sie unter Bldg. von festen u. flüchtigen Zersetzungsprodukten. Wird I in einer nichtoxydierenden Atmosphäre erhitzt, so entsteht Teer u. Kohle; in einer oxydierenden Atmosphäre werden diese Prodd. unter Wärmeentw. verbrannt. Obgleich I ein vortrefflicher Wärmeisolator ist, wird die Hitze brennender I-Kleidungsstücke doch völlig auf den Körper übertragen. Anders ist es, wenn die I mit Phosphaten oder dgl. imprägniert ist u. ihre Form u. Wärmeisolationfähigkeit behält. Imprägnierte I schützt wenigstens ebenso gut wie Asbest oder Glasfaser. (Ind. Engng. Chem. 42. 415—18. März 1950. New York, N. Y., Columbia Univ.)

FRIEDEMANN. 8044

**James M. Church, Robert W. Little und Sydney Coppick**, *Bewertung flammensicherer Gewebe*. (Vgl. vorst. Ref.) Bei Beurteilung von Mitteln zur flammensicheren Imprägnierung von Geweben ist nicht nur ihr eigentlicher Zweck zu beachten, sondern auch der Einfl. auf die textilen Eigg. u. die Verwendbarkeit der Gewebe. Bei der Feuersicherheit ist nicht nur die Entflammbarkeit, sondern auch die Schnelligkeit des Brennens u. das Nachglühen zu beachten. Die Entflammbarkeit hängt u. a. von der Art der Faser u. dem Aufbau des Gewebes ab. Anforderungen an ein feuerfestes Gewebe. Schilderung neuzeitlicher Prüfmethoden mit senkrechter, waagerechter u. schräger Flammenrichtung. Prüfung auf textile Eigg.: Festigkeit, Einreißfestigkeit, Tragfähigkeit, Waschbarkeit, Wasser- u. Schweißdurchlässigkeit. Physiol. Wirkungen: Hautreizung u. Wärmedurchlässigkeit. Imprägnierungen mit temporärer, halbttemporärer u. dauernder Wirkung. Ein ideales Imprägnierungsmittel mit guter Schutzwrkg. ohne Nachglühen, das die Gewebe nicht schädigt u. physiol. unschädlich ist, konnte noch nicht gefunden werden, doch kommen manche Prodd. dem Ideal nahe. (Ind. Engng. Chem. 42. 418—27. März 1950. New York, N. Y., Columbia Univ.)

FRIEDEMANN. 8404

**George S. Buck jr.**, *Gesetzliche Bestimmungen hinsichtlich der feuerbeständigen Ausrüstung von Textilien*. (Vgl. vorst. Ref.) Gesetzliche Vorschriften für die feuersichere Imprägnierung von Textilien. (Ind. Engng. Chem. 42. 428—30. März 1950. Washington 6, D. C., Nat. Cotton Council of America.)

FRIEDEMANN. 8044

**Hugh C. Gullidge und George R. Seidel**, *Dauerhafte flammensichere Imprägnierung von Cellulosematerialien*. (Vgl. vorst. Ref.) Neucs Ver. der DU PONT Co. zur feuerfesten Imprägnierung von Cellulosematerialien. Bei dem Verf. wird die Cellulose mit TiCl<sub>2</sub> u. SbCl<sub>3</sub> imprägniert u. mit Alkali nachbehandelt, wodurch eine gute flammensichere Imprägnierung erreicht wird. Das Prod. kommt als „Efrifon“ in den Handel; es hat gute Wrkg. bei nur geringem Nachglühen. (Ind. Engng. Chem. 42. 440—44. März 1950. Wilmington, Del., E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Pigments Dep.) FRIEDEMANN. 8044

**M. K. Sen und H. J. Woods**, *Die Struktur von Jute*. 1. Mitt. *Die doppelte Funktion des Lignins*. Die Unters. von Jutefasern mit Röntgenstrahlen (vgl. C. 1949. II. 297) zeigen an Hand photograph. Aufnahmen, daß u. a. eine äquatoriale Interferenz auftritt, die einem Abstand von 14,7 Å entspricht. Diese Erscheinung ist bei reiner Cellulose nicht zu finden, aber bei anderen Pflanzenfasern anzutreffen. Die Intensität hängt stark vom Wassergeh. der Fasern ab. Entfernt man Lignin u. Hemicellulosen, so gehen diese unscharfen Interferenzen sowie der verschwommene Untergrund der Röntgenstrahlenaufnahmen verloren u. man erhält reine kristalline Cellulose wie bei der Baumwolle. (Biochim. biophysica Acta [Amsterdam] 3. 510—17. Juni 1949. Leeds, Univ., Textile Phys. Labor.)

MOEWUS. 8052

**M. K. Sen und P. H. Hermans**, *Die Struktur der Jute-Faser*. 2. Mitt. *Die Rolle des Lignin-Hemicellulose-Komplexes und andere nichtcellulosische Bestandteile*. (1. vgl. vorst. Ref.) Quellungs- u. Färbeverss. an Jute verschied. Reinigungsgrades, opt. Unters. von Querschnitten u. Röntgenstrahlenuntersuchungen. — Das Lignin ist nicht einheitlich

gebunden. Die verhältnismäßig kleine Fraktion bes. schwer zu entfernenden Lignins liegt in den äußeren Schichten der Faser u. ist an der Struktur beteiligt, die eine Schranke gegen das Quellen der Faser bildet. — Die Doppelbrechung in den äußersten Zellschichten bleibt bei allen Reinigungsoperationen erhalten. — Die Größe des kristallinen Celluloseanteils bleibt bei der Reinigung dieselbe u. steht zum Gesamtcellulosegeh. in demselben Verhältnis wie bei Ramie, Baumwolle u. Flachs. In den Faserdiagrammen von roher u. teilweise gereinigter Jute, wie auch von Jute-Holocellulose u. CROSS- u. BEVAN-Cellulose werden zwei neue Äquatorlinien festgestellt, die einer Periode von 14 Å u. 8,5—9,5 Å entsprechen. Die 14 Å-Linie ist sehr scharf u. nimmt bei der Reinigung an Intensität zu. Beim Überführen in  $\alpha$ -Cellulose verschwinden diese Linien. — Rohe Jute zeigt den 0 1 0-Reflex mit gleicher Intensität wie den 0 2 0-Reflex. Auch der 0 3 0-Reflex ist vorhanden. Bei der Reinigung nimmt die Intensität der Linie 0 1 0 ab u. die von 0 2 0 zu. (Receuil Trav. chim. Pays-Bas 68. 1079—1105. Dez. 1949. Utrecht, AKU, Inst. for Cellulose Res.) LANTZSCH. 8052

**H. Zahn**, *Zur Analyse von Veränderungen an Wolle durch chemische Vorbehandlung*. Wolle wurde mit Säuren, Alkalien, Rongalit, Na-Bisulfit u. Pankreatin bei Temp. zwischen 40 u. 100° u. Einwirkungszeiten bis zu 24 Stdn. behandelt. Gemessen wurden folgende Eigg.: Alkalilöslichkeit, Geschwindigkeit der Farbsäureaufnahme nach ELÖD u. REUTER (C. 1940. II. 1811), Superkontraktion in 50% ig. Phenol sowie in 5% ig. Na-Bisulfitlösung. Ein weiterer Test ist die Best. der Temp., auf welche man Wolle mit einer 0,1% ig. Kristallponceauslg. ( $pH$  5,2) 20 Min. erwärmen muß, um eine Farbaufnahme von 0,5% zu erzielen. Die Teste sprechen auf die Vorbehandlungen der Wolle verschied. an. Die größte Anwendungsbreite wurde bei der Meth., die Geschwindigkeit der Farbsäureaufnahme zu messen, festgestellt. Die Alkalilöslichkeit spricht auf saure u. reduktive Einww., die Superkontraktion mit Bisulfit auf stärkere alkal. Behandlungen gut an. Zur Analyse von Wolle auf chem. Vorbehandlungen wird empfohlen, sämtliche Teste durchzuführen u. ihre Ergebnisse krit. zu vergleichen. Als Beispiel wird eine alkal. Vorbehandlung der Faser aus der Kombination der Meßdaten aller Teste abgeleitet. (Textil-Praxis 5. 315—19. Mai 1950. Heidelberg, Univ., Chem. Inst.) ZAHN. 8060

—, *Das Chlorieren der Wolle. — Krumpffreie Wolle*. Kurzer Überblick über bekannte Verf. zum Chloren der Wolle u. die dadurch erzielten Effekte. (Dtsch. Textilgewerbe 52. 532—33. 20/9. 1950.) P. ECKERT. 8060

**F. Schläppi**, *Veredlung von Nylongeweben in den USA*. Nachtrag. Nachtrag zur C. 1950. II. 2870 referierten Arbeit. (Textil-Rdsch. [St. Gallen] 5. 201. Mai 1950.) P. ECKERT. 8080

**Jiri Kubias**, *Bestimmung der Wirksamkeit von Polymetaphosphaten unter Verwendung von sogenannten „Schwarzenbachschen Komplexonen“*. „Schwarzenbachsche Komplexone“ (I) sind Verbb. vom Typ der Aminopolycarbonsäuren. Sie haben auf Metallionen einen ähnlichen Einfl. wie Polymetaphosphate. Vf. wendet zur Best. der Wirksamkeit von alkal. Polymetaphosphaten (Calgon), d. h. also zur Best. ihrer Fähigkeit, Metallionen in nicht-ionisierter, komplexer Form zu binden, die I an u. von diesen das neutrale Di-Natriumsalz der Nitrilotriessigsäure  $N(CH_2COOH)_3$ . Dadurch wird eine schnelle titrimetr. Best. des ionisierten oder ionisationsfähigen Ca in wss. Lsg. ermöglicht. Die Best. wird wie folgt durchgeführt: Die Lsg. des zu untersuchenden Prod., z. B. Calgon, wird in dest. W. bis zum Farbumschlag von Phenolphthalein neutralisiert, dann eine bekannte Menge einer Lsg. von  $CaCl_2$  im Überschuß zugegeben u. nach weiterer Zugabe einer Lsg. des neutralen Na-Salzes der Nitrilotriessigsäure im geringen stöchiomet. Überschuß mit  $n/2$  NaOH die überschüssigen  $Ca^{++}$ -Ionen titriert. Die Best. setzt sich aus 3 Teilbestimmungen zusammen: dem Blindvers., der Probetitration u. der Haupttitration. Das Ergebnis wird in mg CaO, die von 1 g des zu untersuchenden Prod. gebunden werden, ausgedrückt u. wird aus der Differenz der Ergebnisse des Blindvers. u. der Haupttitration errechnet. Die Genauigkeit beträgt 5,6 mg CaO/g. Techn. hochwertige Prodd. vom Typ des Na-Hexametaphosphates weisen Werte von 93 u. 94 mg CaO/g auf. — 20 Literaturzitate. (Textil-Rdsch. [St. Gallen] 5. 224—32. Juni 1950. Prag, Nationalunternehmen Synthesia, Chem. Werke.) P. ECKERT. 8098

**H. Chatterjee**, *Rolle der kationischen Asche der Jutfaser für die Bestimmung ihres Säurewertes*. Der Vf. hatte gefunden, daß zuverlässige Werte für die Zahl der Säuregruppen in Jute nach der Meth. der Ag-Nitrophenolatlg. nur bei einem Austausch der Kationen, z. B. Na, Ca, Mg, Fe gegen Ag (vgl. J. Soc. Dyers Colourists 63. [1947.] 231) erhalten werden. 70% der Asche in Jutfasern sind kation. u. an die Carbonylgruppen der Polyuronsäuren gebunden. Um den Ionenaustausch genau aufzuklären, wurde der Aschengeh., die Alkalinität der Asche u. ihre Zus. an einer Reihe von gereinigten Juteproben bestimmt. Hierauf wurden mit Säure behandelte Fasern in die Na-, Ca-, Mg- u. Ba-Verbb. überführt



u. der Austausch dieser Kationen gegen Ag aus 0,01n Ag-o-Nitrophenolatlg. ermittelt. Die Affinität der Kationen für die Carboxyle der Fasern steigt in der Reihe Na, Ag, Mg, Ca oder Ba. Daher kann der Säurewert von Jute nur dann genau ausfallen, wenn die Carboxylgruppen nicht Salze gebildet haben oder aber die Kation. Asche durch eine Vorbehandlung mit 0,1n HCl entfernt ist. Ein Teil der Kationen in Jute liegt in Form säurebeständiger Aluminosilicate als Ablagerung in der Zellwand vor. Diese Kationen stören die Best. des Säurewertes nicht. Zur Herst. von Salzen der Jute führt man zunächst Na-Kationen ein u. ersetzt diese durch doppelte Umsetzung mit einer Salzlsg. durch die wasserlöslichen Kationen. (J. Textile Inst., Trans. 41. T 243—48. Juli 1950. Calcutta, Technol. Res. Laborr.) ZAHN. 8104

**Ciba Akt.-Ges., Basel, übert. von: Charles Graenacher, Riehen, und Franz Ackermann, Binningen, Schweiz, Diimidazole der Formel I, worin A einen arom. Rest, R<sub>1</sub> H oder einen Alkyl- bzw. Aralkylrest bedeuten u. R<sub>2</sub> ein 2wertiger Rest mit mindestens einer C=C-Bindung ist, erhält man durch Umsetzung von arom. o-Diaminen, z. B. mit aliph. Dicarbonsäuren, die Doppelbindungen in  $\alpha,\beta$ -Stellung enthalten. — Aus o-Phenylendiamin u. Fumarsäure wird z. B. das  $\alpha,\beta$ -Di-[benzimidazolyl-(2)]-äthylen erhalten. — Es werden u. a. dargestellt: das  $\alpha,\beta$ -Di-[N-benzylbenzimidazolyl-(2)]-äthylen, das  $\alpha,\beta$ -Di-[isopropylbenzimidazolyl-(2)]-äthylen, das 1,4-Di-[benzimidazolyl-(2)]-benzol, das 1,4-Di-[6'-methoxybenzimidazolyl-(2')] -benzol, das 1,4-Di-[benzimidazolyl-(2')] -2-chlorbenzol, das 2,5-Di-[benzimidazolyl-(2')] -furan. — Optische Bleichmittel. (A. P. 2 488 094 vom 9/3. 1945, ausg. 15/11. 1949. Schwz. Prior. 23/12. 1942.) BRÜSAMLE. 8027**

**General Aniline & Film Corp., New York, N. Y., übert. von: Ferdinand J. Gajewski, Linden, N. J., V. St. A., Acylpolyalkylenpolyaminbiguanide. Man setzt z. B. Stearinsäure mit gleicher Menge von Diäthylentriamin um, läßt das erhaltene Acylpolyalkylenpolyamin mit äquimol. Menge Dicyandiamid reagieren u. behandelt das erhaltene Biguanid mit Dimethylsulfat. Das Verfahrenspat. hat die nebenst. Formel. Man kann auch von Laurinsäure, Palmitinsäure, Ölsäure, Triäthylentetramin, Dipropylentriamin usw. ausgehen. — Textilhilfsmittel. (A. P. 2 483 969 vom 2/7. 1947, ausg. 4/10. 1949.) BRÜSAMLE. 8029**

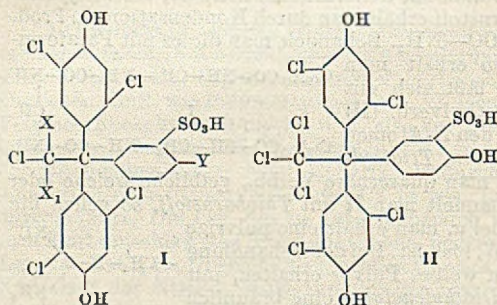
**Ciba Akt.-Ges., übert. von: Richard Sallmann, Gelterkinden, Schweiz, Harnstoffderivate. Aus Stearinsäuremethylolamid u. Harnstoff erhält man durch Kondensation ein Prod. der Formel C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>CO—NH—CH<sub>2</sub>—NH—CO—NH<sub>2</sub>. Behandelt man dieses mit Paraformaldehyd (in Eisessig) u. konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, so erhält man eine Methylenverb. der Formel I. Diese läßt sich mit Paraformaldehyd u. HCl in eine Chlormethylverb. (II) überführen, welche die CH<sub>2</sub>Cl-Gruppen an den N-Atomen trägt. Durch Behandlung von II mit Pyridin, Triäthylamin oder Dimethylcyclohexylamin erhält man quaternäre Verb., gelbliche weiche oder klebrige Massen, die in W. lösl. sind. Behandelt man II mit Thioharnstoff, so gehen die CH<sub>2</sub>Cl-Gruppen über in die nebenst. Formel u. man erhält eine pulverige weiße M., die unter Zusatz von A. auch in W. lösl. ist. Bei der Behandlung von II mit Dicyandiamid wird wieder ein weißes Pulver erhalten, mit Piperidin eine gelbliche weiche M., mit Diäthylenglykol eine bräunlich gefärbte wachähnliche M., die in W. lösl. ist u. an Stelle der CH<sub>2</sub>Cl-Gruppen die Gruppierung —CH<sub>2</sub>—O—CH<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>—O—CH<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>—OH enthält. II reagiert mit Glykolsäure unter Bldg. einer gelblichen M., mit Thioglykolsäure erhält man eine feste M., die —CH<sub>2</sub>—S—COOH-Gruppen enthält. — Man kann auch von den Methylolamiden der Capronsäure u. der Laurinsäure ausgehen. — Textilhilfsmittel, bes. geeignet zum Wasserabstoßendmachen. (A. PP. 2 487 382 u. 2 487 383 vom 5/4. 1946, ausg. 8/11. 1949. Schwz. Prior. 18/4. 1945.) BRÜSAMLE. 8037**

**Henry H. Frede & Co., übert. von: Raymond B. Seymour und George M. Schroder, Chattanooga, Tenn., V. St. A., Feuchtigkeit absorbierende Faserschichten. Ungewebte zerzupfte Fasern in wahlloser Verteilung werden mit einer dünnen Schicht (0,1—0,4 lbs je 1000 sq.ft.) Na-Salz eines Carboxyalkylderiv. von Cellulose überzogen u. der Überzug wird durch Erhitzen auf 300—450° F wasserunlösl. gemacht. Die andere Seite kann mit einem wasserabstoßend machenden Überzug aus 25—40 (Teilen) eines festen Polyäthylenglykols mit einem mittleren Mol.-Gew. von 1000—7000 u. 60—75 eines Styrol-Maleinsäureanhydrid-Mischpolymerisats überzogen werden, wobei man ebenfalls auf 250—450° F erhitzt. Mit dieser Schicht können auch beide Seiten überzogen werden. — Beispiel: Eine Lage gezupfte**

Baumwolle wird auf beiden Seiten mit einer 2% ig. wss. Carboxymethylcellulose, besprüht u. zwischen Heißwalzen auf 400—420° F erhitzt. An Stelle von Baumwolle kann auch Wolle oder Viscososeide verwendet werden. Ein Baumwollfilz (Gewicht 1½ bis 2 oz./m), der auf der einen Seite mit einer 2% ig. wss. Na-Carboxymethylcellulose, imprägniert ist, wird auf der anderen Seite mit einer 2% ig. wss. Lsg. eines Polyäthylenglykols vom mittleren Mol.-Gew. 1540 u. dem Ammonsalz eines Styrol-Maleinsäure-Polymeren (0,6 + 1,4 lbs in 98 lbs W.) überzogen. Zwischen Heißwalzen wird die eine Schicht auf 400—420° F u. die andere auf 400—450° F erhitzt. — Man kann auch beide Seiten mit einer 2% ig. wss. Lsg. aus 0,9 lbs festem Polyäthylenglykol vom mittleren Mol.-Gew. 1540 u. 1,1 lbs Ammonsalz eines Styrol-Maleinsäure-Polymeren in 98 lbs W. besprühen u. zwischen Heißwalzen auf 300—450° F erhitzen. Die Schichten zeichnen sich durch große Reißfestigkeit aus. — Weitere Ausführungsbeispiele. (A. PP. 2 486 803 vom 14/6. 1946, 2 486 805 u. 2 486 806 vom 8/10. 1947, alle ausg. 1/II. 1949.) KRAUSS. 8039

**Solvay & Cie.,** Brüssel, Belgien (Erfinder: A. Corin), *Bleichen von natürlichen Cellulosefasern, z. B. in Form von Garnen oder Geweben.* Die Cellulosefasern, bes. Leinen, Hanf, Jute, werden in einer 1. Stufe bei einem pH-Wert zwischen ca. 10,5 u. 12 in gleichzeitiger Anwesenheit von Alkali u. einem Mittel zum Entfernen von Mg- u. Ca-Ionen, wie GRAHAMsches Salz (Na-Hexametaphosphat), bei ca. 90—100° gekocht, wodurch die Erdalkalitionen aus den Lignin- u. Pektinstoffen leichter entfernbar gemacht werden. Anschließend wird zum Angriff der Ligninstoffe ehlort. Hierbei wird vorzugsweise bei einem pH-Wert von ca. 2 mit einer Lsg., die ca. 5 g akt. Cl/Liter enthält, gearbeitet, dann wird in einer 3. Stufe alkal. bei pH ca. 8,5 oder höher mit Alkalihypoehlorit gebleicht, worauf dann in einer 4. Stufe im sauren Bade z. B. mit NaHSO<sub>3</sub> entchlort wird. Zwischen die einzelnen Stufen können noch Waschstufen mit W. eingeschaltet sein. Bei dieser Arbeitsweise wird wesentlich an Cl<sub>2</sub> gespart. Z. B. behandelt man in der 1. Stufe 1350 kg Rohleingarn mit 8 m<sup>3</sup> Fl., die 24 kg NaOH u. 32 kg GRAHAMsches Salz enthält, 1—2 Södn. bei 90°, in der 2. Stufe wird bei Raumtemp. mit einer Lsg., die 4 kg Cl<sub>2</sub> je m<sup>3</sup> enthält, bis zu einem Verbrauch von 40 kg Cl<sub>2</sub> gearbeitet, während man in der 3. Stufe nach einer Zwischenbehandlung mit einer Lsg. mit 4 kg NaOH je m<sup>3</sup>, 1 Stde. mit einer Lsg. von 10 kg NaOH u. 20 kg NaOCl in 8 m<sup>3</sup> bei 20° bleicht. Schließlich wird 20 Min. mit 8 m<sup>3</sup> einer Lsg., die 12 Liter NaHSO<sub>3</sub>-Lsg. (D. 1,36—1,39) entchlort. (Schwed. P. 126 463 vom 18/4. 1947, ausg. 25/10. 1949. Belg. Priorr. 27/4. u. 19/8. 1946.) J. SCHMIDT. 8043

**T. Henriesson,** Limhamn, Schweden, *Bekämpfung von Motten.* Man verwendet als



*Mottenschutzmittel* eine Verb. der Formel I, in der X u. X<sub>1</sub> jedes für sich H oder Cl u. Y H oder OH bedeuten. Bes. geeignet ist die Verb. II. Zur Herst. kondensiert man z. B. 1 Mol Hexachloräthan mit 3 Mol Phenol u. sulfoniert das Reaktionsprod. mit einem Mol H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Anschließend chloriert man mit 8 Mol Cl<sub>2</sub>. Man erhält *Trichlortriphenyltetrachlortrioxyäthansulfonsäure* (II). Die Prodd. können auch in Form ihrer Salze verwendet werden. Mit diesem Mittel werden *Wolle, Pelze* u. dgl. permanent mottenecht gemacht.

(Schwed. P. 126 426 vom 24/9. 1946, ausg. 18/10. 1949.)

J. SCHMIDT. 8063.

**Imperial Chemical Industries Ltd.** (Erfinder: Robin Hamilton Kendell Thomson, William Edward Tetlow und Archibald Montgomery McDonald), England, *Nachbehandlung von Garn.* Der aus dem Fällbad kommende Faden wird gestreckt u. durch ein bei 15° gesätt. Bad von Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> etwa innerhalb von 7 Min. hindurchgeführt. Der Faden wird dann mit einer 50° warmen, bei 60° gesätt. Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Lsg., die 1,5% CH<sub>2</sub>O enthält u. ein pH von 5 besitzt, anschließend mit einer gleichen, aber 90° warmen Lsg. u. schließlich noch bei 80° mit derselben, zusätzlich noch 20% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> enthaltenden Lsg. behandelt, gewaschen u. getrocknet. — Beschreibung der Apparatur. (F. P. 961 371 vom 10/2. 1948, ausg. 10/5. 1950. E. Prior. 10/3. 1947.)

KISTENMACHER. 8071

**E. I. du Pont de Nemours & Co.,** Wilmington, Del., übert. von: Rudolph Woodell, Kenmore, N. Y., V. St. A., *Herstellen von sehr streckfähigem Garn aus regenerierter Cellulose.* Garn aus regenerierter Cellulose, dessen Röntgenanalyse kristalline Struktur zeigt, wird im unbelasteten Zustand wiederholt mit Ammoniakwasser angefeuchtet u. wieder getrocknet, bis das Material keine kristalline Struktur u. im wesentlichen keine Orientie-

rung in fl. NH<sub>3</sub> mehr zeigt. Das Garn wird dann in Ggw. einer heißen Lsg. eines Phosphats gestreckt. (A. P. 2 509 549 vom 6/11. 1943, ausg. 30/5. 1950.) E. PETERSEN. 8073

Richard R. Sitzer, Cumberland, Md., übert. von: Camille Dreifus, New York, N. Y., V. St. A., *Verbesserung von Acetylcellulosegarn*. Durch Einverleiben von 0,5–5% eines Weichmachers, wie Acetyltriäthyleitrat, Triäthylenglykoldipropionat oder Diäthyltartrat wird dem Garn eine bes. gute Festigkeit verliehen. Das Garn wird gestreckt u. verseift, um ein weichmacherfreies Endprod. zu erhalten. (Can. P. 467 457 vom 31/8. 1946, ausg. 15/8. 1950. A. Prior. 5/10. 1945.) KISTENMACHER. 8077

## XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

G. R. Yohe, *Kohleoxydation: Aktiver Sauerstoff und Russell-Effekt*. Nach einer kurzen Diskyodation der Kohleoxydation u. der Wrkg. von Peroxyd wird der RUSSELL-Effekt betrachtet. Material, das auf einen photograph. Film gelegt, im Dunkeln Bilder hervorbringt, ist der Peroxydbldg. fähig. Vgl. von Kohlen u. anderem Peroxyd bildendem organ. Material hinsichtlich der Erzeugung des RUSSELL-Effekts ergeben, daß die intermediäre Peroxydbldg. bei der Kohleoxydation zuerst von RUSSELL (Proc. Roy. Soc. [London], Ser. B 80. [1908.] 376) aufgefunden wurde. (Fuel 29. 163–65. Juli 1950. Urbana, Ill., State Geol. Survey.) STEIL. 8128

W. F. Oreschko, *Untersuchung der Oxydationsvorgänge von Steinkohlen*. Es wird die Oxydation von 2 Kohlearten des Donzgebietes bei Tempp. bis 235° mit O<sub>2</sub> u. Luft bei Gasgeschwindigkeiten von 17,5–80 cm<sup>3</sup>/Min. untersucht. Die Geschwindigkeit der O<sub>2</sub>-Aufnahme unter Bldg. von O<sub>2</sub>-Kohle-Komplexverb. ist in diesem Gebiet  $d x/d t = k e^{-E/RT}$ , worin  $k = 2,2 \cdot 10^7$  u.  $E = 16500$  kcal bedeuten. Die Veränderung der Gasgeschwindigkeit beeinflußt die Exponentialgröße sowie die Aktivierungswärme prakt. nicht. Hieraus folgert, daß unter diesen Bedingungen die Oxydation kinet. durch den Gastransport in die inneren C-Schichten bestimmt wird. Der Verlauf der Gewichtsveränderung der Kohle (einschließlich der Lage der intermediär auftretenden Gewichtsminima u. -maxima) sind nur von der Bldg. der Kohle-Sauerstoff-Komplexe, nicht aber von der Art des Oxydationsmittels oder dessen Zuführungsgeschwindigkeit abhängig. Die Temperaturgebiete der Gewichtsminima u. -maxima sind jedoch von der Art der oxydierten Kohle abhängig. (Известия Академии Наук СССР, Отделение Технических Наук [Nachr. Akad. Wiss. UdSSR, Abt. techn. Wiss.] 1949. 1642–48. Nov. Inst. für fossile Brennstoffe der Akad. der Wiss. der UdSSR.) J. SCHMIDT. 8128

Johannes Plückthun, *Versuche und Betriebserfahrungen mit der Verkokung hochstüchtiger Kohle in Mischung mit geringflüchtiger Koks-kohle, Eßkohle und gemahlenem Koksgrus*. Es werden die von den NORDDEUTSCHEN KOHLEN- UND KOKS-WERKEN AKT.-GES., Hamburg, bis 1940 durchgeführten Verss. u. Betriebserfahrungen beschrieben, die eine Verbesserung der kokstechn. Eig. gewisser für die Verkokung wenig geeigneter Kohlen durch Zumischung von geringflüchtiger Koks-kohle, Eßkohle u. gemahlenem Koksgrus bezweckten. (Gas- u. Wasserfach 91. 139–42. 15/6.; 167–71. 15/7. 1950. Hamburg.) STEINER. 8142

R. W. Rutherford, S. K. Hawthorn, *Entwicklungen in der Herstellung von Werkgas aus englischen festen Brennstoffen*. Beschrieben werden kontinuierliche u. mechan. arbeitende Gaserzeuger, einzeln oder in Batterie für Versorgung von Betrieben oder Städten mit Gas einschließlich Gasreinigungsanlagen. Ausgangsstoffe der Vergasung sind von Grus befreiter Koks bzw. Anthrazit. — 14 Literaturhinweise. (Gas Wld. 82. 215–18. 26/8. 1950.) K. O. MÜLLER. 8156

A. Lissner, *Schwefelgewinnung bei der Spülgasschwelung schwefelreicher Braunkohlen*. Bei den Verss. wurden die Braunkohlen mit einem Katalysator versetzt (MgCl<sub>2</sub>, NaCl, auch unter Zusatz von Ca-Hydroxyd), getrocknet u. rasch im H<sub>2</sub>-haltigen Spülgas erhitzt, Sättigen des Gases mit Wasserdampf bei 60–70° u. nach Entschwefeln des Schwelkokes während 2 Stdn. Überhitzen des Spülgases auf 600–700°. Es wurden 5 verschied. Kohlen untersucht mit S-Geh. von 2,2–5,1%. Nach der Behandlung lag der Restgeh. an S zwischen 0,18 u. 0,69%, die Entschwefelungseffekte waren über 90%. Bei den Verss. wird auch eine Erhöhung der in verdünnter Säure lösl. Bestandteile der Koksaschen festgestellt, so daß bei Entschwefelungseffekten Werte zwischen 69 u. 72% liegen. Der entschwefelte u. entaschte Koks hat ca. 7000 cal Heizwert u. eignet sich mit Vorteil für z. B. rauchlose Verbrennung bei Staubfeuerungen, zur Erzeugung von Synthesegas, als reaktionsfähiger Brennstoff für chem., metallurg. u. andere Industriezwecke, zur Darst. von Aktivkohlen u. als Holzkohlensatz. Nachteilig ist der Anfall des Kokes in feinkörniger Form. Die Verss. wurden in einem kontinuierlichen Drehofen mit Kohlenmengen bis 1 kg durchgeführt. Ein techn. Verfahrensschema wird gegeben. (Bergbau u. Energiewirtsch. 3. 188–91. Juni 1950. Freiberg.) BOYE. 8172

Charles L. Thomas, John Hickey und Glen Stecker, *Chemie der Ton-Crackkatalysatoren*. Nachdem Vf. in einer früheren Arbeit (vgl. C. 1950, II. 1194) über synthet. Kieselsäure-Tonerde-Katalysatoren, ihre Eigg. im Zusammenhang mit ihrer Zus. u. ihrem Aufbau berichtet hat, befaßt er sich in der vorliegenden Arbeit mit Crackkatalysatoren, die aus *Montmorillonit*-Tonen hergestellt wurden. Es wird so gezeigt, daß der ursprüngliche Ton keine katalyt. Wirksamkeit hat u. brauchbare Katalysatoren erst durch eine Säurebehandlung dieser Tone erhalten werden. Bei dieser Behandlung, wobei aus den zentralen Lagen des *Montmorillonit*-Kristalls laufend Metallatome entfernt werden, steigt die katalyt. Aktivität zu einem Maximum an, die aber bei längerer Behandlung dann wieder absinkt. Es wird dann an Hand von Strukturbildern über die Anordnung des Kristallgitters vor u. nach der Säurebehandlung eine Theorie entwickelt, worauf die Aktivität der so hergestellten Katalysatoren zurückzuführen ist. (Ind. Engng. Chem. 42. 866—71. Mai 1950.) DIETL 8196

R. A. Glenn, A. N. Basu, J. S. Wolfarth und M. Katz, *Untersuchungen über Kohlehydrierung*. 1. Mitt. *Über die Rolle des Kohleschwefels bei der Hydrierung der Kohle*. Drei Proben aus dem Pittsburgher Flöz mit einem S-Geh. zwischen 0,83 u. 4,37% wurden bei 375 u. 350° bei einem H<sub>2</sub>-Druck von 1800 lbs./in<sup>2</sup> unter Verwendung eines ADKINS'schen Katalysators der spaltenden Hydrierung unterworfen. Die Ausgangsprodd. wurden analysiert u. die dest. Öle durch Pentanextraktion u. Chromatographie an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> getrennt. Im allg. waren Ausbeute u. Eigg. der erhaltenen Prodd. die gleichen wie die bei Edenborn-Kohle. Die größte Umwandlung in benzollösl. Prodd. wurde entgegen der Erwartung bei der Kohle mit kleinem S-Geh. gefunden. Die durch die Hydrierung bei 350 u. 375° erhaltenen Öle enthielten  $\frac{9}{10}$  des ursprünglichen N u. mit Ausnahme der Kohle mit kleinem S-Geh., die etwa die Hälfte des ursprünglichen S ergab, weniger als  $\frac{1}{3}$  des ursprünglichen S. Bei der Hydrierung bei 350° (jedoch nicht bei 375°) konnte der S-Geh. der Kohle mit 1. der prozentualen Umwandlung in benzollösl. Prodd.; 2. dem prozentualen Anteil des ursprünglichen C in den 1., 2., 3. u. 4. Bändern der Adsorptionssäulen u. 3. dem Anteil an ursprünglichem S u. N im benzollösl. Rückstand in Verb. gebracht werden. (Fuel 29. 149—59. Juli 1950. Pittsburgh, Pa., Carnegie Inst. of Technol., Coal Res. Labor.) STEIL 8198

E. Falkum und R. A. Glenn, *Untersuchungen über Kohlehydrierung*. 2. Mitt. (1. vgl. vorst. Ref.) *Der Temperatureinfluß bei der spaltenden Hydrierung von Spitzbergen-Kohle mittels Adkinskatalysator*. Die arkt. Kohle ergibt 5% Asche, ca. 44% flüchtige Bestandteile u. 6,3% H<sub>2</sub>, bezogen auf asche- u. feuchtigkeitsfreie Kohle. Sie enthält hauptsächlich Anthraxylon u. kann, trotzdem sie nach der ASTM-Meth. als Cannel-Kohle klassifiziert wird, als eine hochflüchtige bituminöse Kohle angesprochen werden. Der Temperatureinfl. wird in Abb. dargestellt. Die maximale Ausbeute (71%) an Öldestillat, wurde bei 375° gefunden, obgleich die Umwandlung in benzollösl. Prodd. bei 350° vorherrschte. 3 verschied. Temperaturwirkungen können beschrieben werden: Umwandlung der Kohle in benzollösl., nichtflüchtige Prodd. bei 275—310°, Umwandlung der nichtflüchtigen benzollösl. Prodd. in flüchtige, hauptsächlich in Pentan lösl. Prodd., deren Ausbeute im Gebiet von 310—375° der Temp. proportional ist u. Gas- u. Koksldg. unter Verbrauch des Destillationsöls oberhalb 375°. Der ursprünglich in der Kohle enthaltene O (20%) wird in den Sauerstoffverb. des Destillationsöls, das unter 325° gebildet wird, gefunden. Bei der spaltenden Hydrierung bei 375° spielt die Spaltung der C—N-Bindung keine große Rolle. (Fuel 29. 178—84. Aug. 1950. Pittsburgh, Pa., Carnegie Inst. of Technol., Coal Res. Labor.) STEIL 8198

N. Ss. Grjasnow und W. M. Samkowaja, *Automatischer Apparat zur Untersuchung des Erweichungsprozesses von Steinkohlen bei der Verkokung*. Beschreibung eines App., bei welchem ein sehr langsam (mit 1 Umdrehung in der Stde.) umlaufender Rotor bei Friktion an der Prüfkohle in Verb. mit einem Dynamometer die Schwankungen im Wert der Scherspannung laufend registriert, wodurch die relative Schätzung der Fließfähigkeit der plast. M. der Kohle ermöglicht wird. Die Temperatursteigerung in der Prüfkohleschicht erfolgt bis 200° mit 10°/Min., ab 200° mit 3°/Min. Geschwindigkeit. Der App. zeigt 4 Maxima der Scherspannung an: 1. bei 170°: Austritt okkludierter Gase; 2. 280—320°: Austritt der prim.-fl. Phase; 3. bei Bldg. einer sehr zähen plast. M.; 4. Erweichen u. fast sofortiges Koagulieren (Verfestigung). Diese Trennung des Prozesses in Etappen bildet den Vorzug vor ähnlichen Apparaturen. (Заводская Лаборатория [Betriebs-Lab.] 16. 301—07. März 1950. Wiss. Kohlechem. Forschungsinst. des Ostens.) V. WILPERT 8246

J. H. Towler und J. W. Wood, *Bestimmung der gesamten ungesättigten Kohlenwasserstoffe in Brennstoffgasen*. Die Absorption von Äthylen, Bzl. u. CO in mit Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NiSO<sub>4</sub> u. PbSO<sub>4</sub> aktivierter H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wurde unters. u. daran eine genaue Best. der ungesätt. KW-stoffe in Stadtgas u. ähnlichen Gasmischungen bei Verwendung einer Analyseapp.-nach BONE u. WHEELER entwickelt. Empfehlungen hinsichtlich der Zus. u. des Vol. des Reagenzes

u. der Behandlungsdauer werden ebenso gegeben wie über Korrekturen für die unvermeidbare CO-Absorption. (Fuel 29. 159—63. Juli 1950. Beckenham, Kent, Gas Res. Board.) STELL. 8250

**Julian Alexander jr. und Carl Pfeiffer**, *Mikrobestimmung der Klopfseigenschaften von Motortreibstoffen*. Vff. modifizieren die für die motor. Best. der *Oclanzahl* (OZ.) von Motorkraftstoffen eingeführte CFR-Meth. durch Einbau bes. (näher beschriebener) Kraftstoffbehälter u. -zuleitungen, Verwendung spezieller selbstregistrierender Meßinstrumente u. Festlegung des optimalen Kompressionsverhältnisses u. Kraftstoff-Luft-Gemisches mittels einer Hilfsmischung u. kommen dadurch mit einer minimalen Kraftstoffprobe von nur 20 cm<sup>3</sup> (gegenüber 300 cm<sup>3</sup> bei der bisher üblichen Best.) aus. Zuerst werden mit einer aus 5 cm<sup>3</sup>-Probe u. 10 cm<sup>3</sup> 80 OZ.-Bezugskraftstoff bestehenden Hilfsmischung die optimalen motor. Bedingungen festgelegt u. über ein Hilfsdiagramm aus dieser Misch-OZ. die für die reine Probe zu erwartende OZ. annähernd ermittelt, danach die restlichen 15 cm<sup>3</sup> Probe gegen einen Bezugskraftstoff der zu erwartenden OZ. geklopft. Die Unters. ist sowohl nach der Research- als auch nach der Motormeth. möglich (mittlere Fehler  $\pm 1,42$  bzw. 1,15 OZ. gegenüber dem bisher üblichen Verf.). (Analytic. Chem. 22. 476 bis 480. März 1950. Marcus Hook, Pa., Houdry Process Co.) KLASKE. 8254

**Ingenjörbyrån Fredca Aktiebolag**, Stockholm, Schweden (Erfinder: F. Carlsson und E. A. Eklund), *Schmelzung von Schiefen, Braunkohle oder Steinkohle*. Man führt die Schmelzung in Tunnelöfen mit quer zum Brennstoff strömenden Spülgasen durch. Hierbei wird die Schichthöhe sowie auch Durchführgeschwindigkeit der Brennstoffe in den einzelnen Stufen entsprechend den Bedürfnissen der einzelnen Schmelzonen gesondert geregelt u. eingestellt. Z. B. erhitzt man Ölschiefer in der 1. Zone auf einem endlosen Band auf 270—300° bei einer Schichthöhe von 40 mm u. einer Brennstoffgeschwindigkeit von 225 mm/Minute. Die Durchführgeschwindigkeit darf in dieser Stufe nicht zu groß sein, damit keine ungleiche Erhitzung u. damit Kondensation der Öldämpfe im oberen Teil der Brennstoffschicht erfolgt. Wenn die Hauptmenge der Öle abdest. ist, kann in der nächsten Stufe bei 475—500° mit geringerer Schichthöhe von ca. 200 mm u. größerer Geschwindigkeit von ca. 450 mm/Min. gearbeitet werden. Als Schmelzgase dienen 800 bis 900° heiße Abgase von Feuerungen. Bei scheibenförmigen Brennstoffen werden diese in den einzelnen Stufen hochkant gestellt, um den Widerstand gegen die durchströmenden Gase möglichst gering zu halten. — Vorrichtung. Zeichnung. (Schwed. P. 126 373 vom 27/5. 1947, ausg. 18/10. 1949.) J. SCHMIDT. 8141

**O. A. Ohlsson**, Stockholm, Schweden, *Herstellung von Generatorgas*. Bei der Herst. von Generatorgas aus verschwefelbaren Brennstoffen im Schachtöfen werden die aus dem oberen Schachtteil abgezogenen teerhaltigen Schmelzgase in 2 Teile zerlegt. Der kleinere Teil wird verbrannt, dann mit dem Rest vermischt u. das Gemisch in den Schachtöfen oberhalb der prim. Verbrennungszone wieder eingeführt. Durch diese Vorverbrennung eines Teiles der Schmelzgase wird auch der Rest dieser Gase so vorgewärmt, daß eine gute Aufspaltung der Teerbestandteile erzielt wird. Die Klargase werden aus dem Schacht ca. in halber Höhe abgeführt. — Zeichnung. Vorrichtung. (Schwed. P. 126 397 vom 8/8. 1946, ausg. 18/10. 1949.) J. SCHMIDT. 8151

**Imperial Chemical Industries Ltd.**, übert. von: Gordon Nonhebel, England, *Temperaturregelung bei Rohgasen*. In einer durch Zeichnung erläuterten App. werden Rohgase, die noch Schwebstoffe zum Teil organ. Natur enthalten, durch eine Schicht stückigen Materials, z. B. aus feuerfestem Steinzeug oder Porzellan, geleitet, deren Temp. von der des Gases verschied., bes. niedriger ist, wobei die Schwebstoffe niedergeschlagen werden. Anschließend wird durch diese Schicht ein O<sub>2</sub>-haltiges Gas geleitet, wobei die Schwebstoffe verbrannt werden u. die in der Schicht gespeicherte Wärme zur Wiederverwertung abgeführt wird. (F. P. 962 007 vom 25/2. 1948, ausg. 30/5. 1950. E. Prior. 28/2. 1947.) OVERBECK. 8165

**Dr. C. Otto & Co., G. m. b. H.**, Deutschland, *Gewinnung der bei der Reinigung von Kokereigas anfallenden Nebenprodukte*. Bei der Behandlung der bei der Reinigung von Kokereigasen mit Ammoniakwasser anfallenden Fl. mit schwachen Säuren, z. B. Phenolen, wobei flüchtige Säuren, wie H<sub>2</sub>S u. CO<sub>2</sub>, entweichen, u. wobei durch Erhitzen auch das Ammoniak abgespalten wird, werden die in der Fl. enthaltenen Ammonsalze durch Erwärmen der Fl. dissoziiert u. die flüchtigen Säuren u. das Ammoniak nur teilweise ausgetrieben, wobei ein von Säure weitgehend freies Ammoniakwasser erhalten wird. Die ausgetriebenen Dämpfe behandelt man mit schwachen Säuren, wie Phenol, wobei man reines Ammoniak durch Erwärmen der von den flüchtigen Säuren befreiten Lsg. gewinnt, das man der vorher von Säuren befreiten Wasch-Fl. wieder zufügt, die man erneut zur Gasreinigung verwendet. (F. P. 961 320 vom 5/7. 1944, ausg. 10/5. 1950.) OVERBECK. 8169

**Canadian Gypsum Co. Ltd.**, Windsor, Nova Scotia, Can., übert. von: **Manvel C. Dailey**, Elmhurst, Ill., V. St. A., *Verschließen durchlässiger Bodenschichten*. Gegen den Boden wird eine Mischung aus einem (schnell) erhärtenden ( $\text{CaSO}_4$ -) Zement u. einem härtbaren (Triazinaldehyd-, z. B. Melaminformaldehyd-) Kondensationsprod. gepreßt. Dabei tritt ein Teil des Kondensationsprod. aus der Mischung aus, dringt in den umgebenden Boden u. bildet nach dem Erhärten eine wasserabweisende Schicht um die erhärtete Zementmischung. (Can. P. 466 521 vom 16/8. 1945, ausg. 11/7. 1950. A. Prior. 25/1. 1945.)

SCHREINER. 8187

**Hercules Powder Co. und James H. Shapleigh**, V. St. A., *Verfahren und Vorrichtung zur thermischen Spaltung von flüssigen und gasförmigen Kohlenwasserstoffen*. Diese werden in einem Wasserdampfstrom zerstäubt u. mit einer Temp. oberhalb  $440^\circ$  in ein Crackrohr geleitet. Die Spaltung findet infolge des Wasserdampfzusatzes unter den angegebenen Bedingungen ohne wesentliche Kohlenstoffabscheidung statt. — Zeichnung. (F. P. 956 761 vom 6/8. 1947, ausg. 6/2. 1950. A. Prior. 6/2. 1945 u. 22/8. 1946.) M. F. MÜLLER. 8197

**Phillips Petroleum Co.**, übert. von: **King Louis Mills jr.**, Barths ville, Oklah., V. St. A., *Katalytische Umwandlung von Kohlenwasserstoffen*. Die Umwandlung wird in einem vertikalen zylind. Reaktionsgefäß durchgeführt, das in zwei Zonen unterteilt ist. Die obere Zone enthält einen „natürlichen“ Katalysator, wie Bauxit oder Montmorillonit, der leicht zu reaktivieren ist, aber nur eine verhältnismäßig geringe Aktivität aufweist; die untere Zone (25–50 Vol.-% des gesamten Reaktionsraumes) enthält einen „synthet.“, Katalysator, z. B. Kügelchen aus Kieselsäure u. Tonerdegel, der schwierig zu reaktivieren ist, aber eine hohe Aktivität besitzt. In das Reaktionsgefäß wird von oben das umzuwandelnde KW-stofföl, z. B. Gasöl, mit einer Temp. von  $850$ – $1100^\circ$  F u. unter einem Druck von 0,7 bis 1,4 at eingeleitet. Es durchstreicht die beiden Katalysatorzonen, wobei es in der oberen Zone gecrackt wird u. in der unteren Zone die erhaltenen KW-stoffe reformiert u. noch vorhandene Anteile des Ausgangsöls gecrackt werden. Die Reaktionsprod. verlassen das Reaktionsgefäß am unteren Ende u. werden einem Separator zugeführt. Zwecks Reaktivierung der Katalysatoren läßt man ein  $\text{O}_2$ -haltiges Gas mit einem  $\text{O}_2$ -Geh. von 4–8% solange von unten nach oben durch das Reaktionsgefäß strömen, bis der C-haltige Nd. auf den Katalysatoren verbrannt ist, worauf der  $\text{O}_2$ -Geh. des Gases auf 3–3,5% red. wird. (A. P. 2 485 906 vom 2/1. 1948, ausg. 25/10. 1949.)

BEIERSDORF. 8197

**Shell Development Co.**, San Francisco, Calif., übert. von: **George E. Liedholm**, Searsdale, N. Y., V. St. A., *Katalytische Spaltung von Kohlenwasserstoffen in der Dampfphase* in Ggw. eines regenerierten Crackkatalysators aus fein verteiltem Ton. Der auf die Reaktionstemp. erhitzte Katalysator wird mit dem KW-stoff gemischt in die Spaltzone eingeleitet, u. zwar in die darin enthaltene aufgelockerte u. im Fließstrom befindliche Katalysatormasse. — Zeichnung. (Can. P. 464 537 vom 16/2. 1943, ausg. 18/4. 1950. A. Prior. 9/3. 1942.)

M. F. MÜLLER. 8197

**United Gas Improvement Co.**, Philadelphia, Penn., übert. von: **Newcomb K. Chaney**, Moylan, Pa., V. St. A., *Thermische Spaltung von Erdölkohlenwasserstoffen* zwecks Gewinnung von arom. u. Diölefin-KW-stoffen mit 4 u. 5 C-Atomen in mehreren Stufen unter Zuführung von Wasserdampf als Verdünnungsmittel. In der ersten Stufe entsteht bei  $1400$ – $1800^\circ$  F neben Butadien Bzl. u. Toluol. Das Butadien wird aus dem Reaktionsgemisch abgetrennt u. das verbleibende Gemisch von arom. u. Paraffin-KW-stoffen (Kp.  $60$ – $165^\circ$ ) wird einer zweiten therm. Spaltung unterworfen. Der Paraffingeh. sinkt dabei unter 1 Vol.-%. — Zeichnung. (Can. P. 466 886 vom 29/6. 1944, ausg. 25/7. 1950. A. Prior. 1/5. 1943.)

M. F. MÜLLER. 8197

**Universal Oil Products Co.**, übert. von: **Charles L. Thomas**, Chicago, Ill., V. St. A., *Katalytische Spaltung von schweren Kohlenwasserstoffen* in Ggw. eines fein verteilten festen Crackkatalysators unter Zuführung eines überhitzten gasförmigen Wärmeträgers von mindestens  $540^\circ$ . Dieser Träger besteht z. B. aus überhitzten leichten KW-stoffgasen, welche in den unteren Teil des Crackraumes in die Katalysatormasse eingeleitet werden. Dabei wird ein dichter Katalysatorwirbelstrom gebildet, in den zu die spaltenden KW-stoffe eingeleitet werden. — Zeichnung. (Can. P. 467 448 vom 2/11. 1942, ausg. 15/8. 1950. A. Prior. 27/10. 1941.)

M. F. MÜLLER. 8197

**Pure Oil Co.**, Chicago, **Hillis O. Folkins**, Skokie, und **Carlisle M. Thacker**, Highland Park, Ill., V. St. A., *Spalten von Kohlenwasserstoffen* mit wenigstens 3 C-Atomen in niedriger sd. KW-stoffe in Ggw. einer geringen Menge eines bromierten Esters (I), wie Bromessigsäureäthylester, bei  $650$ – $2000^\circ$  F. — An Stelle von I können auch halogenierte aliph. Sauerstoffverb. wie halogenierte Alkohole, Ketone, Äther, Säuren, Aldehyde u. Ester oder halogenierte Epoxyverb., z. B. Epibromhydrin (II) verwendet werden. — Z. B. wird Butan in Ggw. von 1 Mol.-% II bei  $977^\circ$  F gespalten. (Can. PP. 467 429 vom 9/12. 1944, ausg. 15/8. 1950. A. Prior. 31/1. 1944; 467 430 vom 5/4. 1945, ausg. 15/8. 1950; 467 431 vom 5/4. 1945, ausg. 15/8. 1950. A. Prior. 12/2. 1944.)

M. F. MÜLLER. 8197

**Houdry Process Corp.**, Wilmington, Del., übert. von: **George Alexander Mills**, Swarthmore, Pa., V. St. A., *Katalytische Spaltung von Kohlenwasserstoffen*. Man verwendet als Katalysatoren mit Säure vorbehandelte Tone des *Montmorillonit*-Typs. Diese werden nach der Säurebehandlung in Abwesenheit von Wasserdampf bei Temp. über 535° mindestens 2 Stdn. calciniert u. nach dem Abkühlen mindestens 20 Stdn. milde mit 20% ig. Säure ausgelaugt. Gute Temperaturbeständigkeit. (A. P. 2 487 824 vom 12/12. 1946, ausg. 15/11. 1949.) J. SCHMIDT. 8197

**Filtrol Corp.**, übert. von: **Thomas Dixon Oulton**, Los Angeles, Calif., V. St. A., *Herstellung von Crackkatalysatoren* unter Verwendung von mit Säure aktivierten Ton-Katalysatorpartikeln, welche mit einer Lsg. eines Beschleunigers imprägniert werden. Man verwendet hierzu z. B. eine Al-Verb., die in Form von  $Al(OH)_3$  auf den Tonkatalysator, z. B. akt. Montmorillonit-Sub-Bentonit, niedergeschlagen wird. — Zeichnung. (Can. P. 467 530 vom 6/10. 1945, ausg. 22/8. 1950. A. Prior. 13/10. 1944.) M. F. MÜLLER. 8197

**M. W. Kellogg Co.**, Jersey City, übert. von: **Joseph W. Jewell**, Summit, **George D. Creelman**, Mountain Lakes, und **Walter H. Borcharding**, New York, N. Y., V. St. A., *Ununterbrochenes Verfahren zur katalytischen Umwandlung von hochsiedenden Kohlenwasserstoffen in niedrigsiedende Anteile*, welche als Motortreibmittel geeignet sind. Der mit Kohlenstoff beladene Katalysator wird unter Zuführung von Luft in der Regenerierkammer in einen aufgelockerten Fließstrom gebracht u. dabei abgebrannt. Die gasförmigen Anteile werden mit den Verbrennungsgasen aus dem oberen Teil der Regenerierkammer abgelassen, während der regenerierte Katalysator unten abgetrennt wird. — Zeichnung. (Can. P. 467 213 vom 21/9. 1942, ausg. 8/8. 1950. A. Prior. 6/8. 1941.) M. F. MÜLLER. 8197

**Standard Oil Development Co.**, übert. von: **Lloyd B. Smith** und **Robert W. Krebs**, Baton Rouge, La., V. St. A., *Kohlenwasserstoffsynthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff*. Man führt die Synth. mit Fe-Kontakten nach dem Fluidverf. durch. Hierbei werden die erlahmten Kontakte mit  $H_2$  bei ca. 315—360° regeneriert. Nach der Regenerierung wird der Kontakt zunächst mit reinem  $CH_4$  beschickt, das ganz allmählich, in ca. 10 Stdn., durch das Synthesegas ersetzt wird. Man kann dann die Synthese bei bes. niedrigen, schonenden Temp., z. B. bei 245—290° (gegenüber sonst 315—360°) zu Beginn der Synthesepriode durchführen. — Zeichnung. (A. P. 2 499 845 vom 7/5. 1946, ausg. 28/2. 1950.) J. SCHMIDT. 8199

**Azienda Nazionale Idrogenazione Combustibili A.N.J.C.**, Italien, *Entfärben und Bleichen von Mineralölen, Paraffinen oder Destillaten davon* durch katalyt. Hydrierung unter einem Druck bis zu 350 at bei Temp. bis 450°. Als Katalysatoren dienen die Elemente der 3.—8. Gruppe des period. Syst. oder auch die Oxyde davon, z. B. ein Gemisch von Fe- u. Al-Oxyd oder frisch gefälltes Ni-Metall. (F. P. 958 951 vom 30/12. 1947, ausg. 20/3. 1950. It. Prior. 27/8. 1946.) M. F. MÜLLER. 8199

**Standard Oil Co.**, Chicago (übert. von: **Robert F. Marschner**, Homewood, Ill., V. St. A., *Supertreibstoff* für hohe Kompression, OTTO-Motore, Hochleistungstreibstoff für Flugmaschinen. Der Treibstoff besteht aus einer Mischung von Triptan (Mischung von Cyclopentan-Dimethylbutan) u. Cyclopentan in Mengen von je 25 Vol.-% oder 40 Vol.-%, oder 60 Vol.-% Triptan + 40 Vol.-% Cyclopentan + 4 cm<sup>3</sup> Bleitetraäthyl auf 1 Gallone der Treibstoffmischung. (A. P. 2 485 897 vom 11/7. 1947, ausg. 25/10. 1949.) REICHEL. 8205

**Texaco Development Corp.**, New York, N. Y., übert. von: **Raymond J. Ruble**, Beacon, N. Y., V. St. A., *Erzeugung von Gasgemischen*. In einer bes. konstruierten Verbrennungsmaschine, welche aus einem durch einen Cylinder mit Kolben gebildeten Verbrennungsraum besteht, wird ein Gasgemisch von  $H_2$  u. CO dadurch erzeugt, daß ein  $O_2$ -haltiges Gas (ca. 90%  $O_2$ ) komprimiert u. bei bestimmten Temp. u. Drucken  $CH_4$  eingespritzt u. elektr. gezündet wird. Der KW-stoff wird dadurch vollständig in  $H_2$  u. CO umgewandelt. — 7 Abbildungen. (A. P. 2 484 249 vom 19/3. 1947, ausg. 11/10. 1949.) v. SCHILLER. 8205

**Lion Oil Co.**, übert. von: **Arnold J. Hoiberg**, El Dorado Ark., V. St. A., *Schmiermittel*. Man bläst einen asphaltartigen hochsd. Mineralölrückstand in Ggw. von Katalysatoren, wie  $P_2O_5$ ,  $FeCl_3$ ,  $ZnCl_2$  u. Cu-Pulver, mit Luft bei Temp. von ca. 460% F u. vermischt das Prod. mit 15—70% eines Mineralöls, das wenigstens den Kp. eines Gasöls besitzt. (A. P. 2 488 293 vom 12/4. 1946, ausg. 15/11. 1949.) DERSIN. 8221

**Standard Oil Development Co.**, übert. von: **George R. Gilbert**, Elizabeth, N. J., V. St. A., *Öllösliche Sulfonsäure* erhält man durch Behandlung von Petroleumölfractionen mit einem Sulfonierungsmittel. — Eine vorwiegend arom. Petroleum-Schmieröl-Fraktion (I), erhalten durch Phenolextraktion einer Petroleum-Schmieröl-Fraktion (II), wird bei Temp. von 55—70° mit einem Säureschlamm behandelt, der von einer II abgetrennt wird, nachdem diese mit  $H_2SO_4$  (mindestens 98%), rauchender  $H_2SO_4$ ,  $SO_3$ , Chlor- oder Fluorsulfonsäure behandelt wurde. (A. P. 2 488 721 vom 10/11. 1945, ausg. 22/11. 1949.) BRÖSAMLE. 8221

**Tidewater Associated Oil Co.**, New York, N. Y., übert. von: **Anthony J. Revukas**, Cranford, N. J., V. St. A., *Mineralölkombinationen*, Um die Schmierfähigkeit von Mineralölen zu erhöhen, setzt man ihnen Ester der Acryl- oder Methacrylsäure in einer Menge von 0,1—5% zu, wodurch aber die Neigung zur Emulsionsbildung erhöht wird. Um diese herabzudrücken, erfolgt erfindungsgemäß ein weiterer Zusatz von 0,02—5% eines aliphath. Phosphorsäureesters. Als die Schmierfähigkeit verbessernde Zusätze eignen sich z. B. Amyl-, Hexyl-, Cyclohexyl-, Decyl-, Cetyl-, Octadecylester der Acryl- oder Methacrylsäure oder entsprechende gemischte Ester. Als aliphath. Phosphorsäureester kommen z. B. in Frage Tributyl-, Trioctylphosphat, ferner Prodd. der teilweisen Veresterung, wie saures Monoamyl-, Monobutyl-, Monoctyl-, Monolauryl-, Dibutyl-2-äthylhexyl-, Dilaurylphosphat. Die Phosphorsäureester können dem zu verbessernden Öl als solche oder in Lsgg. oder Dispersionen in Mineralölen (Dieselöle, Schmieröle, Turbinenöle) oder in Mischung mit den Acrylsäureestern zugesetzt werden. (A. P. 2 486 493 vom 9/1. 1947, ausg. 1/11. 1949.)  
BEIERSDORF. 8221

**Standard Oil Development Co.**, Del., übert. von: **William H. Smyers**, Westfield, und **David W. Young**, Roselle, N. J., V. St. A., *Schmierölverbesserungsmittel* sind die Reaktionsprodd. von Copolymeren der Olefine (I), bes. Isobutylen, mit cycl. Verbb., wie Styrol, mit P, P-Verbb. (POCl<sub>3</sub>, POBr<sub>3</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), deren Mischungen oder in Verb. mit S, Se u. Te, wie P<sub>2</sub>S<sub>5</sub>, P<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, PSCl<sub>3</sub>, PSFBr<sub>3</sub>, P<sub>4</sub>O<sub>6</sub>S<sub>4</sub>, P<sub>2</sub>Se<sub>5</sub>. Je nach den zu behandelnden I u. den gewünschten Endprodd. (fl., plast. oder harte Harze) wird der Zusatz von P oder P-S-Verbb. geregelt, 0,1—5% Gew.-% dieser Verbb. genügen. Die Rk. kann in Ggw. inerter Fll. ausgeführt werden, die Reaktionstemp. zwischen n. Temp. u. 250° liegen. Nach beendeter Rk. wird filtriert, das Filtrat dest., gegebenenfalls teilweise oder ganz neutralisiert u. nochmals filtriert. Die Ggw. fetter Öle bei der Rk. ist vorteilhaft. Die Endprodd. sind hervorragende Zusatzmittel für Schmieröle, ferner wirken sie als Antioxydationsmittel. (A. P. 2 494 592 vom 19/5. 1945, ausg. 17/1. 1950.)  
G. KÖNIG. 8221

**Union Oil Co. of California**, Los Angeles, übert. von: **Chester E. Wilson**, San Pedro, Calif., V. St. A., *Rostschutzöl*. Man behandelt eine Lsg. von Alkali- oder Erdalkalimetallsalzen von Petroleumschwefelsäuren in einem leichten KW-stofföl mit Absorptionsmitteln, wie Bentonit, Ton, akt. Kohle oder Silicagel, bei Temp. von 100—450° F, so daß zwischen 5 u. 30% der Sulfonate absorbiert werden, u. setzt das erhaltene Raffinat einem Mineralöledestillat zu. (A. P. 2 499 710 vom 6/4. 1945, ausg. 7/3. 1950.)  
DERSIN. 8221

**Standard Oil Development Co.**, übert. von: **Eugene Lieber**, New York, N. Y., und **Aloysius F. Cashman**, Bayonne, N. J., V. St. A., *Schmiermittel*. Das Schmiermittel enthält als Grundstoff ein paraffinhaltiges Schmieröl u. als Stockpunktserniedriger 0,05 bis 2% eines Kondensationsprod. aus 20—300 (Teilen) chloriertem Paraffin (10—20% Cl) u. ca. 100 Stearoylchlorid oder einem anderen Acylchlorid einer Monocarbonsäure mit mindestens 8 C-Atomen. Auch Acyldichloride von Polycarbonsäuren können bei der Kondensation verwendet werden. Das Kondensationsprod. soll ein mittleres Mol.-Gew. von mindestens 600, besser mehr als 1000 haben u. bei 20 mm Hg nicht unter 180° sieden. Die Kondensation wird zwischen ca. 180 u. 400° durchgeführt. (A. P. 2 487 151 vom 9/7. 1945, ausg. 8/11. 1949.)  
J. SCHMIDT. 8223

**Röhm & Haas Co.**, übert. von: **Ellington M. Beavers**, Philadelphia, Pa., V. St. A., *Synthetische Schmiermittel aus Polyestern*. Man erhält ölige Stoffe mit guten Schmiermitteleigg., wenn man 0,25—3,8 Mol einer aliphath., gesätt. Dicarbonsäure mit 6—10 C-Atomen der allg. Formel HOOC·R·COOH mischt mit 1 Mol einer gesätt., aliphath. Monocarbonsäure mit 6—9 C-Atomen in einer verzweigten Kette der allg. Formel R'·COOH u. weiter zusetzt ein acycl., gesätt., nicht-tert. Glykol mit 7—10 C-Atomen in verzweigter Kette der allg. Formel HO·R''·OH in einer Menge < 50%, bestimmt durch die allg. Formel  $N_G = N_L + 2 N_A / 2$ , in der  $N_G$  die Zahl der umzusetzenden Moll. Glykol,  $N_A$  die Moll. der Monocarbonsäure u.  $N_L$  die Moll. der Dicarbonsäure angibt. Man verestert das Gemisch durch Erhitzen unter Abdest. des W. u. Steigerung der Temp. bis auf 200 bis 225° bei einem Druck < 30 mm unter Entfernung flüchtiger Stoffe, bis die SZ. < 2 ist. In den allg. Formeln bedeuten R eine Alkylgruppe mit 4—8 C-Atomen, R' eine verzweigte Alkylgruppe mit 5—8 C-Atomen u. R'' eine verzweigte Alkylgruppe mit 7—10 C-Atomen. — Man setzt z. B. um: ein Gemisch von Adipinsäure, 2-Äthylhexandiol-(1.3) u. Isononansäure in Ggw. von ZnCl<sub>2</sub> als Katalysator oder Sebacinensäure mit 2-Äthylhexandiol-(1.3) u. Laurinsäure oder Azelaensäure mit Isononansäure u. 2-Äthyl-2-butylpropaniol-(1.3). — Die erhaltenen öartigen Stoffe sind in KW-stoffölen lösl. u. geben Schmieröle von niedrigerer oder höherer Viscosität als das KW-stofföl. (A. P. 2 499 983 vom 16/12. 1948, ausg. 7/3. 1950.)  
DERSIN. 8223

**Standard Oil Co.**, Chicago, Ill., übert. von: **Reuben A. Swenson**, Hammond, Ind., V. St. A., *Schmierfett für Achsenlager, besonders für hohe Temperaturen*, bestehend aus ca.



30—60% Alkaliseife langkettiger Fettsäuren von mindestens 12 C-Atomen (Tallölfettsäuren, Stearinsäure, Gemisch von Fettsäuren aus tier. u. pflanzlichen Fetten), ca. 1—20% Alkaliseife von vorzugsweise ölsöl. Sulfonsäuren, 0,1—10% Alkalisalz kurzkettiger aliphat. Carbonsäuren mit nicht mehr als 6 C-Atomen (Ameisen-, Milch-, Oxyessigsäure) u. KW-stofföl. Gegebenenfalls enthalten die Fette noch bis ca. 2% Glycerin. Zur Herst. der Schmierfette mischt man alle lang- u. kurzkettigen Carbonsäuren, Sulfonsäuren in Ggw. von etwas KW-stofföl, erhitzt auf ca. 90—95°, fügt wss. Alkalisgl. zu, verdampft nach der Verseifung das überschüssige Alkali, erhitzt auf ca. 160—190°, stellt auf einen Alkaliüberschuß von ca. 0,2% ein, erhitzt weiter auf ca. 275—285°, bis das Gemisch klar u. dunstfrei ist, worauf auf 245—250° abgekühlt u. etwas Glycerin zugesetzt wird. Die Schmierfette zeichnen sich durch hohe Penetrationswerte aus. An Stelle der erwähnten kurzkettigen Monocarbonsäuren können auch Dicarbonsäuren, wie Oxal-, Malon-, Bernstein-, Methylmalon-, Wein-, Dioxymaleinsäure, verwendet werden. (A. P. 2 487 080 vom 28/11. 1947, ausg. 8/11. 1949.) J. SCHMIDT. 8223

Socony-Vacuum Oil Co., Inc., übert. von: Theodore G. Roehner, Mount Vernon, und George W. Murray, Pleasantville, N. Y., V. St. A., *Schmierfett, besonders für Hochdruck- und Hochtemperaturzwecke*. Das Schmierfett besteht aus ca. 8,5—48% Fettstoffen, 1,5—6% Alkali, bes. NaOH, 0,5—6% Polyvinylalkohol (Viscosität 5—100 Poises bei 20° bei einer Hydrolyse von 50—100%) u. im übrigen aus Schmieröl. Diese Schmierfette sind beständig u. neigen auch bei extremer Beanspruchung nicht zum „Bluten“. (A. P. 2 487 376 vom 17/4. 1948, ausg. 8/11. 1949.) J. SCHMIDT. 8223

Standard Oil Development Co., übert. von: Arnold J. Morway, Clark, N. J., V. St. A., *Hochdruckschmiermittel*, bestehend aus mindestens 60% Mineralschmieröl, 5—25% Ruß, von denen 3—20% Acetylenruß u. 0, —10% strukturloser Ruß (Kaminruß) sein sollen, sowie Metallseife, sulfonierten fetten Ölen, Antikorrosionsmitteln u. gegebenenfalls Polyisobutylenen u. anderen polymeren Stoffen in Lösung. Die Schmierfette sind außerordentlich druckfest. Der Zusatz an Polymerisaten beträgt ca. 0,006—0,18%. Diese Stoffe werden vor der Vermischung in Mineralöl gelöst. — Zeichnung. (A. P. 2 487 260 vom 3/4. 1947, ausg. 8/11. 1949.) J. SCHMIDT. 8223

Standard Oil Development Co., übert. von: John C. Zimmer, Union, und Arnold J. Morway, Rahway, N. J., V. St. A., *Schmierfett für tiefe Temperaturen*. Das Schmierfett enthält ca. 70—90% Schmieröl, 2—20% strukturlosen Kaminruß, der mit Silicinen der allg. Formel  $R_xSi(OH)_y$  (R = Alkylreste, x u. y ganze Zahlen, 1, 2 u. 3, deren Summe 4 betragen soll) überzogen wurde, 2—15% Acetylenruß u. 0,1—3% Zn-Naphtenat. Die Imprägnierung des Kaminrußes wird durch Behandlung mit Alkylsiliciumhalogeniden u. nachfolgende Hydrolyse vorgenommen. Durch diese Imprägnierung wird die Oxydationsbeständigkeit sowie die Dispergierbarkeit der Rußart im Mineral verbessert. Beispiel: 9% Kaminruß, 5% Acetylenruß, je 1% Phenyl-naphtylamin u. Zn-Naphtenat, u. 84% Schmieröl (Viscosität 50 SAYBOLT-Sek. bei 38°). (A. P. 2 487 261 vom 24/9. 1947, ausg. 8/11. 1949.) J. SCHMIDT. 8223

## XXII. Leim. Klebstoffe usw.

Erich Plath, *Glutinleime. Ihre Eigenschaften, Prüfung und Handhabung*. Übersicht über die 4 Sorten (Haut-, Leder-, Knochen- u. Hasenleim), die Herst. u. Verarbeitung der Leimlösungen. Als Abbindekriterium dient der Zeitpunkt, in dem beim Reißvers. der Bruch im Holz u. nicht mehr in der Fuge auftritt. Höhere Leimfestigkeiten, als die Eigenfestigkeit des Holzes beträgt, sind nutzlos. Spezial-Glutinleime sind Glutinkaltleim, Glutin-Heißbinder u. Glutin-Schnellbinder. Zur Prüfung sind folgende Eigg. wertvoll: Viscosität, Gallertfestigkeit (Kugeldruckhärte), F., E., Säuregeh., Leimtrockengeh., Ergiebigkeit u. Bindefestigkeit. (Holztechnik 30. 191—96. Juli 1950.) SCHENCK. 8384

—, *Untersuchungen über Gelatine und Leim*. Ausführungen über Herst., Eigg. u. Verwendung. von Gelatine u. Leim, Knochen- u. Lederleim. (Chem. Age 62. 291—94. 25/2. 1950.) DÖRRING. 8384

Karl Werner, *Über die Herstellung und Anwendung synthetischer Klebstoffe*. Hinweis auf Herst. u. Eigg. von Klebstofflsgg. auf Grundlage von Nitrocellulose, Kautschuk, Polyisobutyl, Polyvinylchlorid, Polyvinylacetat, Polyvinyläthern u. Kondensationsprodd. aus Diisocyanaten mit Mischestern (aus Phthalsäure u. Adipinsäure mit Glycerin oder Pentaerythrit), die auch durch gesätt. oder ungesätt. Fettsäuren modifiziert sein können, Auch Klebstoffe aus wss. Dispersionen auf Grundlage von Polyvinylacetat oder Polyacrylsäure werden besprochen. Ferner erörtert Vf. die Anwendung der genannten Klebstoffe in der Schuhindustrie u. die Scherfestigkeit von verschied. Klebstoffsystemen beim Aufkleben von Leder auf Leder, von Gummi auf Leder u. von Gummi auf Gummi. (Kunststoffe 39. 283—87. Nov. 1949. Wolfgang, Kr. Hanau/Main.) NOUVEL. 8388

**Hans Jürgen Saechtling**, *Kunstharzleime und ihre Anwendung*. (Vgl. C. 1949. II. 1040.) Als Lagenleime dienen fl. Resole aus Kresol oder Phenol-Kresol-Gemisch sowie mit Resol getränktes Papier, Härtetemp. 130—160°. Als Montageleime werden wss. Phenol-formaldehydharze mit Säurezusatz verwendet. Harnstoffharzleime werden als Pulver oder als wss. Lsg. geliefert u. mit Kalthärter bei Raumtemp. oder mit Heißhärter bei 80—100° verarbeitet. Durch Zusatz von Füllstoffen kann Wasserfestigkeit u. Alterungsbeständigkeit verbessert werden. Melaminharze sind wasserfester als Harnstoffharze. Polyurethane werden als Polystallein verwendet. Auch Alkydharze in Styrol gelöst, finden Verwendung. (Chemiker-Ztg. 74. 179—80. 6/4. 1950. Troisdorf.) SCHEIFELE. 8388

—, *Ein neuer Klebstoff für Metallgegenstände*. Bericht über Verss. an Blechen aus einigen Leichtmetalllegierungen, Stählen u. einigen NE-Schwermetallen bei ca. 18 mit „Araldite“, einem Klebharz in Stab- oder Pulverform. Die Oberflächenbehandlung der Bleche u. ihre mechan. Eigg., das Härten des Harzes (1 Stde. bei ca. 200° ohne Druckanwendung), die Prüfung der Haltbarkeit der Bindung unter verschied. Beanspruchungsarten u. das Verh. von gehärteten Araldite-Formkörpern werden eingehend besprochen. Die Bindung ist so fest, daß man Leichtmetall oder Stahl bis zur Elastizitätsgrenze belasten kann. Sie ist den Niet- oder Schweißbindungen zum mindesten gleichwertig. Das Harz selbst ist ungewöhnlich gut verformbar. Die Bruchdehnung erreicht 0,5%, während das Stauchverh. noch günstiger ist. Flugbenzin u. -öl schädigen die Bindung im Gegensatz zu dest. W., bes. von höherer Temp., nicht. (Sheet Metal Ind. 26. 1967—84. 1986, 1988. Sept. 1949.) GEISSLER. 8388

**C. J. Moss**, *Metallverleimung*. Es werden Verff. besprochen, die es gestatten, ohne Nieten Metall mit Metall oder Holz, Quarz, Glas, Porzellan zu verbinden. *Redux*-Verf. der AERO RESEARCH LTD., Duxford: mit Redux-Fl. u. -pulver (ein Kunstharz, ohne nähere Angaben). Die Teile werden vor dem Prozeß mit Trichloräthylen entfettet, Metalle u. Legierungen mit HCl gebeizt, Teile aus Holz gesandet. Die Teile werden dann mit dem Redux-Pulver unter einer Presse 15 Min. bei 145° oder 4 Min. bei 180° erwärmt. Ein anderes Kunstharz, *Araldite* (CIBA, Basel) erfordert höhere Temp.: 40 Min. bei 200°, 10 Min. bei 240°, kommt aber ohne Druck aus. Es ist wegen der höheren Temp. nicht für Holz geeignet. Erwähnt wird noch *Aerolite 300*, ein Kaltleim, der sogar ohne Hitze u. Druck arbeitet u. mit dem auch Fugen u. Risse ausgefüllt werden können. Dünne Zwischenlagen aus Gummi vermindern beim Pressen einen zu starken Druck an Unebenheiten u. verhindern ein Zerbrechen der Furniere. Zum Schluß wird noch *Vendura*, ein Prod. ausfurniertem Aluminium erwähnt. (Metal Ind. [London] 75. 123—25 u. 132. 12/8. 1949.) KLEFFNER. 8388

**Hugo Krause**, *Zur Frage des Klebstoffes für Wellpappe und Kistenpappe*. Vf. hat ein Stärkederiv. aus Kartoffelmehl entwickelt, das sich zum Kaschieren in Papierfabriken u. zur Papiersackherst. eignet u. sich dadurch auszeichnet, daß es nach 2 Tagen Alterung wetterfest u. auch genügend wasserfest ist. Zur Wellpappenherst. hat es sich bisher noch nicht bewährt, da es bei höherer Temp. verarbeitet werden muß. Geht man dagegen von Stärke mit ca. 4% Natriumhydroxydzusatz aus, so erhält man eine Lsg. von 1 Teil Stärkederiv. auf 7 Teile W., die auch bei ca. 30° Raumtemp. verarbeitbar bleibt. Vorteile gegenüber dem Wasserglasbinder: elast. u. wetterfest; Nachteile: Bedarf darf nur für 2 Tage angesetzt werden, Warmverarbeitung erforderlich u. brettartige Härte der Pappe nicht erreichbar. Eine Mischung von Stärkederiv. u. Wasserglas brachte keine Vorteile. (Allg. Papier-Rdsch. 1950. 657—59. 15/7. 1950. Aschaffenburg.) SCHENCK. 8388

**Charles Saint-Mieux**, *Die Anwendung von Klebstoffen auf Latexbasis in der Schuhindustrie*. Vf. beschreibt ein einfaches Verf. zur Prüfung der Klebkraft von in der Schuhindustrie als Klebstoffe verwendeten Kautschuklatices. (Rev. gén. Caoutchouc 27. Nr. 9. 527—28. Sept. 1950.) SCHNELL. 8388

**G. P. Kisselew**, *Das Ankleben der Gummisohlen nach dem AGO-Verfahren*. Zur Verbesserung der Benetzung wurden Buna-Schuhsohlen mit folgenden Stoffen behandelt: HNO<sub>3</sub>, S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, KMnO<sub>4</sub> u. H<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. Mit derartig vorbereiteten Sohlenplatten wurden Klebfestigkeitsverss. mit Gewebestreifen durchgeführt. Lediglich die mit H<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> behandelten Gummisohlenplatten ergaben zufriedenstellende Festigkeitswerte (4—7,5 kg pro 15 mm-Streifen, im Gegensatz zu den anderen Mustern mit 0,15—1,5 kg). (Легкая Промышленность [Leichtind.] 9. Nr. 8. 18—19. Aug. 1949.) ZELLENTIN. 8388

**Hercules Powder Co.**, Wilmington, Del., übert. von: **Arthur C. Dreshfield**, Chicago, Ill., V. St. A., *Leimischung*, bestehend aus nichtstaubendem, trockenem, verseiftem Harz, 5—35 Gew.-% eines natürlichen Wachses (Carnauba-, Japanwachs) (I) oder wachsähnlichen KW-stoffen u. eines sek. Amins (II) der allg. Formel: R—NH—R', wobei R = Phenyl-, Naphthyl-, niedrigmol. Alkylphenyl-, niedrigmol. Alkoxyphenyl-, niedrig-

mit Alkylalkoxyphenyl- u. niedrigmol. Alkyl-naphthylgruppen u. R' = wie R oder auch Tetrahydronaphthyl-, Cyclohexyl-, durch KW-stoffe substituierte Cyclohexyl-, niedrigmol. Alkyl-, niedrigmol. Oxyalkyl- u. N-Arylamino-phenylgruppen darstellen. I verhindert die Staubldg. u. II wirkt als Antioxydans. II wird in Mengen von 0,1—1,5 Gew.-% des Harzes angewandt. Diese Mischungen sind in W. leicht dispergierbar. (A. P. 2 488 385 vom 23/3. 1945, ausg. 15/11. 1949.) G. KÖNIG. 8389

**Stanal Asphalt & Bitumuls Co.**, San Francisco, Calif., übert. von: **Leonard C. Wooster**, Clayton, Mo., und **Earl E. Gardiner**, Mission, Tex., V. St. A., *Papierklebemittel* besteht aus: hydrolysiertes Stärke (I), in W. lösl. Harnstoff-CH<sub>2</sub>O-Harz (II), das in der Wärme oder durch Katalysatoren erhärtet, u. einer stabilen Asphaltemulsion (III). I kann durch andere organ. Leimarten, wie Gelatine, Fisch-, Knochen-, Hautleim u. Casein, ersetzt werden. An Stelle von II können andere in W. lösl. Harze, wie Phenol-CH<sub>2</sub>O, Prodd. aus Melamb, Harnstoff-Furfuröl u. Furfurylalkohol, Verwendung finden. Gleichwertig III sind Steinkohlenteer, Pech u. andere bituminöse Stoffe, die emulgierbar sind. Die fertige wss. Emulsion soll, je nach dem angewandten Harz, einen pH-Wert von 7—9 aufweisen. Ein bevorzugtes Klebemittel hat folgende Zus.: säurehydrolysierte I — 17, W. — 45, II — 1,7, III — 36,1, NH<sub>4</sub>Cl — 0,2 Gewichtsteile. (A. P. 2 489 170 vom 7/3. 1944, ausg. 22/11. 1949.) G. KÖNIG. 8389

## XXIV. Photographie.

**A. B. Cuisinier**, *Neue Methoden der Latensification*. Vf. gibt eine Übersicht über die Methoden zur Verstärkung des latenten Bildes. Die Behandlung mit SO<sub>2</sub> ist umständlich u. dauert zu lange. Empfehlenswert ist die Verwendung einer 2%ig. Natriumperboratlösung. Nach **CRABTREE**, **HENN** u. **MILLER** läßt man saure Sulfite auf das latente Bild einwirken. Man badet 5 Min. bei 18° in einer Mischung von 1000 W., 5 g Kaliummetabisulfit, 9 g Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> wasserfrei u. 3 cm<sup>3</sup> 1%ig. Benzotriazolsg. bzw. nach **JAMES** u. **VANSELOW** in einer Lsg. von 50 g Kaliummetabisulfit in 1000 Wasser. Außerdem wird auf die Verwendung von Goldrhodanid hingewiesen (10 Min. baden in einer Mischung von 1000 W., 0,5 g KCNS, 6 cm<sup>3</sup> 10%ig. KBr-Lsg. u. 4 cm<sup>3</sup> 1%ig. KAUCl<sub>4</sub>-Lsg.). Abschließend werden die Vorteile der neuen Methoden zur Verstärkung des latenten Bildes erörtert. (Photographie 40. 227—28. 5/7. 1950.) W. GÜNTHER. 8594

**Luciano Moizo**, *Probleme der Photochemie: die Sensibilisatoren*. Kurzer geschichtlicher Überblick über die Entw. der Sensibilisierungsfarbstoffe. (Prog. fotografico 57. 375—76. Aug. 1950.) W. GÜNTHER. 8604

**J. Rzymkowski**, *Geschichtliches zur Kontaktwirkung kolloiden Silbers beim photographischen Entwicklungsprozeß*. Vf. weist darauf hin, daß das Direktotype-Verf. nach **HAESLEITNER** ein ähnliches photomechan. Schnellverf. darstellt wie die neue **LANDSche** Schnellphotographie mit der Ein-Minuten-Kamera u. diskutiert die Ausführungen **URBANS** über „Die direkten Aufnahmeverf. für Zwecke der Klischeefabrikation“, wobei er die Feststellung trifft, daß der von **HANSLEITNER** gefundene Effekt der Silbersalzdifffusion das erstmalig 1909 in der photograph. Technik angewandt wurde. (Foto-Kinotechn. 4. 214—15. Juli 1950.) F. W. PETERSEN. 8610

**Marcel Natkin** und **K. Schwerin**, *Die Farbenphotographie: ein Überblick*. Allgemeine Ausführungen über die Bedeutung der Farbenphotographie u. dem heutigen Stand ihrer techn. Entwicklung. (Photo-Revue 62. 1—4. Jan. 1950.) W. GÜNTHER. 8616

**H. M. Cartwright**, *Die Reproduktion von Farbphotographien*. Zusammenfassende Darst. der Reproduktionsverf. zur Wiedergabe farbiger Vorlagen. (Photographie J., Sect. B 90 B. 125—28. Sept./Okt. 1950.) W. GÜNTHER. 8616

**Eastman Kodak Co.**, übert. von: **Scheuring S. Fierke** und **Ralph K. Basclay**, Rochester, N. Y., V. St. A., *Lichtschutz- und Fillerfarbstoffe* stellen die *Metallsalze der 3-Carboxy-5-pyrazolon-Azofarbstoffe* dar. Es kommen dafür bes. die Alkali-, Erdalkali-, Mg-, Pb-, Bi-, Cd-, Ag-, Sn<sup>++</sup>-, Ni<sup>++</sup>-, Co<sup>++</sup>-, Cu<sup>++</sup>-, Fe<sup>++</sup>-, Al-, Ti-, Zr u. Zn-Salze von Verb. mit der abg. Formel I in Frage. Hierin bedeutet R einen Arylrest u. R' ein H-Atom oder auch einen Arylrest; das Mol. darf dabei höchstens 2 salzbildende Gruppen enthalten. Bes. geeignet sind die Salze von: 4-(Phenylazo)-, 4-(3'-Methylphenylazo)-, 4-(4'-Methylphenylazo)-, 4-(4'-Carboxyphenylazo)-, 1-Phenyl-4-(phenylazo)-, 1-(p-Carboxyphenyl)-4-(phenylazo)-, 4-(4'-Aminophenylazo)-, 4-(2',5'-Dimethylphenylazo)-, 4,4'-sek. Amylphenylazo-, u. 4-(4'-Methylphenylazo)-5-pyrazolon-3-carbonsäure. Die Salze sind gelb bis orange gefärbt, in Gelatine unlösl. u. damit diffusionsfest u. in alkal. Entwicklern vollständig löslich. (A. P. 2 503 717 vom 6/7. 1945, ausg. 11/4. 1950.) KALIX. 8605



