

Die auf Grund dieser Arbeiten in den Handel gebrachten Aeronex- und Aeronal D-Marken erlauben als sogen. synthetische Latizes auf vielen Gebieten industrieller Fertigung die Lösung schwieriger Probleme: schwierige Verklebungen, Herstellung von Lederaustauschstoffen, Gründen saugfähiger Materialien wie Pappe, Papier, Textilien, Spaltleder, Putz, Stein, Holz, für nachfolgende Lackierung, Doublieren oder Kaschieren. Viele Probleme des Bautenschutzes, im Verpackungswesen, vor allem auch für den Lebensmittelsektor, sind mit derartigen Mischpolymerisationsdispersionen gelöst worden. Auch künftig werden ohne Zweifel noch zahlreiche interessante und neuartige Verwendungarten gefunden werden.

#### Aussprache:

**E. Karsten, Neheim-Hüsten:** Welche Beweise hat man für das Alternieren der Komponenten in Mischpolymerisaten? Ist es möglich in vorher fixierten Abständen Komponenten einzopolymerisieren, die funktionelle Gruppen tragen? **M. Kühn, Bonn:** Bei der Mischpolymerisation werden die einzelnen Moleküle zu jedem Zeitpunkt des Polymerisationsvorganges im Verhältnis der Anteile der Monomeren in die Makromoleköl eingebaut. Zum Einbau ungesättigter Verbindungen, die keine Vinyl-Gruppen enthalten, eignet sich die Methode der Heteropolymerisation mit Esteren der Maleinsäure. Weitere Variationsmöglichkeiten in der Richtung der inneren Weichmachung wären durch die Anwendung der Maleinsäureamide gegeben. **Vortr.: Maleinsäureamide** sind noch nicht untersucht worden. **W. Wiegand, Oberhausen:** Die Dispersionen sind besonders als Grundiermittel und Isoliermittel geeignet, werden vom Verbraucher aber ungern verarbeitet. Durch Einpolymerisation freier Acrylsäure lassen sich Dispersionen mit einem Minimum an Emulgator herstellen. Lacktechnisch brauchbare Dispersionen ohne jeglichen Emulgatorgehalt liegen noch nicht vor. **H. Wulf, Berlin:** Pigmentverträglichkeit der Dispersionen ist für den Verbraucher notwendig. Welche Type kann dem Maler in die Hand gegeben werden? **Vortr.: 450 D. und 21 D. H. Wulf, Berlin:** Hauptanwendung finden Dispersionen als waschfeste Anstriche. Der Versuch, sie für Temperarfärben zu verwenden, war wegen geringer Pigmentverträglichkeit ohne Erfolg. 2 Jahre Wetterbeständigkeit wurde durch eigene Versuche auf alter Ölfarbe und ungestrichenem Holz bestätigt. **H. F. Sarx, Köln:** Fragt nach einem „Emulsionspulver“ (Acronal 10 FD), das von der Lackindustrie durch Zufügen von Wasser emulgiert werden kann. **Vortr.: Acronal 10 FD** ist ein nicht innerlich weichgemachtes Mischpolymerisat, das beim Verdüsen als Pulver anfällt, durch die Lackfabrik reemulgiert und durch äußere Weichmachung so eingestellt werden muß, daß Filmbildung eintritt. Derartige Produkte werden wieder ausgearbeitet. **G. Schiemann, Offenbach:** Weist auf Verbesserung der Pigmentverträglichkeit der MischpolymerisatDispersionen durch Mitverwendung von Netzmitteln hin. Die Menge darf die Wasserfestigkeit oder Abwaschbarkeit nicht verschlechtern. **Vortr.:** Gewöhnlich genügen z. B. etwa 0,2 % des als Pigmentverteiler A im Handel befindlichen Acrylsäure-Derivates (berechnet auf Pigment). Diese Zusätze stören die Wasserfestigkeit nicht nennenswert. **G. Strauß, Düsseldorf:** Bei nicht durch Mischpolymerisation zu kombinierenden Kunststoffen sollte es möglich sein, durch Mischen der fertigen Dispersionen wenigstens teilweise Addition der Eigenschaften der einzelnen Komponenten zu erhalten. **Vortr.: Es zeigt sich, daß eine Beeinflussung durchaus möglich ist und gute Resultate zu erzielen sind. Die Eigenschaften des Mischfilms sind aber vielfach nicht ganz die gleichen, wie sie das der Mischung entsprechende Mischpolymerisat besitzen würde.**

**E. A. BECKER, Leverkusen:** Neuere Fortschritte auf dem Lithopone-Gebiet.

Die 1926–1938 vollzogene Unwälzung in der deutschen Lithopone-Industrie von der alten satzweisen Fabrikation zur modernen Fließserzeugung wird eingehend behandelt. Der Glühvorgang bewirkt die Bildung der für die pigmentoptischen Eigenschaften wie Färbevermögen und Deckfähigkeit optimal günstigen Teilchengröße von rund 1 Mikron, während die gefällte sog. „Rohlithopone“ eine weit darunter liegende Teilchengröße und daher keine Deckfähigkeit besitzt. Der kornvergrößernde Glühprozeß läßt sich als isotherme Sublimation verstehen. Das Abschrecken der geglühten Lithopone in Wasser – früher als integrierender Bestandteil des Glühverfahrens betrachtet – hat nur die Bedeutung, den kornvergrößerten Glühprozeß dann spontan zu unterbrechen, wenn die optimal günstige Teilchengröße erreicht ist. Die Glühtemperatur ist abhängig vom Salzgehalt der Lithopone und liegt bei salzhaltiger Lithopone bei 650–700°, bei salzfreier Lithopone dagegen bei ca. 900°. Ein neues Verfahren zum Herren der pigmentoptischen Eigenschaften, welches in seiner Wirkung dem Glühverfahren nicht nachsteht, besteht in einer Druckwassererhitzung der Lithopone in einem geschlossenen Rohrsystem bei etwa 300° und 250 Atü. Auch bei diesem Verfahren wachsen die größeren Teilchen auf Kosten der kleineren. **W. Ostwald** hat eine thermodynamische Beziehung zwischen Teilchenradius und Löslichkeit ableitet, wonach kleinere Teilchen eine größere Löslichkeit besitzen als größere Teilchen. Wie man beim Glühen in ein Temperaturgebiet gehen muß, in welchem der Dampfdruck merkliche Werte annimmt, muß man bei der Druckerhitzung in ein Temperaturgebiet gehen, in welchem die Löslichkeit von Zinksulfid und Bariumsulfat merkliche Werte erreicht. Der Druck spielt keine Rolle. Ein neuzeitliches Verfahren der Hydroseparation und Gegenstromdekanlation zur Separierung und Waschung von Lithopone wird beschrieben.

An Spezialprodukten hat die deutsche Lithopone-Industrie entwickelt: Eine durch Plattieren mit einem geeigneten Stoff erzeugte Lithopone, welche sich durch eine ausgezeichnete Schwebefähigkeit in Organosolen auszeichnet und in der Lackindustrie zur Pigmentierung zahlreicher Lacks Eingang gefunden hat; eine Lithopone von sehr guter Peptisationsfähigkeit für wäßrige Bindemittel; eine Lithopone mit einem Thixotropie-Effekt in wäßrigen Bindemitteln und schließlich ein speziell für Außenanstriche bestimmtes Weißpigment „Lithodur“, das etwa 50% Bariumearbonat enthält.

Nach unserer Kenntnis der Photolyse des Zinksulfids besteht der primäre photochemische Effekt in einer Spaltung der Zinksulfid-Moleköl in Zink und Schwefel (gewisse Analogie mit der Photolyse der Silberhalogenide ist wahrscheinlich). Es wird auf die praktische Lösung der Lichtechtheitsfrage von Lithopone verwiesen, welche in dem heute beherrschenden Kobalt-Verfahren gefunden wurde, wonach der Lithopone vor der Glühung 0,02 g Kobalt auf 100 g Zink zugesetzt werden. Dabei ist es gleichgültig, ob das Co als lösliches Kobaltsalz, als -oxyd oder -sulfid zugesetzt wird. Entscheidend ist, daß die erforderliche Kobalt-Menge vor dem Glühen zugesetzt wird. Das Co-Atom wird mit großer Wahrscheinlichkeit in das ZnS-Krystallgitter mit eingebaut, wozu die Voraussetzung durch den nicht sehr abweichenden Radius des Co-Atoms durchaus gegeben ist. Durch das Kobalt-Verfahren ist die Frage der Lichtechtheit der Lithopone praktisch gelöst.

#### Aussprache:

**H. Arnold, Oberhausen:** Ist die Ansicht, daß sich das Kobalt in das Gitter des ZnS einbaut, bewiesen? Könnte nicht Co – als Sauerstoff-Überträger bekannt – katalytisch wirken? Daß etwa primär gespaltenes ZnS sekundär oxydiert und dadurch wieder farblos wird? Die Zinkhaut würde zum ZnO oxydiert werden und der Schwefel zum Sulfat. Es wurden bereits früher Versuche im geschlossenen System durchgeführt, wobei sich zeigte, daß belichtetes ZnS bei Sauerstoff-Abwesenheit vergraute, bei Sauerstoff-Anwesenheit jedoch farblos blieb. Daß Kobalt nur dann wirksam ist, wenn es vor dem Glühprozeß der Lithopone zugesetzt wird, könnte sich daraus erklären, daß bei nachträglicher Zusatz das Kobalt durch Kapillarkondensation festgehalten und somit unwirksam wird, während es sich im ersten Fall gleichmäßig auf der Pigmentoberfläche niederschlägt. **F. Schmid, Ratingen:** Besteht beim Lithodur wegen seines BaCO<sub>3</sub>-Gehaltes einschränkende gewerbehygienische Bestimmungen ähnlich wie beim Bleiweiß? **Vortr.: Bariumcarbonat fällt unter die Abteilung 3 (schwächere Gifte) der Giftverordnung vom 20. Januar 1938, doch sind Bariumcarbonat-Vergiftungen aus der Praxis kaum bekannt geworden. In Bindemitteln, pastös oder streichfertig angerieben, unterliegen Lithodur-Lackfarben keinen einschränkenden Bestimmungen seitens des Gesetzgebers (Ausnahme: Spielzeugfarben). F. Munk, Goslar, bestätigt die günstige Wirkung von Bariumcarbonat in Bezug auf die Verbesserung der Wetterbeständigkeit von Weißpigmenten. Es sei bereits früher Bariumcarbonat in Mischung mit Titandioxyd erfolgreich verwendet worden. Die Giffigkeit von Bariumcarbonat veranschlagt er nicht allzu hoch. Im übrigen hält er es für wünschenswert, die physiologische Wirksamkeit einer Reihe von Pigmenten, welche in der Giftverordnung angeführt sind, einer erneuten Prüfung zu unterziehen, da die Praxis die Ungefährlichkeit des Umgangs mit einer Reihe der in der Giftverordnung angeführten Stoffe in jahrelanger Beobachtung ergeben hat (z. B. bleihaltiges Zinkoxyd).**

**A. KUTZELNIGG, Solingen-Ohligs:** Der Nachweis organischer Pigmentfarben durch Mikrosublimation.

Mit der Mikrosublimationsmethode gelingt es, eine Reihe organischer Pigmentfarbstoffe, die namentlich als graphische Farben eine bedeutende Rolle spielen und die chemisch nur schwer eindeutig erfassbar sind, einfach nachzuweisen. Es handelt sich vorwiegend um Azofarbstoffe, die Chlor-, Nitro- oder substituierte Amino-Gruppen, aber keine Sulfo-Gruppen tragen, besonders um solche gelbe Farbe, deren Komponente Acetessigesteranilid ist und um orange bis rote Farbstoffe mit β-Naphthol als einer Komponente. Der ersten Gruppe gehören an: Hansagelb G, 3G, 5G, 10G, der zweiten Litholechtorange RN, Permanentrot R extra, Hansarot B, Litholechtscharlach B, Autolrot BL und Autolrot RLP. Weiter, durch Sublimation nachweisbare Pigmente sind Hansagelb GR und 3R, Litholechtgelb RN, die Anthrachinon-Farbstoffe: Helioechtgelb 6 GL und Helioechtrosa und einige Indanthrenfarbstoffe.

Die Nachweismethode besteht darin, daß man die Probe, z. B. 1 mm<sup>2</sup> eines Druckes – z. B. einer Briefmarke – etwa 10 min in einem hohlgeschliffenen Objekträger auf einem Heizblock auf 200–300° erhitzt und das auf einem Deckgläschchen aufgefangene Sublimat mikroskopisch untersucht. Auf Grund der auftretenden Krystallformen können die Pigmente identifiziert werden. Die Empfindlichkeit des Nachweises ist mit derjenigen von Flammenfärbungsnachweisen vergleichbar.

**Aussprache:**  
**H. Arnold, Oberhausen:** Ist es durch die Methode möglich, auch Fälschungen von Dokumenten, Banknoten und dgl. festzustellen? **Vortr.: Grundsätzlich** läßt sich die Mikrosublimation bei Banknoten anwenden, doch scheinen beim Banknotendruck die durch Sublimation nachweisbaren Farbstoffe eine verhältnismäßig geringe Rolle zu spielen.

—Bo. [VB 101]

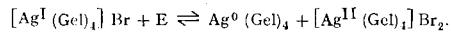
## Rundschau

Die Beseitigung radioaktiver Abfälle, die bei der Pu-Herstellung bzw. dem Betrieb von Piles in großen Mengen anfallen, ist recht schwierig. Abgesehen davon, daß es bei besserer Planung möglich gewesen wäre, die „heißen“ Substanzen geeigneter zu erfassen, ist es praktisch nur möglich, die Abfälle bis zur Unschädlichkeit zu verdünnen oder konzentriert – möglichst unterirdisch – zu stapeln, wenn man das Strahlungsende nicht abwarten will oder kann. „Heiße“ Kühl Luft, Kühlwasser, andere radioaktiv-versuchte Flüssigkeiten, Labor- und Arbeitsgeräte usw. müssen beseitigt werden. Bei dem Oak Ridge National Laboratory fallen in einer Versuchsfabrik je Woche etwa 50 000 gal. flüssigen Abfallen an. Sie werden in Tanks gelagert, in denen U abgetrennt, andere „heiße“ Bestandteile ausgefällt oder andersartig abgeschieden werden und schließlich verdünnt und mit

nicht über 1 µc/l dem Tennessee Valley-Wassersystem zugeführt. Aber auch der umgekehrte Weg: Konzentration durch Destillation (u. U. 2fach) und endgültige Lagerung scheint in gewissen Fällen brauchbar zu sein. Vulkanische Asche, die bei der Plutoniumfabrik in Richland, Wash., vorkommt, erwies sich dort als geeignetes Absorptionsmittel. Vorteilhaft ist, daß Mikroorganismen, z. B. bis 1,4 µg U oder Pu/l H<sub>2</sub>O zu 95% absorbierten können. Geräte, die nicht zu „heißen“ sind, können verbrannt und ihre Asche zusammen mit zu stark verunreinigtem Gerät vergraben werden. Zahlreiche Arbeiten über geeignete Filter, Austauscher, Fällungsmethoden usw. laufen noch. — Abfälle aus dem Betrieb der beiden englischen Piles sind vor einigen Monaten in Stahlbehältern mit Betonüberzügen im Atlantik versenkt worden. (Chem. Engng. 1949, 116). —Bo. (648)

**Versuche mit Uran- und Thorium-Zählrohren** beschreibt W. Wiebe. Er benutzt ein Messingzählorohr von 2,8 cm Innendurchmesser und 11 cm Länge. Als Zähldraht dient ein Stahldraht von 0,2 mm Durchmesser, als Füllgas eine Mischung Argon-Alkoholdampf. Die Innenwand des Zählrohres ist mit Uranoxyd ausgekleidet. Die von der Uranoxydschicht emittierten  $\alpha$ -Teilchen sind so zahlreich, daß sie nicht mehr registriert werden können. Regelt man nun die Zählspannung so ein, daß keine  $\alpha$ -Teilchen mehr gezählt werden und bringt eine Neutronenquelle (Ra-Be-Präparat) in die Nähe, so werden die Kernrümmer des Urans registriert, da sie eine wesentlich stärker ionisierende Wirkung als  $\alpha$ -Teilchen entfalten. Ein Kontrollversuch mit Ra allein ergibt keine Stöße. Wird die bei diesen Versuchen benutzte Paraffinkleidung fortgelassen, so nimmt die Zahl der Stöße stark ab, denn nur die langsamen Neutronen verursachen den Uranzerfall. In dieser Form eignet sich der Versuch als Vorlesungsexperiment. Bei einem ähnlich konstruierten Thorium-Zählrohr wird die Zahl der Stöße durch die Paraffinkleidung nicht wesentlich beeinflußt, d. h. es werden nur die schnellen Neutronen registriert, wie es die Theorie verlangt. (Nur Neutronen mit einer Grenzenergie  $> 1$  MeV vermögen die Spaltung des Th-Kerns auszulösen. (Z. Naturforsch. 3a, 647 [1948]). — W. (584)

**Zur Theorie des latenten photographischen Bildes** liefert W. Anderau einen Beitrag. Die Komplexsalze des einwertigen Silbers, wie Argento-brom-diäthylencarbamid sind nicht mehr lichtempfindlich. Außerdem werden die stark farbigen, paramagnetischen Argentikomplexe stabilisiert. Ebenso verhält sich in Gelatinesuspension hergestelltes Silberhalogenid, d. h. es wird, unbelichtet, nur langsam von Entwicklerlösung geschwärzt, nach Belichtung aber rasch, in einer der Lichtmenge proportionalen Stärke. Ursache der Stabilisierung ist die Bildung von Argento-Gelatine-Bromid [ $\text{Ag}(\text{Gel})_4$ ] Br, bei dem vier Elektronenpaare des gleichen oder verschiedener Gelatine-Moleküle die Komplexbindung übernehmen, wie in den Tetrapyridinium-Komplexen. Das latente Bild besteht aus metallischem Photosilber, an das Silberkeimlinge (z. B. aus „physikalischen Entwicklern“) angelagert werden können. Das bei der Belichtung des AgBr freiwerdende Brom oxydiert einen weiteren Silbergelatine-Komplex zu Argento-Gelatine-Bromid, das einen wesentlichen Bestandteil des latenten Bildes darstellt, da Argentikomplexe sehr starke Oxydationsmittel sind, die in Gegenwart von Entwicklern zu metallischem Silber reduziert werden, das sich an das Photosilber anlagert.



Diese Reaktion ist umkehrbar, z. B. durch langwelliges Licht infolge der Bildung des starkgefärbten Argentibromids (*Herschel-Effekt*). Wie Gelatine verhalten sich auch Sensibilisatoren, Reifungsbeschleuniger (Thioamide) und andere empfindlichkeitssteigernde Stoffe. (Exper. 4, 383 [1948]). — J. (565)

Einen Phasenwechsel des He<sup>3</sup> in der Nähe von 1,9° K diskutiert A. R. Miller an Hand von Dampfdruckmessungen von Sydoriak, Grilly und Hammel<sup>1</sup>). Miller verwendet die Dampfdruckgleichung:  $\lg p = 2,5 \lg T + \frac{a}{T} + i$ . Nachdem er ihre Gültigkeit für He<sup>4</sup> festgestellt hat, wendet er sie auf die für das He<sup>3</sup> gefundenen Dampfdruckwerte an und trägt  $\lg p - 2,5 \lg T$  als Funktion von  $1/T$  auf. Für einen deutlichen Knick der Kurve nahe 1,9° K können Versuchsfehler kaum verantwortlich sein und es müßte geschlossen werden, daß das He<sup>3</sup> bei 1,9° K einen Phasenwechsel erleidet. Der entsprechende Knick in der Kurve des He<sup>4</sup> wurde erst entdeckt, nachdem der Phasenwechsel mit Hilfe anderer Methoden gefunden worden war. Das He<sup>4</sup> ist bekanntlich unterhalb 2° K eine Flüssigkeit, hat aber die Viscosität eines Gases (supraflüssiger Zustand). Nach der Bose-Einstein-Statistik, der alle Teilchen mit dem Spin Null gehorchen, soll ein vollkommenes Bose-Gas bei niedrigen Temperaturen eine kondensierte Phase bilden, ganz unabhängig von jeglichen Anziehungskräften zwischen den Partikeln. Nun hat aber das He<sup>3</sup> einen von Null verschiedenen Spin und gehorcht daher der Fermi-Dirac-Statistik. Wenn also das He<sup>3</sup> ebenfalls einen Phasenwechsel zeigt, so kann dies als Beweis dafür angesehen werden, daß die Existenz eines solchen Überganges nicht eine Folge der besonderen Quantenstatistik sein kann, der das Gas gehorcht. (Nature [London] 163, 285 [1949]). — W. (541)

Über Konstitution und Farbe des kolloiden Goldes gibt W. Pauli einen zusammenfassenden Bericht der seit 16 Jahren durchgeführten Untersuchungen. Die reinsten Goldsole verdanken ihre Stabilität ionogenen Au-Komplexen. Ihre Koagulation besteht in einem mehrstufigen Vorgang, der zusammengesetzt ist aus:

- 1) Inaktivierung und Assoziation der Gegenionen des Einzelteilchens (reversibler Farbumschlag rot  $\rightleftarrows$  blau)
  - 2) Wechselwirkung verschieden geladener Teilchen untereinander und Ablösung der Oberflächenkomplexe
  - 3) Disproportionierung dieser Komplexe zu Au, HCl und HAuCl<sub>4</sub>.
- 2) und 3) sind Ursache des irreversiblen Farbumschlags.

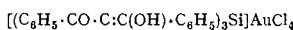
Der rückläufige Vorgang von 1) läßt sich erreichen durch Verdünnen und analoge Veränderungen. Die Farbe kommt durch Wechselwirkung der an sich farblosen Oberflächenkomplexe mit dem Gold des Teilchenkerns zu stande. Je lockerer die Elektronen des Gegenions, desto tiefer die Farbe des Sols; deshalb sind Bromokomplexe blaustrichig. Jodokomplexe zerfallen unter Bildung von elementarem Jod. (Helv. Chim. Acta 32, 765/810 [1949]). — J. (602)

<sup>1)</sup> Physic. Rev. 73, 303 [1949].

**Die Alkalimetalle bilden Silicide** der allgem. Formel  $\text{MeSi}$  ( $\text{Me} = \text{Na}, \text{K}, \text{Rb}, \text{Cs}$ ). Sie werden nach E. Hohmann erhalten durch Zusammenschmelzen von Alkalimetall mit Silicium-Pulver bei 600–700° in einer Argon-Atmosphäre. Das überschüssige Metall wird im Vakuum abdestilliert. Die Silicide sind äußerst empfindlich gegen Feuchtigkeit und entzünden sich beim Liegen an der Luft. Während NaSi beim Erhitzen im Hochvakuum auf 350–420° sich zersetzt und Si zurückbleibt, entstehen aus KSi, RbSi und CsSi Silicide der Konstitution  $\text{MeSi}_2$ . Wie die Silicide verhalten sich die analog hergestellten Germanide, die die Zusammensetzung  $\text{MeGe}$  ( $\text{Me} = \text{Na}, \text{K}, \text{Rb}, \text{Cs}$ ) und  $\text{MeGe}_4$  ( $\text{Me} = \text{K}, \text{Rb}, \text{Cs}$ ) besitzen. Von den Substanzen wurden Debye-Scherrer-Diagramme aufgenommen. (Z. anorg. Chem. 257, 113/26 [1948]). — J. (588)

**Zur Beschleunigung der Calcium-Bestimmung mit Oxalsäure** müssen rasch genügend große Krystalle gebildet werden. Dies wurde bisher versucht durch Fällen des Niederschlages in der Hitze und nachfolgende Zugabe von  $\text{NH}_4\text{OH}$  zur Steigerung des  $\text{P}_H$ . R. S. Ingols und P. E. Murray schlagen nun vor, bei  $\text{P}_H$  1,0 Oxalat und Harnstoff zur Lösung zuzugeben. Diese muß klar bleiben, bis die Probe gekocht wird, um den Harnstoff zu hydrolysieren und das  $\text{P}_H$  zu steigern, bis es den Punkt erreicht, bei dem Calciumoxalat fällt, was etwa 10 bis 15 min. in Anspruch nimmt. Die Krystalle sind so groß, daß sie kurz danach abfiltriert werden können. Die Zeit für die Analyse wird dadurch auf etwa die Hälfte verkürzt. (Anal. Chemistry 21, 525/27 [1949]). — J. (604)

**Die Abtrennung des künstlich radioaktiven Goldisotops**  $^{198}\text{Au}$  in unwägbarer Menge aus dem stabilen Isotop beschreibt W. Herr. Die günstige Halbwertszeit von 27 Tagen verspricht ausgezeichnete Verwendungsmöglichkeiten. Das durch ( $n, \gamma$ )-Prozeß entstehende Isotop wird nach der Szilard-Chalmers-Methode abgetrennt. Wenn bei Bestrahlung mit langsamen Neutronen ein Goldatom getroffen wird, so wird durch den Rückstoß der auftretenden  $\gamma$ -Strahlung das betreffende Atom aus seiner Bindung herausgerissen und kann mit geeigneten chemischen Methoden aus der unzersetzen Gold-Verbindung isoliert werden. Zur Bestrahlung wurde die Verbindung



benutzt, und nach der Bestrahlung das gebildete radioaktive Gold durch Schütteln mit Adsorptionskohle oder KCN-Lösung herausgezogen. (Z. Naturforsch. 3a, 645 [1949]). — R. (603)

Über Todesfälle durch LiCl wird von der Federal Security Agency's Food and Dry Administration berichtet und vor der Anwendung des Salzes bei der Herstellung von Diäthroton als Ersatz für Kochsalz gewarnt. (Chem. Engng. News 27, 761 [1949]). — J. (638)

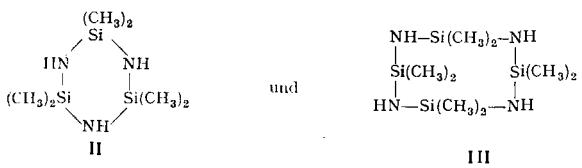
**Flüssige Amalgame zur quantitativen Bestimmung organischer Verbindungen** benutzt N. Lobunetz. Verwendet wird 2-proz. Zink-Amalgam, mit dem die aromatischen Nitroverbindung in salzsaurer Lösung geschützt wird. Die entstandenen Amine werden bromometrisch oder azometrisch titriert. Besondere Vorteile sind die Empfindlichkeit und Schnelligkeit der Methode, die sie zur Betriebskontrolle geeignet machen und die Möglichkeit, den Reaktionsablauf der Reduktion genau zu verfolgen. Die flüssigen Amalgame eignen sich auch zur Bestimmung flüchtiger oder unlöslicher Verbindungen, wo andere Methoden bisher fehlten. (Z. analyt. Chem. 128, 279/89 [1948]). — J. (657)

**Die quantitative papierchromatographische Trennung der Purine, Pyrimidine und Nucleoside** wurde von R. D. Hotchkiss ausgearbeitet. Die einzelnen heterocyclischen Kerne können danach in  $\gamma$ -Mengen aus Säure- oder enzymatischen Hydrolysaten unter Verwendung eines Beckman-Spektrometers gefunden und in kurzer Zeit quantitativ bestimmt werden. Der Fehler beträgt weniger als 10%. Ein ca. 0,02 cm<sup>3</sup> großer Tropfen des Hydrolysats wird in der üblichen Weise auf Filterpapier-Streifen aufgetropft, das Lösemittel in einer besonderen Vorrichtung verdampft und dieses Verfahren zur Anreicherung u. U. mehrmals wiederholt. Das Chromatogramm wird mit einem im UV-Licht nicht absorbierenden Lösungsmittel in 16–24 h bei 25° entwickelt und dann in zahlreiche schmale Streifen geschnitten, die eluiert und bei 260 m $\mu$  spektrometriert werden. Die Basen sind durch ihre spezifische Extinktion erkennbar. Sie folgen in der Reihe: Guanin, Cytosin, Uracil, Adenin, Thymin aufeinander Xanthin, Hypoxanthin und Isocytosin liegen zwischen Cytosin und Uracil und lassen sich nur schlecht voneinander trennen. Durch Arbeiten bei unterschiedlichem  $\text{pH}$  könnte die Lage der einzelnen Basen je nach ihren funktionellen Gruppen genauer gegeneinander abgegrenzt werden. Durch Messen der Stärke der Extinktion bei bestimmten Wellenlängen können die Nucleoside und freien Basen quantitativ mit dem Spektrophotometer bestimmt werden. Zur schließenden Reinigung der Nucleinsäuren sind besonders Butanol/Wasser-Gemische anzuwenden. Durch Chromatographie partieller Hydrolysat wird das Maß der Abspaltung einzelner Basen und Nucleoside ermittelt. (J. biol. Chemistry 175, 315/32 [1948]). — J. (561)

**Kontinuierliche Entwicklung von Papierchromatogrammen von etwa 50 cm Länge** erprobten mit bestem Erfolg J. K. Miettinen und A. J. Virtanen. Sie absorbieren in einem dicken Stapel Baumwolle, Cellulose oder anderem absorbierenden Material am Ende des herabhängenden Filterpapierstreifens<sup>1)</sup> das hindurch wandernde Lösungsmittel. An Whatman Filterpapier Nr. 1 (60 × 60 cm) werden so die mit  $\text{NH}_3$  behandelten Aminosäurehydrolydate mit tert. Amylalkohol 2–3 Wochen, oder mit n-Butanol oder Benzylalkohol 5–6 Tage entwickelt, dann hat die am schnellsten wandernde Aminosäure etwa das Absorptionsmaterial am

Ende erreicht. Mit teit. Amylalkohol konnten Leucin, Isoleucin, Phenylalanin, Methionin, Valin, Tryptophan, Tyrosin und Prolin besonders gut abgetrennt werden. Auch zw.-dimensionale Chromatogramme sind möglich. (Acta Chem. Scand. 3, 459 [1949]). — Bo. (655)

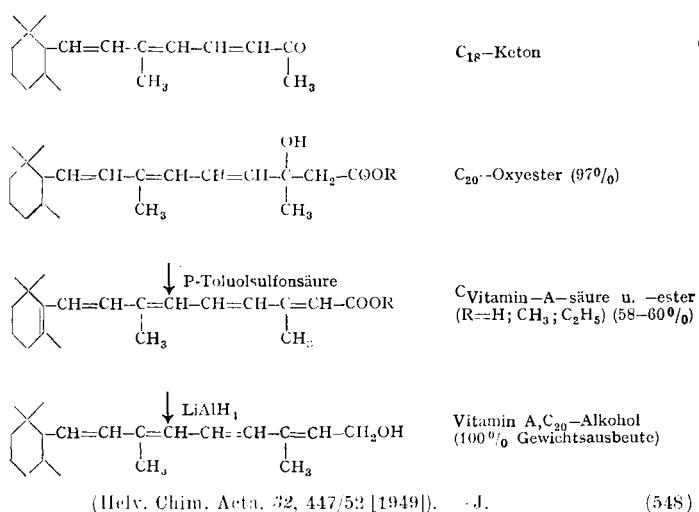
Einige N-substituierte Dimethyl-diamino-silane und verwandte Verbindungen stellten E. Larson und Bengt Smith dar. Wird  $\text{NH}_3$  in eine Lösung von Dimethyl-dichlor-silan (I) in Benzol, Diäthyläther sowie  $\text{CCl}_4$  eingeleitet oder (I) in flüssiges  $\text{NH}_3$  getropft, so entstehen:



Tropft man (I) zu Methylamin oder Äthylamin im Molverhältnis 1:4, entsteht  $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{NH}\cdot\text{CH}_3)_2$  ( $K_{\text{p}}^{165 \text{ mm}} 66^\circ$ ) bzw.  $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{NH}\cdot\text{C}_2\text{H}_5)_2$  ( $K_{\text{p}}^{7.5 \text{ mm}} 139^\circ$ ). Daneben entstehen vermutlich die (II) und (III) entsprechenden Verbindungen  $[(\text{CH}_3)_2\text{SiN}\cdot\text{CH}_3]_n$ ,  $[(\text{CH}_3)_2\text{SiN}(\text{CH}_2\cdot\text{CH}_3)]_n$  sowie  $\text{H}_3\text{C}\cdot\text{NH}\cdot\text{Si}(\text{CH}_3)_2\cdot\text{N}(\text{CH}_3)_2\cdot\text{Si}(\text{CH}_3)_2\cdot\text{NH}\cdot\text{CH}_3$  bzw.  $\text{H}_3\text{C}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{NH}\cdot\text{Si}(\text{CH}_3)_2\cdot\text{N}(\text{CH}_2\cdot\text{CH}_3)\cdot\text{Si}(\text{CH}_3)_2\cdot\text{NH}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_3$ . (I) in  $\text{CCl}_4$  gab mit Anilin  $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{Nf}\cdot\text{C}_6\text{H}_5)_2$  ( $\text{Fp } 56^\circ$ ). Wurden statt 4 nur 3 Mol Anilin je Mol (I) genommen, so wurde eine geringe Menge des cyclischen  $[(\text{CH}_3)_2\text{SiN}\cdot\text{C}_6\text{H}_5]_3$  ( $\text{Fp } 249\text{--}250^\circ$ ) isoliert. Umsatz von Dimethyl-bis-(N-äthylamino)-silan mit Anilin, Benzylamin und Heptylamin ergab Dimethyl-bis-(N-phenylamino)-silan, Dimethyl-bis-(N-benzylamino)-silan und Dimethyl-bis-(N-heptylamino)-silan in guten Ausbeuten. Aus Octamethyl-cyclootetrasilazin und Anilin wurde Dimethyl-bis-(N-phenylamino)-silan erhalten. (Acta Chem. Scand. 3, 487 [1949]). — Bo. (654)

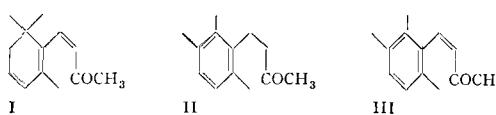
Carbonyl-Verbindungen identifizieren durch ihre Röntgen-Pulverdiagramme G. L. Clark und Mitarbeiter, eine Methode, die rasch und mit geringen Substanzmengen (etwa 0,5 mg) zum Ziele führt. Sie wurde jetzt zur Lösung der Frage der Konstitution der Glutose herangezogen, die ihre Entdecker Bruyl und van Ekenstein für die 3-Ketoxyhexose hielten. Es wurden verschiedene Derivate dieser Verbindung mit Phenyl-, Diphenyl-, 2,4- und 3,5-Dinitro-phenylhydrazin hergestellt, untersucht und mit den entsprechenden Derivaten der bekannten Zucker verglichen. Die Untersuchungen zeigten, daß Glutosazon ein Glucosazon ist, das mit Acetol, Methylglyoxal und Acetoin sowie dren, durch Aldol- und Acyloinkondensationen entstehenden, Polymerisationsprodukten, verunreinigt ist. (Ind. Engng. Chem. 41, 530/34 [1949]). — J. (600)

Zur direkten Darstellung von Vitamin A veröffentlichten O. Schwartzkopf, H. J. Cahnmann, A. D. Lewis, J. Swidinsky und H. M. Wuest eine neue Methode. Durch Reduktion von Vitamin-A-säureester mit  $\text{LiAlH}_4$  in der üblichen Arbeitsweise werden ohne weitere Reinigung Hochkonzentrate von Vitamin A mit 55–75% Gehalt erhalten. Ist das Ausgangsprodukt der über die freie Säure gereinigte Ester, kann die Reinheit des Rohproduktes auf 95% gesteigert werden. Die Charakterisierung der Hochkonzentrate ( $\text{C}_{20}$ -Alkohol und -Acetat) erfolgte durch Analyse, UV-Spektrum, Carr-Price-Reaktion und den biologischen Test. Das Acetat kristallisierte spontan. Die Reaktion verläuft:



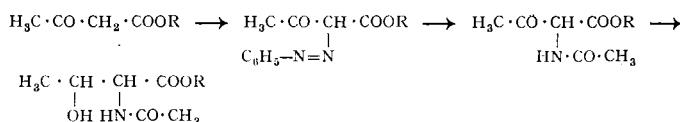
**Dehydro-β-Ionon** (I), für die Synthese von Vitamin A<sub>2</sub> von Interesse, läßt sich nach G. Brücki, K. Seitz und O. Jeger aus β-Ionon mit N-Bromsuccinimid über ein empfindliches Bromierungsprodukt und nachfolgende HBr-Abspaltung mit  $\text{Ag}_2\text{O}$  in Benzol herstellen. Mit siedendem Dimethyl-anilin erhält man ein kompliziertes Reaktionsgemisch, das 1(2',3',6'-Trimethylphenyl)butanon-3 (II) enthält. Aus α-Jonon entsteht (2,3,6-Trimethylbenzal)acetone (III). (II) und (III) kommen im Harn trächtiger Stuten vor. Das Jonon-Gerüst kann demnach unter milden Bedingungen, auch in vitro, in das 2,3,6-Trimethyl-1-butyl-benzol-Gerüst überführt wer-

den, wodurch die Annahme, daß die im Harn enthaltenen aromatischen Verbindungen mit 13 C-Atomen sich aus Ionon-Derivaten bilden können, unterstützt wird.

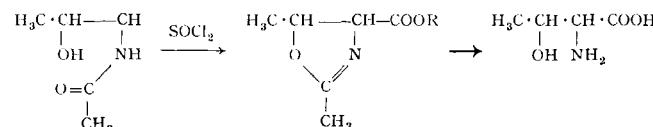


(Helv. Chim. Acta 32, 32 [1949]). — J. (580)

Die Synthese von D,L-Threonin aus Acetessigester nach K. Pfister, C. A. Robinson, A. C. Shabica und M. Tischer ohne Isolierung der Zwischenstufen verläuft nach folgendem Schema in 54% Ausbeute:



Die so entstehenden N-Acylo-allo-threoninester werden nun folgendermaßen umgewandelt:



(J. Amer. Chem. Soc. 70, 2297 [1948]). — J. (579)

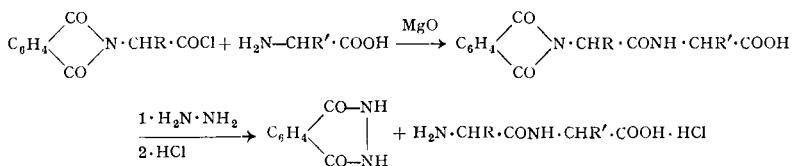
Alkylammoniumnitrite werden nach J. K. Wolte und K. L. Temple durch Zusatz von  $\text{NaNO}_2$  und  $\text{CO}_2$  zu einer methanolischen Amin-Lösung in Gegenwart von wenig Wasser dargestellt:



Die Salze sind gutkrystallisierende Verbindungen mit scharfem Fp. (J. Amer. Chem. Soc. 70, 1414 [1948]). — J. (566)

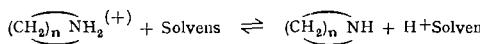
Die Umwandlungsgeschwindigkeit von cis- in trans-Dekahydronaphthalin wurde von W. F. Seyer und C. W. Yip gemessen bei 0, 10, 20, 35 und  $45^\circ$ . Das gerinnige cis-Dekalin wurde in einem Thermostaten mit  $\text{AlCl}_3$  unter Feuchtigkeitsausschluß behandelt. Die Reaktion erfolgte bei allen Temperaturen ungefähr in 1. Ordnung; die Reaktionsgeschwindigkeit wächst bei  $35^\circ$  mit dem  $\text{AlCl}_3$ -Gehalt bis zu 35%. Darüber hinaus bleibt sie konstant. Der Gehalt an trans-Dekalin wird refraktometrisch bestimmt mit einem Fehler von etwa 0,5%, (Ind. Engng. Chem. 41, 378/80 [1949]). — J. (574)

Eine neuartige Synthese von Peptiden beschreiben J. C. Sheeman und V. S. Frank. Eine Phthalylamino-säure (aus Aminosäure und Phthalsäure-anhydrid) wird nach Verwandlung in das Säurechlorid mit einer Aminosäure oder einem Peptid gekuppelt. Dann wird mit Hydrazin und anschließend mit verd. Salzsäure behandelt. Es bildet sich Phthalhydrazid und das gewünschte Peptid.



Die Ausbeuten liegen bei der Dipeptid-Synthese bei etwa 60%. Gegenüber der Carbobenzoxymethode bietet das neue Verfahren erhebliche Vorteile. (J. Amer. Chem. Soc. 71, 1556 [1949]). — Wey. (603)

Über Polymethylenimine berichten L. Ruzicka, M. Kobell, O. Häfliger und V. Prelog. Die Darstellung der Polymethylenimine mit 7- bis 21-gliedrigem Ring erfolgte durch Reduktion der auf übliche Weise dargestellten Cyclanon-isoxime<sup>1)</sup> mit  $\text{LiAlH}_4$  in Äther oder besser Tetrahydrofuran. Die Reaktion verläuft mit 60 bis 95% Ausbeute. Durch elektrometrische Mikrotitration mit einer Glaselektrode<sup>2)</sup> wurde die Dissoziationskonstante der Reaktion

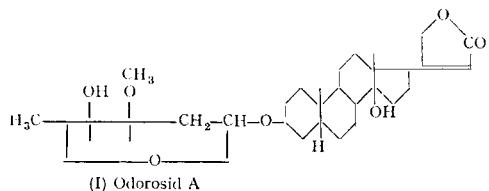


als Maß für den Einfluß der Ringgröße gemessen. Als Lösemittel dient vorteilhaft 80% Methylcellosolve. Titrationsmittel war 0,1 n HCl. Die Basizität der Ringhomologen wird zuerst mit wachsender Ringgröße niedriger, erreicht ihr Minimum bei den 10- bis 12-gliedrigen Polymethyleniminen, steigt dann ein wenig an bis zum 16-gliedrigen Ring und bleibt von da an praktisch konstant. Die Dichte besitzt ihr Maximum bei  $n = 8$  bis 10, der Geruch ist, am stärksten ausgeprägt bei  $n = 15$  bis 18, moschusartig. (Helv. Chim. Acta 32, 544/52 [1949]). — J. (552)

<sup>1)</sup> Helv. Chim. Acta 16, 1323 [1933], 18, 659 [1935].

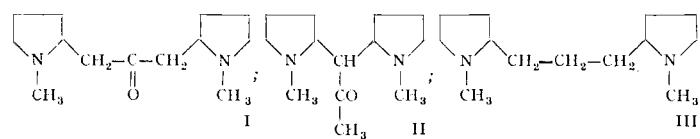
<sup>2)</sup> Ingold, ebenda 29, 1929 [1946].

**7 herzwirksame Glykoside -Odoside- aus Nerium odorum**, dem wohlriechenden Oleander, wurden von S. Rangaswami und Th. Reichstein isoliert. Odorosid A ist das Glycosid von Digitoxigenin mit Diginose (I), Odorosid B das von dem bisher unbekannten, aber wohl mit dem Uzaregenin von Tschesche identischen 5-Allo-digitoxigenin mit dem gleichen Zucker. A und B unterscheiden sich nur durch Raumisomerie am C<sub>4</sub>. Dadurch ist aber die große Differenz in der biologischen Wirksamkeit bedingt: dos. let (I) 0,1859 mg/kg Katze, (II) 2,016 mg/kg.



(Helv. Chim. Acta 32, 939/49 [1949]). — J. (606)

**Die Formel des Cuskhygrins** stellten E. Späth und H. Tuppy durch Synthese richtig. Liebermann gab der Verbindung die Formel (I), während sie Hess als (II) formulierte. Nun wurde aus N-Methylpyrrol und Diazoesigester der N-Methylpyrrol-essigester gewonnen. Das daraus erhaltene Thoriumsalz der freien Säure wird trocken destilliert und gibt 1,3-Di-(1-methyl-2-pyrrol)-propanon, das durch Hydrierung mit PtO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub> Cuskhygrin ergab, wie Vergleich mit authentischem Material zeigte. Ihm kommt also die Liebermannsche Formulierung (I) zu. Als Nebenprodukt wurde die vollständig hydrierte Verbindung (III) erhalten.



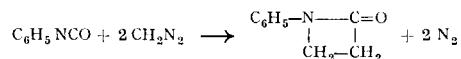
(Mh. Chem. 79, 119/26 [1948]). — J. (595)

**Verbindungen mit dem Kohlenstoffgerüst des Bicyclo (0,5,5) dodekans (I)**, des Ringhomologen des Dekalins wurden von G. Büchi und O. Jeger dargestellt. Nach Kondensation von Cycloheptanon-(2)-carbonsäure-(1)-äthylester mit δ-Brom-valeriansäure-äthylester (aus Cyclopentanon) zu δ-(1-Carbäthoxy-2-keto-cycloheptyl(1)) valeriansäure-äthylester wird dieser alkalisch versetzt und decarboxyliert zu δ-(2-Keto-cycloheptyl(1))-valeriansäure. Katalytische Hydrierung des mit Diazomethan gewonnenen Esters ergibt den δ-(2-Oxy-cycloheptyl(1))-valeriansäure-methylester, Wasserabspaltung den δ-(Δ<sup>1,2</sup>-Cycloheptenyl(1))-valeriansäure-methylester, dessen Säure mit ZnCl<sub>2</sub> in Eisessig/Acetanhydrid cyclisiert wurde zu Cyclohepteno-cycloheptanon. Mit Pt/H<sub>2</sub> in Eisessig entsteht ein Gemisch der beiden isomeren cis- und trans-Cycloheptano-cycloheptanone (II). Zur Charakterisierung dienen das Phenylsemicarbazone (Fp 195°) und die UV-Absorption (245 mμ, log ε = 3,9).



(Helv. Chim. Acta 32, 538/44, [1949]). — J. (549)

**Eine interessante Synthese eines β-Lactams** beschreiben J. Sheehan und P. Izzo. Das Lactam des N-Phenyl-β-alanins entsteht bei der Einwirkung von Diazomethan auf Phenylisocyanat in Äther bei 0° nach der Formel:



Die Bildung des Lactams ist von starker Wärmetönung begleitet. Die Reaktion ähnelt der von Lipp beschriebenen Einwirkung von Diazomethan auf Ketene. Das Lactam schmilzt bei 74–76° und kann leicht zu N-Phenyl-β-alanin aufgespalten werden. Die Reaktion ist weiterer Anwendung fähig. (J. Amer. Chem. Soc. 70, 1985 [1948]). — J. (572)

**Ungesättigte Kohlenwasserstoffe im Zigarettenrauch**, insbes. Acetylen, fanden J. B. Fishel und J. F. Haskins. Sie untersuchten die gasförmigen Bestandteile, die bei möglichstem Angleich der Verbrennung an den natürlichen Rauchvorgang (jede min einmal 40 ml Luft in 2 sec durchgesaugt) gefunden werden. Danach soll die Menge CO weniger als 4,3 ml (je Zigarette), die an CO<sub>2</sub> bis 34 ml (= 7,7%), die an H<sub>2</sub>S etwa 0,0019 Volumen% des Rauches betragen. HCN wurde nicht gefunden. Das Acetylen wurde als Kupferacetylid gefällt und daraus ein Acetylen-Gehalt von 0,05–0,1 ml Acetylen/Zigarette errechnet. (Ind. Engng. Chem. 41, 1374 [1949]). — Bo. (645)

**Dramamine** (β-Dimethylaminoäthyl-benzhydryläther-8-chlorothecophyllin) ist ein äußerst wirksames Mittel gegen Allergien und Seckrankheit. Die Verbindung wurde von L. N. Gay und P. E. Carliner bei Seckrankheit geprüft. 100 mg alle 5 h gegeben, beseitigten in 90% aller Fälle die Krankheitsscheinungen; wird es bereits vor der Abreise genommen, verhindert es nahezu 100 proz. den Ausbruch. Bei Luftkrankheit wurde es von B. A. Strickland jr. und G. L. Hahn getestet. Nach diesen Autoren sind die Ergebnisse nicht ganz so günstig. Unter Dramamine-

wirkung blieben 71,3% der Prüflinge verschont, während 28,7% erkranken. Ohne Dramamine betragen die Zahlen 44,4 bzw. 55,6%. — Nach Mitteilung an die Redaktion hat sich Dramamine gegen Luftkrankheit in der Praxis bereits gut bewährt und ist von verschiedenen USA-Luftfahrtgesellschaften eingeführt worden. (Science 109, 359/60 [1949]). — J. (618)

**Einen in 1proz. Salzsäure noch wachsenden Pilz** beobachteten Th. Sabalitschka und U. Meinicke. Er gedeiht optimal in n/10 Salzsäure, die etwa 0,36 % HCl enthält. Die genaue Art konnte noch nicht bestimmt werden, da es nicht gelang, Sporen zu erhalten, doch erinnert er an *Dematioid pullulans de Bary*. Bereits 0,1% Nigapin verhindern die Entwicklung des Pilzes. (Pharmaz. Ztg. 85, 353 [1949]). — Bo. (647)

**Ein neues weißes Pigment für Außenanstriche** wurde von F. J. Williams und A. R. Pitrol entwickelt. Da die Leinölseifen sich an der Oberfläche bilden, sind Pigmente mit großer aktiver Oberfläche am wetterfestesten. Bleisilikat, das an sich geeignet wäre, ist nicht lichtbeständig. Durch Zusatz von Bleisulfat wird die Lichtbeständigkeit ausreichend erhöht. Das Gemisch wird erzeugt, indem reiner Quarzsand, Bleioxyd und Schwefelsäure in der Kugelmühle vermahlen werden. Dann wird das Gemisch bei 625° gesintert. Im Röntgendiagramm zeigt sich, daß das Pigment aus SiO<sub>2</sub>, PbSO<sub>4</sub> und PbO · SiO<sub>2</sub> besteht. Das Einzelkorn besteht aus einem Kern, meist SiO<sub>2</sub>, auf dem die Oberflächenschicht aufgelagert ist. Es wird vorgeschlagen, derartige Reaktionen allgem. bei Mischpigmenten anzuwenden. (Ind. Engng. Chem. 40, 1948/50 [1948]). — J. (627)

**Die Wirkung von Dehydrierungs- und Dehydratisations-Katalysatoren**, untersucht G. M. Schwab und E. Schwab-Agallidis. C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH bzw. HCOOH-Dämpfe wurden über ZnO, TiO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaF<sub>2</sub>, Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, CeO<sub>2</sub>, ThO<sub>2</sub>, C und SiO<sub>2</sub> bei verschiedenen Temperaturen geleitet und die Reaktionsgeschwindigkeit der Wasserabspaltung und Dehydrierung durch geeignete Kombination von Strömungsmessern und Absorptionsgefäßern ermittelt. Es ergab sich, daß Einwirkungen, die die Krystallgröße der Katalysatormasse erhöhen und die Porosität vermindern, z. B. Glühen oder Fällung in der Hitze, die Wasserabspaltungsgeschwindigkeit stärker herabsetzen als die der Dehydrierung, die dadurch nur wenig oder fast nicht verändert wird. Die Verf. nehmen daher an, daß die Dehydratation an der flachen oder leicht gebogenen Oberfläche von Sekundärteilchen vor sich geht, während die Dehydrierung an aktiven Zentren in Rissen und Spalten der Katalysatoroberfläche stattfindet. Die Abstände solcher Furchen sind nach Elektronenmikroskopaufnahmen von molekularen Dimensionen. Wahrscheinlich müssen zur Dehydrierung zwei aktive Zentren zusammenwirken, die auf verschiedenen Seiten solcher Sprünge liegen, von denen das eine als Proton-Donator, das andere als Proton-Acceptor reagiert. (Research 1, 716/17 [1948]). — W. (568)

**Über die Iso-Synthese**, die Gewinnung von Kohlenwasserstoffen der isoparaffinischen Reihe durch Hochdruckhydrierung von Kohlenoxyd bei ca. 450° mit Hilfe von Metallocydrat-Katalysatoren berichten H. Pichler und K. H. Ziesecke. Das Verfahren benutzt Drücke von 300–600 Atü und als Katalysatoren, geordnet nach ihrem Wirkungsgrad ThO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, CeO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Besser wirken noch Mischkatalysatoren, bes. alkalisches ThO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Die Herstellungsart der Katalysatoren ist von großer Bedeutung für die Lenkung der Reaktion nach bestimmten Stoffen. Mit den reinen Metallocyden werden Gemische von flüssigen und gasförmigen Kohlenwasserstoffen erhalten, die zu ca. 34,5% aus flüssigen und 29,3% aus gasförmigen Isoparaffinen bestehen; der Rest sind normale Paraffine und sauerstoffhaltige Produkte, Methanol, Dimethyläther und Isobutanol, die bei zu hohen Drücken (>600 Atü) und niedrigen Temperaturen (<400°) die Hauptmenge bilden (nach der bekannten Oxosynthese). Bei diskontinuierlicher Arbeit bei mäßigen Drücken lassen sich die Ausbeuten an flüssigen Isoparaffinen auf ca. 45–50% steigern. Über ThO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Mischkatalysatoren erhält man aus 1 m<sup>3</sup> Synthesegas 84 g Isobutan, ohne Alkalizusatz 40 g Dimethyläther. Bei Gegenwart von ZnO entstehen Alkohole in bedeutender Menge. Als Ersatz des teuren ThO<sub>2</sub> eignet sich ein Gemisch von ZnO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Zusatz von Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ergibt in geringen Ausbeuten rein aromatische Kohlenwasserstoffe. (Brennstoffchemie 30, 13/21, 60/68 [1949]). — J. (598)

**Die Dampfphasenoxydation des Furfurals zu Maleinsäure** läßt sich nach E. R. Nielsen zu Ausbeuten über 75%, berechnet auf das ungesetzte Furfurale steigern, wenn man die Dämpfe bei 270° einen auf Aluminium niedergeschlagenen Eisennitrat-Molybdat-Vanadat-Katalysator, der sich in einem Nickel-Rohr befindet, durchstreichen läßt. Andere Rohrmaterialien sind weniger geeignet. Der Katalysator muß auf der betreffenden Temperatur gehalten werden, er darf sich keinesfalls abkühlen. Durch Luft kann ein erschöpfter Katalysator bei höherer Temperatur regeneriert werden. (Ind. Engng. Chem. 41, 365/68 [1949]). — J. (573)

**Zur technischen Gewinnung der Weinsäure aus Citrus-Abwässern** eignen sich nach R. R. Legault Anionen-Austauscherharze in einem Chlorid-Tartrat-Cyclus. Ein Kationenaustausch ist nicht notwendig, da das Bitartrat nach der Gleichung;

$$2\text{RCl} + \text{KHTartr.} \rightleftharpoons \text{R}_2\text{Tartr.} + \text{KCl} + \text{HCl}$$
 (R = Austauscherharz) gespalten und der Austauscher mit Kochsalzlösung regeneriert wird. Durch den Prozeß wird das Tartrat auf das 15 bis 18-fache angereichert, als reines Calcium-tartrat gefällt und aus diesem in Freiheit gesetzt. Die Wirksamkeit des Harzes läßt sich aus noch unbekannten Gründen durch Vorbehandlung mit 4%iger NaOH-Lösung erhöhen. (Ind. Engng. Chem. 41, 466/69 [1949]). — J. (599)