

Bild nicht stören, zeigt sich die Metallabfolge Cu-Pb-Zn nicht nur von unten nach oben im Profil, sondern auch vom (tieferen) Kern zu den (flacheren) Rändern des Abscheidungsareals, — gleichgültig, ob es sich um Kupfer-, „Schiefer“-, „Letten“-, „Mergel“- oder „Sanderz“ handelt. Die Erzverteilung in den tiefsten Zechsteinschichten ist somit nach Art und Menge primär eine Funktion der paläogeographischen Bedingungen an der Wende Rotliegend-Zechstein.

G. SALZMANN, Ramsbeck: *Betriebserfahrungen bei der Sink-Schwimmabtrennung von Ramsbecker Bleizinkerz*.

Auf Grund von Vorversuchen von 1946 bis 1949 wurde eine 50t-Sink-Schwimm-Anlage der Firma Humboldt bestellt und im Mai 1950 in Betrieb genommen. Es zeigt sich, daß sich die Kornklasse 40–10 mm so trennt, wie in den Vorversuchen festgestellt wurde. Die Kornklassen 40–7 und 40–5 mm zeigen wechselnde Ergebnisse. Die Viscosität der Trübe ändert sich und kann u. U. stören. Durch besondere Maßnahmen werden die Trübe sauber und damit die Viscosität stabil gehalten.

H. DÜRR, Duisburg-Hamborn: *Schweberöstung von Zinkblende unter besonderer Berücksichtigung der Betriebserfahrungen aus Ostoberschlesien*.

Es wird die Entwicklungsgeschichte der Stauberrostung, beginnend mit den ersten Versuchen von Freeman 1927 in den kanadischen Papierfabriken bis zur großbetrieblichen Verwendung der letzten Jahre beschrieben. Das 1936/37 erstmalig in Europa von der Giesecke AG., Katowitz, übernommene Verfahren wurde für die Zinkblende-Röstung angewendet und in zwei nach Vorbild der Cons. Mining & Smelting Co. of Canada in Trail umgebauten 7-herdigen Wedgeöfen mit Leistungen von je 65 und 85 tattu mehrere Jahre lang ausgeführt. Eine 1942 in Ostoberschlesien entwickelte leistungsfähigere und etwas abgewandelte Ofen-type, gekoppelt mit einer Mahltrocknungs- und Sichtanlage sowie die beabsichtigte Abhitzeverwertung in La Mont-Zwangsumlaufdampfkesseln werden geschildert.

K.-H. LANGE-EICHHOLZ, Clausthal-Zellerfeld: *Ein Beitrag zur Metallurgie des Parkes-Prozesses*.

Die Metallurgie des seit 100 Jahren verwendeten Parkes-Prozesses konnte bis jetzt noch nicht eindeutig geklärt werden. Im Institut für Metallhüttenwesen und Elektrometallurgie der Bergakademie Clausthal durchgeführte Untersuchungen zeigen eindeutig den Verlauf der für den Parkes-Prozeß wesentlichen Löslichkeitsisothermen und der Schmelzrinnen in der Bleiecke. Durch halbbetriebliche und betriebliche Untersuchungen wird gezeigt, daß die gefundenen, graphisch in der Bleiecke dargestellten Gesetzmäßigkeiten sich unter bestimmten Voraussetzungen auf die Praxis der Entsilberung anwenden lassen. Betriebsentsilberungen wurden nach dieser Darstellungsmethode ausgewertet. Das entstandene Betriebsdiagramm zeigt den Verlauf der einzelnen Phasen einer Entsilberung und läßt die Vor- und Nachteile der einzelnen Arbeitsweisen erkennen; ferner kann man bei vorliegendem Silbergehalt den zur Sättigung erforderlichen Zinkgehalt und die einzuhaltenden Temperaturen sowie die Konzentration des Endbleies direkt ablesen. Gleichzeitig gibt das Diagramm einen Überblick der grundsätzlich möglichen Arbeitsweisen.

H. BRILL, Hamburg: *Die nordamerikanischen Blei- und Kupferhütten. (Bericht über eine Studienreise 1949)*. (Verlesen von K. Prior, Hamburg).

Wenn auch keine grundlegend neuen, aus der Literatur noch nicht bekannten metallurgischen Verfahren zu sehen sind, so gewinnt der in Nordamerika reisende Fachmann doch eine wertvolle Übersicht über die in den Werken herrschenden Entwicklungstendenzen. Eindrucksvoll sind die weitgehende Einschränkung der Handarbeit durch eine weitentwickelte Technik in der Bewegung großer Materialmassen, die ganz anders gearteten sozialen Verhältnisse, die Einstellung des Arbeitnehmers zu seiner Arbeit und seinem Arbeitgeber gegenüber und nicht zuletzt die von beiden Seiten überall verständnisvoll zu großem Erfolg geführten Unfallverhütungsmaßnahmen.

F. BRENTHEL, Zvean (Jugoslawien): *Unsere heutige Kenntnis über den Einfluß der Schlackenbildner auf die Viscosität von Metallhütten-schlacken*.

Die Viscosität einer Schlacke ist durch die analytische und konstitutionelle Zusammensetzung bestimmt. Sie sinkt im allgemeinen mit steigender Temperatur. Die Geschwindigkeit, mit der sie sich hierbei ändert, ist sehr verschieden. Eine Abhängigkeit von der Schmelztemperatur besteht nicht unbedingt, es gibt niedrigschmelzende Schlacken hoher Viscosität und umgekehrt.

Für die Metallhütten-schlacken des Systems CaO-FeO-SiO₂ ist eindeutig, daß FeO die Viscosität im stärksten Maße herabsetzt. SiO₂ erhöht besonders oberhalb 40% die Viscosität. Die Wirkung von CaO ist nicht eindeutig. Die Wirkung der Nebenschlackenbildner Al₂O₃, MgO und ZnO ist sehr unterschiedlich, je nachdem, ob sie an der Bildung neuer eutektischer Schmelzen oder hochschmelzender Verbindungen teilhaben.

Für die Bildung von Verbindungen ist das gegenseitige Mengenverhältnis der Haupt-schlackenbildner maßgebend. So bildet Al₂O₃ in neutralen oder basischen Schlacken in Gegenwart von ZnO und MgO nachweisbar Spinelle, welche bis zu gewissen Schwellenwerten in der Grundschlacke löslich sind und die Viscosität zunächst nicht entscheidend beeinflussen. Dann aber führen sie zu Primärausscheidungen bei hohen Temperaturen und machen die Schlacke breiig.

ZnO bildet bei Gegenwart von genügend SiO₂ und bei einem Verhältnis von Zn zu Fe wie 1 : etwa 2 und wenn das Fe als FeO vorliegt,

dünnschlüssige Zink-eisen-fayalitschlacken. Bei Mangel an SiO₂ und Mangel an FeO, bzw. in Gegenwart von höheren Mengen von Al₂O₃ und Fe₂O₃, entstehen viscositätserhöhende Verbindungen der Magnetit-Spinellreihe. ZnO wirkt also im ersten Falle verflüssigend, im zweiten Falle viscositäts-verhörend.

Al₂O₃ wirkt immer versteifend, aber in verschiedenem Maße, denn es bildet bei viel SiO₂ als Base Silicate (der Feldspatreihe), bei Mangel an SiO₂ mit ZnO oder MgO als Säure Spinelne.

MgO wirkt bei den Schlacken des Systems CaO-FeO-SiO₂ viscositäts-verhörend. Die von Endell vorgeschlagene Viscositätskennziffer, bei der MgO als viscositätserdigend eingesetzt wird, ist also für Schlacken des Systems CaO-FeO-SiO₂ nicht anwendbar. Es ist deshalb falsch, die Erkenntnisse, die an Schlacken des Systems CaO-Al₂O₃-SiO₂, gewonnen wurden, als allgemeingültig anzusehen. Die Wirkung der Schlackenbildner ist offenbar ganz verschieden, je nachdem, in welchem Viscositätsbereich die Schlacke liegt. Die praktischen Metallhütten-schlacken des Systems CaO-FeO-SiO₂, werden durch die Nebenschlackenbildner infolge Entstehung neuer Eutektika oder neuer Verbindungen, je nach den gegenseitigen Mengenverhältnissen, in ihrer Viscosität in stärkstem Maße beeinflußt. Wir kennen nur einige Grundeigenschaften der Schlackenbildner, aber wissen noch nicht einmal bei allen, ob und unter welchen Voraussetzungen sie viscositätserhöhend oder erniedrigend wirken.

[VB 246]

GDCh-Fachgruppe „Lebensmittelchemie“ Südwestdeutsche Arbeitsgemeinschaft

am 12. und 13. Oktober 1950 in Weinheim/Bergstr.

W. VAUBEL, Darmstadt: 1) *Der Nachweis kleiner Mengen von Nitrobenzol*.

Vortr. berichtet über Erfahrungen mit dem Nachweis des Nitrobenzols in der toxikologischen Analyse durch Überführung in Anilin und dessen Charakterisierung.

2) *Thallium, sein Nachweis und seine Verbreitung*.

Da bei der üblichen Abtrennung des Thalliums in der Salzsäuregruppe Störungen auftreten, wird vorgeschlagen, Thallium in der Schwefelammonium-Gruppe zu fällen und als Thallium(III)-hexacyanoferat zu charakterisieren, das die grüne Flammenfärbung sehr schön zeigt.

H. SPERLICH, Stuttgart: *Einige Anwendungen der Papierchromatographie in der Lebensmittelchemie*.

Nach der Arbeitsweise von Partridge und mit den von Jermyn und Isherwood angegebenen schnellfließenden Lösungsmitteln (Äthylacetat-Pyridin-Wasser und Äthylacetat-Essigsäure-Wasser) werden Zucker in Nährmitteln, Backwaren, Wein und anderen Lebensmitteln nachgewiesen. Der Nachweis von Glyzerin und Glykolen in kosmetischen Zubereitungen, Aromen und Limonaden erfolgt nach der aufsteigenden Methode (10–15 cm Steighöhe, n-Butanol oder Äthylacetat-Pyridin-Wasser als Lösungsmittel), die Sichtbarmachung nach Hough mit ammoniakalischer Silbernitrat-Lösung. Der Nachweis und die Trennung von Vanillin, Äthylvanillin, Piperonal und Cumarin in Vanillinzucker, Aromen, Puddingpulvern und Branntwein gelingt leicht mit Petroläther oder Petrolbenzin als Lösungsmitteln. Als Reagens für Vanillin, Äthylvanillin und Piperonal dient Benzidin-Eisessig, für Cumarin verdünnte alkoh. Kalilauge (Fluoreszenzreaktion).

J. KOCH, Geisenheim: *Über die Qualitätskontrolle von Süßmost in den Lebensmitteluntersuchungsbüros*.

Für die Beurteilung von Süßmosten wird ein Bewertungssystem vorgeschlagen, bei dem aus der Benotung von 9 Prinzipalqualitäten (äußere Beschaffenheit, Geruch, Geschmack, Öchslegewicht, flüchtige Säuren, Milchsäure, gesamt-schweflige Säure, Alkoholgehalt, Säure-Zucker-Verhältnis) mittels eines Punktsystems eine Qualitätszahl ermittelt wird.

K. HENNING, Geisenheim: *Die polarographische Bestimmung der Äpfelsäure im Wein (vorgetr. v. R. Burkhardt)*.

Die Äpfelsäure wird durch innermolekulare Wasserabspaltung bei Einwirkung von Alkali in der Hitze in Fumarsäure überführt und diese bei -0,6 Volt polarographisch bestimmt. Vergorene Weine können unmittelbar untersucht werden, zuckerhaltige Weine sind vor der Alkalisugabe mit Wasser zu verdünnen und erneut zu vergären. Rotweine enthalten selten Äpfelsäure, dagegen regelmäßig Milchsäure (Säureabbau beim Vergären auf der Maische). Kranke (essig- und milchsäure-stichige) Weine haben nie Äpfelsäure.

W. DIEMAIR, Frankfurt/M.: *Über eine Mikrobestimmung des Phosphors*.

Für Serien-Phosphorbestimmungen in biologischem Material wurde eine Mikromethode entwickelt, bei welcher der Phosphor über den Stickstoffgehalt des Phosphor-Molybdat-Komplexes ermittelt wird. Die Stickstoffbestimmung erfolgt mittels der Parnas-Wagner-Apparatur, wobei destilliertes Wasser vorgelegt und das Ammoniak unmittelbar titriert wird (Tashiro-Indikator). Fehlerbreite 1,5%, Zeitaufwand 15 min.

Aussprache:

Lamprecht, Ingelheim: Sind bei der angegebenen Methode Blindbestimmungen erforderlich? Vortr.: Nein.

Die Ermittlung des Kakaogehalts in stärkehaltigen Gemischen.

In Mischungen von Kakao mit reiner Stärke kann der Gehalt an Kakaobestandteilen aus dem Stickstoffgehalt ermittelt werden. Für kakao-haltige Gemische mit anderen Zusätzen wird eine auf der Antho-

cyan-Rot-Reaktion beruhende stufenphotometrische Methode vorgeschlagen.

Aussprache:

Bürle, Karlsruhe: Schalengehalt des Kakaos beeinflußt die Anthocyan-Rot-Reaktion. Wrede, Gießen: In verschiedenen Kakaoarten schwankt der Gehalt an farbstoffabgebenden Substanzen.

H. F. GUDJONS, Raunheim/Main: Erfahrungen mit der Luerschen Methode zur Qualitätsbestimmung von Pektinen.

Auf Grund der Erfahrungen an einem großen Untersuchungsmaterial (20000 Einzelmessungen) ergaben sich einige Abänderungen und Verbesserungen der Luerschen Methode, die vor allem die Kochung des

Standardgeleses betreffen. An Stelle von Milchsäure wird besser Citronensäure verwendet. Vor der Extraktzugabe soll die Zucker-Säure-Lösung auf etwa 85° C abkühlen. Eine elektrische Abstopfung des Schrotzulaufes wird vorgeschlagen.

K. EBACH, Trier: Bezeichnung „Münsterländer“ und Alkoholgehalt von Spirituosen.

Nach technischen Hinweisen zur Ausschaltung von Fehlerquellen bei der Alkoholbestimmung werden die Ursachen des Alkoholverlustes bei der Lagerung von Spirituosen besprochen und diskutiert, daß „Münsterländer“ eine Beschaffenheits-, keine Herkunftsangabe ist. B. [VB 247]

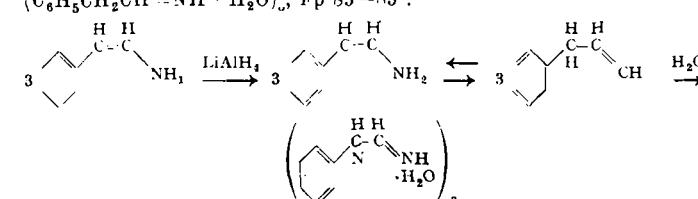
Rundschau

Löslichkeit und Flüchtigkeit von Aluminium untersuchten R. Strohacker und F. Matt und fanden, daß sich Al in Leitungswasser stärker löst als in 1% NaCl, 0,5% CH₃COOH, 0,5% Weinsäure, 0,5% Oxalsäure und 0,5% Citronensäure, weil offenbar eine Passivierung durch Schutzschicht-Bildung einsetzt. Bei 13 min Kochzeit lösen 250 cm³ H₂O bereits 475 γ Al auf, Oxalsäure dagegen nur 5 γ. Bei Benutzung von Al-Geschirren gelangen täglich etwa 8 bis 10 mg Al in den Organismus, die bis 30% im Harn, der Rest im Stuhl wieder ausgeschieden werden. Erst ab 0,5 g Al-Aufnahme pro Tag sollen gesundheitliche Schäden auftreten. Beim Kochen von Al in verschiedenen Lösungsmitteln am Rückflußkühler wurden stets größere Mengen Al in der Lösung vorgefunden, als wenn in offenen Gefäßen gearbeitet wurde. Beim Kochen in offenen Gefäßen betrug die Flüchtigkeit, gemessen an einem 6×2 cm Al-Blech, in 13 min 40 γ; diese Flüchtigkeit ist wahrscheinlich auf Aluminiumnitrid oder -carbid zurückzuführen. — (Z. analyt. Chem. 131, 334/341 [1950]). — W. (1101)

Mehrere flüssige Phasen in einem stabilen Gleichgewicht beschreiben Hildebrand sowie S. L. Kittsley und H. A. Goeden. Das System des ersten besteht aus den sieben Komponenten Heptan, Wasser, Anilin, Perfluorkerosin, weißem Phosphor, Gallium und Quecksilber, das der anderen sogar aus acht Schichten die, nach steigendem spezifischen Gewicht geordnet, folgende sind: Paraffin-Öl, Silicon-Öl, Wasser, Anilin, Perfluordimethylecyclohexan, weißer Phosphor, Gallium und Quecksilber. Nach dem Mischen erscheinen die acht Phasen wieder durch Zentrifugieren. Das System ist bei 45° unbegrenzt stabil. Diese Temperatur ist notwendig, um das Gallium und den weißen Phosphor zu schmelzen. (J. Amer. Chem. Soc. 72, 4841 [1950]). — J. (1104)

Zur Bestimmung der Ausbeuten bei Schritten organischer Synthesen in so kleinem Maßstab, daß die Isolierung und Identifizierung der Produkte unmöglich ist, wandte G. A. Ropp Isotopenmarkierungen an. Bei der Synthese der Malonsäure nach Organic Synth. Coll. Vol II. 376 [1943] wurden die Ausbeuten der Produkte und bestimmter Zwischen-Stufen bestimmt durch Verdünnung aliquoter Teile mit den entspr. nicht-radioaktiven Verbindungen und radiometrischer Messung der gereinigten Stoffe. Die Berechnung erfolgt nach den Regeln der üblichen Isotopen-Verdünnungs-Methoden. Bei der Darstellung der Malonsäure aus Kalium-acetat-2-¹⁴C wurde so eine Gesamtausbeute von 76% errechnet, bei der Synthese, ausgehend vom 2-¹⁴C-Essigsäure-äthylester zu 2-¹⁴C-Malonsäure-diäthylester wurden 28,5% Ausbeute erhalten. (J. Amer. Chem. Soc. 72, 4459 [1950]). — J. (1110)

Eine Methode zur Synthese höherer Homologer von Carbonyl-Verbindungen fanden R. T. Gilsdorf und F. F. Nord in der Reduktion von Nitroolefinen mit Lithium-Aluminium-hydrid bei unter 0°. Wird an ω -Nitrostyrol Lithium-aluminium-hydrid in berechneter Menge addiert und der Komplex mit 20 proz. wässriger Kalium-Natrium-tartrat-Lösung zersetzt, erhält man Phenylacetaldimin, ein viscoses Öl mit charakteristischem Geruch, Kp/4 mm 100–102°, in 45 proz. Ausbeute. Beim Stehen an der Luft trimerisiert es sich unter Aufnahme von Wasser zu der Verbindung (C₆H₅CH₂CH=NH·H₂O)., Fp 83–85°.

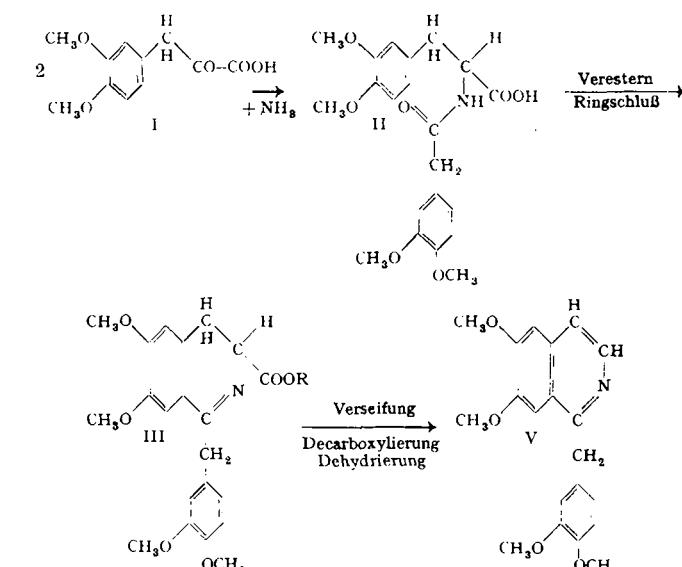


Bei der sauren Hydrolyse erhält man Phenylacetaldehyd (5%). Die selektive Reduktion des 1-Phenyl-2-nitropropens-1 ergab Benzyl-methylketimin Kp/116–118°, das sich ebenfalls, allerdings langsamer, zum Hydrat trimerisiert. (Fp 63–65°). (J. Amer. Chem. Soc. 72, 4327 [1950]). — J. (1105)

Eine Trifluor-methyl-Gruppe negativiert das ihm benachbarte Kohlenstoff-Atom einer Doppelbindung so stark, daß bei der Einwirkung von Halogenwasserstoff das der polarisierenden Gruppe entfernt liegende Kohlenstoffatom das Halogen aufnimmt. Die Doppelbindung ist elektronenarm, im Gegensatz zu den Verhältnissen bei den Methyläthylenen, in denen die Doppelbindung elektronenreich ist und das relativ positivere zentrale Kohlenstoff-Atom die negative Halogen-Gruppe aufnimmt. Bei der Einwirkung von Chlorwasserstoff auf 1,1,1-Trifluoropropen-2 wurde von A. L. Henne und S. Kaye ausschließlich 1,1,1-

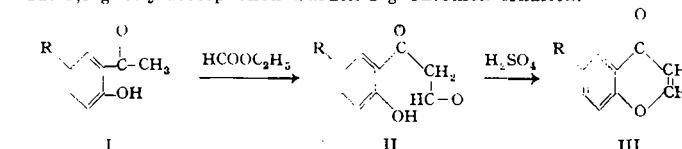
Trifluor-3-chlor-propan (Kp 45–46°) erhalten. Entsprechend verläuft die Reaktion mit Bromwasserstoff. Schon diese Additionen sind schwer in Gang zu bekommen; es gelang nicht, Wasser in Gegenwart von Säuren oder Tetrachlorkohlenstoff in Gegenwart von Aluminiumchlorid zu addieren. (J. Amer. Chem. Soc. 72, 3369 [1950]). — J. (1080)

Eine neue einfache Synthese des Papaverins (V) beschreibt H. Wahl. Die leicht zugängliche Dimethoxyphenyl-brenztraubensäure I wird nach Decker mit Ammoniak in II übergeführt.

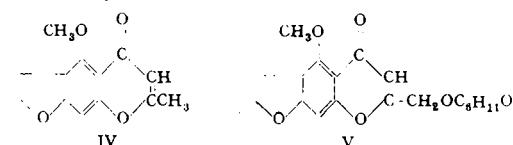


II läßt sich nicht direkt cyclisieren, dagegen erleiden die Ester bei der Behandlung mit POCl₃ in Toluol schon bei 110° fast quantitativ Ringschluß zum Dihydropapaverin-3-carbonsäureester (III). Ester und freie Säure (IV) geben gelbe, in Wasser schwerlösliche Chlorhydrate. Erhitzt man IV zusammen mit Tetralin und Palladiumschwamm auf 140°, so wird es in einem Gang zu V decarboxyliert und dehydriert. (Bull. Soc. Chim. France 1950, 680). — Pf. (1031)

Eine einfache Synthese des Chromons, die auf alle Chromone ausgedehnt ist, deren 2-Stellung nicht substituiert ist, geben A. Schönberg und A. Sina an. Ortho-oxy-acetophenon (I) wird mit Acetoxy- ω -formyl-acetophenon (II) und verdünnter Schwefelsäure zum Chromon (III) cyclisiert. Aus 3,5 g Oxy-acetophenon wurden 2 g Chromon erhalten.



Analog wurden die den kristallinen, physiologisch wirksamen Prinzipien Vianegin (IV) und Khellin (V) aus *Anmi visnaga* zu Grunde liegenden Furo-Chromane dargestellt:



(J. Amer. Chem. Soc. 72, 3396 [1950]). — J. (1081)

Eine vereinfachte Darstellung von Acetobromzuckern geben M. Bárczai-Martos und F. Körösy an. Der Zucker wird bei 30–40° in Acetanhydrid, das Perchlorsäure als Veresterungskatalysator enthält, eingesetzt; dann werden unter Kühlung (unter 20°) amorpher Phosphor und anschließend Brom sowie die berechnete Wassermenge zugegeben. Acetobromglucose wurde mit 85% Ausbeute erhalten. (Nature 165, 369 [1950]). Ma. (842)