

Mit diesen Anordnungen wurde die Abklingzeit verschiedener organischer Festkörper und Flüssigkeiten gemessen. Z. B. steigt die Abklingzeit von reinem Anthracen bei Anregung durch Licht von $1,6 \cdot 10^{-8}$ sec auf $3 \cdot 10^{-8}$ sec für Anthracen, welches mit Spuren von Naphthacen versetzt wird. Die vom Grundstoff Anthracen aufgenommene Lichtenergie wird dabei dem Naphthacen zugeleitet und von diesem mit veränderter Abklingzeit abgegeben. Bei Anregung mit Kathodenstrahlen wurde die Abhängigkeit der Abklingzeit von der Temperatur gemessen. Bei organischen Festkörpern sinkt die Abhängigkeit mit sinkender Temperatur und steigt mit wachsender Temperatur, genau umgekehrt wie bei Kristallphosphoren.

Bei 3-Aminopyren-5,8,10-trisulfosäurem Natrium in wässriger oder alkalischer Lösung wurde die Abklingzeit der grünen Fluoreszenz, der normalen und der gelben Fluoreszenz der dissoziierten Molekel gemessen. Die Abklingzeit der grünen Fluoreszenz sinkt in alkalischer Lösung, weil die Molekeln nach der Anregung dissoziieren, ehe sie ihre Anregungsenergie vollkommen ausgestrahlt haben. Aus dem Abfall der Abklingzeit, 0,55 sec in wässriger Lösung auf 0,4 sec in einer normal alkalischen Lösung, kann man auf eine mittlere Dissoziationszeit von etwa 10^{-8} sec schließen.

TH. GAST, Darmstadt: Fortschritte auf dem Staubmeßgebiet.

Technische und hygienische Anforderungen haben die Entwicklung der Staubmeßtechnik in den letzten Jahren stark beschleunigt. Im Ausland ist der thermische Abscheider (*thermal precipitator*, Heißdraht-Konimeter) verbreitet. Er beruht darauf, daß in dem Temperaturgefälle zwischen einem beheizten Draht und einer kalten Wand die in der Luft enthaltenen Staubteilchen an die Wand gedrängt und abgeschieden werden. Bei genügend kleinem Luftdurchsatz ist der Abscheidungsgrad für Teilchen unter 10μ gleich 100%. Daher eignet sich das System für Präzisionsmessungen. Zur Zeit ist der Luftdurchsatz noch so gering, daß nur optische Auswertung unter dem Mikroskop in Frage kommt, jedoch ist man bemüht, den Durchsatz zu erhöhen. Um zu einer gravimetrischen Methode zu kommen, müßte eine entsprechend empfindliche Waage geschaffen werden. Dies scheint durch Weiterentwicklung der bereits vorhandenen registrierenden Mikrowaage möglich. Diese elektrische Waage ist schon jetzt empfindlich genug, um in Verbindung mit einem elektrischen Abscheider eine schnelle Ermittlung der Staubkonzentration und darüber hinaus sogar eine Registrierung zu gestatten. Versuche unter Tage haben gezeigt, daß diese Kombination aussichtsreich ist. Nach einem Vorschlag von D. Heinrich läßt sich die elektrische Mikrowaage auch zur Korngrößenbestimmung verwenden. Ihre hohe Empfindlichkeit, die in Zukunft noch gesteigert werden wird, erlaubt es mit sehr geringen Gesamtmengen (0,5 mg) auszukommen. Man erhält bei der Anordnung eine Aufzeichnung der Gewichtszunahme als Funktion der Zeit. Hieraus läßt sich durch graphische Auswertung die Korngrößenverteilung gewinnen. Auch die chemische Analyse des Raumstaubs hat Fortschritte gemacht. So wurde z. B. in USA ein Gerät entwickelt, mit dem spektrographisch kleine Blei-Mengen sauber gemessen werden können. Die zu untersuchende Luft wird durch eine Funkenkammer gesaugt. Man mißt die Intensität einer ultravioletten Bleilinie spektralphotometrisch oder mit einem Zählrohr. Das Ergebnis kann bei der letzten Methode schon nach einer Minute abgelesen werden. [VB 295]

25. Glastechnische Tagung

Frankfurt a. M., am 22. und 23. Mai 1951

Am 22. und 23. Mai 1951 fand in Frankfurt a. M. die 25. Glastechnische Tagung der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft statt. Bei der von dem Vorsitzenden der DGG, Herrn N. von Bülow, geleiteten Veranstaltung waren etwa 330 Teilnehmer anwesend, davon ungefähr 30 aus dem europäischen Ausland. In der Hauptversammlung, die in der Paulskirche stattfand, hielt das geschäftsführende Vorstandsmitglied der DGG, Dr.-Ing. Dr. rer. nat. e. h. Heinrich Maurach, einen zusammenfassenden Vortrag über „Glas als Wort und Begriff“. Vortr. wies auf die Notwendigkeit hin, daß die Glaswissenschaft eine Klärung der grundlegenden Begriffe „Glas“ und der Glasarten vornimmt. Die Schwierigkeiten liegen darin, daß die Auslegung des Begriffes Glas als eines künstlich erzeugten Produktes vom jeweiligen Stand der naturwissenschaftlichen Erkenntnis und des technischen Könnens abhängt. Während weiterhin bis vor wenigen Jahrzehnten unter Glas ausschließlich das anorganische Silicatglas verstanden wurde, erheben in neuerer Zeit auch glasklare Kunststoffe, wie z. B. Plexiglas und andere, den Anspruch auf die Bezeichnung Glas. Es ist daher von deutscher Seite erwogen worden, für Stoffe, die sich in glasigem Zustand befinden, die Bezeichnung „Vitroid“ einzuführen und das Wort „Glas“ für die anorganischen Gläser zu reservieren. Das würde in Parallele stehen zu dem angelsächsischen Sprachgebrauch. Die Diskussion über diese Frage ist aber noch nicht abgeschlossen. Auch hinsichtlich der Glasarten (beispielsweise Hohlglas, Kristallglas usw.) entstehen viele Schwierigkeiten für eine eindeutige Terminologie. Man ist hier von einer Klärung der Begriffe noch besonders weit entfernt.

Sitzung am 23. Mai 1951, Vorsitz: Dir. Dr. Allolio

ST. LINDROTH, Göteborg: Die Farbe der Signalgläser und deren Normung in verschiedenen Ländern.

Die Normung der Farbtöne für Signalgläser und der Methoden zu ihrer Messung ist international wichtig, weil die Sicherheit des Verkehrs weitgehend davon abhängt. Nach den Methoden zur Färbung von Signalgläsern erörterte Vortr. ausführlich die in den einzelnen Ländern bestehenden Meßmethoden und die dazugehörigen Normen. Die trichromatischen Koordinaten sind von der internat. Beleuchtungskommission festgelegt.

H. JEBSEN-MARWEDEL, Gelsenkirchen: Die Glasschmelze – mikroskopisch gesehen.

An Hand einer großen Anzahl ausgezeichnete Mikroaufnahmen, die zum großen Teil durch besondere fotografische Anordnung, Ausleuchtung, Verwendung von Linienrastern, Schlierenmethoden usw. erhalten sind, gab Vortr. einen Überblick über die Anwendungsmöglichkeiten des Mikroskops in der Glasfabrik.

H. KÖNIG, Göttingen: Untersuchung von Glas mit Elektronen.

Der Vortrag behandelte die Methodik der Benützung des Elektronenmikroskops in der Glasforschung. Da die Objektdicke bei elektronenmikroskopischen Aufnahmen nur etwa $0,1 \mu$ betragen darf, bestehen bei der Anwendung auf dem Glasgebiet in dieser Hinsicht Schwierigkeiten. Es wurde aber gezeigt, daß es durch besondere Kunstgriffe möglich ist, Glashäute dieser Dicke herzustellen, die direkt im Elektronenmikroskop untersucht werden können. In der Regel wird man aber das Abdruckverfahren verwenden. Neben dem Verfahren von Mahl, bei dem Zapenlackabdrucke hergestellt werden, hat es sich besonders bewährt, Platin-oxyd schräg auf das zu untersuchende Glas aufzudampfen und die abgelöste Oxydhaut im Elektronenmikroskop zu untersuchen. Das Platin-oxyd zeigt geringere Eigenstrukturen als Platin selbst. Dank der Erwärmung des Objektes durch die Elektronen ist es auch möglich, bei höheren Temperaturen einsetzende Vorgänge, wie z. B. Entglasungsvorgänge im Elektronenmikroskop zu beobachten.

A. SMEKAL, Graz: Welche Aussagen können Bruchflächen über die Glasbeschaffenheit liefern?

Durch die Untersuchung der Feinstrukturen von Bruchflächen an Glas können die Ursachen und der Ablauf des Bruchvorganges ermittelt werden. Weiterhin ist es möglich, dadurch Aussagen über die Beschaffenheit des Glases zu machen.

Durch Zerreißversuche an zylindrischen Glasstäben wurde festgestellt, daß die Spannung, die den Beginn des Bruchvorganges auslöst, bedeutend geringer ist als die endgültig erreichte Zerreißspannung. Die Bruchgeschwindigkeit ist zunächst sehr klein, so daß lange Zeiten – bis zu Tagen – verstreichen können, ehe sie durch die stetige Spannungszunahme den Maximalwert erreicht, der von der Glaszusammensetzung abhängig ist. Die am Bruchbild erscheinenden Feinstrukturen sind durch Sekundärbrüche zu erklären, die durch die der Primärbruchfront vorauslaufenden Ultraschallwellen hervorgerufen sind.

Ausgelöst wird der Primärbruch durch Spannungsspitzen im Glas, die durch Inhomogenitäten des Glases bedingt sind. Diese können entweder durch Entmischungen in der Glaszusammensetzung bedingt sein oder durch Fremtteilchen, die aus den unvermeidlichen Verunreinigungen der Rohstoffe stammen.

Durch Siebanalyse der Bruchstücke, die bei Würfeldruckversuchen erhalten wurden, war es möglich, die Verteilung der Stellen mit Spannungsspitzen im Glas zu ermitteln. Diese räumliche Verteilung hängt von der Zusammensetzung des Glases, von der technischen Durchführung der Schmelze und von der Güte der Kühlung ab.

Vorsitz: Dir. Dr. Jepsen-Marwedel

H. ALT, Berlin: Getriebechnik bei Glasmaschinen.

W. GIEGERICH, Heilbronn: Aufbereitung des Gemenges vor dem Schmelzen.

Ziel aller Aufbereitungsverfahren für das Glasgemenge ist die Steigerung der Schmelzleistung der Glasschmelzöfen, Verbesserung der Homogenität des Gemenges, Vermeidung von Entmischungsvorgängen und die Vermeidung von Verstaubung. Vortr. schildert einmal physikalische Verfahren (Brikettieren, Zerkleinern, Granulieren) und chemische (Sintern). Vorgänge beim Sintern des Gemenges wurden an Hand von Laboratoriumsversuchen und Versuchen im Betriebsmaßstab ausführlich beschrieben, insbes. die eintretenden Umsetzungen, die z. B. an dem Verlust an Kohlensäure erkannt werden können. In längeren Betriebsversuchen, wobei das Vorsintern in einer der Einlegestelle des Glaswannenofens vorgeschalteten Drehtrommel vorgenommen wurde, wurde gezeigt, daß die Schmelzleistung des Ofens bei Zuführung gesinterten Gemenges beträchtlich erhöht wurde. Es ist zu erwarten, daß hierdurch trotz des Wärmebedarfs für das Sintern eine Abnahme des gesamten Wärmebedarfs eintreten wird.

H. WICKERT, Ostheim/Rhön: Bericht über neuere Ergebnisse der Keramik.

Die in der modernen Glasindustrie allgemeine Tendenz, die Schmelzleistung der Öfen zu erhöhen und bei höheren Schmelztemperaturen zu arbeiten, führt zu der Forderung, daß ein den steigenden Beanspruchungen standhaltendes feuerfestes Material zur Verfügung gestellt wird. Vortr. gab eine eingehende Übersicht über die dabei zu berücksichtigenden Gesichtspunkte, die bei der Vielfalt der in Betracht kommenden Materialien nicht auf eine Kurzformel gebracht werden können. In Betracht kommen Silikasteine, Schamottesteine, keramisch verformte oder gegossene Steine auf der Basis von Mullit, Steine aus reiner Tonerde, Steine mit Zusätzen von Zirkon, Magnesitsteine, Chrommagnesitsteine u. a. Die Auswahl der Steine setzt also genaue Kenntnis der Materie und innige Zusammenarbeit zwischen Steinhersteller und Glasfabrik voraus. Bei den hohen Kosten der Sondersteine ist festzustellen, daß der Glasofen „ausgewogen“ sein soll, d. h. daß entsprechend der Beanspruchung der einzelnen Ofenteile die Widerstandsfähigkeit der Steinsorten ausgewählt werden soll, wobei darauf zu achten ist, daß benachbarte Steine sich gegenseitig nicht beeinflussen, z. B. durch Entstehung von eutektischen Schmelzflüssen.

Es sind also zuverlässig arbeitende automatische sauerstoff-bestim-

K. [VB 294]

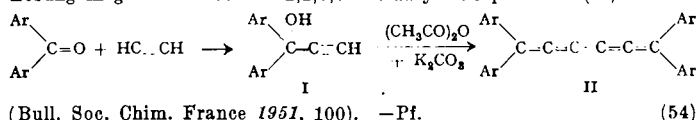
Das Verfahren zur Herstellung sehr reinen Urans für den ersten französischen Pile beschreiben *Ch. Eichner, B. Goldschmidt und P. Vertes*. Gereinigtes Uranodioxyd wird mit 40proz. Flußsäure in Urantetrafluorid übergeführt, das dann mittels Calciummetall reduziert wird. Auf die Reinheit des Calciums ist besonders zu achten. Man gewinnt es durch Umsetzung von Calciumoxyd mit Aluminium und anschließende Sublimation im Vakuum. Die Reaktion mit Calcium liefert das Uranmetall in geschmolzenem Zustand, man läßt es in Formen aus Sinterfluorit erstarren. Nach dem Umschmelzen im Vakuum in Tiegeln aus dem gleichen Material ist das Uran 99,98proz. rein. (*Bull. Soc. Chim. France 1951, 140*). — Pf. (56)

Calciumfluorid ist gegen geschmolzenes Uran beständig. Dies ist nur bei wenigen Substanzen der Fall. Die Herstellung von Geräten aus gesintertem Calciumfluorid besitzt daher besonderes Interesse für die Verarbeitung des Urans. Nach *Ch. Eichner* und *R. Caillat* gelingt die Sinterung, wenn das Calciumfluorid besonders rein ist. Das Material wird mit Stärke oder Methylcellulose zu einem plastischen Teig verarbeitet, geformt und nach dem Trocknen bei 800–900° gesintert. Die Anwendung von Tiegeln und Formen aus Sinterfluorit ermöglichte die Fabrikation von kompaktem Uranmetall für den französischen Uranpilo. (*Bull. Soc. Chim. France 1951, 138*). — Pf. (55)


Ein einfaches Verfahren zur Herstellung ultrareinen Zinksulfids, welches sich für die Herstellung von Leuchtmassen eignet, beschreibt *E. Grillot*. Gereinigtes Zinksulfat wird in Pyrexgefäßen mit Natriumthiosulfat-Lösung gekocht. Normalansatz 143 g Zinksulfat, 250 g Natriumthiosulfat in 500 cm³ Wasser gelöst. Nach einstündigem Kochen ist alles Zink als Zinkdisulfid, mit Schwefel untermischt, gefällt. Zur Herstellung von Leuchtfarben genügt es, die Fällung mit den zur Erzielung der gewünschten Eigenschaften notwendigen Zusätzen zu versehen, und in Tieglern bei 1000–1200° zu glühen. Auf dem gleichen Weg kann auch ein sehr reines Kadmiumsulfid gewonnen werden. (Bull. Soc. Chim. France 1951, 39). — Pf. (52)

Analysenreinen Essigsäure-äthyl- und methyl-ester, wie sie z. B. zur Trennung von Natriumperchlorat vom unlöslichen Kaliumperchlorat verwendet werden, erhalten *Ch. D. Hurd* und *J. S. Strong* durch Kochen der technischen, mit Alkohol oft stark verunreinigten Produkte mit Essigsäureanhydrid. Damit wird der verunreinigende Alkohol gleich zum Ester umgesetzt. Sodann wird über eine gutwirkende Dornkolonne fraktioniert und über Pottasche rektifiziert. Der Methyl ester wird in 99.9% Reinheit erhalten, der Äthylester nach den gleichen Verfahren in 99.6% Reinheit. (*Anal. Chem.* 23, 542 [1951]. — J. (51)

Eine einfache Synthese symmetrischer Tetraaryl-fulvene haben P. Cadiot und A. Willemart gefunden. Die aus Diarylketonen und Acetylen leicht herstellbaren Diarylpropinole¹⁾ (I) liefern bei Zimmertemperatur mit wasserfreiem Kaliumcarbonat und Essigsäureanhydrid in ätherischer Lösung in guten Ausbeuten 1,1,6,6-Tetraaryl-hexapentaene (II).



Thermochrome Fulvene vom Typus des Bianthrone beschreiben
Y. Hirshberg, E. Löwenthal, E. D. Bergmann und
B. Pullman. Die gelben Lösungen dieser Sub-
 stanzen färben sich nicht allein beim Erwärmen,
 sondern auch beim Abkühlen auf -70° grün.
 (Bull. Soc. Chim. France 1951, 88). — Pf. (53)



Enzymatische Pentose-Synthese aus Glycolaldehyd. Nachdem kürzlich eine 2-Ketopentose als Zwischenprodukt der Arabinose-Vergärung wahrscheinlich gemacht werden konnte, lag es nahe, Glykol- und Glyceralinaldehyd (bzw. ihre phosphorylierten Formen) als primäre Spaltprodukte anzunehmen. *Marmur* und *Schlenk* konnten nun zeigen, daß umgekehrt aus Glycolaldehyd (bzw. Phosphoglycolaldehyd) und Triosephosphat, als dessen Quelle Fructose-1,6-diphosphat diente, in Anwesenheit eines durch Ultraschall gewonnenen Enzympräparats aus *Micrococcus pyogenes aureus*, Phosphatpuffer ($p_H = 7.7$), HCO_3^- , Mg^{2+} und Monojodessigsäure offenbar in der Art einer Aldol-Kondensation eine Pentose synthetisiert wird. Die quantitative Pentose-Bestimmung geschah nach der Orcinol-Methode. (*Arch. Biochem. Biophys.* **31**, 154 [1951]). —Mö. (62)

Hochaktive Hefe-Extrakte und daraus völlig stabile Aceton-Trockenpräparate lassen sich nach *Hochster* und *Quastel* gewinnen, wenn man die Extraktion in Gegenwart hoher Konzentrationen Nikotinsäureamid durchführt. (0,5 g Nikotinsäureamid auf 15 g frische Hefe in 7 cm³ Puffer). Solche Präparate zeigen über viele Stunden konstante hohe

Gärgeschwindigkeit und hatten noch nach 8 Monaten nichts von ihrer Aktivität eingebüßt. Die Wirkungsweise des Nikotinsäureamids beruht darauf, daß es ein Hemmstoff der Diphosphopyridin-Nukleosidase ist (Biochemie. J. 35, 502 [1941]). Cozymase konnte demnach als Hauptfaktor nachgewiesen werden, der in normalerweise ohne Nikotinsäureamid hergestellten Präparaten mehr oder weniger stark zerstört ist, und dessen Zugabe diese fast völlig reaktiviert. Man hat es nun auch in der Hand, hochaktive Präparate herzustellen, die lediglich völlig frei von Kozymase sind. (Arch. Biochem. Biophys. 31, 278 [1951]). — MÖ. (64)

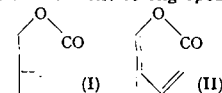
Kristallisation der Pyrophosphatase. Die von *Bauer* 1936 entdeckte Pyrophosphatase konnte nun von *Kunitz* aus Bäckerhefe in Form feiner Nadeln oder dünnen rechteckigen Prismen erhalten werden. Zur Isolierung wurden nur klassische Methoden angewandt, wie Plasmolyse, Autolyse, Dialyse, häufige Ammonsulfat-Fällungen, Adsorption an $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ -Gel und schließlich Kristallisation aus verdünntem Äthylalkohol bei -8°C . Das kristallisierte Protein enthält keinen Phosphor und ist ein leicht lösliches, farbloses Albumin. (*J. Amer. chem. Soc.* 73, 1387 [1951]). —Mo. (40)

Der Nachweis und die Trennung von Digitalisglycosiden und Aglyconen in kleinsten Mengen durch Chromatographie auf imprägniertem Filtrierpapier gelang *O. Schindler* und *T. Reichstein*. Durch Modifizierung der Methode von *Zaffaroni* und Mitarbb. (*J. biol. Chemistry* **177**, 109 [1949]), die Steroide auf Papier chromatographierten, das mit Formamid oder Propylenglycol getränkt ist, wurden z. B. Extrakte von Bruchteilen eines *Strophanthus*-Samens, der insgesamt ca. 20 mg Glycoside enthält, chromatographiert. Brauchbare Wanderungsgeschwindigkeiten wurden mit Benzol-Chloroform-Gemischen oder mit Chloroform allein als mobiler Phase erhalten. Als stationäre Phase ist im letzten Falle nur Formamid brauchbar. Aber auch in Chloroform ist die Wanderungsgeschwindigkeit der meisten Glycoside zu langsam, als daß die R_f -Werte zweckvoll bestimmbar wären. Es wurde daher 24 h chromatographiert. Die von den einzelnen Glycosiden durchlaufenen Strecken sind bei standardisierten Bedingungen konstant und der Zeit proportional. Für Identitätsprüfungen läßt man die reine Substanz nebenher laufen. Der Nachweis geschieht durch Besprengen des getrockneten Chromatogrammes mit benzoliseher m-Nitrophenol-Lösung, Trocknen und Aufspritzen von 10proz. wäßrig-methanolischer Natronlauge. Die Glycosid- und Aglyconhaltigen Zonen färben sich beim Trocknen blau¹⁾. Die Methode ist sehr geeignet für die Reinheitsprüfung und die Prüfung auf Einheitlichkeit von Digitalis-Stoffen. Bei Rohextrakten wurden meist 0.1—0.5 mg verwendet; bei krist. Substanzen genügen schon 0.005 mg. (*Helv. Chim. Acta* **34**, 108 [1951]). —J. (1299)

Die unmittelbare Erzeugung von Kupfer- und Nickel-phthalocyaninen auf der Faser ist den *Farbwerken Bayer*, Leverkusens, gelungen. Bisher war Phthalocyanin nur als Pigment bekannt. Das jetzt in den Handel gebrachte Phthalogenbrillantblau F3G (farbl. Kristalle) gestattet es, in Verbindung mit Kupfer- oder Nickelsalzen bereits bei 100° die echten und schönen Phthalocyanin-Farbstoffe direkt auf der Faser zu erzeugen und damit Blautöne von einer färberischen Güte, die bisher in der Textilfärberei unbekannt waren. Über den Chemismus des neuen Verfahrens, das wohl zu den bedeutendsten neueren Erfindungen auf dem Farbstoffgebiet gehört, wird zu gegebener Zeit in dieser Zeitschrift berichtet werden.

Die Verwendung von organischen Sulfonylhydraziden (vgl. diese Ztschr. 63, 273 [1951]) zur Erzeugung von porösen Kautschukartikeln, Kunststoffmassen usw. sind eine Nachkriegserfindung der *Farbenfabriken Bayer*, Leverkusen. Das Benzolsulfohydrazid, das als Porophor BSH in den Handel kommt und das im organischen Medium etwas löslich ist, spaltet beim Erhitzen im schwach alkalischen Medium Stickstoff ab, der die hochmolekularen Massen auflöst. — Nachträglich hat sich nun auch eine amerikanische Firma in dieses Gebiet eingeschaltet. — In diesem Zusammenhang sei darauf hingewiesen, daß die Farbenfabriken Bayer als erste schon während des Krieges das Azodibuttersäure-nitril (vgl. diese Ztschr. 62, 32, 372, 418 [1950]) als Porophor N in den Handel gebracht haben, das jetzt in der ganzen Welt hergestellt wird und auch als interessanter Radikalbildner zum Anstoß von Kettenreaktionen vielfach verwendet wird.

¹⁾ Diese *Raymond-Reaktion* ist nicht streng spezifisch und nur zum Nach-



weis der einfach ungesättigten Fünfring-Lactone (I) von Digitalis-Strophantus-Typ geeignet, ist aber sehr empfindlich. Die Cumaline (II) vom Scilla-Bufo-Typ geben die Reaktion nicht.