

Die üblichen analytischen Werte reichen bei Fetten nicht aus, um ein zuverlässiges Urteil über das Lagerverhalten zu gewinnen. Mit diesen Untersuchungen erfaßt man nur den „aktuellen“ Zustand, erhält aber keine sichere Aussage über das künftige Verhalten. Vortr. schlagen daher vor, eine „dynamische Arbeitsweise“ anzuwenden, deren Ziel es ist, die Tendenz des Lagerverhaltens in den ursächlichen Faktoren zu erfassen. Dabei kommt es darauf an, den sich innerhalb von Wochen oder Monaten abspielenden Vorgang des Verderbens der Fette auf eine für die Beurteilung tragbar kurze Zeit zusammen zu drängen. Bei Temperaturerhöhung oder UV-Bestrahlung entfernt man sich zu weit von den natürlichen Bedingungen der Vorratshaltung. Folgendes Verfahren führte jedoch zu guten Resultaten:

Das zu charakterisierende Fett (1–1,5 mg) wird in Aceton gelöst auf Eisen-freies homogenes Filtrierpapier aufgetragen. Nach Verdunsten des Acetons weist die Fettfläche 4–5 cm² auf. Da beiderseitiger Luftzutritt möglich ist, tritt die Autoxydation bei gewöhnlicher Temperatur rasch ein. Für die Verderbsanfälligkeit des zu testenden Fettes ist der Anstieg der Peroxyd-Zahl charakteristisch. Sie lässt sich durch Ansprühen mit einem besonderen Eisen-(II)-sulfat-Ammoniumrhodanid-Reagenz nahezu quantitativ ermitteln.

Zur raschen Ermittlung der Peroxyd-Zahl von Fetten zur Beurteilung der Autoxydationsbereitschaft, zur Bewertung der Wirkung von Pro- und Antioxydantien und zur Beurteilung des Einflusses von Erhitzung auf das spätere Verhalten des Fettes hat sich das Verfahren sehr bewährt.

G. N. IRVINE und J. A. ANDERSON, Winnipeg/Kanada:
Einfluß der Lipoxydase-Aktivität auf die Verarbeitungseigenschaften von Durum-Weizen

Makkaroni von guter Farbe lassen sich nur aus Grießen mit ausreichendem Gehalt an gelben Pigmenten herstellen. Es gibt zwar eine Reihe von Durum-Varietäten, die hinsichtlich der Farbe gut aussehende Grieße liefern, die daraus hergestellten Teigwaren sind jedoch in ihrem Aussehen unbefriedigend. Vortr. fand:

1. Die Farbstoffe im Grieß werden durch Lipoxydase oxydativ zerstrt.

2. Die Lipoxydase-Aktivität hängt in starkem Maße von der Weizensorte ab; Anbaubedingungen haben nur einen geringen Einfluß. Untersuchungen über Grießfarbe, Lipoxydase-Aktivität und Farbe der aus dem Grieß hergestellten Makkaroni ergaben eine Relation zwischen diesen drei Größen. Auf Grund der Bestimmung der Lipoxydase-Aktivität mit Hilfe der Warburg-Apparatur und der Grießfarbe mit einem Reflexions-Spektral-photometer läßt sich eine zuverlässige Voraussage über die zu erwartende Makkaronifarbe machen. Diese Methode hat sich in den Grießmühlen zur Kontrolle der Mehlmischungen und in der Weizenzüchtung bewährt.

W. F. GEDDES und L. S. CUENDET, St. Paul/USA: Neue Untersuchungen über Getreidelagerung.

Die bei der Lagerung der Ernte auftretenden Schäden (Abnahme der Keimfähigkeit, Zunahme der Keimschäden, Anstieg des Fett-säuregehaltes und Nachlassen der Backqualität) sind eine Folge des Befalles mit *Aspergillus*- und *Penicillium*-Arten. Selbst bei Wassergehalten von nur 13-14% tritt bei starkem Pilzbefall Verderben ein. Allem Anschein nach bedingen die pilzlichen Enzyme die allmähliche Hydrolyse der Eiweiße, Lipoide und komplexen Zucker. Durch Reaktion löslicher Stickstoff-haltiger Verbindungen mit einfachen Zuckern entstehen die dunkel gefärbten Substanzen des Embryos (nichtenzymatische Bräunungsreaktion vom *Maillard*-Typ).

Zelfreie Wasserextrakte von Weizen, der stark mit gewissen Pilzspezies befallen ist, hemmen die Keimung gesunden Weizens. Der keimungshemmende Faktor des *Aspergillus flavus* ist eine dialysierbare, reduzierende Säure, die sich als verhältnismäßig stabil gegenüber Temperatureinflüssen und pH-Änderungen erwies. Die Hemmung des Pilzwachstums läuft der Verringerung des Sauerstoff-Gehaltes parallel. Ein beträchtliches Wachstum zeigt sich auf dem Weizen noch dann, wenn nur etwa 4% Sauerstoff in der Zwischenkornatmosphäre anwesend sind. Zunehmender CO_2 -Gehalt einer Atmosphäre, die 21% Sauerstoff enthält, bedingt eine sehr plötzliche und deutliche Hemmung des Pilzwachstums, wenn die CO_2 -Konzentration 12% übersteigt.

Gründungsversammlung der Deutschen Pharma- zeutischen Gesellschaft in der DDR

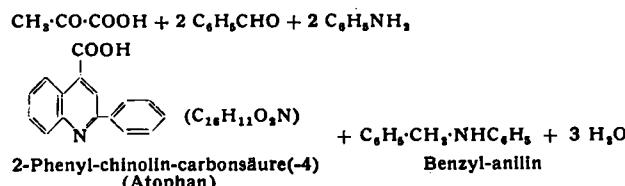
Am 20. und 21. Mai 1955 in Leipzig

Aus den Vorträgen:

TH. BOEHM, Leipzig: *Über die Döbnersche Alophan-Synthese.*

Nach Döbner verläuft die Atophan-Synthese nach der Gleichung:

$$C_4H_5NH_2 + C_6H_5CHO + CH_3CO-COOH \rightarrow C_{14}H_{11}O_4N + 2 H_2O + H_2$$
,
je nach den Reaktionsbedingungen können jedoch auch andere Stoffe sich bilden (z. B. Pyrrolidin-Derivate). Unter Berücksichtigung der Arbeiten von Borsche, Simon und Mauguin, Ciusa, Carrara, Bodjorss u. a. kommt Votr. zu der Auffassung, daß ein intermediär gebildetes Dihydro-atophan und dessen immer wieder diskutierte Disproportionierung in Atophan und Tetrahydro-atophan zu Unrecht angenommen wird. Der Döbnerschen Atophan-Synthese liegt die nachstehende Umsatzgleichung zugrunde:



K. WINTERFELD, Bonn: *Synthesen in der Reihe der Chinolizidin-Abkömmlinge.*

Das Ringsystem des Chinolizidins erscheint in vielen pharmakologisch wie chemisch interessanten Alkaloiden. (Lupinin, Sparstein, Lupanin, Aphyllin, Oxylupanin, Cytisin, Anagyrin, Berbin, Capaurin, Corydalin, Yohimbin, Palustin, Palustridin). Der Ringschluß zum Chinolizidin und die Synthese von Chinolizidin-Abkömmlingen ist möglich:

- 1.) Aus endständig Halogen-substituierten Kohlenwasserstoffen, die mittelständig eine Amino-Gruppe tragen.
 - 2.) Aus einer Pyridin-(Piperidin)-Verbindung mit α -ständiger Seitenkette und geeigneten Substituenten in ω -Stellung.
 - 3.) Durch innere Esterkondensation nach Dieckmann, ausgehend von einem in α -Stellung und auch am Stickstoff geeignet substituierten Pyridin-Derivate.
 - 4.) Ringschluß durch Verwirklichung einer C-C- und einer N-C-Verknüpfung aus einem α -substituierten Pyridin mit einer zwei funktionelle Gruppen tragenden Komponente.
 - 5.) Durch Umsatz eines über das „Diazoketon“ erhaltenen α -Pyridylketons nach Grignard mit einem geeigneten Halogenalkyläther und Ringschluß.
 - 6.) Aus Vinylpyridin durch Umsetzung mit reaktionsfähigen Methyl-Gruppen nach dem Mechanismus der Michael-Addition und anschließenden Ringschluß.

Die Synthese von Chinolizidin-Derivaten mit Substituenten in 2-Stellung ist in gleicher Weise wie die Synthese des 2-Lupinins möglich.

SCHTSCHUKINA, Moskau: *Arzneimittel der Sowjetunion.*

In Rußland gab es bis 1918 fast keine chemisch-pharmazeutische oder andere chemische Industrie. 1949 war die Höhe der Vorkriegsproduktion in der UDSSR bereits um das Dreifache übertroffen. Seitdem wurden in der Erzeugung von chemisch-pharmazeutischen Präparaten, Antibiotica und synthetischen Arzneimitteln, medizinischen Apparaten und medizinischem Glas weitere Fortschritte erzielt. — Die Forschungsarbeiten I. N. Nasarow führten zur Entwicklung des schmerzstillenden, dem Dolantin und Nisentil verwandten Morphin-ähnlich wirkenden Promedols. Ebenso wurde das Tuberkulosemittel Ftivasaki aus der Isonicotinsäure-Gruppe entwickelt. Antibiotica, viele Vitamine, Hormone und Herzglykoside werden in ausreichender Menge hergestellt, von den Alkaloiden werden u. a. Pilocarpin, Emetin und Tubocurarine synthetisch gewonnen.

D. STEHWIEN, Greifswald: Über einige Ringschlußreaktionen ausgehend von Amino-pyridinen.

Während 2-Aminopyridin infolge Tautomerie der Amino-Gruppe keinen weiteren Pyridin-Ring anellieren kann, sind mit substituierten 2-Aminopyridinen Ringannellierungen möglich, wobei die Stellung und Art des Substituenten einen deutlichen Einfluß auf den Verlauf der Reaktion ausübt. Elektronen-spendende Substituenten in 6-Stellung ermöglichen Ringschlüsse

mit β -Dicarbonyl-Verbindungen nach den Methoden von *Knorr* oder *Conrad-Limpach*. Man erhält substituierte 1,8-Naphthyridine. Substituenten in 5-Stellung bewirken von der tautomeren Form des 2-Aminopyridins aus die 1,2-Annellierung.

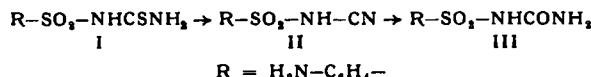
2,6-Diamino-pyridin bildet mit β -Dicarbonyl-Verbindungen 1,8-Naphthyridine, mit Formamid und Zinkchlorid das Trypaflavin-Analogon 2,7-Diamino-1,8-anthyridin und mit Chloraloxim ein Pyristatin. (Zugleich qualitativ und quantitative Nachweisreaktion für Chloralhydrat). — Diese Synthesen sind Analoga zu den entspr. von aromatischen Aminen ausgehenden Synthesen auf dem Chinolin-, Acridin- und Isatin-Gebiet.

W. AWE, Braunschweig: *Arbeiten auf dem Pyrazolon-Gebiet*.

Die eigenartigen Reduktionswirkungen des Pyramidons und seiner Derivate Melubrin und Novalgin wurden besprochen¹⁾. Darüber hinaus wurde die sehr schnell verlaufende Dehydrierung von Berbinen zu Tetrahydro-berbiniumjodiden durch aus Jodsäure mit Pyramidon entbundenes Jod behandelt (15 min gegenüber mehrstündiger Reaktionsdauer bei Verwendung alkoholischer Jod-Lösung im Einschlußrohr).

O. WAGNER, Greifswald: *Umsetzungsprodukte bei Badional-Gehaltsbestimmungen*.

Die Umsetzungsprodukte bei Gehaltsbestimmungen von p-Amino-sulfon-amido-thioharnstoff (I) (Badional) enthaltenden Arzneien konnten mittels Papierchromatographie und Papierionophorese getrennt und identifiziert werden, wodurch die Aufklärung der Reaktionsverläufe gelang.



Unter Verwertung der analytischen Erfahrungen von *Wojahn* sowie *Winterfeld*, *Bodendorf* und *Loth* erhielt Vortr. bei den Bestimmungen des Badionals (I) in saurer Lösung das hier beständige „Disulfid“. In alkalischer Lösung entstehen nach Durchschreiten der Disulfid-Stufe unter Spaltung bei Oxydation mit Hypojodit oder Wasserstoffperoxyd: Sulfat-Ionen (über Sulfins- und Sulfonsäuren) und Sulfanil-cyanamid (II) oder -harnstoff (III). Das Disulfid wird in Badional, das wieder in den Oxydationsprozeß einbezogen wird, und Vorstufen des Cyanamids gespalten. — Entzieht man den Schwefel mit Silbersalzen, so kann das entstandene „Cyanamid“ bromatometrisch in Dibrom-sulfanil-cyanamid übergeführt werden.

H. THIEME, Leipzig: *Nachweis des Äthylenglykols neben anderen mehrwertigen Alkoholen*.

Der Nachweis des Äthylenglykols neben Glycerin gelingt durch Entmischen mit Hilfe von Eugenol, Essigester, Benzol, Salicylsäure-methylester, Äther. Analytisch wertvoll ist der Nachweis kleiner Mengen der mehrwertigen Alkohole als 3,5-Dinitrobenzoësäureester.

OTTO DANN, Erlangen: *Die biologische Wirksamkeit von Thiophen-Verbindungen*.

Die biologischen Wirkungen von Thiophen-Verbindungen lassen sich einteilen in solche Wirkungen, die sie mit entspr. gebauten Benzol-Verbindungen gemeinsam haben, und diejenigen, welche sie von Benzol-Verbindungen unterscheiden. An Hand des biologischen Wirkungsmechanismus läßt sich erkennen, daß bei den Wirkungen der ersten Gruppe kein chemischer Umbau der Molekel eintritt, während dies bei der zweiten Gruppe der Fall ist. Somit lassen sich in biologisch aktiven Verbindungen Anhaltspunkte gewinnen für den biologischen Wirkungsmechanismus.

W. POETHKE, Jena: *Untersuchungen über die Bestimmung geringer Alkaloid-Mengen*.

Bestimmte Alkaloide wurden mit Kaliumjodowismutat-Lösung gefällt und der Jod-Gehalt des Niederschlags durch Titration nach dem Jodcyanid-Verfahren (Lang) ermittelt. Zum Teil (Strychnin, Brucin, Atropin und Hyoscyamin) wichen die Niederschläge von der stöchiometrischen Zusammensetzung ab. Bei Einhaltung bestimmter Fällungsbedingungen liefern konventionelle Verfahren reproduzierbare Ergebnisse. Die Bestimmung von Alkaloid-Mengen zwischen 5 und 30 mg bzw. 0,1 und 5 mg ist wichtig für die Bestimmung kleinsten Mengen Atropin und Strychnin in Arzneien.

Bei (-)-Ephedrin, rac.-Ephedrin, Veritol, Pervitin und Benzedrin u. ä. Basen gelang die Darstellung kristallisierter Jodowismutate, die jedoch nicht quantitativ gefällt wurden. Ebenso un-

¹⁾ Vgl. diese Ztschr. 67, 310 [1955].

vollständig ist z. T. die Fällung mit *Marmés*-Reagens (Kaliumjodocadmiat) oder Cadmiumjodid-Lösung. Möglich ist die Bestimmung des Strychnins als krist. $[\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{O}_8\text{N}_2\text{CdJ}_3]$ (maßanalyt. bis herab zu 1 mg). Brucin wird als $[\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{O}_4\text{N}_2\text{CdJ}_3]$ quantitativ gefällt. Auch die China-Alkaloide bilden Jodocadmiate (z. B. Chinin $[\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_4\text{N}_2\text{H}_2(\text{CdJ}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Die maßanalytische Bestimmung ist bis herab zu 1 mg möglich.

H. AUTERHOFF, Würzburg: *Möglichkeiten zur Erkennung und Charakterisierung von Sabadilla- und Veratrum-Alkaloiden*.

Die Al_2O_3 -Chromatographie ermöglichte keine Trennung komplizierter Gemische dieser Alkaloide; sie hat nur die Bedeutung einer reinigenden Filtration. Die leistungsfähigere Silicagel-Chromatographie ist schwer zu reproduzieren. Die Gegenstromverteilung gibt nur gute Trennungen, wenn auf klassischen Wegen vorfraktioniert wird und nicht mehr als 3–4 Komponenten im Gemisch vorliegen. Die Nacharbeitung älterer Vorschriften zur Isolierung der Sabadilla-Nebenalkaloide ergab die Uneinheitlichkeit von „Sabadillin“ und „Sabatin“. „Sabadinin“ ist identisch mit rohem, Äthanol-haltigem Cevagenin. *E. Mercks* Sabadin (1890), das als Original-Präparat zum Vergleich zur Verfügung stand, erwies sich als Gemisch aus Cevin und einem Alkaloid, für das der Name Sabadin bestehen bleiben sollte. Sabatin (*Hennig* u. Mitarb. 1951) ist wahrscheinlich mit Cevacin identisch. An Stelle der genannten, zu streichenden Alkaloide wurden in Nebenalkaloid-Fraktionen nachgewiesen: Dehydro-Cevagenin, Cevagenin, Cevin, viel Veracevin, ein neues genuines Hydroalkamin (ausgeprägtes Maximum bei 240 μm) und restliche Mengen von Cevadin und Veratridin.

Die Veratrum-Alkaloide lassen sich papierchromatographisch mit dem Gemisch Butanol-Eisessig-Wasser nicht trennen; eine Charakterisierung ist aber durch Hydrolyse und Chromatographie der Alkamine möglich. In den Zygadenin-, Veracevin-, Germin- und Protoverin-Reihen haben die Iso-Formen jeweils die kürzesten R_F -Werte, die Pseudo-Formen die längsten, die genuinen mittlere. Es wurden alle 12 Isomere untersucht. Die Protoverin-Alkamine (9 O-Atome) sind hydrophiler als die übrigen Alkamine; am lipophilsten sind die Zygadenin-Alkamine (7 O-Atome).

Veratrum album ist im allgemeinen reicher an Protoveratin und Veratroyl-Zygadenin als *Veratrum viride*, das mehr Jervin enthält (Maximum: 250 μm).

K. MACEK, Prag: *Die Bewertung von Mutterkornalkaloiden in einzelnen Sklerotien*.

Man kann alle Alkaloide, auch partiell synthetisierte, neben einander, selbst in komplizierten Gemischen, mit Ausnahme jedoch der optischen Antipoden der Lysergsäure und einiger Amide dieser Säuren trennen. Es gelang die qualitative und quantitative Bestimmung aller bekannten Alkaloide mit Mengen von nur 50 mg Mutterkorn, bzw. 5–10 mg entfetteten Sklerotiums qualitativ und semiquantitativ. Auszugsmittel: Äther (mit Ammoniak gesättigt) oder ein Gemisch von Chloroform, Methanol und Ammoniak.

Die Bewertung einer großen Anzahl heimischer und fremdländischer Mutterkorn-Sklerotien ergab: Fast alle Sklerotien der Ergotoxin-Gruppe enthalten Ergosin und zeigen starke Unterschiede im Gehalt an Ergokornin, Ergocristin und Ergokryptin. Nur in einigen wenigen Fällen wurde kein Ergosin gefunden. Ergotamin-haltiges Mutterkorn enthält nur Spuren der Ergotoxin-Gruppe. Das wasserlösliche Ergobasin konnte gut erkannt werden. Lysergsäure und Isolysergsäure fanden sich stets nur in sehr geringen Mengen. Es bestehen Anhaltspunkte für das Vorhandensein noch unbekannter alkaloid-artiger Stoffe.

M. SEMONSKY, Prag: *Beitrag zur Chemie der Mutterkornalkaloide*.

Im Rahmen des Studiums der Abhängigkeit der pharmakologischen Wirkung der Lysergsäure-Derivate von ihrer chemischen Struktur und eventuell von den sterischen Verhältnissen der Molekel gelang außer den durch *Stoll* und *Hofmann* beschriebenen beiden Lysergsäure-butanolamiden, dem Methyl-ergobasin und dem Methyl-ergobasin, die Darstellung weiterer stereoisomerer Lysergsäure-butanolamide(-2). Rac. Isolysergsäureazid wurde mit (-)- bzw. (+)-2-Aminobutanol(-1) kondensiert und die Spaltung in die optischen Antipoden über die Di-benzoyl-tartrate erreicht. Durch Epimerisierung ergaben sich die entspr. Lysergsäure-butanolamide.

Die uterotonische (invivo- und invitro)-Wirkung des (+)-Lysergsäure-(-)-butanolamid-(2) ist im Vergleich mit Methylergobasin etwas niedriger. Die übrigen Butanolamide zeigten bei gleicher oder größerer Toxizität geringere Wirkung.

S. PFEIFER, Berlin: Über Narkotolin.

Das 1937 von F. Wrede als entmethyliertes Narkotin erkannte Mohnkapsalkaloid Narkotolin interessiert, weil es als Phenolbase bei der industriellen Darstellung von Morphin aus Mohnkapseln zu dessen Verunreinigung führen kann. Jedoch verbleiben die Salze dieses Nebenalkaloids bei der Kristallisation von Morphin-salzen in der Mutterlauge. Bei der Methylierung von Narkotolin-haltigem Morphin entsteht zwar Narkotin-haltiges Codein, jedoch verbleibt das gebildete Narkotinsalz gleichfalls in der Mutterlauge. — Das Verhältnis Morphin zu Narkotolin ist nicht konstant. In 15 verschiedenen Mohnkapselsorten fanden sich 0,1 und 0,2% Narkotolin (bisherige Annahme 0,05%). Kurz nach der Ernte untersuchte Sorten enthielten im allgm. weniger Narkotolin, als sich in etwa 1–2 Jahren nach der Ernte vorgenommenen Bestimmungen ergab. Narkotolin wird in schwach alkalischer Lösung beim Erwärmen sehr schnell unter Gelbfärbung zersetzt. Auch getrocknete Mohnkapseln enthalten Zersetzungspprodukte des Narkotolins, die ebenso wie Narkotolin selbst die Bestimmung des Morphins in Mohnkapseln stören; bei gravimetrischen Verfahren kompensieren sich die Fehler, während die Ergebnisse kolorimetrischer Verfahren (Nitroso-, Diazo-, Jodsäure-Reaktion) beeinflußt werden. [VB 711]

Institut für Lebensmitteltechnologie und Verpackung Vom 21.–22. Juni 1955 in München

H. D. CREMER, Mainz: Süßwaren und ZahndiseASE.

Auf der 10. wissenschaftlichen Arbeitstagung wurden insgesamt 15 Vorträge gehalten, von denen einige hier, weitere in der Zeitschrift „Chemie-Ingenieur-Technik“ 27, 616 [1955] referiert werden.

Seit man um Beziehungen zwischen Ernährung und Karies weiß, hat man behauptet, vermehrter Zucker- und Feinmehlverbrauch seien für den Anstieg dieser Zahnerkrankung verantwortlich. Ausgedehnte Versuche an der schwedischen Heilanstalt Vipeholm haben aber gezeigt, daß bei Verabfolgung von Zucker zu den Mahlzeiten keine Zahnschäden auftreten. Toffees und klebriges Süßbrot zwischen den Mahlzeiten verabreicht, erwiesen sich jedoch als kariesfördernd. Aus Tierexperimenten ist zu schließen, daß die Karies ausbleibt, wenn die Kost keinerlei Kohlehydrate enthält oder Kohlehydrat-reiche Kost nicht mit den Zähnen in Kontakt kommt (Magensonde). Steril aufgezogene Tiere bekommen keine kariösen Zähne. Fluor sowie andere noch unbekannte anorganische Bestandteile wirken karies-vermindernd. Nicht näher bekannte Inhaltsstoffe von Schokolade und Hefe zeigen den gleichen Effekt. Da man eine Änderung der menschlichen Kostformen wohl kaum erreichen kann, ist es sinnvoller, nach Möglichkeiten zur Erhöhung der Widerstandsfähigkeit der Zähne zu suchen. Unter den in USA neu entwickelten Zahnschutzmitteln scheinen die Fettsäure-Sarcosin-Verbindungen erfolgversprechend zu sein.

L. GÖRNHARDT, München: Zur Frage der Auslösbarkeit monomolekularer Weichmacher bei Lebensmittelverpackungen.

Die Wanderungstendenz von Weichmachern wird für technische Zwecke durch den „Sandwich-test“ erfaßt, d. h. durch die Abwanderung von Weichmachern aus Weichfolie in Hartfolie oder geeignete Lackierungen unter Druck. Die Bindung von Weichmachern im Kunststoff scheint stark vom absoluten Weichmachergehalt abzuhängen, so daß z. B. ein Kunststoff geringeren Weichmachergehaltes bei Extraktion mit Petroläther einen höheren Prozentsatz an Weichmacher zurückhält als ein Kunststoff hohen Weichmachergehaltes. Eine Beurteilung der Auslösbarkeit in Lebensmitteln muß am System Folie — Lebensmittel selbst untersucht werden. Die Probe-Folien wurden in Speiseöl (Erdnußöl) gelagert und die Auslösung von zwei verschiedenen Weichmachertypen (Phthalat und Phosphat) gewichtsanalytisch durch direkten Gewichtsverlust der Folie und Extraktgewicht, sowie durch Reinheitsbestimmungen der Folienextrakte mit UV-Analyse und Bestimmung der Jodzahl als Prüfung auf möglichen Ölgehalt verfolgt. Dieser Weg scheint analytisch aussichtsreicher als die direkte Erfassung der in das Fett übergegangenen Weichmacheranteile.

Die Gewichtsverluste der 30% ig weichgemachten Folien nach 12tägiger Lagerung in Öl lagen mit rund 15% (Phthalat) und 17% (Phosphat) in der gleichen Größenordnung. Die Analyse des Extraktgehaltes ergab jedoch, daß durch Austausch von Weichmacher gegen Öl der restliche Weichmachergehalt der Folie nur noch bei 2% (Phthalat) bzw. 14% (Phosphat) lag. Der Rest des Weichmachers war durch die Aufnahme von Öl in die Folie ersetzt worden. Die Form der UV-Absorptionskurven im Gebiet von 265–285 mμ der in Hexan gelösten Folienextrakte ließ die zunehmende Beimengung von Öl zum Weichmacher als Deformation des Kurvenverlaufs erkennen.

Für Folien niedrigeren Weichmachergehalts scheinen die Verhältnisse in Bezug auf Auslösbarkeit und Austauschbarkeit der Weichmacher durch Öl wesentlich günstiger zu liegen. Die Arbeiten werden in dieser Richtung fortgesetzt.

M. LAUBMANN, München: Moderne Schädlingsbekämpfung in Lebensmittelbetrieben.

An neueren Methoden zur Bekämpfung von Schadinsekten und deren Larven sind anzuführen: Hochfrequenzbehandlung, Einwirkung von γ -Strahlen, Röntgenstrahlen und Elektronenstrahlen, deren generelle Anwendung infolge hoher Betriebskosten sehr erschwert wird. Die bekannten organischen Insektizide haben sich als Streupulver, Gieß-, Spritz- und Sprühmittel bzw. in Form von Aerosolen bewährt.

Zur Begasung werden Blausäure, Äthylenoxyd und Acrylnitril, bei fettfreien Lebensmitteln Methylbromid verwendet.

[VB 703]

Rundschau

Bessere flüssige Szintillationszähler behandeln M. Furst, H. Kallmann und F. H. Brown. Zur Neutronen-Zählung werden Bor-haltige Phosphore benötigt. Der Zusatz von Boralkylen zu den üblichen Phosphoren (z. B. 2,5-Diphenyloxazol in Xylo) wirkt stark fluoreszenzlöschend. In Bor-haltigen Systemen hat Naphthalin bessere Energie-übertragende Eigenschaften als Xylo. Deshalb ist zur Neutronen-Zählung folgende Mischung vorzuziehen: 5 g 2,5-Diphenyloxazol in 1 l einer Lösung von 26% Naphthalin in Trialkylborat. Wasser löst ebenfalls in flüssigen Szintillationszählern die Fluoreszenz. Deshalb ist es oft schwierig, nur in wässrigen Systemen lösliche, radioaktive Stoffe in flüssigen Szintillationszählern nachzuweisen. Hierfür wird folgende Lösung vorgeschlagen: 10 g 2,5-Diphenyloxazol in 1 l Mischung aus 200 g Wasser, 800 g Dioxan und 100 g Naphthalin. (Nucleonics 13, 4, 58 [1955]). —Sf. (Rd 575)

Die Bestimmung kleiner Gallium-Gehalte gelang H. Onishi und E. B. Sandell mit Hilfe von Rhodamin B. Zur Abtrennung von begleitenden Elementen wird Gallium aus 7 m salzsaurer Lösung, in die zur Reduktion von Fe(III) usw. etwas Ti(III)-Chlorid-Lösung gegeben wurde, mit Isopropyläther extrahiert. Vor Gebrauch wird der Äther von Peroxyden befreit und mit Salzsäure (1:1) durchgeshüttelt. Nach dem Abdampfen des Ätherextraktes wird der Rückstand mit 5 ml 6 m Salzsäure aufgenommen. Man gibt 0,1 ml 10 proz. wässrige Hydroxylamin-hydrochlorid-Lösung und 0,40 ml Rhodamin B-Lösung (0,50 g in 100 ml Salzsäure 1:1) zu, mischt durch und extrahiert mit 10,0 bzw. 5,0 ml Benzol. Die Extinktion des Benzol-Extraktes wird bei 565 mμ

gemessen. Derart können 0,5–10 μ g Gallium neben 100 mg Eisen und einer größeren Zahl anderer Elementen, darunter Aluminium, Thallium und Antimon, bestimmt werden. Der molare Extinktionskoeffizient beträgt etwa 60000 für das Rhodamin B-Chlorogallat, jedoch läßt sich Gallium unter den beschriebenen Bedingungen nur unvollständig extrahieren. Es ist deshalb ein genaues Einhalten definierter Volumina an 6 m HCl und Benzol erforderlich. Der Fehler der Gallium-Bestimmung in dem genannten Bereich beträgt etwa 0,05 μ g Ga. Eine etwas größere Empfindlichkeit der Gallium-Bestimmung kann man erreichen, wenn man den Fluoreszenzeffekt mißt, den man bekommt, wenn die benzolische Lösung mit UV-Licht bestrahlt wird. Es lassen sich auf diese Weise einige Zehntel μ g mit einer Genauigkeit von etwa 10% bestimmen. (Analytica chim. Acta 13, 159 [1955]). —Bd.

(Rd 626)

Ein Verfahren zur schnellen Bestimmung von Perchlorat beschreiben N. L. Crump und N. C. Johnson. Sie erreichen eine schnelle und quantitative Überführung des als Perchlorat vorliegenden Chlors in Chlorid durch Schmelzen der Probe mit Natriumperoxyd in der Parr-Bombe. In die Bombe werden 0,1 bis 0,2 g Probe zusammen mit etwa 5 g Natriumperoxyd gegeben und, nachdem verschlossen wurde, 1–2 min kräftig durchgeschüttelt. Die gute Durchmischung ist entscheidend für das vollständige Ablaufen der gewünschten Umsetzung. Man erhitzt den Boden des Schmelzgefäßes 4–5 min mit dem Gebläse, aus Sicherheitsgründen hinter einem Schutzschild. Nach dem Abkühlen der Bombe, was man durch Kühlen mit Wasser beschleunigen kann,