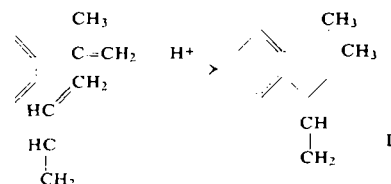


sierung der primär entstandenen Kohlenwasserstoffe, etwa zu 1-Phenylbuten-(1), findet unter den Reaktionsbedingungen nicht statt. Die Alkenylierung des Toluols bzw. der Xylole führt zu den entsprechenden o- bzw. p-Substitutionsprodukten.

Bei der Umsetzung von Styrol bzw.  $\alpha$ -Methylstyrol erfolgt Ringschluß unter Ausbildung eines Vinylindan-Systems, das je nach den Reaktionspartnern, zu denen neben Butadien auch Isopren gehört, verschiedenartig substituiert ist. So entsteht z. B. aus  $\alpha$ -Methylstyrol und Butadien 1.1-Dimethyl-3-Vinylindan (I),  $K_{p760}$  221,28 °C,  $n_D^{20} = 1,5197$ .



### Neues Veresterungsverfahren für Terephthalsäure in der Wirbelschicht

R. Novotny, Essen

Es wurde ein kontinuierliches Verfahren zur Veresterung von Terephthalsäure mit Methanol in einer Wirbelschicht in Gegenwart von Katalysatoren entwickelt. Als Katalysator mit den optimalsten Eigenschaften wurde ein oberflächenaktives Kieselgel ermittelt, das im Gemisch mit Terephthalsäure bei 280–290 °C und Atmosphärendruck durch überhitztes Methanol als Wirbel- und Reaktionsgas im Reaktor im Zustand des Wirbelns gehalten wird. Bei der in zwei Stufen ablaufenden katalytischen Reaktion wird zunächst die Terephthalsäure zum Terephthalsäure-monomethylester umgesetzt, der anschließend in der Gasphase am Kontakt zum Terephthalsäure-dimethylester reagiert. Das aus dem Wirbelschichtreaktor entweichende Gasgemisch von Dimethylterephthalat, Methanol und Reaktionswasser kann durch frak-

tionierte Kondensation in Terephthalsäure-dimethylester und Methanol/Wasser getrennt werden.

Der wesentliche Vorteil dieses Verfahrens liegt vor allem in der Möglichkeit einer kontinuierlichen Veresterung unter Atmosphärendruck, dem hohen Umsatz an Terephthalsäure (1500 g Terephthalsäure/l Kontakt·h), der nahezu quantitativen Ausbeute an Terephthalsäure-dimethylester sowie dem außerordentlich niedrigen Gehalt an Monoester im Reaktionsprodukt.

### Benzolgewinnung durch Dealkylieren von Toluol. Das Shell-Bextol-Verfahren

E. F. Roelofsen, Den Haag

Die Benzolzerzeugung durch thermische und katalytische Hydrodealkylierung von Toluol wurde im Laboratorium und in einer halbertechnischen Anlage untersucht. Die thermische Reaktion verläuft bei Gegenwart von überschüssigem Wasserstoff zur Hauptsache nach folgender Geschwindigkeitsgleichung.

$$\frac{d[\text{Toluol}]}{dt} = -k [\text{Toluol}] [\text{H}_2]^{1/2}$$

Der katalytische Prozeß, der technisch vorteilhafter erscheint als der thermische Prozeß (keine Kohleabscheidung, geringere Mengen an schweren Kondensationsprodukten), wurde zum großtechnischen „Bextol-Prozeß“ ausgearbeitet. In der großtechnischen Anlage wird ein hoher Wasserstoff-Partialdruck im Reaktor aufrecht erhalten, indem man wasserstoff-reiches Gas im Kreislauf führt. Das bei der Reaktion entstehende Methan wird aus dem Kreislaufgas zum großen Teil durch einfache Ölwäsche entfernt. Durch Tonerde-Behandlung und konventionelle Destillation wird das Benzol auf Nitration-grade-Qualität (ASTM und NBA) gereinigt.

Bei einem Wasserstoff-Verbrauch von nur 2 Mol/Mol erzeugtes Benzol erhält man das Benzol in einer Ausbeute von 96 % (Nitration-grade-Qualität), wenn man von Toluol-Extrakt aus einem katalytischen Reformat ausgeht. [VB 545]

## RUNDSCHAU

**Heptalen (I)**, die lange gesuchte bicyclische Verbindung mit  $4n\pi$ -Elektronen ( $n = 3$ ), konnte von H. J. Dauben jr. und D. J. Bertelli dargestellt werden. Eine eisgekühlte, etwa 0,005 m Lösung von 1-Heptalenium-tetrafluoroborat [I] in  $\text{CHCl}_3$  wurde mit überschüssigem Trimethylamin (gelöst in  $\text{CHCl}_3$ ) versetzt. Nach Abfiltrieren des Trimethylammonium-tetrafluoroborats und chromatographischer Aufarbeitung wurde I als dunkelgelbes bis rotbraunes, viscoses Öl isoliert, das auch bei -78 °C nicht kristallisierte. Die Verbindung polymerisiert an der Luft oder bei gelindem Erwärmen, ist aber unter Luftausschluß in Substanz bei -78 °C, in verd. Lösung auch bei +25 °C, relativ stabil. Die Struktur wird besonders durch das

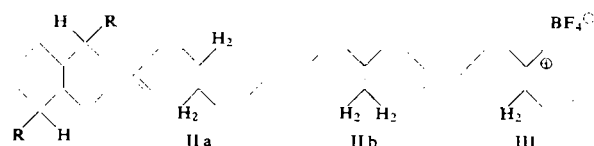


Protonenresonanzspektrum (typisches  $\text{AB}_2\text{X}_2$ -Spektrum mit Absorptionen nur im „Vinyl“-Bereich) sowie durch die Rückprotonierung zum 1-Heptalenium-Ion beim Behandeln der Cyclohexan-Lösung mit konz. Schwefelsäure bewiesen, ferner durch die katalytische Hydrierung zu Bicyclo[5.5.0]dodecan. Mit Brom bildet I rasch einen wasserlöslichen, gelben Niederschlag, offenbar Bromheptalenium-bromid. Die bisher untersuchten Eigenschaften zeigen für I eher den Charakter eines cyclischen Polyens als den eines aromatischen Systems an. / J. Amer. chem. Soc. 83, 4659 (1961) / -Ko.

[Rd 19]

[1] H. J. Dauben u. D. J. Bertelli, J. Amer. chem. Soc. 83, 4657 (1961), vgl. die folgende Notiz.

**Das 1-Heptalenium-Ion** wurde von H. J. Dauben jr. und D. J. Bertelli als Tetrafluoroborat synthetisiert: 1,5-Naphthalindicarbonsäure wurde mit  $\text{Na/C}_2\text{H}_5\text{OH}$  in flüss.  $\text{NH}_3$  bei -78 °C zu 1,4,5,8-Tetrahydronaphthalin-1,5-dicarbonsäure (Ia) reduziert. Weitere Reduktion mit  $\text{LiAlH}_4$  ergab das Diol Ib (Fp 73–75 °C), welches in das Ditosylat Ic (Fp 114–117 °C, Zers.) übergeführt wurde. Die solvolytische Umlagerung von Ic in reiner Essigsäure in Gegenwart von  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  nach der Ringerweiterungsmethode von Nelson et al. [2] lieferte ein



Ia: R = COOH  
Ib: R =  $\text{CH}_2\text{OH}$   
Ic: R =  $\text{CH}_2\text{OTos}$

Gemisch von 1,5- und 1,10-Dihydroheptalen (IIa und b) als gelbliches, an der Luft polymerisierendes Öl. Bei Behandlung mit Triphenylmethyl-tetrafluoroborat geht das Gemisch aus IIa und IIb rasch unter Hydridionen-Abspaltung in 1-Heptalenium-tetrafluoroborat (III) über, leuchtend gelbe Würfel, die an der Luft mäßig stabil sind. Die Struktur wird u. a. durch das Protonenresonanzspektrum bewiesen. Das 1-Hepta-

[2] N. A. Nelson, J. H. Fassnacht u. J. U. Piper, J. Amer. chem. Soc. 83, 206 (1961).

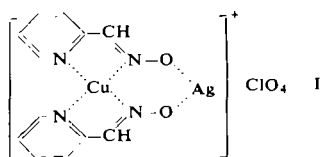
lenium-Ion ( $pK_A \approx 7$ ) ist wesentlich stabiler als das verwandte 1-Azulenium-Ion ( $pK_A \approx -1$ ). / J. Amer. chem. Soc. 83, 4657 (1961) / -Ko. [Rd 21]

**Die Unordnung im festen Distickstoffmonoxyd** wurde von W. C. Hamilton und M. Petrie durch Neutronenbeugungsmessungen direkt bewiesen und damit die Folgerung aus der Nullpunktsentropie (1,14 cal/Grad·Mol) bestätigt. Da die gemessene Beugungskurve mit den berechneten Kurven für das ungeordnete wie für das geordnete Gitter recht gut übereinstimmt, wurde die Entscheidung auf Grund fehlender Reflexe getroffen. Der 110-Reflex, welcher nur im geordneten, nicht aber im statistisch-ungeordneten Gitter (Raumgruppe Pa3) auftreten darf, fehlt in der gemessenen Kurve. / J. phys. Chem. 65, 1453 (1961) / -Ko. [Rd 986]

**Einen Wolfram-Widerstandsofen für 2700 °C** beschrieben J. F. Bacon, R. D. Veltri und J. Y. Whittier. Es ist eine Neukonstruktion des im Prinzip bekannten elektrischen Vakuumofens mit Heizelementen aus Wolfram, der leicht aus handelsüblichem Material hergestellt werden kann, in Inneren gut zugänglich ist, die Einführung von Zusatzeinrichtungen erlaubt und einfach und sicher zu bedienen ist. Der Heizraum ist rechtwinklig prismatisch. Seine Seitenwände werden von 4 getrennten Streifen aus Wolframblech oder Tantalblech gebildet, die mit verdickten Enden in Kontakte eingesetzt sind. Strahlungsbleche umgeben die Anordnung. Es wurden Temperaturen bis 2700 °C erreicht, wozu ein Strom von 13 Volt und 4600 Amp erforderlich ist. Das mit einem kräftigen Pumpensystem im Ofeninneren aufrecht erhaltene Vakuum beträgt im kalten Zustand  $10^{-7}$  Torr, bei der Maximaltemperatur von 2700 °C noch  $3 \cdot 10^{-5}$  Torr. Die Temperatur der erhitzten Substanzprobe wird pyrometrisch gemessen. / IUPAC-Sympos. High Temp. 1961 Montreal / -Br. [Rd 999]

**Gewinnung von Calciumtitanat Einkristallen.** Während bisher die natürlichen und synthetisierten Kristalle von Perowskit fast stets Zwillinge waren, gelang es L. Merker durch eine modifizierte Flammenschmelzmethode echte Perowskit-Einkristalle hoher Reinheit bis zu 25 mm Länge und 12 mm Dicke zu erzeugen. Er ging von Calciumtitanyloxalat aus, das aus Calcium- und Titanchloridlösung mit Ammonoxalat ausgefällt und bei 1000 °C in Calciumtitanat verwandelt wurde. Mit diesem Produkt speiste er einen Flammenschmelzofen vom Verneuil-Typ, bei dem eine zusätzliche äußere Heizung es erlaubte, den Temperaturgradienten an dem Schmelzkern während und besonders nach dem Schmelzen klein zu halten und durch ein nachfolgendes Glühen bei 1700 °C Zwillingsbildungen und innere Spannungen völlig zu beseitigen. Die erhaltenen Körper sind streng einkristallin und chemisch sehr rein; sie lassen sich schleifen und polieren, ohne zu splintern. / IUPAC-Sympos. High Temp. 1961 Montreal / -Br. [Rd 998]

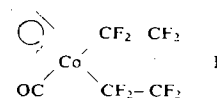
**Ein hetero-binucleares Chelat mit Silber(I) und Kupfer(II)** synthetisierten C. H. Liu und Ch. F. Liu. Bis-(pyridin-2-aldoxim)-kupfer(II) wurde in wäßriger Lösung mit einem geringen Überschuß an Silbernitrat und Natriumperchlorat



versetzt. Nach Erwärmen und langsamem Neutralisieren mit NaOH (End-pH = 7,2) entstand der zweikernige Komplex I als grüner Niederschlag. / J. Amer. chem. Soc. 83, 4167 (1961) / -Ko. [Rd 7]

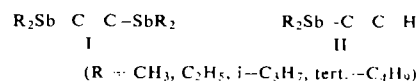
**Ein Derivat des Kobalta-cyclopentan-Systems** erhielten T. D. Coyle, R. B. King, E. Pitcher, S. L. Stafford, P. Treichel und F. G. A. Stone bei der Reaktion von Cyclopentadienylkobaltdicarbonyl mit Tetrafluoräthylen. Die Reaktion wurde

im Autoklaven in Cyclohexan als Lösungsmittel ausgeführt (20 h/160 °C). Struktur I wird durch das IR- sowie besonders

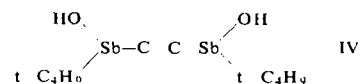


durch das  $^{19}\text{F}$ - und  $^1\text{H}$ -Kernresonanzspektrum bewiesen. Das  $^{19}\text{F}$ -Spektrum besteht aus zwei Liniengruppen ( $\delta$ : 67,5 und  $\delta$ : 135 ppm gegen  $\text{CFCl}_3$ ). Das 67,5 ppm-Multiplett, das den  $\alpha$ -Fluor-Atomen entspricht, zeigt, daß die auf verschiedenen Seiten des Rings liegenden Fluor-Atome infolge der Unsymmetrie des Moleküls nicht äquivalent sind. Das  $^1\text{H}$ -Spektrum besitzt nur eine Linie, d. h. alle Protonen sind äquivalent. / J. inorg. nucl. Chem. 20, 172 (1961) / -Ko. [Rd 6]

**Bis-(dialkylantimon)-acetylene (I) und Dialkylantimon-acetylene (II)** stellten Hellmut Hartmann und G. Köhl ausgehend von Dialkylantimonhalogeniden (III) dar. Wird III mit Acetylen-bis-magnesiumhalogenid oder mit Natriumacetylid



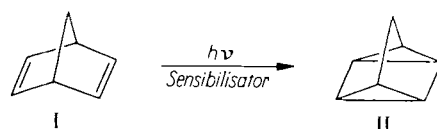
in flüss.  $\text{NH}_3$  umgesetzt, so entstehen die zweifach substituierten Acetylene. Wird die Umsetzung mit Natriumacetylid in Tetrahydrofuran vorgenommen (wo das Acetylid nur wenig löslich ist), so können die monosubstituierten Acetylene abgefangen werden. I und II sind (mit Ausnahme des kristallinen Bis-(di-tert.-butyl-antimon)-acetylens) farblose Öle, die sich in organischen Lösungsmitteln lösen. Hydrolyse ergibt Acetylen; lediglich vom tert.-Butyl-Derivat vom Typ I wird an jedem Antimon-Atom eine tert.-Butyl-Gruppe unter Bildung von IV abhydrolysiert. Methylierung von I ( $\text{R} = \text{CH}_3$ )



mit  $\text{CH}_3\text{J}$  gibt ein quartäres Antimon-Salz, im Falle von I ( $\text{R} = \text{C}_2\text{H}_5$  bzw.  $i\text{-C}_3\text{H}_7$ ) wurde das diquartäre Salz gebildet. / Z. anorg. allg. Chem. 312, 186 (1961) / -Ko. [Rd 9]

**Gasförmiges  $\text{SNCl}$**  entsteht durch Erhitzen von  $\text{N}_3\text{S}_3\text{Cl}_3$  im Hochvakuum auf 110 °C. Es weist eine grüngelbe Farbe auf, zeigt im NaCl-Bereich des IR-Spektrums eine dem SNF sehr ähnliche Bande bei  $1330\text{ cm}^{-1}$  und liefert bei der Hydrolyse mit NaOH quantitativ  $\text{Cl}^-$ -Ionen und  $\text{NH}_3$ .  $\text{SNCl}$  polymerisiert schon bei Raumtemperatur rasch zu  $\text{N}_3\text{S}_3\text{Cl}_3$ . Es bildet sich auch bei der Herstellung des letzteren durch Einleiten von  $\text{Cl}_2$  in eine Lösung von  $\text{S}_4\text{N}_4$  in  $\text{CCl}_4$ . / Naturwissenschaften 48, 620 (1961) / -Ma. [Rd 973]

**Über photosensibilisierte Cycloadditionsreaktionen von Dienen** berichten G. S. Hammond, N. J. Turro und Alfred Fischer. Butadien ergibt bei UV-Bestrahlung in Gegenwart von Benzil, 2,3-Pentandion, Acetophenon und anderen Sensibilisatoren cis- und trans-1,2-Divinyl-cyclobutan und 4-Vinyl-cyclohexen. Das Produktverhältnis hängt in starkem Maße vom Sensibilisator ab. Die Methode ist speziell zur präparativen Darstellung von trans-1,2-Divinyl-cyclobutan geeignet; man arbeitet bei  $-10^\circ\text{C}$  mit 2,3-Pentandion als Sensibilisator, erhitzt nach Abtrennung des letzteren 3 h auf  $120^\circ\text{C}$  (hierbei geht das cis-Isomere in 1,5-Cyclooctadien



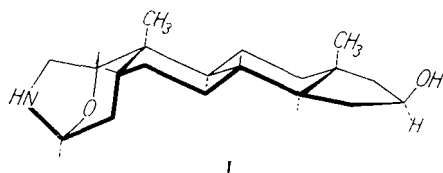
über) und fraktioniert (Ausb. ca. 37%). Norbornadien (I) läßt sich unter ähnlichen Bedingungen (Isopentan-Lösung, Aceton, Acetophenon oder Benzophenon als Sensibilisator) in einer inneren Addition in Quadricyclen (II) umwandeln.

II,  $K_{p740}$  108 °C,  $n_D^{20} = 1,4830$ , wurde vor allem durch das Protonenresonanzspektrum charakterisiert. Es wandelt sich bei 140 °C langsam wieder in Norbornadien um. / J. Amer. chem. Soc. 83, 4674 (1961) / -Ko. [Rd 20]

**Cyclo-oktatetraene durch Photoaddition von Acetylenen an Benzol** synthetisierten D. Bryce-Smith und J. E. Lodge. Bestrahlung von Propiolsäure-methylester (5 g) in Benzol unter  $N_2$  (20 h, 53 °C) lieferte Cyclo-oktatetraencarbonsäure-methylester (0,8 g). Analog wurde aus Acetylendicarbonsäure-dimethylester (4 g) Cyclo-oktatetraen-1.2-dicarbonsäure-dimethylester, Fp 109,5–110,5 °C, gelb (2 g), erhalten. Phenylacetylen (7 g) ging unter gleichen Bedingungen in Phenylcyclo-oktatetraen (0,2 g) über. Acetylen selbst addiert sich unter den Bedingungen nur schwer an Benzol. Nach Bestrahlung von Benzol in Acetylen-gesättigtem Aceton (52–56 °C) war Cyclo-oktatetraen nur spurenweise gaschromatographisch feststellbar. / Proc. chem. Soc. (London) 1961, 333 / -Ma. [Rd 980]

**Ein einfacher Weg zum Cycloundecan-System** besteht in der von W. Ziegenbein untersuchten Favorskii-Umlagerung von  $\alpha$ -Brom- (I) und  $\alpha,\alpha'$ -Dibrom-cyclododecanon (II). I ergibt mit KOH in  $i$ -C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>OH Cycloundecan-carbonsäure in 65 % Ausbeute. (Mit wäßrigem KOH entstand dagegen hauptsächlich 1-Hydroxy-cyclododecanon-(2).) II wird von wäßrigem und von alkalischem KOH zu Cycloundecen-(1)-carbonsäure-(1) umgelagert (Fp 136–137 °C, Ausb. ca. 70 %). Katalytische Decarboxylierung dieser Verbindung liefert ein Gemisch aus cis- und trans-Cycloundecen mit überwiegendem trans-Anteil. / Chem. Ber. 94, 2989 (1961) / -Ko. [Rd 8]

**Konstitution und Konfiguration des Samandarins (I)**, des Hauptalkaloids aus der Haut des Feuer- und des Alpensalamanders, klärten E. Wölfel, C. Schöpf, G. Weitz und G. Habermehl röntgenographisch auf. Untersucht wurden Einkristalle der monoklinen Modifikation der Hydrohalogenide; das Phasenproblem wurde nach der Methode des schweren Atoms und der Methode des isotypen Ersatzes gelöst. Verfeinerungen und schließlich eine dreidimensionale Fourier-Synthese wurden für das Hydrobromid berechnet. Es ergab



sich die bereits früher auf Grund von Abbauprüfungen vermutete konstitutionelle Verwandtschaft zu den Steroiden. Die Ringe B, C und D des Steroid-Gerüsts sind unverändert, Ring A ist zwischen C<sub>2</sub> und C<sub>3</sub> durch eine -NH-Gruppe zu einem Siebenring erweitert, und zwischen C<sub>1</sub> und C<sub>3</sub> befindet sich eine Ätherbrücke (Formel I). Im Kristall werden benachbarte Moleküle durch Wasserstoff-Brücken vom O-Atom der OH-Gruppe über das Br<sup>-</sup>-Ion zum N-Atom verbunden. / Chem. Ber. 94, 2361 (1961) / -Ko. [Rd 987]

**Mono- und Dimethyltaurin in der Tierwelt** fanden erstmalig D. Ackermann und R. Pant. Die bisher nur aus Rotalgen bekannten Aminosäuren wurden im Schwamm *Calyx nereis* papierchromatographisch nachgewiesen. Das Monomethyl-Derivat kommt neben Taurin in großen Mengen vor, die eine Isolierung ermöglichen. / Naturwissenschaften 48, 646 (1961) / -De. [Rd 965]

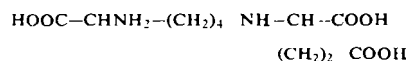
**Die Acylierung aromatischer Ringsysteme in Gegenwart von Orthophosphat** ist nach C. J. Schoot, J. J. Ponjeé und K. H. Klaassens über die Stufe gemischter Anhydride der Phosphorsäure möglich. Orthophosphate von Ag, Zn, Cd, Sn, Pb und Al liefern mit Säurechloriden zunächst Triacylorthophosphate. Diese disproportionieren unter Bildung gemischter Anhydride der Phosphorsäure, welche mit den Aromaten weiterreagieren. Man erhielt in Gegenwart von Ag<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> aus

Benzoylchlorid mit Anisol 4-Methoxy-benzophenon (60 %), mit Mesitylen 2.4.6-Trimethyl-benzophenon (50 %), mit Diphenylenoxyd 3-Benzoyl-diphenylenoxyd (63 %), mit Thiophen 2-Benzoyl-thiophen (60 %), aus 2-Chlor-benzoylchlorid und Anisol 2-Chlor-4-methoxybenzophenon (60 %). / Rec. Trav. chim. Pays-Bas 80, 1084 (1961) / -De. [Rd 967]

**Die Giftigkeit des Toxoflavins (I)**, eines von *Pseudomonas cocovenans* gebildeten Antibiotikums starker Toxizität (LD 50 bei Mäusen: i.v. 1,7 mg/kg, oral 8,4 mg/kg) konnte von H. E. Latuasan und W. Berends geklärt werden. I wirkt als Elektronenüberträger (Nebenweg des Cytochrom-Systems) und liefert als Endprodukt des Elektronentransfers H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, ein starkes Gift für Zellen mit Katalasemangel. Die Leistungsfähigkeit von I, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zu produzieren, hängt mit der stark antibiotischen Aktivität und dem Giftcharakter der Verbindung ursächlich zusammen. Anaerobe Züchtung von *E. coli* und *Str. lactis* führte in Gegenwart von I nicht zur H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Bildung und damit zu keiner Schädigung. / Biochim. Biophys. Acta 52, 502 (1961) / -De. [Rd 964]

**Capromycin, ein neues Antibioticum des Peptid-Typs**, isolierten E. B. Herr, jun., M. E. Haney, jun., und G. E. Pittenger aus der Kulturlösung eines *Streptomyces capreolus*-Stamms. Säurehydrolyse gab 5 Aminosäuren: Alanin, Serin, 2.3-Diaminopropionsäure,  $\beta$ -Lysin und eine Arginin analoge Aminosäure. Chemische Eigenschaften und kernmagnetische Resonanz deuten auf die Konstitution eines  $\alpha$ -(2-Iminohexahydro-4-pyrimidyl)-glycins hin. Capromycin, C<sub>25-27</sub> H<sub>53-57</sub> N<sub>13-14</sub> O<sub>9-10</sub>, ist vorzugsweise gegen Mycobakterien wirksam. Es ist in vivo bei der experimentellen Tuberkulose der Maus aktiv. In Capromycin-haltigem Medium entwickeln Mycobakterien langsam eine Resistenz. Das neue Antibioticum ist gegenüber streptomycin-resistenten Mycobakterien wirksam. / 140. Meeting Amer. chem. Soc. 1961, 49C / -Ma. [Rd 981]

**Saccharopin, eine neue Aminosäure**, wurde von S. Darling und P. O. Larsen aus Bäcker- und Brauereihefe mit 0,15 bzw. 0,25 % Ausbeute isoliert und von A. Kjaer und P. O. Larsen strukturell aufgeklärt. Saccharopin (I), C<sub>11</sub>H<sub>20</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>, farblos, Fp 257–259 °C (Zers.),  $[\alpha]_D^{25} = -33,6^\circ$  (c 1,0, 0,5 n HCl);  $-8,1^\circ$  (c 2,2, 0,5 n NaOH) konnte durch Strecker-Synthese aus N<sup>2</sup>-(p-Toluolsulfonyl)-L-lysin, KCN und 2-Oxoglutar-säure, saure Hydrolyse, Decarboxylierung und Entfernen der Schutzgruppe dargestellt werden. Das als Diastereomeregemisch anfallende synthetische Produkt kann in L-(I) und D-allo-(I) getrennt werden. Das IR-Spektrum des Naturproduktes stimmt mit L-(I) überein. Es wird folgende Struktur angenommen:



/ Acta chem. scand. 15, 743, 750 (1961) / -De. [Rd 968]

**Der Verlauf einer Vergiftung durch Diäthylenglykol** wurde von H. Patscheider und H. Hetzel untersucht. Nach dem Trinken von einem Liter Diäthylenglykol, der zehnfachen letalen Dosis, trat sehr bald eine tiefe Bewußtlosigkeit ein. Außerdem verliefen alle Reflexprüfungen negativ. Der Tod trat nach 33 h ein. Die Sektion ergab Schädigungen des Zentralnervensystems wie sie für Sauerstoff-Mangel typisch sind. In mehreren Teilen des Gehirnes war eine starke Ödembildung festzustellen. Der Grad der Gewebsschädigungen im Gehirn entspricht der verschiedenen Empfindlichkeit der einzelnen Gehirnteile gegen Sauerstoff-Mangel. Diese Durchblutungsstörungen werden wahrscheinlich durch einen Angriff des lipidlösenden Diäthylenglykols auf die Wände der zuführenden Blutgefäße verursacht. Unter Durchtritt der weißen Blutkörperchen in die Gefäßumgebung entsteht dort ein Ödem. Die histologischen Veränderungen entsprechen einer Gehirnentzündung. Die Theorie, daß Diäthylenglykol erst nach Oxydation zu Oxalsäure schädigend wirkt, konnte nicht bestätigt werden. / Arch. Toxikologie 19, 143 (1961) / Re. [Rd 985]