

Rückstand, die in einer kleinen Kolonne mit 100 mg aktivem Kupfer entzweifelt und an 2 g Silikagel (Merck, 0,05–0,2 mm) aufgetrennt wurden. Eluierten mit 50 ml Petroläther ergab die Kohlenwasserstoff-Fraktion, ca. 0,5 mg. Das Gaschromatogramm (Abb. 1a) zeigt vier Hauptbestandteile im Verhältnis 1:1:2,4:2^[5].

50 g getrockneten, frisch gesammelten Waldschachtelhals (Equisetum sylvaticum L.) wurden mit 500 ml Benzol unter Ultraschall extrahiert. Aus dem Extrakt wurde durch Säulenchromatographie die Kohlenwasserstoff-Fraktion (18 mg) isoliert. Das Gaschromatogramm (Abb. 1b) der Fraktion zeigt die gleichen vier Hauptkomponenten in fast gleichem Verhältnis, nämlich 1:1:2,4:1,3^[**].

Mit Hilfe der gaschromatographischen Retentionszeiten^[6], des Massenspektrums und des Einschlusses in Linde-Molekularsieben (5 Å, 6 Std. in siedendem Isooctan) wurden die Verbindungen als die normalen Kohlenwasserstoffe n-C₂₃H₄₈, n-C₂₅H₅₂, n-C₂₇H₅₆, und n-C₂₉H₆₀ identifiziert. Im Extrakt des frischen Schachtelhals sind die zahlreichen geringeren Bestandteile der fossilen Pflanze nicht enthalten.

Damit wurden zum ersten Mal die gleichen Verbindungen aus einer lebenden und einer fossilen Pflanze isoliert, und

[*] Prof. G. Ourisson und Dr. H. Knoche
Université de Strasbourg, Institut de Chimie,
Laboratoire attaché au C.N.R.S.
1, rue Blaise Pascal, Strasbourg (France)

der Beweis erbracht, daß Kohlenwasserstoffe auch über den langen Zeitraum von 200 Millionen Jahren im Fossil unverändert erhalten bleiben können.

Eingegangen am 13. Oktober 1967 [Z 636]

[1] 1. Mitteilung. — Diese Arbeit wurde im Rahmen des Forschungsprogramms D.G.R.S.T. Nr. 64-FR-058 durchgeführt. — Wir danken den Herren L. Grauvogel und J.-C. Gall für die Hilfe beim Sammeln der Fossilien und Herrn Dr. Vetter, Hoffmann-La Roche, Basel, für die Aufnahme des Massenspektrums.

[2] W. P. Schimper u. A. Mousset: Monographie des plantes fossiles du grès bigarré de la chaîne des Vosges. Wilhelm Engelmann, Leipzig 1844.

[3] R. Hegnauer: Chemotaxonomie der Pflanzen. Birkhäuser, Basel, Stuttgart 1962, Bd. I.

[4] R. Brandt u. G. Ourisson, unveröffentlicht.

[5] Bedingungen: Gaschromatograph Perkin-Elmer 226, 1,5 % SE 30 auf Aeropack 30, 80/100 mesh, 1,80 m lang, Ø 3 mm, Programm 6,25 °C/min, 100–290 °C, 30 ml He/min.

[6] Kapillarsäule 0,025 mm, 50 m, SE 30, 240 °C, 1,6 ml He/min, Retentionszeiten: Benzol, 3,9 min, n-C₂₃ 9,3 min, n-C₂₅ 13,5 min, n-C₂₇ 31 min, n-C₂₉ 33,8 min.

[**] Anmerkung bei der Korrektur: inzwischen wurde frischer Wiesenschachtelhalm auf Alkane untersucht; K. Stransky, M. Streibl u. V. Herout, Collect. czechoslov. chem. Commun. 32, 3213 (1967), finden in Equisetum palustre L. für n-C₂₃: n-C₂₅: n-C₂₇: n-C₂₉ ein Verhältnis von etwa 1:1:3:0,5.

LITERATUR

Chemistry and Physics of Carbon, Vol 1. u. 2. Herausgeg. von P. L. Walker jr. Marcel Dekker, Inc., New York 1966. 1. Aufl., XV, 382 S., 384 S., zahlr. Abb. u. Tab., geb. \$ 13.75.

Kohlenstoff wird oft als einer der altbekannten und zugleich neuesten technisch verwendeten Stoffe bezeichnet. Damit soll die klassische Verwendung des Diamants, der Aktivkohlen und Ruße, der Kunstkohle als Baustoff und des Elektrographits als Elektrodenmaterial einerseits, sowie die neue Anwendung in der Kerntechnik und als Raketenwerkstoff sowie schließlich als Verstärkermaterial in zukünftigen Verbundwerkstoffen mit noch nicht abschätzbarer Anwendungsbreite umrissen werden. Infolge dieser technischen Bedeutung befaßt sich die Chemie und Physik der festen Stoffe in den letzten 20 Jahren erneut bevorzugt mit dem Kohlenstoff. Die Buchliteratur hat mit dieser Entwicklung nicht Schritt gehalten. Abgesehen von einer Monographie über Reaktorgraphit und einem französischen Sammelwerk über den Kohlenstoff, liegen keine modernen Monographien vor. Ein Werk über die Chemie und die Physik des Kohlenstoffs kommt daher einem dringenden Bedürfnis nach.

Die vorliegenden beiden ersten Bände einer vierbändigen Serie sind in jeweils sechs Kapitel gegliedert, die von international bekannten Fachleuten verfaßt worden sind. Band 1 enthält ein Kapitel von S. Amelinckx über „Versetzungen und Stapelfehler in Graphit“, welches mit schönen elektronenmikroskopischen Aufnahmen an Naturgraphit in die Ergebnisse dieser Arbeitstechnik einführt. In Kapitel 2 wird von G. F. Hewitt der „Stofftransport von Gasen durch Graphite“ behandelt. Dieser Abschnitt mit reichen Literaturhinweisen und Diskussion technischer Probleme hat technologische Bedeutung. In Kapitel 3 bringt J. M. Thomas in ausgezeichneter Darstellung mit reicher Bildwiedergabe hauptsächlich eigene Ergebnisse über „das mikroskopische Studium der Graphitoxidation“. Kapitel 4, von S. Ergun und M. Mentser, gibt einen erschöpfenden Überblick über die „Reaktionen von Kohlenstoff mit Kohlendioxid und Wasserdampf“ in technischer Betrachtungsweise. Die „Bildung von Kohlenstoff aus der Gasphase“ wird von H. B. Palmer und C. F. Cullis in Kapitel 5 mehr grundsätzlich als erschöpfend behandelt. Dieser Abschnitt enthält eine gute Literaturüber-

sicht. Im Kapitel 6 bringen der Herausgeber, P. L. Walker und seine Mitarbeiter eine speziellere Abhandlung über den „Sauerstoff-Chemisorptionseinfluß auf thermoelektrische Größen in Graphit“.

Der zweite Band setzt die Reihe der Einzelkapitel fort. Kapitel 1, von G. R. Hennig (†) geschrieben, gibt eine ausgezeichnete Darstellung „elektronenmikroskopischer Untersuchungen von Reaktivitätsunterschieden in der Nähe von Gitterfehlstellen in Graphit“. Dieses Kapitel schließt sich thematisch an die Kapitel 1 und 3 des Bandes 1 an. In Kapitel 2 bringt M. M. Dubinin die Problematik der „Porenstruktur und Absorptionseigenschaften von Aktivkohlen“ zur Sprache. Es werden vor allem des Verfassers eigene Arbeiten und russische Literatur zitiert. W. N. Reynolds Kapitel über „Strahlungsschäden in Graphit“ folgt etwa der kürzlich erschienenen Monographie von Simmons. Dieser Abschnitt geht vor allem auf die Problematik der Strahlenschäden in Graphit bei mittelhohen Temperaturen ein (was die englische Reaktorentwicklung interessiert), weniger auf die Hochtemperatur-Bestrahlung. Der Abschnitt enthält eine umfassende Literaturzusammenstellung. Das Kapitel 4 von A. C. Zettlemoyer und K. S. Narayan befaßt sich mit der „Oberflächenabsorption von Graphit aus Lösungen“, einem engen Spezialgebiet. Auch Kapitel 5, von C. R. Klein, hat spezielleren Charakter. Der Autor behandelt den „Elektronen-transport in Pyrographit und Borlegierungen von Pyrographit“ vor allem aufgrund eigener Untersuchungen. Endlich wird im 6. Kapitel von Band 2 vom Herausgeber und seinen Mitarbeitern, die „Aktivierte Diffusion von Gasen in Materialien mit Molekularsieb-Charakteristik“ behandelt. Dieses Kapitel ist sehr breit angelegt.

Versucht man ein zusammenfassendes Urteil über die bisher erschienenen beiden Bände, so bestechen vor allem die aktuelle Themenauswahl der meisten Kapitel und die internationale bekannten Wissenschaftler als Autoren. Auch die moderne und zum Teil gut verständliche Darstellung neuester Forschungsergebnisse mit teilweise reicher und ausgezeichneter Illustration ist hervorzuheben. In diesen Merkmalen unterscheidet sich diese neue Serie von dem vor zwei Jahren erschienenen Sammelwerk französischer Wissenschaftler über Kohlenstoff.

Die Behandlung der einzelnen Kapitel ist unterschiedlich ausführlich. Sie reicht vom umfassenden Überblick und kritischen Vergleich aller verfügbaren Kenntnisse einerseits, z.B. Band 1, Kap. 2 und Kap. 4, über zu kurze Abhandlungen wichtiger Themen auf zu engem Raum (z.B. Band 1, Kap. 5) und Teildarstellungen aus persönlicher Sicht unter zu allgemeinem Titel bis zu ausgezeichneten Detailbehandlungen engbegrenzter Themen (z.B. Band 1, Kap. 3). Auch die Literatur wird sehr verschieden intensiv referiert. Einzelne Kapitel sind als wissenschaftliche Grundlage der komplexen technologischen Problematik zu werten, andere dagegen sind nur auf vereinfachte Modelle beschränkt, die jedoch Anregungen für weitere gezielte Forschung geben.

Die beiden folgenden Bände 3 und 4 werden zeigen, ob es dem Herausgeber dieser Serie gelungen ist, durch geschickte Wahl der Einzelthemen und Autoren eine geschlossene wirkende Monographie über den neuesten Stand der Physik und Chemie des Kohlenstoffs zu präsentieren. Die beiden vorliegenden Bände können jedoch bereits jetzt als wichtige Sammlungen über Fortschritte auf dem Gebiet des Kohlenstoffs bezeichnet werden. Sie werden jedem interessierten Fachmann, Forscher oder Technologen, wärmstens empfohlen.

E. Fitzer [NB 652]

Elementary Practical Organic Chemistry. Part 1: Small Scale Preparations. Von A. I. Vogel. Longmans, London 1966. 2. Aufl., XX, 435 S., zahlr. Abb., geb. 35/-s.

An der Grundkonzeption des Buches hat sich in der zweiten Auflage nichts geändert. Im 1. Kapitel werden die theoretischen Grundlagen von Arbeitsmethoden wie Destillation, Kristallisation, Sublimation besprochen und die Wirkungsweise von Trockennmitteln.

Es folgt eine ausführliche Beschreibung der Technik des Experimentierens (ca. 125 Seiten). Dabei werden zahlreiche Geräte anhand von Abbildungen vorgestellt und ihr Gebrauch diskutiert, wobei weder das Biegen eines Glasrohres noch der Gebrauch eines Föns zum Trocknen vergessen wurden. Die Rührerarten werden genauso besprochen wie die Möglichkeiten zur Schmelzpunktsbestimmung.

Im 3. Kapitel beginnen die Präparate, die in konventioneller Weise in aliphatische und aromatische Verbindungen (Kapitel 4) unterteilt werden. Dies bringt es mit sich, daß z. B. die aromatischen Carbonylverbindungen vollständig losgelöst von den aliphatischen behandelt werden und das Aufzeigen der Substituenteneinflüsse auf die Reaktivität der CO-Gruppe zu kurz kommt. Reaktionen und Verbindungen, die sich nicht in die oben erwähnte Einteilung fügen, werden im 5. Kapitel behandelt, das mit einigen sehr schönen Experimenten zu den chromatographischen Methoden und der Elektrophorese schließt.

Den meisten Präparaten wird eine kurze Schilderung des Reaktionsmechanismus vorausgeschickt. Die Auswahl der Präparate und der Reaktionen könnte jedoch etwas moderner sein.

Das vorliegende Buch ist das, was der Student im Laborjargon als Kochbuch bezeichnet, und zwar im allerbesten Sinne. Die angeführten Vorschriften sind oft erprobte und auch von Anfängern durchzuführen. Einige Präparate aus dem „Vogel“ sollte, wie es schon vielerorts üblich ist, jeder Student in seiner Praktikantenzeit nachgearbeitet haben. Der Gebrauch als Praktikumsbuch ist jedoch nur dann zu empfehlen, wenn daneben noch ein zweites Buch benutzt wird, in dem auch die spektroskopischen Methoden der Strukturaufklärung und der Charakterisierung benutzter und hergestellter Substanzen sowie modernere präparative Methoden zu Worte kommen.

H. J. Bestmann [NB 592]

Elementary Practical Organic Chemistry. Part 2: Qualitative Organic Analysis. Von A. I. Vogel. Longmans, Green & Co. Ltd., London 1966. 2. Aufl., XV, 431 S., zahlr. Abb. u. Tab., geb. 35 s.

Das Buch beginnt mit einer kurzen Einleitung über die qualitative Analyse organisch-chemischer Verbindungen und die Bestimmung physikalischer Konstanten.

Mit der von Vogel bekannten Gründlichkeit wird zunächst die Schmelzpunktsbestimmung in allen Einzelheiten besprochen, wobei die gebräuchlichsten Apparaturen abgebildet und behandelt werden. Ob es jedoch nötig ist, das Ausziehen eines Schmelzpunkttröhrchens in epischer Breite zu schildern, mag dahingestellt bleiben. Es folgt die Bestimmung des Siedepunktes. Hier ist besonders erfreulich, daß auf die Siwoloboff-Methode für kleine Flüssigkeitsmengen eingegangen wird, da sie den Praktikanten meist nicht mehr geläufig ist. Ähnliches gilt für die Messung der Dichte und des Brechungsindexes. Das Kapitel schließt mit der Bestimmung des Drehwerts optisch aktiver Verbindungen, dem sich ein leider nur recht kurzer Absatz über die Rotationsdispersion anschließt.

Kapitel 2 ist der qualitativen Analyse der Elemente gewidmet, wobei jedoch nur C, H, N, S und die Halogene beschrieben werden. Es folgt ein recht nützliches Kapitel über die Löslichkeit verschiedener Stoffgruppen in diversen Lösungsmitteln. Auf 120 Seiten werden dann Reaktionen und Charakterisierungsmöglichkeiten verschiedener organischer Verbindungen besprochen. Die Charakterisierung eines Präparates durch ein Derivat ist heute bedauerlicherweise etwas in Verruf gekommen. Das oben angeführte Kapitel sei allen Praktikums-Assistenten zum ständigen Gebrauch wärmstens empfohlen. Die Darstellung kristalliner Derivate von Olefineen durch Reaktion mit 2,4-Dinitrophenyl-sulfenyldchlorid wird hier ebenso behandelt wie die oft sehr nützliche Spaltungsreaktion von Äthern mit 3,5-Dinitrobenzylchlorid in Gegenwart von Zinkchlorid. In vielen Fällen wird eine Methode zur Darstellung der verwendeten Reagentien angegeben. Diese 120 Seiten sind für jeden Chemiker, der sich nicht nur auf seine Spektren verlassen will, eine Fundgrube.

Ob das folgende Kapitel 5, in dem Klassifizierungsreaktionen, d.h. Reaktionen zur Identifizierung gewisser funktioneller Gruppen besprochen werden, überhaupt notwendig ist, sollte geprüft werden. Vollständige Überschneidungen und Wiederholungen des 4. Kapitels sind die Regel. So wird z.B. auf Seite 189 nochmals die Darstellung einer 2,4-Dinitrophenylhydrazinlösung angegeben, wie dies schon auf Seite 118 geschah. Eine Zusammenfassung der auf den Seiten 215 und 216 aufgestellten Tabelle über die wichtigsten Erkennungsreaktionen mit dem Kapitel 6, das nochmals Hinweise auf die wichtigsten Derivate bringt, würde ausreichen.

Nach einer Anleitung zur qualitativen Analyse von Stoffgemischen werden im 8. Kapitel die spektroskopischen Methoden (UV-, IR-, Kernresonanz- und Massenspektrometrie) besprochen. In allen Fällen wird eine kurze theoretische Einleitung gegeben, die entsprechende Apparatur in ihren Meßanordnungen skizziert und an Hand von Beispielen die Anwendungsmöglichkeiten der Spektren diskutiert. Gerade dieses Kapitel, das gegenüber der ersten Ausgabe hinzugekommen ist, bereichert das Buch, das mit einer Anzahl von Tabellen über physikalische Daten vieler Verbindungen schließt, in großem Maße. Es fehlen die chromatographischen Methoden, die jedoch in Band 1 zum Teil beschrieben sind. Auf den Seiten 237 und 238 findet sich außerdem eine Literaturzusammenstellung für die verschiedenen chromatographischen Möglichkeiten. Der vorliegende Band 2 des „Vogel“ bietet eine glückliche Synthese der chemischen und physikalischen Analysenmethoden. Wenngleich man ihm wünschen möchte, daß er in einigen Teilen etwas gestrafft, bei den spektroskopischen Methoden aber noch etwas erweitert werden wird, kann man ihn rückhaltlos empfehlen. Er sollte in keinem Labor, in dem organisch-chemisch gearbeitet wird, fehlen.

H. J. Bestmann [NB 636]

The Chemistry of Organic Sulphur Compounds, Vol. 2. Von N. Kharasch und C. Y. Meyers. Pergamon Press, Symposium Publications Division, Oxford-London-Edinburgh-New York-Toronto-Sydney-Paris-Braunschweig 1966. 1. Aufl., VII, 465 S., zahlr. Abb. u. Tab., geb. £ 7.

Band 2 dieser Monographienserie aus dem Gebiet der Organoschwefel-Chemie behandelt in 15 Kapiteln vornehmlich recht spezielle Themen. So werden nacheinander besprochen: