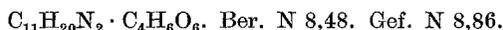


am besten mit dem D-Tartrat des natürl. THDC animpft, war das D-Tartrat der (+)-Form des THDC auskristallisiert. Aus den Mutterlaugen konnte durch Eindunstenlassen noch eine kleinere Menge erhalten werden. Es war nach 2maligem Umkristallisieren aus Methanol rein und zeigte einen Zersp. von 223 bis 225°. Ausbeute 180 mg. Schmp. des natürl. THDC-D-Tartrats: 224 bis 225° (u. Zers.). Mischschmp. 223 bis 225° (u. Zers.).



*Drehung:*  $[\alpha]_{\text{D}}^{15} = + 37,9^\circ$  ( $\alpha_{\text{D}}^{15} = + 1,07^\circ$ ,  $l = 0,5 \text{ dm}$ ,  $c = 5,65$  in Wasser). Vergleichsdrehung des D-Tartrats des natürl. THDC:  $[\alpha]_{\text{D}}^{15} = + 37,4^\circ$  ( $\alpha_{\text{D}}^{15} = + 1,09^\circ$ ,  $l = 0,5 \text{ dm}$ ,  $c = 5,84$  in Wasser).

*Synthetisches (+)-THDC.* 180 mg D-Tartrat wurden in 5 ml Wasser gelöst, mit 3 ml 30%iger NaOH alkalisch gemacht und 3mal mit Äther ausgeschüttelt. Nach der Destillation wog die so erhaltene Base 94 mg.

*Drehung:*  $[\alpha]_{\text{D}}^{15} = + 26,0^\circ$  ( $\alpha_{\text{D}}^{15} = + 0,97^\circ$ ,  $l = 0,5 \text{ dm}$ ,  $c = 7,47$  in absol. Alkohol). Vergleichsdrehung des natürl. THDC:  $[\alpha]_{\text{D}}^{15} = 25,8^\circ$  ( $\alpha_{\text{D}}^{15} = + 0,90^\circ$ ,  $l = 0,5 \text{ dm}$ ,  $c = 6,97$  in absol. Alkohol).

Eine kleine Menge der Base wurde in das Dipikrat übergeführt. Schmp. (aus Alkohol-Wasser): 230 bis 232° (u. Zers.). Keine Depression des Schmp. mit dem bei 231 bis 232° schmelzenden Dipikrat des aus Cytisin hergestellten THDC.

Aus 15 mg der Base wurde noch das Dipikrolonat in Alkohol hergestellt. Aus Alkohol-Wasser: Schmp. 239 bis 240° (u. Zers.); keine Depression mit dem Dipikrolonat des THDC vom gleichen Schmp.



Das N-Acetylprodukt des synthetischen THDC wurde durch mehrstündiges Stehenlassen mit Essigsäureanhydrid und Zersetzen der Lösung mit Wasser und Lauge erhalten. Nun wurde mit Chloroform ausgezogen und der Rückstand im Ölvakuum destilliert. Das N-Acetyl-THDC ging bei 130 bis 140°/0,1 Torr über und wurde aus wenig absol. Äther umgelöst. Schmp. 70 bis 71°. Das N-Acetylprodukt des natürl. THDC schmolz bei 70°, der Mischschmp. lag bei der gleichen Temp.

Die Mikroanalysen wurden von Dr. G. Kainz im Mikroanalytischen Laboratorium des II. Chemischen Institutes ausgeführt.

## Über die Auflösung von Eisen durch verdünnte Schwefelsäure im Magnetfeld.

(Kurze Mitteilung.)

Von

F. Blaha.

Aus dem I. Physikalischen Institut der Universität Wien.

(Eingelangt am 14. Dez. 1951. Vorgelegt in der Sitzung am 17. Jan. 1952.)

Die von F. Ehrenhaft<sup>1</sup> gemachte Feststellung, daß beim Angriff von verdünnter Schwefelsäure auf magnetisierte Eisenproben im Reaktions-

<sup>1</sup> F. Ehrenhaft, *Physic. Rev.* **63**, 216, 461 (1943); **65**, 62, 287, 349 (1944); *Acta Phys. Austr.* **4**, 461 (1951).

produkt erhebliche Mengen Sauerstoff (bis zu 12%) nachgewiesen werden können, gaben Anlaß zu einer Wiederholung der Versuche, die teils mit der auch von *F. Ehrenhaft* benützten Anordnung, teils mit einer anderen Apparatur, bei der die Gas auffangvorrichtung nach *G. Wagner*<sup>2</sup> modifiziert worden war, ausgeführt wurden.

Die erste Versuchsreihe mit der *Ehrenhaft*schen Apparatur lieferte unter Verwendung von schwedischem Eisen (C = 0,03%, Si = 0,020%, Mn = 0,020%, P = 0,026%, S = 0,003%) und 2%iger Schwefelsäure (*Merck* p. A.) folgende Ergebnisse (Tab. 1):

Die angeführten Zahlen geben den Prozentsatz an, um den sich das entstandene gasförmige Reaktionsprodukt (100 . . . 120 ccm) nach Durchschütteln mit alkalischem Pyrogallol volumsmäßig verminderte.

Die Versuche zeigen eine starke Streuung in ihren Ergebnissen, die zwar für Korrosionsvorgänge solcher Art nicht außergewöhnlich ist, aber doch die Verwendung einer besseren Apparatur zweckmäßig erscheinen ließen, zumal verschiedene Einwände (Eindringen von Luft-sauerstoff, Verwendung einfacher Gummistöpsel als Dichtungen, Art des Gas auffanges bei der langen Dauer eines Versuches) auf der Hand liegen.

Die zweite Versuchsreihe wurde nun mit einer der *Wagnerschen* Apparatur sehr ähnlichen Anordnung durchgeführt, die die oben erwähnten Fehlerquellen praktisch ausschließt. Es ergaben sich hierbei folgende Resultate (Tabelle 2):

Hinsichtlich untersuchten Materials, Versuchsbedingungen usw. gilt dasselbe wie bei der in Tabelle 1 angeführten Versuchsreihe.

Außerdem konnte noch an einer kleinen Probe spektral reinen Eisens, wie es im Handel erhältlich ist, der Versuch durchgeführt werden; die Resultate waren (Tabelle 3):

(Übrige Versuchsbedingungen wie vorher.) Da der Meßfehler für alle angeführten Werte bei  $\pm 0,05$  liegt, läßt sich insbesondere aus den zuletzt angeführten Ergebnissen (Tabelle 3) keinerlei Schluß ziehen.

<sup>2</sup> *G. Wagner*, Mitt. Chem. Forsch.-Inst. Öst. 4, 29 (1950); Mh. Chem. 82, 181 (1951).

Tabelle 1.

Ohne Magnetfeld	Mit Magnetfeld
0,4	0,9
0,7	2,0
0,7	1,1
0,8	2,0
0,4	0,9
0,6	0,5
0,3	0,5
0,2	0,4
0,6	1,0
0,6	0,6

Tabelle 2.

Ohne Magnetfeld	Mit Magnetfeld
0,05	0,25
0,15	0,4
0,15	0,3
0,15	0,3
0,15	0,35
0,2	0,25
0,1	0,35
0,15	0,25

Tabelle 3.

Ohne Magnetfeld	Mit Magnetfeld
0,05	0,1
0,05	0,1

Schließlich ergaben Versuche an im Vakuum geglühten Eisenproben (das Ausgangsmaterial war das gleiche wie für Tabelle 1 und 2), die mit einer neuen, verbesserten Anordnung von *G. Wagner* durchgeführt wurden<sup>3</sup>, daß kein Sauerstoff im gasförmigen Reaktionsprodukt chemisch nachweisbar ist (das heißt der volumsmäßige Anteil bestimmt unter  $10^{-6}$  liegt).

Die Tatsache des Auftretens von Sauerstoff in den früheren Versuchsreihen (Tabellen 2 und 3) ist offenbar auf im Eisen gelösten bzw. eingeschlossenen Sauerstoff zurückzuführen. Eine plausible Erklärung, weshalb bei angelegtem Magnetfeld eventuell eine größere Sauerstoffmenge nachgewiesen werden kann, gibt *G. Wagner*<sup>3</sup>.

Die zweite Feststellung, die *F. Ehrenhaft*<sup>1</sup> im Zusammenhang mit dem beschriebenen Experiment machte, war eine *Abnahme* der *Polstärke* der *Alnico*-Permanentmagnete, die zur Magnetisierung der Proben während des Reaktionsablaufes dienten (beispielsweise eine Abnahme um 10% nach 24stündiger Versuchsdauer).

Trotz einer beträchtlichen Anzahl von Kraftflußmessungen, die mittels eines empfindlichen *Rawson*-Fluxmeters an mehreren *Alnico*-Magneten (Kraftfluß je etwa 29000 Maxwell) unter Abwandlung der Versuchsbedingungen durchgeführt wurden, konnte eine solche Abnahme bei einer Fehlergrenze von  $\pm 100$  Maxwell nicht gefunden werden, vorausgesetzt, daß der Magnet nicht zwischendurch etwa starken Erschütterungen oder Schlägen (z. B. durch Aufprallen eines Eisenankers auf die Polflächen) ausgesetzt war.

Ich danke Herrn Prof. Dr. *G. Wagner* von der Technischen Hochschule Wien für Rat und Unterstützung.

## Studien auf dem Gebiet der Harnstoff-Formaldehyd-Kondensation.

V. kurze Mitteilung.

Von

**G. Zigeuner und F. Hanus.**

Aus dem Institut für Organische und Pharmazeutische Chemie der Universität Graz und dem Forschungslaboratorium der Vianova-Kunsthartz G. m. b. H. im Institut für Organische und Pharmazeutische Chemie der Universität Graz.  
(Eingelangt am 5. Jan. 1952. Vorgelegt in der Sitzung am 17. Jan. 1952.)

Im Verlauf seiner Untersuchungen über die Harnstoff-Formaldehyd-Kondensation konnte *G. Zigeuner*<sup>1, 2</sup> zeigen, daß alkalisch gewonnene,

<sup>3</sup> *G. Wagner*, Mh. Chem. 82, 774 (1951). — *G. Wagner* und *F. Blaha*, Nature (London) 168, 74 (1951).

<sup>1</sup> *G. Zigeuner*, *W. Knierzinger* und *K. Voglar*, Mh. Chem. 82, 847 (1951).

<sup>2</sup> *G. Zigeuner*, Kunststoffe 41, 221 (1951).