

nur das aktive  $\text{Na}_{11}^{24}$ , also der erste Weg nachweisbar. Beim Zwischenschalten von 3 cm Paraffin aber, das praktisch alle Neutronen in der bereits mehrfach erwähnten Weise auf äußerst geringe Energien verlangsamt, trat nur das radioaktive Isotop  $\text{Al}_{13}^{27}$  ( $T = 2,5$  min) auf, also die Umwandlung nach dem dritten Weg<sup>21)</sup>.

Man sieht also, daß man einerseits einen der drei Prozesse so begünstigen kann, daß er praktisch nur noch allein vor sich geht. Andererseits aber muß man die Bedingungen ermitteln, unter denen der eine Weg — in dem oben erwähnten Fall wäre es z. B. der zweite Weg — mit einer besonders großen Ausbeute vor sich geht. Dies ist aber gerade für die Verwendung des radioaktiven Elements als Indicator besonders wichtig, um für die Untersuchungen genügend große Mengen desselben zu erhalten.

<sup>21)</sup> In Übereinstimmung mit uns hat P. Preiswerk (C. R. 208, 823 [1935]) neuerdings gezeigt, daß die von Bor durch Beschießung mit  $\alpha$ -Strahlen ( $\text{RaEm} + \text{B}$ ) ausgesandten Neutronen (maximale Energie  $5,9 \times 10^6$  Volt) zu langsam sind, um bei Bestrahlung von Al, Si und Fe Umwandlungen auf dem zweiten Wege herbeizuführen. Preiswerk glaubt auch beim Mg Anzeichen für das Vorhandensein eines Resonanzeffektes gefunden zu haben.

Hat man dann bei den einzelnen radioaktiven Elementen die günstigste Gewinnungsmethode nach dem ersten bzw. zweiten Weg festgestellt, so tritt jetzt ein drittes Problem als Voraussetzung für ihre allgemeine Verwendbarkeit in der Indicatormethode auf, nämlich ihre Isolierung in gewichtsloser Menge aus dem bestrahlten Element. Hier eröffnet sich ein neues Gebiet für den analytischen Radiochemiker, das seine besonderen Reize besitzt wegen der Eigenartigkeit der zur Isolierung von Elementen in gewichtsloser Menge führenden Methoden, wie sie bisher nur bei den schweren natürlichen Radioelementen ausgearbeitet sind, die aber jetzt für praktisch alle Elemente des Periodischen Systems geschaffen werden müssen.

Wenn dann auch diese dritte Voraussetzung geschaffen ist, wird es möglich sein, ganz allgemein von praktisch sämtlichen Elementen radioaktive Atomarten in der Indicatormethode zu verwenden, wobei die radioaktiven Messungen wegen der verhältnismäßig geringen erreichbaren Intensität im allgemeinen mit dem Zählrohr durchgeführt werden in analoger Weise, wie ihre Ausführung bei den bekannten natürlichen Radioelementen mit dem  $\beta$ -Strahlenelektroskop geläufig ist. [A. 41.]

## Analytisch-technische Untersuchungen

### Die refraktometrische Fettbestimmung in deutscher Soja.

Von Priv.-Doz. Dr. WOLFGANG LEITHE und Dr. phil. ERIKA MÜLLER.

(Eingeg. 6. Mai 1935.)

Mitteilung aus dem II. Chemischen Laboratorium der Universität in Wien.

In einer kürzlich erschienenen Arbeit<sup>1)</sup> wurden die Grundlagen eines neuen refraktometrischen Schnellverfahrens zur Fettbestimmung in Ölsaaten beschrieben. Die zunehmende Bedeutung der deutschen Sojazüchtung<sup>2)</sup> und der zu erwartende Anbau geeigneter Sorten in größerem Umfange zur teilweisen Deckung des Fettbedarfs boten den Anreiz, die Anwendung des neuen Verfahrens auf Soja deutscher Herkunft einem eingehenden Studium zu unterziehen. Das Material hierzu, 23 verschiedene Sorten aus dem durch den Reichsnährstand veranlaßten Anbauversuch 1934, wurde uns in dankenswerter Weise von Herrn Prof. Sessous, Gießen, zur Verfügung gestellt; außerdem wurden noch 12 Sorten mandschurischer u. a. Herkunft sowie einige Proben extrahierten Sojaschrotes untersucht. Als Ergebnis ist festzustellen, daß die Methode bei Einhaltung der in <sup>1)</sup> angegebenen Arbeitsweise zuverlässige Resultate liefert; die Genauigkeit innerhalb refraktometrischer Parallelbestimmungen kann noch etwas günstiger beurteilt werden ( $\pm 0,1$ — $0,2$ , bei Bestimmungen in einzelnen Bohnen  $\pm 0,2$ — $0,3$  Einheiten der Fettprocente).

Ausreichende Vermahlung, bei Soja besonders wichtig, wird am sichersten mit Einwaagen von nicht über 1 g (3 cm<sup>3</sup> Benzin) erzielt; man erkennt sie daran, daß nach dem darauffolgenden Schütteln mit Benzin im Zentrifugenrohr sich nicht sofort Sand und gröbere Sojateilchen absetzen, sondern die schlammartige Suspension einige Zeit gleichmäßig in Schwebe bleibt.

Korngröße des Mahlgutes nach der Analyse (Vermahlungsdauer 3—4 min): 95—97 % fallen durch Gießgasesieb Nr. 70 hindurch.

Die Berechnung des Fettgehaltes aus den gemessenen Refraktometer-Differenzen (d. i. die Refraktometeranzeige der Fettlösung minus der gleichzeitig gemessenen Refraktion des Benzins) kann durch nebenstehende Tabelle erleichtert werden. Zu ihrer Herstellung nach der Mischungs-

regel dienten Messungen an Fettlösungen aus Sojaöl von  $n_D^{20} = 1,4755$  und Schering-Kahlbaumschem Spezialbenzin ( $n_D^{20} = 1,3967$ , Kp. etwa 90°)<sup>3)</sup>. Hierbei wurde die Konzentrationsabhängigkeit von  $n_{D1}$ , d. i. die Abweichung von der Mischungsregel, bestimmt und berücksichtigt. Da sich gezeigt hat, daß die Refraktometerdifferenzen bei verschiedenen Zimmertemperaturen unverändert bleiben, kann bei ihrer Messung im Temperierbad eine beliebig zwischen 15 und 22° liegende Temperatur eingestellt werden, die aber während des Refraktometrierens genau ( $\pm 0,1^\circ$ ) einzuhalten ist.

Hat man eine Einwaage von 1,00 g Probe und die aus einer 3-cm<sup>3</sup>-Pipette ausrinnende Menge Benzin (2,115 g) verwendet, so kann man aus Spalte III unmittelbar die Fettprocente entnehmen. Hierbei ergibt sich innerhalb normaler

Meßtabelle für Soja.

Refr.- Diff.	$\frac{n_{\text{Lösung}} - n_{\text{Benzin}}}{n_{D1} - n_{\text{Lösung}}} \cdot 10^2$	% Fett	Refr.- Diff.	$\frac{n_{\text{Lösung}} - n_{\text{Benzin}}}{n_{D1} - n_{\text{Lösung}}} \cdot 10^2$	% Fett
	p. p.	p. p.		p. p.	p. p.
1	0,43 <sup>43</sup>	0,91 <sup>91</sup>	16	7,24 <sup>47</sup>	15,31 <sup>99</sup>
2	0,86 <sup>43</sup>	1,82 <sup>91</sup>	17	7,71 <sup>47</sup>	16,30 <sup>100</sup>
3	1,29 <sup>44</sup>	2,73 <sup>93</sup>	18	8,18 <sup>47</sup>	17,30 <sup>100</sup>
4	1,73 <sup>44</sup>	3,66 <sup>93</sup>	19	8,65 <sup>47</sup>	18,30 <sup>100</sup>
5	2,17 <sup>45</sup>	4,59 <sup>95</sup>	20	9,12 <sup>48</sup>	19,30 <sup>100</sup>
6	2,62 <sup>46</sup>	5,54 <sup>97</sup>	21	9,60 <sup>48</sup>	20,30 <sup>102</sup>
7	3,08 <sup>46</sup>	6,51 <sup>98</sup>	22	10,08 <sup>48</sup>	21,32 <sup>101</sup>
8	3,54 <sup>46</sup>	7,49 <sup>97</sup>	23	10,56 <sup>48</sup>	22,33 <sup>102</sup>
9	4,00 <sup>46</sup>	8,46 <sup>97</sup>	24	11,04 <sup>49</sup>	23,35 <sup>104</sup>
10	4,46 <sup>46</sup>	9,43 <sup>97</sup>	25	11,53 <sup>49</sup>	24,39 <sup>103</sup>
11	4,92 <sup>46</sup>	10,40 <sup>98</sup>	26	12,02 <sup>49</sup>	25,42 <sup>104</sup>
12	5,38 <sup>46</sup>	11,38 <sup>97</sup>	27	12,51 <sup>49</sup>	26,46 <sup>104</sup>
13	5,84 <sup>46</sup>	12,35 <sup>97</sup>	28	13,00 <sup>50</sup>	27,50 <sup>105</sup>
14	6,30 <sup>47</sup>	13,32 <sup>99</sup>	29	13,50 <sup>49</sup>	28,55 <sup>105</sup>
15	6,77 <sup>47</sup>	14,31 <sup>100</sup>	30	13,99 <sup>49</sup>	29,60 <sup>105</sup>

<sup>3)</sup> Die Tabelle kann nur bei Verwendung dieses Benzinpräparates benutzt werden. Zur Herstellung von Meßkurven mit selbst dargestellten geeigneten Benzinfraktionen s. <sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> W. Leithe, diese Ztschr. 47, 734 [1934]; s. a. Chemiker-Ztg. 59, 325 [1935].

<sup>2)</sup> Sessous, diese Ztschr. 47, 789 [1934]; sowie Bericht der Tagung des Reichsnährstandes und Forschungsdienstes, ebenda 48, 176 [1935].

Fettgehalte (13—24 %) die einfache Regel: Die Fettprocente sind gleich der um 0,7 verminderten Refraktometerdifferenz. Hat man andere Zahlen für Einwaage und Benzinmenge (Mikromethode), so wird der der abgelesenen Refraktometerdifferenz entsprechende Wert aus Spalte II mit der Benzinmenge in Gramm multipliziert und durch die Einwaage dividiert.

Die Genauigkeit der Ergebnisse der refraktometrischen Fettbestimmungsmethode könnte zunächst durch Schwankungen im Brechungsindex der Sojaöle verschiedener Sorten beeinträchtigt werden. Da wir für sämtliche aus den 23 deutschen Sorten vergleichbar extrahierten Öle  $n_D^{20} = 1,4755 \pm 0,0002$  feststellen konnten, fällt diese Fehlerquelle hier nicht ins Gewicht. Bei den auswärtigen Proben waren die Abweichungen etwas größer, doch selbst die extremen Fälle haben nur Fehler von etwa 0,3 Einheiten der Fettprocente zur Folge.

Da die Genauigkeit der refraktometrischen Fettbestimmungen, erschöpfende Extraktion vorausgesetzt, demnach vor allem von der Schärfe der Refraktometrierung abhängt, diese aber als Differenzmessung sehr genau ausgeführt werden kann, läßt sich bei Parallelbestimmungen leicht die eingangs erwähnte geringe Fehlerstreuung erzielen.

Zur Beurteilung der Übereinstimmung mit den Ergebnissen der gewichtsanalytischen Extraktionsmethode sind die abweichenden Versuchsbedingungen der beiden Be-

stimmungsarten zu berücksichtigen. Da nämlich dort im Gegensatz zum refraktometrischen Verfahren eine Anreicherung von in Benzin schwerlöslichen Extraktstoffen (Lecithin u. a.) erfolgt, sind etwas höhere gewichtsanalytische Fettwerte zu erwarten. Dementsprechend haben wir als Durchschnitt von 35 nach beiden Verfahren durchgeführten Vergleichsbestimmungen einen refraktometrischen Minuswert von etwa 0,4 Einheiten der Fettprocente festgestellt, der aber nur in einem Fall 0,8 % betrug und nie höher war. Diese grundsätzlich unvermeidliche Differenz dürfte für die meisten Zwecke ohne besondere Bedeutung sein.

Wegen seiner einfachen und raschen Ausführbarkeit eignet sich das refraktometrische Verfahren besonders zur Betriebskontrolle in der Ölmühle, auch zur Analyse von extrahiertem Sojaschrot. Die Fettbestimmung in einzelnen Sojabohnen kann zur raschen und genauen Erledigung größerer Versuchsreihen für viele Fragen der Pflanzenzüchtung und Sortenveredlung herangezogen werden.

Über die entsprechende eingehende Behandlung des Fettbestimmungsverfahrens für zahlreiche andere in- und ausländische Ölrüchte wird demnächst zusammenfassend berichtet werden. Der Firma *Carl Zeiss*, Jena, danken wir wieder für die leihweise Überlassung von Meßgeräten.

[A. 48.]

## VERSAMMLUNGSBERICHTE

### Deutsche Bunsen-Gesellschaft für angewandte physikalische Chemie.

#### 40. Hauptversammlung,

Berlin, 30. Mai bis 2. Juni 1935.

Zusammenfassende Vorträge zum Hauptthema:

#### Bedeutung der physikalisch-chemischen Forschung für die deutsche Volkswirtschaft.

H. G. Grimm, Ludwigshafen: „Die Bedeutung der Chemie für die deutsche Volkswirtschaft<sup>1)</sup>.“

H. Bütefisch, Leuna bei Merseburg: „Die Bedeutung der physikalischen Chemie für die chemische Großindustrie<sup>2)</sup>.“

Als besonderes Beispiel für den Erfolg physikalisch-chemischer Forschung wird gezeigt, wie im Leunawerk unter Verwendung eines einzigen Rohstoffes, der deutschen Kohle, Ammoniak, Alkohole, Benzine und Öle in größtem Maßstabe gewonnen werden. Im einzelnen werden die Gasgewinnungs- und Gasreinigungsprozesse nach den neuesten Verfahren geschildert. Dabei wird u. a. auf die Gewinnung von Schwefel aus Kohle hingewiesen. Von den drei großen Synthesen, der des Ammoniaks, des Methanols und des Benzins, hat die zweite besondere Bedeutung für die Lackindustrie und die Herstellung von Kunststoffen. Die Benzinsynthese kann uns prinzipiell von der Öleinfuhr unabhängig machen. Von den weiterverarbeitenden Verfahren wird u. a. die Blausäuregewinnung durch die Ammoniakverbrennung bei Gegenwart von Methan nach *Andrussow* geschildert. —

W. Köster, Stuttgart: „Die Bedeutung der physikalischen Chemie für die Metallindustrie.“

Die physikalische Chemie hat, wie *Tammann* sagt, ihren Ursprung in der Hütte gehabt, aber erst in den letzten Jahrzehnten fand sie als Wissenschaft wieder Eingang in die Metallindustrie. Die größten Erfolge hatte sie in der elektrochemischen Gewinnung von Metallen, deren Oxyde nicht mit Kohle reduzierbar waren, also vor allem in der Darstellung des Aluminiums, des Magnesiums und neuerdings des Berylliums<sup>3)</sup>.

Ein sehr wertvolles physikalisch-chemisches Verfahren zur Herstellung von reinen hochschmelzenden Metallen ist die thermische Zersetzung von Metallverbindungen, die bei

hoher Temperatur gasförmig sind. Am bekanntesten ist die Darstellung von Reinnickel aus Nickelcarbonyl nach dem *Mond*-Verfahren. Neuerdings werden auch andere Metalle wie Chrom, Vanadin, Titan und Zirkon aus den gasförmigen Verbindungen niedergeschlagen, wobei sich gezeigt hat, daß die ihnen nachgesagte Sprödigkeit keine Eigenschaft des Metalls ist, sondern nur von oxydischen und anderen Beimengungen herrührt, die nach den bisherigen Verfahren nicht zu entfernen waren.

Ein besonderes Arbeitsgebiet der Metallchemiker war das Studium der Umsetzungen im festen Zustand. Durch das Sintern zusammengepreßter Pulver lassen sich ohne Schmelzfluß einheitliche Legierungen herstellen, die wegen der sonst erforderlichen hohen Temperaturen und der damit verbundenen Umsetzungen mit den Werkstoffen überhaupt nicht darstellbar wären. Hierhin gehört die Darstellung des Wolframs, des Molybdäns und des Tantal und die Herstellung der Hartmetalllegierungen (*Vidia*stahl), die durch Sintern von Wolframcarbide oder Titancarbid mit Nickel oder Kobalt oder anderen Metallen gewonnen werden.

Die Aufbaukunde der Metalle hat die Gesetzmäßigkeiten bei der Legierungsbildung dargetan. Sie hat besondere Bedeutung gewonnen durch Klärung des Aushärtungsvorganges, der beim Duralumin zufällig aufgefunden wurde und jetzt bei den meisten Legierungssystemen erzeugt werden kann. Besonders wichtig war dies Verfahren der Aushärtung für die Gewinnung von Stählen mit hoher Koerzitivkraft. Es ist auf diese Weise gelungen, Magnetlegierungen herzustellen, die statt 60 *Oersted* 1000 *Oersted* Koerzitivkraft besitzen und deswegen in sehr vielen Fällen den Elektromagneten ersetzen können, z. B. in den Lautsprechern.

Zum Schluß wird gezeigt, wie die Kunde vom Aufbau der Metalle durch die Röntgenographie gesteigert wurde, die die Gitterstruktur und ihre Verformung durch Bearbeitung zu erkennen gestattete und so das mikroskopische Gefügestudium auf das glücklichste ergänzte. —

J. Eggert, Leipzig: „Die Bedeutung der physikalisch-chemischen Forschung für die deutsche Photoindustrie.“

Die photographische Technik ist zwar in vielen Dingen empirisch entwickelt worden, ihren hohen Stand verdankt sie aber doch der zielbewußten Erforschung photochemischer, physikalischer und chemischer Fragen. Die Vielseitigkeit der in der Photoindustrie auftauchenden Probleme wird an einigen instruktiven Experimenten gezeigt. So läßt sich die photochemische Wirksamkeit des Lichtes der sog. Vakublitz,

<sup>1)</sup> Im Wortlaut erschienen diese Ztschr. 48, 377 [1935].

<sup>2)</sup> Ausführlich abgedruckt Chem. Fabrik 8, 227 [1935].

<sup>3)</sup> Vgl. hierzu *Grube*, „Bedeutung der physikalischen Chemie für die angewandte Elektrochemie“, diese Ztschr. 48, 387 [1935].