

angeordnet, daß die Mitte des von ihm ausgehenden Elektronenbündels genau mit der Kreisbahn der Nöpfchen zusammenfällt. Um eine bequeme Nachjustierung zu erleichtern, besteht die Anodenelektrode aus Nickel und kann daher von außen nachträglich permanent in dem jeweils erforderlichen Sinne magnetisiert werden. Die Auftreffstelle der Mitte des Elektronenbündels, die mit dem Ort des Prüfnöpfchens zusammenfällt, bildet zugleich die Meßzone eines in der Abbildung sichtbaren, etwa unter 45° geneigten Pulfrich-Photometers. Durch Drehung des unteren Schlißes von außen werden nun die verschiedenen Prüfnöpfchen nacheinander im Vakuum an dem Schnittpunkt der Achse des Elektronenbündels und der optischen Achse des Pulfrich-Photometers vorbeigeführt. Auf diese Weise können im Zeitraum von wenigen Minuten zahlreiche Substanzen mit einer Genauigkeit untereinander verglichen werden, die fast ausschließlich durch die Meßgenauigkeit des Photometers selbst begrenzt ist.

Selbstverständlich kann es bei der Untersuchung von Temperatureinflüssen, Bindemiteleinflüssen, bei der Bestimmung des Wirkungsgrades in Durchsicht usw. notwendig werden, an Stelle der mit Substanz gefüllten Nöpfchen entsprechend präparierte Schirmchen einzu-

bringen und den optischen Teil der Anordnung sinngemäß umzugestalten.

Für weiter gehende Untersuchungen genügt es nicht, den Wirkungsgrad absolut nach vorheriger elektrischer Bestimmung der spezifischen Erregung oder durch Vergleich mit einer geeichten Substanz zu messen, vielmehr wird dann die Aufnahme der spektralen Intensitätsverteilung notwendig, die das genannte Photometer mit hinreichender Genauigkeit gestattet. Lästig ist hierbei, daß die Vergleichslichtquelle, die bisher in der Regel durch einen Temperaturstrahler gebildet wurde, dann die bekannte Abhängigkeit der Strahlungsintensität von der Lichtwellenlänge besitzt. D. h. es muß bei der Auswertung der erhaltenen Meßwerte eine Umrechnung entsprechend der Intensitätsverteilung der Vergleichslichtquelle vorgenommen werden. Diese Umrechnung wird vermieden, wenn an Stelle des geeichten Temperaturstrahlers jene neue Lichtquelle benutzt wird, über die der Verfasser²⁾ kürzlich berichtet hat und deren Intensitätshalbwerte an den Grenzen des Sichtbereichs bei 680 m μ und 430 m μ liegen. [A. 113.]

²⁾ M. v. Ardenne, Ein neuer Weg zur Herstellung von Lichtquellen mit gleichbleibender Energie im Bereich sichtbarer Wellenlängen, Z. Physik 107, 412 [1937].

Qualitative Bestimmung von Nitrat neben Nitrit

Von Dr. HANS SCHNEIDER, Chem. Lab. der Höheren Technischen Staatslehranstalt Essen

Eingeg. 8. Juni 1937

Für diese Bestimmung, die bisher zeitraubend und etwas unsicher war, wurde hier eine Arbeitsweise gefunden, die sich im Praktikum gut bewährt hat und in wenigen Minuten auszuführen ist. Sie beruht darauf, daß in kalter konz. H₂SO₄ nur NO₃' Nitrobenzol bildet, nicht aber NO₂'. Andererseits färbt NO₂' die Säuremischung nach Zusatz von Benzol sofort stark orange, während NO₃' und Br' nur eine schwache und hellere Verfärbung der Säure hervorrufen.

Ausführung der Probe: Eine Messerspitze der Substanz oder des trockengekämpften Sodauszugs in einem Reagensglas mit 1 cm³ konz. H₂SO₄ übergießen, kühlen, dazu 1 cm³ Benzol geben und schütteln. Einige Tropfen des Benzols in Filtrierpapier aufsaugen und den Überschuß des Benzols abdunsten lassen. Geruch nach Nitrobenzol zeigt NO₃' an, während Orangebraunfärbung auf NO₂' hinweist. Ferner gibt NO₂' im Gegensatz zu NO₃' mit der Säure eine starke Wärmeentwicklung.

Empfindlichkeit: 1 mg KNO₃ allein oder in Mischung mit 0,1—0,2 g KNO₂ gibt noch deutlichen Geruch nach Nitrobenzol; die angegebene Menge KNO₂ allein gibt den Geruch nicht. Jodide in größeren Mengen stören die Reaktion empfindlich und müssen u. U. durch Ag- oder Pb-Acetat entfernt werden. Br', Cl', As₂O₃, Acetate und Oxalate stören nicht.

Dauer der Bestimmung etwa 3 min.

		Benzol	
H ₂ SO ₄	farblos:	kein Geruch kein NO ₂ ' kein NO ₃ '	Geruch n. Nitrobenzol NO ₃ ' allein
	sofort orangebraun:	NO ₂ ' allein	NO ₂ ' und NO ₃ '

Benutzte Chemikalien: Benzol, rein, kristallisierbar, KNO₂ und KNO₃ p. a. von Merck, H₂SO₄ chem. rein, konz. [A. 111.]

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Tagung der Mittel- und Ostdeutschen Chemiedozenten (29.—31. Oktober 1937 in Leipzig)

W. Hückel, Breslau: „Konfiguration und Reaktionsfähigkeit alicyclischer Verbindungen.“

Bisher erfolgte die Zuordnung alicyclischer Alkohole zu einer bestimmten Konfiguration entweder nach ihren Bildungsbedingungen und physikalischen Eigenschaften (Skita, v. Auwers) oder nach dem Prinzip der sterischen Hinderung (Vavon). Beide Prinzipien führten bisher nicht zu Widersprüchen miteinander, wenn sie auf Verbindungen mit Nachbarstellung der Substituenten angewandt wurden. Der bei katalytischer Hydrierung in saurer Lösung vorzugsweise entstehende Alkohol reagierte immer mit geringerer Geschwindigkeit als die stereoisomere Verbindung; ihm kommt danach (nach Skita wie Vavon) die cis-Konfiguration zu. Neuerdings sind aber mehrere Beispiele dafür aufgefunden worden, daß die einfache Parallelität: Bildung durch katalytische Hydrierung — geringere Reaktionsgeschwindigkeit nicht besteht, nämlich bei

den Isomerenpaaren cis- α -Dekalol, 4-Oxy-cis-hydrindan, α -Hydrindanol, wenn man die Verseifungsgeschwindigkeiten der sauren Succinate und Phthalate nach Vavon vergleicht. Dagegen geht bisher stets parallel mit der Bildung durch katalytische Hydrierung in saurer Lösung eine große Zersetzlichkeit der p-Toluolsulfonsäure-ester. Es erscheint möglich, durch Modellbetrachtungen die Widersprüche bei den Alkoholen zu beheben, welche die Hydroxylgruppe im Sechsring enthalten, weil der Sechsring eine gewisse Beweglichkeit besitzt; bei den α -Hydrindanolen mit der Hydroxylgruppe im 5-Ring dagegen bleibt das reaktionskinetische Verhalten ihrer Succinate und Phthalate noch ein Rätsel.

Aussprache: Wienhaus, Tharandt: Diese Untersuchungen haben auch Bedeutung für die Aufklärung von Naturstoffen und technischen Erzeugnissen (Borneolen, Mentholen usw.). Man glaubte früher, aus der mehr oder minder großen Leichtigkeit der Wasser-