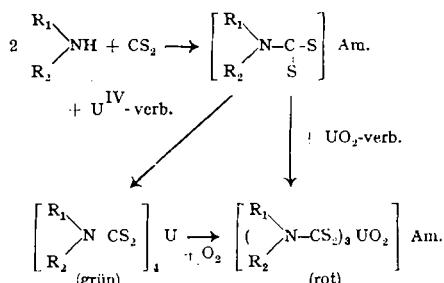


5) Zur Ausschüttelung von U-Verbindungen aus Lösungen mit organischen Lösungsmitteln scheinen komplexe Uranyl-dialkyl-dithiocarbamate besonders geeignet.



Sie bilden in der Uranylreihe wohlkristallisierte und durch passende Wahl der Substituenten R_1 und R_2 in ihren Löslichkeitseigenschaften leicht veränderliche Verbindungen:

Sekundäres Amin	Fp. des Uranyl-dialkyl-dithiocarbamats
1. $C_8H_9-NH-C_2H_5$	185° (zers.)
2. $CH_3-NH-CH_3$	180° (zers.)
3. $n-C_4H_9-NH-n-C_4H_9$	153-54°
4. $[(CH_3)_2CH-CH_2]_2NH$	178-79°
5. $(CH_3)_2CH-NH-CH_3$	bis 300° beständig.
6. $(CH_3)_2CH-CH_2-NH-CH_3$	92-94°
7. $(CH_3)_2CH-CH_2-CH_2-NH-CH_3$	161-66°
8. $[(CH_3)_2CH]_2CH-NH-CH_3$	212-11°
9. Piperidin	bis 250° beständig.
10. CH_3	
	175-80°
$CH_3-CH_2-CH_3$	
11. $(CH_3)_3C-CH_2-NH-CH_3$	207-8° (zers.)
CH_3	
12. $(HO-CH_2-CH_2)_2NH$	167-68° (zers.)
13. $(CH_3)_2C-CH_2-CH-NH-CH_3$	
OH	
CH_3	

Für die Löslichkeit in den untersuchten Lösungsmitteln (Wasser, Alkohol, Glykol, Äther, Aceton, Essigester, aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe, Schwefelkoblenstoff, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Chlofbenzol, Anisol) erweist sich der Verzweigungsgrad der Substituenten von bestimmendem Einfluß. Einige der verwendeten Amine wurden für die Untersuchungen erstmalig dargestellt (Nr. 8, 10, 11, 13).

A. [VB 236]

Kolloquium der Chemischen Institute der TH. Braunschweig

am 4. Dezember 1950

W. SCHNEIDER, Braunschweig: Analytische Arbeiten über Oxy-anthrachinone.

An Beispielen aus der pharmazeutischen Chemie (Abführdrogen, bes. Senna und Frangula, und synthetischen Produkten, bes. Istitin) wurde gezeigt, daß zum qualitativen und quantitativen Nachweis der Oxy-anthrachinone und ihrer Derivate hauptsächlich Reaktionen in saurem und alkalischem Medium im Gebrauch sind. Die Reaktionen in saurem Medium sind in diesem Zusammenhang von geringer Bedeutung (Farbreaktionen mit Säuren, Zinnsalzen usw.; Unterscheidung α - und β -ständiger OII-Gruppen nach Dimroth¹⁾ mit Bor-essigsäureanhydrid). In alkalischer Medium ist die Bornträgersche Reaktion die wichtigste. Verschiedene Ausführungsformen wurden besprochen, die im Prinzip darauf beruhen, daß die Oxy-anthrachinone in organischen Lösungsmitteln (Chloroform, Äther) aufgenommen (freie Oxy-anthrachinone direkt, gebundene nach Säurespaltung, reduzierte Derivate nach Oxydation), diese Lösungen dann mit Lauge ausgeschüttelt und die entstandenen Rotfärbungen gegen eine Eichsubstanz gemessen werden. Es wurde der quantitative Trennungsgang von Schultz²⁾, der die Bestimmung von 6 verschiedenen eng verwandten Produkten aus der Frangula-Rinde gestattet, referiert. Es wurde eine Verbesserung der Bornträgerschen Reaktion nach Versuchen des Vortr. erläutert. Sie beruht darauf, daß man bei hoher Empfindlichkeit und Farbstabilität die Farbreaktion messbar und gegen eine Eichsubstanz vergleichbar bereits im organischen Lösungsmittel der üblichen Trennungsmethoden eintreten läßt. Als ätherlösliche Base wird Piperidin verwandt. Es wurde weiter auf Adsorptionsmethoden, bes. mit Aluminium- und Erdalkali-Oxyden und -Hydroxyden eingegangen und das Verfahren von Fischer³⁾ zur adsorptiven Reinigung und anschließenden gravimetrischen Bestimmung der Oxy-anthrachinone aus Drogen beschrieben. Friebel⁴⁾ hat Oxy-anthrachinone sehr empfindlich im Harn durch Bindung an frisch gefälltes Magnesiumhydroxyd nachgewiesen. Die Nachweise mit Alkalien und Adsorptionsmitteln ergeben in der Umkehrung die Möglichkeit, Aluminium, Magnesium und Lithium qualitativ mit Hilfe von Istitin zu erfassen⁵⁾. Ha. [VB 249]

¹⁾ Ber. dtsch. chem. Ges. 54, 3020 [1921].

²⁾ Pharmaz. 5, Heft 10/12 [1950].

³⁾ Pharmaz.-Ztg. 89, 261 [1950].

⁴⁾ Z. gerichtl. Med. 40, 164 [1950].

⁵⁾ Schneider, Arch. Pharmaz. 383, 248 [1950].

Deutsche Keramische Gesellschaft

Bayreuth, 23. September 1950

K. JASMIN, Göttingen: Über den röntgenographischen Nachweis der Tonminerale¹⁾.

W. RATH, Lauf/Pegnitz: Hochfrequenz-Kondensatorbaustoffe.

Dem Vortrag liegen eigene Arbeiten auf dem Gebiete der TiO_2 -haltigen Hochfrequenzkondensatorbaustoffe²⁾ sowie ausländische, insbes. amerikanische Untersuchungen zu Grunde. Die wichtigsten Eigenschaften für Hochfrequenz-Isolation sind niedrige dielektrische Verluste ($\tg\delta$) und niedrige Dielektrizitätskonstante (ϵ), für die Herstellung von Kondensatoren neben niedrigen $\tg\delta$ im Interesse eines raumsparenden Aufbaues großes ϵ und kleiner Temperaturkoeffizient (TK ϵ). Die Abhängigkeit dieser Eigenschaften von der Zusammensetzung wird an Hand von Kurven und Diagrammen dargestellt für die Zweistoffsysteme, die neben TiO_2 , BeO , MgO , CaO , SiO_2 , BaO , ZnO , La_2O_3 , ThO_2 und für die Dreibzw. Vierstoffsysteme, die neben TiO_2 , $MgO-CaO$, $MgO-SrO$, $CaO-SrO$, $MgO-BaO$, $CaO-BaO$, $SrO-BaO$, $ZnO-BaO$, ZrO_2-ThO_2 , $La_2O_3-ThO_2$, $CaO-La_2O_3$, $CaO-ThO_2$, $CaO-ZrO_2$ und $CaO-La_2O_3-ThO_2$ enthalten. Oft, wie beim steigenden Zusatz von BeO zum TiO_2 , fällt ϵ und TK ϵ stetig, und zwar ϵ nach einer logarithmischen Abhängigkeit. In anderen Fällen ergeben sich Unstetigkeiten, bei bestimmten stöchiometrischen Verhältnissen z. B. entspr. dem Dittitanat im System $MgO-TiO_2$, dem Metatitanat im System $CaO-TiO_2$. Die Reihe der Lanthanitanate zeigt 2 Knickpunkte der ϵ -Kurve etwa bei den Zusammensetzungen $3 La_2O_3 \cdot 2 TiO_2$ und $La_2O_3 \cdot 4 TiO_2$. Daraus und aus den für einige Systeme durchgeführten röntgenographischen Strukturuntersuchungen wird die Bildung neuer Verbindungen nahegelegt. Beim Ca-, Sr- und Ba-Metatitanat ergeben sich ϵ -Werte, die erheblich höher als die der Komponenten, also auch höher als die des reinen Rutils (117 für das regellose Kristallgemisch) liegen. Dies wird mit dem Auftreten eines Curiepunktes in Zusammenhang gebracht, bis zu dem das elektrische Moment nicht linear mit der Feldstärke ansteigt. ϵ zeigt im kritischen Temperaturbereich einen sehr großen Anstieg, wie das zuerst beim Kalium-Natriumtartrat beobachtet wurde. Oberhalb des Curiepunktes verhalten sich diese Dielektrika wieder normal. Der Curiepunkt des $BaTiO_3$ liegt bei 120°, der gewisser Barium-Strontiumtitanate bei 30-40°. Derartige Stoffe haben dann bei der normalen Betriebstemperatur von IIF-Kondensatoren außerordentlich hohe ϵ -Werte, allerdings verbunden mit hohen Verlustwinkeln. Untersuchungen der Kristallstruktur und der dielektrischen Eigenschaften an natürlichen und keramisch erzeugten Perowskiten ($CaTiO_3$) ergeben annähernde Übereinstimmung. Das anormale Verhalten der ferroelektrischen Stoffe erklärt sich durch einen Übergang von der pseudokubischen in die kubische Perowskitstruktur.

F. HEGEMANN, München: Die quantitative Spektralanalyse und ihre Bedeutung für die Keramik.

Vortr. gab einen Überblick über die Grundlagen der Emissionspektralanalyse. Die bekannten Vorteile: Schnelligkeit, hohe Nachweisempfindlichkeit und geringer Materialverbrauch sowie die Bedeutung für zahlreiche keramische Probleme in Wissenschaft und Industrie werden der Grund sein, daß in Zukunft die Spektralanalyse auch in die Keramik eingeführt wird.

H. ZOELLNER, München: Die quantitative spektrochemische Vollanalyse von keramischen Stoffen.

Zur spektrochemischen Vollanalyse von keramischen Stoffen hat Vortr. eine neue Methode ausgearbeitet, die bisher auf das System Si/Al/Fe angewendet wurde. Sie wird auch für die anderen in Silicaten interessierenden Elemente, besonders Ti, Na, K, Ca, Mg, aber auch B, P, C weiterentwickelt und scheint keine grundsätzlichen Schwierigkeiten mehr zu bieten.

Die Methode benutzt eine neu ausgebildete Elektrodenart aus Kupfer, Platin oder Wolfram und den Pfeilsticker-Abreißbogen. Als wesentliche Schwierigkeiten wurden die fraktionierte Destillation und einheitliche Anregungsbedingungen genannt. Die fraktionierte Destillation wird durch Zumischen von Ammoniumnitrat als Bläsersubstanz zu der gepulverten Analysenprobe vermieden. Einheitliche Anregungsbedingungen werden durch Zumischen von Strontiumnitrat erhalten.

Die erreichte Genauigkeit beträgt $\pm 2\%$ des jeweiligen Wertes, der Zeitbedarf für 3 Vollarbeiten auf je 8 Elemente rund 3 Stunden.

O. E. RADZIEWSKI, Hamburg: Die mineralische Zusammensetzung des Neuroder Schiefertons.

Der Tonerdegehalt des feuerfesten Schiefertons von Neurode in Schlesien geht über den der aluminiumreichsten Tonminerale hinaus.

Der Ton ist ein Verwitterungsprodukt des dortigen Gabbros, das durch Umschlammung weitgehend von fremden Bestandteilen und größeren Gesteinsresten befreit worden ist. Er wurde aufbereitet durch Kochen des vorsichtig zerkleinerten Materials in Schwerbenzin und dann in Wasser und anschließende Behandlung mit Wasserstoffsuperoxyd, wodurch die organische Kittsubstanz oxydiert und gelöst wird und der Ton in ein helles, fast weißes Pulver zerfällt. Lichtmikroskopische Untersuchungen zeigten, daß auch die größeren Fraktionen ($> 2\mu$) überwiegend aus Aggregaten von noch nicht vollständig aufbereiteten Tonmineralen

¹⁾ Vgl. die Monographie Nr. 60 zu dieser Ztschr.: „Die silicatischen Tonminerale“ von K. Jasmund, Verlag Chemie, Weinheim, sowie diese Ztschr. 62, 181 [1950].

²⁾ Fiat Review of German Science u. Naturforsch. u. Medizin in Deutschland 1939-1946, Band 26, Teil IV, S. 153-165.