

## Über die Gewinnung „typischer Farbkurven“ von Pulvern aus Reflexionsmessungen

Von Prof. Dr. G. KORTÜM  
und Dipl.-Phys. G. SCHREYER

Physikalisch-chemisches Institut der Universität Tübingen

Das auf einen nicht absorbierenden „Weißstandard“ wie  $MgO$  oder  $BaSO_4$  bezogene spektrale Reflexionsvermögen pulvelförmiger Stoffe setzt sich aus zwei Anteilen zusammen: der reguläre Anteil (Oberflächen- oder Spiegelreflexion) ist durch die Fresnelischen Gleichungen gegeben, er nimmt für stark absorbierende Stoffe (z. B. Metalle) Werte in der Nähe von 1 an; der diffuse Anteil kommt dadurch zustande, daß die Strahlung in die Schicht eindringt, dabei zum Teil absorbiert wird und nach mehrfacher Streuung an den Partikeln des Pulvers an die Oberfläche und auf den Empfänger zurück gelangt. Der relative Betrag dieser Anteile hängt außer vom Absorptionskoeffizienten noch von der Korngröße des untersuchten Pulvers ab, wie frühere Untersuchungen gezeigt haben<sup>1)</sup>. Das wahre Absorptionsspektrum von Pulvern läßt sich nur dann ermitteln, wenn man den regulären Anteil der Reflexion so weit unterdrückt, daß er gegenüber dem diffusen Anteil vernachlässigt werden kann.

Bei schwach absorbierenden Stoffen gelingt dies bereits durch sehr feines Pulverisieren, wobei Korngrößen von etwa  $0,1 \mu$  notwendig sind. Bei stark absorbierenden Stoffen läßt sich jedoch der reguläre Anteil der Reflexion auch bei Verwendung dieser geringen Korngrößen nicht genügend unterdrücken, was zur Folge hat, daß das Reflexionsspektrum gegenüber dem wahren Absorptionsspektrum stark verzerrt erscheint. Man kann jedoch auch das wahre Absorptionsspektrum erhalten, wenn man den zu untersuchenden Stoff mit dem Weißstandard mechanisch verreibt und damit so weit verdünnt, daß der reguläre Anteil der Reflexion aus statistischen Gründen wieder praktisch vernachlässigbar wird. Eingehende Untersuchungen an verschiedenen Modellsubstanzen haben gezeigt, daß bei diesem Verreiben ein „Lösungsmittelleffekt“ eintritt in dem Sinne, daß der absorbierende Stoff vollständig an dem überschüssigen  $MgO$  bzw.  $BaSO_4$  adsorbiert wird, wie der Vergleich mit den Spektren zeigt, die man erhält, wenn man den betreffenden Stoff aus wässriger Lösung adsorbiert. Für diese „Lösungen“ gilt die Schuster-Kubelka-Munksche Beziehung

$$\frac{(1-R)^2}{2R} = \text{prop. } \epsilon$$

worin  $R$  das relative Reflexionsvermögen gegenüber dem Standard bedeutet und  $\epsilon$  seinen molaren Extinktionskoeffizienten darstellt. Mit Hilfe dieses Verfahrens lassen sich demnach die sog. „typischen Farbkurven“ pulvelförmiger Stoffe ermitteln, die bis auf eine konstante Verschiebung in der Ordinatenrichtung mit dem wahren Absorptionsspektrum identisch sind. Das Verfahren ist ganz allgemein anwendbar und stellt eine wichtige Bereicherung der Meßtechnik auf dem Gebiet der Absorptionsspektroskopie dar. Es hat besondere Bedeutung für die Ermittlung von Spektren unlöslicher Stoffe (z. B. Pigmente).

Die ausführliche Arbeit erscheint demnächst in dieser Zeitschrift.

Eingeg. am 19. September 1955 [Z 239]

## Die thermische Reaktion zwischen Fluor und Chlorhexoxyd ( $Cl_2O_6$ )

Von A. J. ARVIA, W. H. BASUALDO  
und Prof. Dr. H. J. SCHUMACHER

Instituto Superior de Investigaciones de la Facultad de Química y Farmacia, Universidad Nacional de Eva Perón, La Plata

Im Laufe von systematischen Studien über die Reaktionen der Halogene untersuchten wir die Reaktion zwischen Fluor und Chlorhexoxyd. Wir hielten es für möglich, durch diese Reaktion in einfacherer Weise als bisher bekannt zum Perchlorylfluorid ( $FCIO_4$ )<sup>2, 3, 4, 5)</sup> zu gelangen; dies umso mehr als sich bekanntlich das Chlorylfluorid ( $FCIO_2$ ) direkt quantitativ aus Fluor und Chlorhexoxyd bildet<sup>6, 7)</sup>.

<sup>1)</sup> G. Kortüm u. H. Schöttler, Z. Elektrochem. 57, 353 [1953]; vgl. G. Kortüm u. M. Kortüm-Seiler, Z. Naturforsch. 2a, 652 [1947] und die dort angegebene Literatur; G. Kortüm u. P. Haug, Z. Naturforsch. 8a, 372 [1953].

<sup>2)</sup> H. Bode u. E. Klesper, Z. anorg. allg. Chem. 265, 275 [1951].

<sup>3)</sup> A. Engelbrecht u. H. Atzwanger, Mh. Chem. 83, 1087 [1952].

<sup>4)</sup> A. Engelbrecht, diese Ztschr. 66, 442 [1954].

<sup>5)</sup> H. Bode u. E. Klesper, ebenda 66, 605 [1954].

<sup>6)</sup> H. Schmitz u. H. J. Schumacher, Z. anorg. allg. Chem. 249, 238 [1942].

<sup>7)</sup> P. J. Aymorino, J. E. Sicre u. H. J. Schumacher, J. chem. Physics 22, 756 [1954] u. An. Asoc. quím. argent. 43, 26 [1955].

Wir führten die Versuche in einem statischen System derart aus, daß wir zwischen +20 und +40 °C Fluor verschiedener Konzentration auf bestimmte Mengen Chlorhexoxyd einwirken ließen. Letzteres wurde unter Ausschluß jeder Feuchtigkeit durch Reaktion von Ozon mit Chlordioxyd<sup>8)</sup> jeweils frisch im Reaktionsgefäß hergestellt und durch Evakuieren bei -10 °C von allen etwa noch vorhandenen Fremdstoffen befreit.

Aus Vorversuchen folgte, daß man, um einwandfreie Resultate zu erhalten, d. h. um Nebenreaktionen und die Bildung rötlich gefärbter Substanzen zu vermeiden, in einer Quarz-Apparatur arbeiten muß, die frei von Wasserspuren und sonstigen Substanzen ist, die mit Fluor oder dessen Verbindungen zu reagieren vermögen. An Stelle gefetteter Hähne verwendeten wir mit Teflon gedichtete Aluminiumventile<sup>9)</sup>, und als Manometer ein Bodenstein-sches Spiralmanometer, das als Nullinstrument diente.

Die Versuche ergaben, daß das Chlorhexoxyd durch die Reaktion mit Fluor unter unseren Versuchsbedingungen im Verlaufe weniger Stunden — die Reaktionsdauer wurde im wesentlichen durch die Menge des umzusetzenden Chlorhexoxyds und die Reaktionstemperatur bestimmt — in farblose, bei der herrschenden Temperatur gasförmige Substanzen umgesetzt wurde. Die Ausgangsmenge des kondensierten Chlorhexoxyds entsprach etwa 200–300 mm<sup>3</sup> Chlordioxyd. Die Reaktion verlief unter Druckerhöhung und zwar entsprach die Gesamtdruckänderung bis Reaktionende in großer Annäherung dem Druck der mit flüssigem Sauerstoff kondensierbaren Reaktionsprodukte. Es zeigte sich ferner, daß der Fluor-Verbrauch mit der entwickelten Sauerstoff-Menge nahezu übereinstimmte.

Unter den Reaktionsprodukten konnte kein Perchlorylfluorid ( $FCIO_3$ ) nachgewiesen werden. Die Hauptprodukte waren, neben Sauerstoff Chlorylfluorid ( $FCIO_2$ ) und Chlorheptoxyd ( $Cl_2O_7$ ). Ihre Mengen schwankten je nach Versuchsbedingungen zwischen 65–80 %  $FCIO_2$  und 15–25 %  $Cl_2O_7$ . Daneben bildeten sich in geringem Maße Chlor und eine andere Chlor, Fluor und Sauerstoff enthaltende, schwer kondensierbare Verbindung, die in wässriger Lösung leicht hydrolysiert. Möglicherweise handelt es sich hierbei um das dem Perchlorylfluorid isomere  $ClO_3F^2$ ). Die geringe Menge, mit der sich diese Substanz bildete, machte ihre genaue chemische Identifizierung unmöglich.

Die Hauptprodukte  $FCIO_2$  und  $Cl_2O_7$  wurden durch Destillation getrennt und rein dargestellt. Sie konnten durch chemische Analyse und physikalische Daten, wie Mol.-Gewicht, Dampfdruckkurve und thermische Stabilität, identifiziert werden.

Die Arbeit erscheint ausführlich in der Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie.

Eingeg. am 18. Juli 1955 [Z 222]

## Über neue Quecksilber-haltige Fluor-Verbindungen

Von Prof. Dr. A. MEUWSEN und Dr. R. DÖTZER

Institut für Anorganische Chemie der Universität Erlangen

Durch Auflösen einer noch HF-haltigen, frisch bereiteten  $HgF_4 \cdot 2H_2O$ -Paste in Pyridin oder Umsetzung einer  $PyH \cdot HF_2$ -Lösung mit gelbem  $HgO$  kristallisiert beim Abkühlen ( $C_5H_5NH_2 \cdot HgF_4 \cdot 2H_2O$  I) mit 50–70 % Ausbeute aus. Die kaum hydrokopischen farblosen Kristalle färben sich an der Luft braun. In Wasser ist (I) leicht löslich (über 300 g/100 cm<sup>3</sup> Wasser, 20 °C), auch Methanol und Formamid lösen farblos, höhere Alkohole weniger gut unter Braunfärbung. Durch Umkristallisieren aus  $CH_3OH$  oder Reaktion von gelbem  $HgO$  mit methanolischem  $PyH \cdot HF_2$  entsteht kristallwasserfreies  $(C_5H_5NH_2)_2HgF_4$  (II) in seidig glänzenden, verfilzten Nadeln, die sich unter Pyridin-Abgabe an der Luft braun färben, in dicht schließenden Kunststoff-Dosen jedoch haltbar sind. (II) ist wohl die erste stabile  $[HgF_4]^{2-}$ -Verbindung; weitere Verbindungen wie  $(Picolin \cdot H_2)HgF_4 \cdot HF \cdot H_2O$  und  $(Picolin \cdot H_2)HgF_4$ , ferner  $(Cholin \cdot H_2)HgF_4 \cdot HF \cdot H_2O$  und  $(2,6-Lutidin \cdot H_2)HgF_4$  konnten dargestellt werden.

Anorganische Säurechloride reagieren mit festem (II) schon bei Raumtemperatur unter starker Wärmeentwicklung. Mit überschüssigem Benzoylchlorid entsteht  $C_6H_5CO \cdot F$  (Kp 161–163 °C); Fluor wurde dabei gegen Chlor ausgetauscht und quantitativ  $(Py \cdot H_2)HgCl_4$  isoliert. Mit  $NH_3$  entsteht aus (II) Pyridin und festes  $(NH_4)_2HgF_4 \cdot 2NH_3$ , das mit kaltem Wasser  $Hg_2NF \cdot 2H_2O$  liefert. Der thermische Abbau bei 1–2 Torr und 100–110 °C verläuft nach



<sup>8)</sup> H. J. Schumacher, Z. anorg. allg. Chem. 184, 272 [1929].

wobei amorphes, bislang nicht sicher bekanntes  $(H_2N\text{Hg})F$  fast quantitativ zurückbleibt.

Beim Einengen methanolischer Lösungen von (II) in Glasefäßen entstand  $\text{Hg}(\text{Py})_2\text{SiF}_6$ , das sich ebenfalls aus  $\text{H}_2\text{SiF}_6$  und Pyridin gewinnen läßt. Es ist hygroskopisch, gut löslich in Wasser, weniger in heißem  $\text{CH}_3\text{OH}$ . Aus  $\text{HgO}$ , wäßriger  $\text{H}_2\text{SiF}_6$  und Pyridin entsteht schwerlösliches  $\text{Hg}(\text{Py})_2\text{SiF}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , das bei  $110^\circ\text{C}$  und 3 Torr das Kristallwasser abgibt. Auch die kristallinen waserlöslichen Fluoborate: nicht hygroskopisches  $(\text{O}_2\text{H}_5\text{NH})\text{BF}_4$ , ferner  $\text{Hg}(\text{Py})_n(\text{BF}_4)$  ( $n = 2, 3$  oder  $4$ ) wurden dargestellt.

Die Untersuchungen werden nach verschiedenen Seiten fortgesetzt; über die vorliegenden Ergebnisse wird demnächst ausführlich berichtet.

Eingeg. am 16. August 1955 [Z 230]

## Darstellung von Imino-Quecksilber(II)-halogeniden und Derivaten

Von Prof. Dr. A. MEUWSEN und Dipl.-Chem. G. WEISS  
Institut für Anorganische Chemie der Universität Erlangen

Imino- $\text{Hg(II)}$ -bromid  $\text{HN}(\text{HgBr})_2$  wurde 1910 von R. Widmann<sup>1)</sup> aufgefunden, 1952 von W. Rüdorff und K. Brodersen<sup>2)</sup> neu dargestellt, röntgenographisch untersucht und strukturell als  $[\text{Hg}_2(\text{NH}_3)_2]\text{Br} \cdot \text{HgBr}_2$  erkannt. Mit Hilfe der Umsetzung



konnte hier H. Gutsche erstmals  $\text{HN}(\text{HgCl})_2$ , auf anderem Wege auch dessen Äthyl-Derivat, gewinnen. G. Weiss stellte nach obiger Gleichung Imino- $\text{Hg(II)}$ -halogenide dar, in denen  $\text{R} = \text{H}$ ,  $\text{C}_2\text{H}_5$ ,  $\text{C}_3\text{H}_7\text{O}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5$ , Naphthyl- und  $\text{NH}_3$ ,  $\text{Hal} = \text{Cl}$  oder  $\text{Br}$  sein kann. Die Umsetzungen wurden mit wäßrigen Suspensionen von frisch gefälltem  $\text{HgO}$  und geringem  $(\text{NH}_3\text{R})\text{Hal}$ -Überschuß bei entspr. Temperaturen vorgenommen. Jodide oder Rhodanide konnten nicht erhalten werden.

Die Verbindungen sind staubfeine, voluminöse, farblose bis gelbe, mehr oder weniger lichtempfindliche Pulver, in heißer  $2\text{n HCl}$  unter Zersetzung löslich.  $\text{HN}(\text{HgBr})_2$  ist gegenüber kaltem Wasser einigermaßen beständig, das grünlich-gelbe  $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}(\text{HgCl})_2$  verträgt in wäßriger Suspension sogar Temperaturen bis  $80^\circ\text{C}$ . Bei den Äthyl-Verbindungen gelang es, Hydrolyseprodukte zu fassen, deren Zusammensetzung recht gut der Formel  $[\text{Hg}_2(\text{NC}_2\text{H}_5)_2]\text{OH} \cdot \text{HgHal}_2$  entspricht.

Die oben formulierte Umsetzung vollzieht sich so, daß z. B. aus  $(\text{NH}_3\text{R})\text{Cl}$  und gelbem  $\text{HgO}$  primär  $(\text{HgNHR})\text{Cl}$  und daraus mit  $\text{HgCl}_2$  erst  $\text{R} \cdot \text{N}(\text{HgCl})_2$  entsteht. Demselben Reaktionsmechanismus folgt auch die Rüdorff und Brodersen<sup>2)</sup> gelungene  $\text{HN}(\text{HgBr})_2$ -Darstellung aus  $\text{HgBr}_2$  und  $\text{NH}_3$  in Gegenwart von  $\text{NH}_4\text{Br}$ .

Eingeg. am 16. August 1955 [Z 232]

## Über Hydrazin-iso-disulfonate

Von Prof. Dr. A. MEUWSEN und Dipl.-Chem. H. TISCHER  
Institut für Anorganische Chemie der Universität Erlangen

Neben freier  $\text{H}_2\text{N} \cdot \text{NH} \cdot \text{SO}_3\text{H}$  und deren Salzen<sup>3)</sup> sind bislang nur noch Hydrazin-iso-disulfonate<sup>4)</sup> bekannt, denen man symmetrische Struktur  $\text{MeO}_2\text{S} \cdot \text{NH-NH} \cdot \text{SO}_3\text{Me}$  zuschreibt.

Durch Einwirkung von Sulfoperamidsäure  $\text{H}_2\text{N} \cdot \text{O} \cdot \text{SO}_3\text{H}^5)$  auf  $\text{HN}(\text{SO}_3\text{K})_2$  ist es gelungen, isomere, asymmetrisch gebaute Hydrazin-iso-disulfonate  $\text{H}_2\text{N-N}(\text{SO}_3\text{Me})_2$  zu erhalten. Mit etwa 45% Ausbeute entsteht  $\text{H}_2\text{N-N}(\text{SO}_3\text{K})_2$ , das im Gegensatz zur symmetrischen Verbindung  $\text{H}_2\text{N}(\text{SO}_3\text{K})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  wasserfrei kristallisiert. Von Lauge wird das Iso-disulfonat langsam unter  $\text{N}_2$ -Entwicklung in Sulfit überführt. Mit  $\text{Hg}(\text{I})$ -nitrat entsteht farbloses, in Wasser schwer lösliches  $\text{H}_2\text{N-N}(\text{SO}_3\text{K})_2(\text{SO}_3\text{Hg})$ , während  $\text{Hg}_2^{2+}$  mit symmetrischen  $\text{H}_2\text{N}_2(\text{SO}_3\text{Me})_2$  einen gelben Niederschlag erzeugt.

Durch Umsatz des asymmetrischen K-Salzes mit Ba-acetat wurde in Wasser schwer lösliches, weniger beständiges  $\text{H}_2\text{N-N}(\text{SO}_3\text{K})_2 \cdot \text{Ba} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  und daraus das Na- und  $\text{NH}_4$ -Salz gewonnen, die abweichend von ihren symmetrisch gebauten Isomeren ebenfalls wasserfrei kristallisieren.

Endlich wurde aus  $\text{H}_2\text{N-N}(\text{SO}_3\text{K})_2$  durch weitere Sulfonierung in guter Ausbeute  $\text{KO}_2\text{S} \cdot \text{NH-N}(\text{SO}_3\text{K})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  sowie in geringer Menge ein Tetrasulfonat isoliert.

Eingeg. am 16. August 1955 [Z 231]

- <sup>1)</sup> R. Widmann, Z. anorg. allg. Chem. 68, 1 [1910].  
<sup>2)</sup> W. Rüdorff u. K. Brodersen, Z. anorg. allg. Chem. 270, 145 [1952]; Z. Naturforsch. 9b, 164 [1954].  
<sup>3)</sup> W. Traube u. A. Vockerodt, Ber. dtsch. chem. Ges. 47, 938 [1914].  
<sup>4)</sup> R. Stollé u. K. Hofmann, Ber. dtsch. chem. Ges. 37, 4523 [1904]. E. Konrad u. L. Pellens, Ber. dtsch. chem. Ges. 59, 137 [1926].  
<sup>5)</sup> F. Sommer, O. F. Schulz u. M. Nassau, Z. anorg. allg. Chem. 147, 143 [1925].

## Ein neuer Weg zum Diazomethan

Von Prof. Dr. EUGEN MÜLLER, Dr. D. LUDSTECK  
und Dipl.-Chem. W. RUNDEL

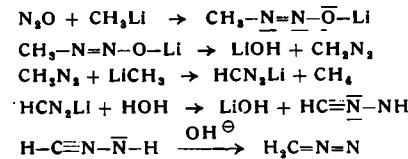
Institut für Angewandte Chemie der Universität Tübingen

Im Verlauf unserer Untersuchungen an Diazomethanen<sup>1)</sup> erschien es von präparativem Interesse, eine einfache neue Methode zur Gewinnung von Diazomethan zu besitzen. Die Analogie des Elektronen-Aufbaus des von uns dargestellten Iso-diazomethans zur Stickstoffwasserstoffssäure legt eine weitere Analogie zum Elektronen-Aufbau des Di-stickstoffmonoxys nahe:



Leitet man Di-stickstoffmonoxid unter Kühlung in ätherische Methyl-lithium-Lösung ein, so fällt nach einiger Zeit ein farbloser Niederschlag aus. Der Niederschlag wird von der überschüssigen Lösung abgetrennt. Er zeigt den charakteristischen Geruch des Diazomethyl-lithiums bzw. des Iso-diazomethans. Behandelt man diesen Niederschlag nach Überstichen mit frischem Äther mit 50%iger Kalilauge, so nimmt die Ätherschicht beim Umschütteln eine gelbe, grünstichige Farbe an. Die Ätherlösung methyliert z. B. m-Nitro-benzoesäure zu dem entsprechenden Methylester, nachgewiesen durch Mischschmelzpunkt mit einem authentischen Präparat.

Wir nehmen an, daß sich gemäß den Erfahrungen auch anderer Autoren<sup>2)</sup> zunächst das Methyldiazotat bildet, das aber sehr unbeständig ist und z. T. bereits während des Einleitens des  $\text{N}_2\text{O}$  Lithiumhydroxyd unter Diazomethan-Bildung abspaltet. Das Diazomethan gibt mit Methyl-lithium das Diazomethyl-lithium<sup>1)</sup>, dessen alkalische Hydrolyse über das Iso-diazomethan wieder zum Diazomethan führt:



Ein Versuch mit Phenyl-lithium<sup>3)</sup> ergibt, daß sich auch hier zunächst das Diazotat bildet, dessen vermutlich radikalischer Zerfall und Reaktionsweise zahlreiche Folgeprodukte gibt.

Die ausführliche Beschreibung unserer Diazomethan-Versuche erfolgt an anderer Stelle.

Eingeg. am 24. Aug. 1955 [Z 233]

## Die Konstitution des Despeptido-actinomycins

Von Prof. Dr. H. BROCKMANN und Dr. H. MUXFELDT  
Organisch-chemisches Institut der Universität Göttingen

Wie kürzlich mitgeteilt<sup>4)</sup>, ist das beim Baryt-Abbau der Actinomycine entstehende Despeptido-actinomycin<sup>4)</sup> ein Dioxydimethyl-acridon-chinon-(5,8) (I). Auf Grund folgender Befunde gelang es nunmehr, auch die Stellung der beiden Methyl- und Oxy-Gruppen festzulegen.

Da Despeptido-actinomycin gegen Alkali sehr beständig ist, sich mit Methanol-Salzsäure nicht verestern läßt und mit Hypojodit unter Entfärbung 0,9 Mol Jodoform gibt, muß eine Methyl-Gruppe im Chinon-Ring stehen. Für die Anordnung der beiden Methyl- und Oxy-Gruppen gibt es auch dann noch 24 verschiedene Möglichkeiten. Durch stufenweisen Abbau hier eine Auswahl zu treffen, schien auf Grund von Vorforschungen aussichtslos. Deshalb wurde versucht, dieses Ziel spektroskopisch zu erreichen.

Despeptido-actinomycin läßt sich durch Reduktion seines chinoiden Systems und anschließende Methylierung in ein blaßgelbes, kristallisiertes Derivat vom  $\text{Fp} 184^\circ\text{C}$  überführen, das seiner Entstehung und Analyse nach ein Tetramethoxy-dimethyl-acridon ist. Wie an einer größeren Zahl von Methoxy-acridonen und Methyl-acridonen gezeigt werden konnte, hängt die Lage ihrer Absorptionsmaxima in gesetzmäßiger Weise von Zahl und Stellung der Methoxy- und Methyl-Gruppen ab und kann additiv aus den „Verschiebungsbeträgen“ der einzelnen Methoxy-Gruppen berechnet werden. Durch Anwendung dieser spektroskopischen

- <sup>1)</sup> E. Müller u. D. Ludsteck, Chem. Ber. 87, 1887 [1954]; 88, 921 [1955]; E. Müller u. W. Rundel, Chem. Ber. 88, 917 [1955].  
<sup>2)</sup> E. Zerner, Mh. Chem. 34, 1609 [1913]. — W. Schlenk u. E. Bergmann, Liebigs Ann. Chem. 464, 1 [1928]. — F. M. Beringer u. Mitarb., J. Amer. chem. Soc. 75, 3984 [1953]. — R. Meier, Chem. Ber. 86, 1483 [1953]; ferner Vortragsreferat, diese Ztschr. 66, 341 [1954]; R. Meier u. K. Rappold, diese Ztschr. 65, 560 [1953].  
<sup>3)</sup> H. Brockmann u. H. Muxfeldt, Naturwissenschaften 41, 500 [1954].  
<sup>4)</sup> H. Brockmann u. N. Grubhofer, Naturwissenschaften 37, 494 [1950]; Chem. Ber. 86, 1407 [1953]; H. Brockmann u. K. Vohwinkel, Naturwissenschaften 47, 258 [1954].