

R. FAHN, Clausthal: Anfarbversuche von Tonmineralien mit Fluoreszenzfarbstoffen.

Werden Tonminerale bzw. Tone in wäßrigen Lösungen von Fluoreszenzfarbstoffen suspendiert, so adsorbieren die Tonteilchen den Farbstoff und färben sich dabei gut und unterschiedlich an. Um eine gute Anfärbung zu erreichen, müssen nach den bisherigen Versuchen Amino-Gruppen in der Molekel vorhanden sein.

Es wurden Kaolinit, Fireclay-Mineral, Halloysit, Illit und Montmorillonit (Ca- und Na-Bentonit) u. a. mit Acridingelb, Acridinorange, Berberinsulfat, Auramin, Rhodamin B und Thioflavin angefärbt. Eosin und Fluorescein, die keine Amino-Gruppe enthalten, färben nicht. Die Menge des aufgenommenen Farbstoffes nimmt von Kaolinit zu Montmorillonit in der angegebenen Reihenfolge zu und erreicht bei Montmorillonit 60 Gew.%. Die maximale Farbstoffaufnahme der verschiedenen Tonminerale nimmt in der gleichen Reihenfolge zu wie der Enslin-Wert (Wasserbindevormögen) und der S-Wert (Summe der austauschfähig gebundenen Kationen).

Beim Montmorillonit werden Farbstoffmolekeln u. a. von Acridingelb, Acridinorange, Berberinsulfat zwischen den Silicat-Schichten eingelagert. Dabei ändert sich der Schichtabstand  $d(001)$  von etwa 16 Å weder beim Trocknen noch unter Wasser.

Durch verschiedene Farbstoffe, Farbstoffkonzentration und Färbedauer ist es möglich, die Tonminerale auch in Mischungen unterschiedlich anzufärben. Es wird sich hieraus vielleicht eine Methode entwickeln lassen, die eine einfache und rasche Identifizierung von Tonmineralien, z. B. in Tonen, ermöglicht.

H. SCHLEGEL, Clausthal: Beitrag zur Frostbeständigkeit keramischer Erzeugnisse.

Nach einer Kritik an den gegenwärtigen Verfahren zur Bestimmung der Frostbeständigkeit keramischer Erzeugnisse, dem Frostversuch nach DIN 105 und der gradiellen Wasseraufnahme nach DIN 52104 berichtete der Vortr. über Dehnungs-Schwindungs-Messungen an wassergesättigten Probekörpern der Abmessung  $40 \times 10 \times 10$  mm im Temperaturbereich von  $+15^\circ\text{C}$  bis  $-15^\circ\text{C}$ . Das am Institut für Steine und Erden entwickelte Frostdilatometer besteht aus einem Kühlaggregat und der Meßeinrichtung, die Längenänderungen auf  $\frac{1}{10} \mu$  genau anzeigt. Für die Untersuchungen wurden Probekörper aus verschiedenem Ziegelmateriale, deren Frostbeständigkeit bzw. -empfindlichkeit teilweise bekannt war, herangezogen. Die Ergebnisse der Längenausdehnungen wurden graphisch als Temperatur-Schwindungs-Zeit-Diagramm und als Temperatur-Schwindungs-Dehnungs-Diagramm dargestellt. Auf Grund der unterschiedlichen Dehnungs-Schwindungskurven lassen sich die Ziegel in 4 Gruppen einteilen: I: sehr gut frostbeständig, II: frostbeständig, III: mäßig frostbeständig, IV: nicht frostbeständig.

Gruppe I: Keine Überschneidung der Abkühlungs- und Aufheizungskurve, keine Dehnung durch den Eisdruck erkennbar.

Gruppe II: Überschneidung der Abkühl- und Aufheizungskurve, keine Dehnung durch den Eisdruck erkennbar.

Gruppe III: Überschneidung der Abkühl- und Aufheizungskurve, keine Dehnung durch das Eis feststellbar, jedoch größere Schwindung beim Aufheizen.

Gruppe IV: Starke Überschneidung der Abkühl- und Aufheizungskurve, große Dehnung und Schwindung.

Eine Tafel, in der die Ziegel nach der gefundenen Frostbeständigkeit eingeteilt sind und in der zum Vergleich die S-Werte angegeben wurden, läßt erkennen, daß keine Proportionalität zwischen S-Wert und der gefundenen Frostbeständigkeit besteht.

H. KOLKMEIER, Clausthal: Porzellanglasurfehler und ihre Ursachen.

Es werden die Gruppe der „Nadelstiche“ und damit zusammenhängende Glasurfehler herausgegriffen. Nadelstiche sind Vertiefungen in der Glasur, die vorwiegend an Flachgeschirr zu beobachten sind. Beobachtungen am Tunnelofen ergaben, daß eine über ein gewisses Maximum hinausgehende Gaszufuhr immer zu Nadelstichen führte. An Tellern, die  $1250^\circ\text{C}$  ausgesetzt waren, zeigten sich deutlich kleine Blasen, die beim zweiten Brand bei höherer Temperatur in Nadelstiche übergingen. Es ist also anzunehmen, daß sich in der Masse oder Glasur Gase bilden, die z. T. erst nach dem Schließen der Glasur entweichen und dann zu einer Aufwattung der Glasuroberfläche führen. Um zu klären, welche Gase die Blasen bilden, wurde im Erhitzungsmikroskop die Einwirkung verschiedener Gase auf Porzellanglasuren untersucht.  $\text{CO}_2$ - und  $\text{N}_2$ -haltige Atmosphären waren ohne schädlichen Einfluß.  $\text{CO}$ -Zufuhr von  $1000^\circ\text{C}$  ausgehend bis zu Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes der Glasur führte zu intensiver

<sup>1)</sup> S. dazu Hans Lehmann: Die Beurteilung der Frostbeständigkeit grobkeramischer Erzeugnisse mit Hilfe dilatometrischer Messungen, Ziegellnd. x, 569 [1955].

Blasenbildung, wobei Blase neben Blase entstand, platzte und wieder verschwand. Nach dem Brand zeigten die Probekörper eine große Zahl von Nadelstichen neben eingelagertem elementarem Kohlenstoff. Das  $\text{CO}$  muß also in  $\text{CO}_2$  und C zersetzt worden sein. Wahrscheinlich verbrennt der Kohlenstoff z. T. erst nach dem Dichtbrennen der Glasur. Entstehendes  $\text{CO}_2$  will dann entweichen und ruft die Blasen hervor. Bei allen Versuchen setzte die Blasenbildung erst dann ein, wenn die  $\text{CO}$ -Zufuhr eingestellt war und Luft in den Ofen eindringen konnte. Die Blasenbildung ist verstärkt, wenn Luft durch den Ofen geleitet wird. Der Sauerstoff bzw. die Luft kann also in die im Schmelzfluß befindliche Glasur eindringen und den Kohlenstoff oxydieren. Der Kohlenstoff setzt sich in größeren Mengen erst dann ab, und zwar in der Glasur, wenn die Glasur eine Sinterungs- bzw. Schmelzerscheinung zeigt.

In weiteren Versuchen wurde die Einwirkung von  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  und  $\text{MgSO}_4$  auf das Schmelzverhalten von Porzellanglasuren ermittelt. Besonders das  $\text{CaSO}_4$  kann, ähnlich dem Kohlenstoff, Nadelstiche hervorrufen. Ein Teil dieses Sulfates dissoziiert erst nach dem Dichtbrennen der Glasur, so daß das freiwerdende  $\text{SO}_2$  keine Gelegenheit zum Entweichen hat. Bei Laborversuchen ruft bereits ein Zusatz von 0,5%  $\text{CaSO}_4$  Nadelstiche hervor. Die Sulfate des Natriums und Magnesiums dissoziieren bereits bei niedrigeren Temperaturen. Bei einem schnellen Brand sind jedoch ebenfalls Blasenerscheinungen im Erhitzungsmikroskop zu erkennen.

Bei Untersuchungen zur Prüfung des Einflusses von  $\text{SO}_2$  auf Porzellanglasuren zeigte sich, daß die im Erhitzungsmikroskop beobachteten Oberflächenerscheinungen und die nach dem Brand zu erkennenden Glasurfehler sehr ähnlich sind mit den Erscheinungen, die beim Zusatz von  $\text{CaSO}_4$  auftreten.  $\text{SO}_2$  wirkt sich bis  $1200^\circ\text{C}$  sehr ungünstig auf das Schmelzverhalten von Glasuren aus. [VB 722]

## GDCh-Ortsverband Marburg-L.

am 1. Juli 1955

G. FRITZ, Marburg/L.: Radikalreaktionen von Siliciumwasserstoff-Verbindungen.

Es wurden die bei der pyrochemischen Umsetzung zwischen Siliciumwasserstoff-Verbindungen  $[(\text{SiH}_3)_x, \text{Siloxen}, \text{SiH}_4]$  und Kohlenwasserstoffen  $[\text{C}_2\text{H}_4, \text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}, \text{Pentan}, \text{Cyclohexan}]$  entstehenden nieder- und höhermolekularen siliciumorganischen Verbindungen behandelt. Diese Reaktionen werden durch den Zerfall der Siliciumwasserstoff-Verbindungen  $(\text{SiH}_4 \rightarrow \text{SiH}_3 + \text{H})$  eingeleitet. Die einfachen Alkylsilane wie  $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{SiH}_2$  beteiligen sich am Ablauf der Reaktionen. Durch photochemische Zersetzung des  $\text{SiH}_4$  (wobei ebenfalls Siliciumwasserstoff-Radikale und H-Atome entstehen) lassen sich mit Äthylen die gleichen Verbindungstypen erhalten wie bei der pyrochemischen Reaktion. Auch  $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{SiH}_2$  wird in Anwesenheit von Hg-Dampf durch Einstrahlen der Linie 2537 Å unter Bildung nieder- und höhermolekularer siliciumorganischer Verbindungen zersetzt und reagiert dabei mit Äthylen, wobei wiederum siliciumorganische Verbindungen entstehen. Die pyrochemische und photochemische Umsetzung von  $\text{SiH}_4$  mit  $\text{C}_2\text{H}_4$  führt zu den gleichen Verbindungstypen. Der Zerfall des  $\text{SiH}_4$  und die Beteiligung der einfachen Alkylsilane an der Umsetzung bestimmen weitgehend den Ablauf der Reaktion.

Der quantitativen Bestimmung der SiH-Bindung kommt besondere Bedeutung zu. Es wurde beobachtet, daß  $\text{SiH}_4$  von einer wäßrigen  $\text{HgCl}_2$ -Lösung quantitativ absorbiert wird nach



Die jodometrische Titration des entstandenen  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  ermöglicht die Bestimmung der SiH-Bindung. Entsprechend ist die Bestimmung im  $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{SiH}_2$  und  $\text{HSiCl}_3$  möglich.

$\text{SiH}_4$  reagiert auf Grund seines Zerfalls in  $\text{SiH}_3$  und H-Atome oberhalb  $400^\circ\text{C}$  mit  $\text{PH}_3$  unter Bildung von Wasserstoff-haltigen Silicium-Phosphor-Verbindungen, unter denen bisher das  $\text{H}_3\text{Si-PH}_2$  näher untersucht wurde.  $\text{H}_3\text{SiPH}_2$  ist eine bei  $12,7^\circ\text{C}$  siedende farblose Flüssigkeit, die mit dem Sauerstoff der Luft sofort unter Feuererscheinung reagiert. Im alkalischen Gebiet wird das  $\text{H}_3\text{SiPH}_2$  unter Bildung von  $\text{H}_2$ ,  $\text{Si}(\text{OH})_4$ ,  $\text{SiH}_4$  und  $\text{PH}_3$  hydrolysiert. Ähnliche Zersetzungsprodukte erhält man mit Säuren, nur daß sich hier an Stelle der Kieselsäure unlösliche Oxyhydride bilden. Mit gasförmigem HBr vermag das  $\text{SiH}_3\text{PH}_2$  keine beständige Additionsverbindung zu bilden wie das  $\text{PH}_3$  oder  $\text{CH}_3\text{PH}_2$ , sondern es ist eine Aufspaltung der Si-P-Bindung zu  $\text{SiH}_3\text{Br}$  und  $\text{PH}_3$  zu beobachten. Das  $\text{SiH}_3\text{PH}_2$  zersetzt sich oberhalb  $400^\circ\text{C}$  unter Bildung höhersiedender Silicium-Phosphor-Wasserstoff-Verbindungen, in denen auf Grund der Hydrolyseprodukte  $\text{H}_2$ ,  $\text{SiH}_4$ ,  $\text{PH}_3$  das Vorliegen von Si-P-Bindungen erwiesen ist. Daneben bilden sich bei der thermischen Zersetzung geringe Mengen  $\text{SiH}_4$ ,  $\text{PH}_3$  und  $\text{H}_2$ . Die Bildung höhersiedender

Zersetzungsprodukte mit Si-P-Bindungen und die Übereinstimmung der Zersetzungstemperatur des  $\text{SiH}_3\text{PH}_2$  mit der des  $\text{SiH}_4$  lassen erkennen, daß auch beim  $\text{SiH}_3\text{PH}_2$  der Zerfall an der SiH-Bindung einsetzt. Es ist zu erwarten, daß das  $\text{SiH}_3\text{PH}_2$  bei seiner Zersetzungstemperatur auch Umsetzungen gibt, die für den Si-H-Zerfall charakteristisch sind. So z. B. Reaktionen, wie sie zwischen  $\text{SiH}_4$  und  $\text{C}_2\text{H}_4$  vom Vortr. untersucht wurden. Die Versuche ergeben, daß  $\text{SiH}_3\text{PH}_2$  bei  $420^\circ\text{C}$  unter Druckabnahme mit

$\text{C}_2\text{H}_4$  reagiert (ähnlich wie  $\text{SiH}_4$ ), und daß sich dabei niedriger- und höhersiedende Verbindungen bilden, die Si, P, C, H enthalten. Die Hydrolyse zeigt Si-P-Bindungen in diesen siliciumorganischen Verbindungen. Damit ist bewiesen, daß sich  $\text{SiH}_3\text{PH}_2$  thermisch primär an der Si-H-Bindung spaltet. Bei den Reaktionen mit  $\text{C}_2\text{H}_4$  bildet sich eine neue Gruppe Phosphorhaltiger siliciumorganischer Verbindungen, die weiter untersucht werden soll.

[VB 704]

## Rundschau

**Die Wasserstoff-Bestimmung in flüssigen Kohlenwasserstoffen** mit  $\beta$ -Strahlen beschreibt R. Rowan jr. Die Methode geht aus von der unterschiedlichen Absorption von  $\beta$ -Strahlen durch verschiedene Flüssigkeiten und der Kenntnis, wie die einzelnen Atome diese Absorption beeinflussen können. Die Standardabweichung beträgt etwa 0,01 bis 0,02 % Wasserstoff; für eine Bestimmung benötigt man etwa 20–30 min, kürzere Bestimmungszeiten gehen auf Kosten der Genauigkeit. (Abstr. 128th Meeting Amer. chem. Soc. 1955, 5B, 17). —Gä. (Rd 682)

**Die Radioaktivität von Niederschlägen nach Atombombenexplosionen** messen R. L. Preston und B. G. Hogg. Die Versuchszeit erstreckte sich über drei Monate an einem 3300 km nordöstlich vom Explosionsherd gelegenen Versuchsort in Kanada. Regen, Schnee oder Staub wurden gesammelt und durch ein Filter geschickt, dessen Radioaktivität gemessen wurde. Graphische Analyse zeigt, daß i. a. Kernexplosionen erhöhter Radioaktivität entsprechen, obwohl meteorologische Verhältnisse einen größeren Einfluß auszuüben scheinen. (Nature [London] 176, 459 [1955]). —Gä. (Rd 681)

**Die Messung der Krypton-Adsorption an grobkörnigen Pulvern** mit dem „Thermistor“ — einer Preßmasse aus Halbleiteroxyden — ist nach A. J. Rosenberg im Bereich von  $25\mu$  bis  $3000\mu$  möglich. Die Methode eignet sich zur Oberflächenbestimmung von Substanzen mit nur 2 bis  $3\text{ cm}^2$  Oberfläche/g. Bei chemischen Reaktionen lassen sich mit dem beschriebenen Apparat kontinuierlich Druckänderungen messen. (Abstr. 128th Meeting Amer. chem. Soc. 1955, 11, 1). —Gä. (Rd 683)

**Die Trenndüse, ein neues Element zur Gas- und Isotopentrennung.** Beim Ausströmen eines Gas- oder Isotopengemisches aus einer Düse tritt unter geeigneten Druckbedingungen eine teilweise räumliche Entmischung der Komponenten ein, die sich durch Anbringen einer Abschablende für präparative Trennung ausnützen läßt. Die geometrischen Eigenschaften der als Trenndüse bezeichneten Kombination aus Düse und Abschablende werden mit Gas- und Isotopengemischen wie  $\text{H}_2/\text{Ar}$ ,  $\text{H}_2/\text{CO}$  bzw.  $^{86}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ ,  $^{128-136}\text{Xe}$  ermittelt. Für die praktische Isotopentrennung ergibt sich, daß zur Erzielung eines ausreichenden Gesamtanreicherungs-faktors mehrere Trennelemente hintereinander geschaltet werden müssen. (E. W. Becker, K. Bier und H. Burghoff, Z. Naturforsch. 10a, 565 [1955]). —Gä. (Rd 679)

**Über die Bestimmung und Abtrennung des Urans bei der Analyse von Substanzen höheren Uran-Gehaltes** berichten R. G. Canning und P. Dixon (1) sowie R. J. Guest und J. B. Zimmermann (2). Zur spektrophotometrischen Uran-Bestimmung bei Konzentrationen von 0,5–5,0 g Uranoxyd/l nutzen Verf. (1) die beträchtlichen Extinktionsunterschiede aus, die zwischen den Extinktionen von U(VI)- und U(IV)-Lösungen einerseits sowie U(IV)- und U(III)-Lösungen andererseits bestehen. Je 20 ml der zu untersuchenden Lösung werden zunächst je mit dem gleichen Volumen 90proz. Phosphorsäure und 0,5 ml 30proz. Wasserstoffperoxyds versetzt. Dann verkocht man das Wasserstoffperoxyd. Nach teilweisem Abkühlen gibt man zu jeder Probe 0,1 g Na-Sulfat, dann zu der einen Probe 10 ml 1n Schwefelsäure, zu der anderen 10 ml einer 0,5 m Fe(II)-Sulfat-Lösung, die 1n an Schwefelsäure ist, kocht 5 min und füllt nach dem Abkühlen der Lösungen zur Marke auf. Man mißt bei 660 m $\mu$  und 700 m $\mu$  und kann aus diesen Werten die Gehalte an Uran und Vanadin errechnen. Die Methode dient als Schnellverfahren zur Bestimmung des Urans in Gegenwart von bis zu 2 g/l der Oxyde von V, Cr und Seltenen Erden, bis zu 10 g/l  $\text{TiO}_2$  und bis zu 40 g/l  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Die Genauigkeit ist besser als 2%. Cu, Ni, Co, Bi oder Mn in Mengen bis zu 0,5 g/l stören nicht; die Wertigkeit von Mo wird jedoch ebenso wie die von V und U bei der angewandten Arbeitsweise verändert, so daß es stört. Nitrate stören. — Verf. (2) extrahieren Uran aus einer an Salpetersäure 5proz. Lösung, die mit  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  fast gesättigt wird, mit Amylacetat und trennen es so von den begleitenden Elementen wie V, Fe, Mo, Cu, As, P, Co, Ca, Mg, Mn und Th,

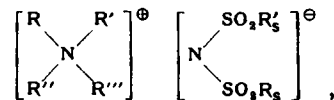
die bei dieser Arbeitsweise nur in untergeordnetem Maße vom Ester aufgenommen werden, weitgehend ab. Durch Zurückschütteln des Esters mit Wasser wird das Uran aus ersterem entfernt. Nach Zugabe von Natronlauge und Wasserstoffperoxyd zur wässrigen Lösung wird spektralphotometrisch durch Messen der Extinktion bei 370 oder 400 m $\mu$  der U-Gehalt bestimmt ((1) Analytic. Chem. 27, 877 [1955]; (2) ebenda 27, 931 [1955]). —Bd. (Rd 624)

**Die thermische Zersetzung von Calciumsulfat.** Untersuchungen über dieses alte chemisch-technische Problem von J. A. Hedvall, S. Nordengren und B. Liljegren zeigen, daß es gelingt, Gips bei  $1000^\circ\text{C}$  unter Zusatz reaktiver Stoffe wie Quarz, Ton, Feldspat oder Koksasche mit Ausbeuten an  $\text{SO}_2$  bis über 90 % zu zersetzen. Die Aktivität der Beimischungen wird durch „Mineralisatoren“ wie  $\text{NaCl}$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{KMnO}_4$  erhöht. Reduzierende Ofenatmosphäre ist zu vermeiden, da hierbei  $\text{CaS}$  und  $\text{COS}$  entsteht. Die Reaktionsgeschwindigkeit der Gemische wird durch kontinuierliches Wegführen der Zersetzungsgase erhöht. (Acta Polytechnica 170, 1 [1955]). —Gä. (Rd 680)

**Molekulare Anordnung und Kristalloberfläche makromolekularer Stoffe** untersuchten L. W. Labaw und R. W. G. Wyckoff. Hierzu wird auf das Untersuchungsmaterial eine dünne Schicht Kohlenstoff aufgedampft, die Kristalle anschließend herausgelöst und das so gewonnene Spiegelbild elektronenmikroskopisch aufgenommen. Das Ergebnis wird an zwei vorzüglichen Aufnahmen von Kristallen des Bohnen-Mosaik-Virusproteins demonstriert. Gegenüber älteren Verfahren, die Kolloidum- oder Siliciummonoxyd-Filme für die Abbildung benutzten, zeichnet sich die Methode durch die vorteilhaften mechanischen und elektronenoptischen Eigenschaften der Kohlenstoff-Filme sowie ihrer chemischen Beständigkeit aus. (Nature [London] 176, 455 [1955]). —Gä. (Rd 677)

**Die Darstellung eines Osmium-Acetylaceton-Derivates** gelang erstmals F. P. Dwyer und A. Sargeson. Bei der Umsetzung von OsIV-Komplexen mit Acetylaceton entsteht unter neutralen oder schwach alkalischen Bedingungen nur  $\text{OsO}_2$ . Wird  $(\text{NH}_4)_2\text{OsBr}_6$  zuerst mit Ag-Wolle zu  $\text{Os}^{\text{III}}$  reduziert und dann mit Acetylaceton bei pH 6–7 erwärmt, so entsteht in 50proz. Ausbeute Triacetylaceton-osmium<sup>III</sup>,  $\text{C}_{15}\text{H}_{21}\text{O}_6\text{Os}$ , das aus der Lösung durch Chloroform-Extraktion abgetrennt wird. Die Verbindung bildet dunkelrote Platten und Nadeln, Fp  $251^\circ$ , leicht löslich in Benzol und Chloroform, wenig in Methanol und Petroläther. Os liegt in der Verbindung auf Grund der magnetischen Messungen 3-wertig vor. (J. Amer. chem. Soc. 77, 1285 [1955]). —Ma. (Rd 659)

**Disulfimide zur Isolierung und Charakterisierung organischer Stickstoffbasen** beschreiben F. Runge, H.-J. Engelbrecht und H. Franke. Disulfimide bilden mit Aminen meist gut kristallisierende Verbindungen der allgemeinen Formel



die einen scharfen Schmelzpunkt besitzen und nicht hygroskopisch sind. Es wird eine große Zahl symmetrischer und unsymmetrischer Disulfimide und zahlreiche ihrer Derivate mit aliphatischen, aromatischen und heterocyclischen Aminen, Aminosäuren und Alkaloiden beschrieben. Die Darstellung der Derivate ist einfach: man gibt das Alkalisalz des Disulfimids bei erhöhter Temperatur mit dem in Wasser, Alkohol oder Aceton gelösten Ammoniumsalz zusammen; liegt das freie Amin vor, so arbeitet man in Äther. Das Salz fällt aus und ist meist nach einmaliger Rekristallisation analysenrein. Die Disulfimide eignen sich ferner zur Trennung von Basengemischen auf Grund der verschiedenen Löslichkeiten der Salze. Zur Charakterisierung von Alkaloiden sind sie weniger geeignet, da die Salzbildung hier häufig unvollkommen ist. (Chem. Ber. 88, 533 [1955]). —Be. (Rd 655)