

Das Dipolmoment von Tris(2,4-pentandionato)aluminium ermittelten *R. D. Nelson jr.* und *C. E. White*. Die Molrefraktion benzoischer Lösungen dieser Verbindung wurde im fernen Infrarot mit Hilfe eines HCN-Lasers (Wellenlänge 337 μm) sowie im Zentimeterwellengebiet gemessen. Die Differenz zwischen beiden Polarisationswerten ergibt den Anteil, der auf Umorientierung von Dipolen beruht. Das Dipolmoment beträgt 1.1 D; es rührt daher, daß bei vielen Pentandionaten die O-Metall-O-Ebene um etwa 20° gegen die durch das C—O-Gerüst des Liganden definierte Ebene geneigt ist, wie durch Röntgenbeugung festgestellt wurde. Ungewöhnlich kurze dielektrische Relaxationszeiten können durch Umklappen der Ligandenebene um die O—O-Achse gedeutet werden. / *J. phys. Chem.* 73, 3439 (1969) / —Hz. [Rd 137]

Die Strukturen der Ionen JF_6^+ und JF_6^- untersuchten *S. Bukshpan*, *J. Soriano* und *J. Shamir* mit Hilfe des Mößbauer-Effektes von ^{129}J . $\text{JF}_6^+\text{AsF}_6^-$ wurde aus AsF_5 und JF_7 , Cs^+JF_6^- aus CsF und JF_5 hergestellt; JF_5 und JF_7 waren mit ^{129}J auf 85% angereichert. JF_6AsF_6 zeigt im Mößbauer-Spektrum eine einzige Linie, was für eine oktaedrische Anordnung der F-Atome um das Jod spricht. Das kompliziertere Spektrum von CsJF_6 kann am besten gedeutet werden, wenn man sich sechs Fluoratome und ein Elektronenpaar in Form einer fünfseitigen Bipyramide um das Jod angeordnet denkt, wobei das Elektronenpaar eine äquatoriale Position besetzt. Aus den chemischen Verschiebungen kann geschlossen werden, daß bei der gedachten Bildung von JF_6^+ aus den Atomen durchschnittlich 0.93 Elektronen vom Jod auf jedes Fluor übergehen, bei JF_6^- 0.88; diese Werte unterscheiden sich kaum von denen bei JF_7 bzw. JF_5 . / *Chem. Physics Letters* 4, 241 (1969) / —Hz. [Rd 136]

Die Reaktion von N_2O mit Kupfer-Oberflächen studierten *J. J. F. Scholten* und *J. A. Konvalinka*; es bildet sich ein Oberflächenoxid, N_2 wird desorbiert. Die Aktivierungsenergie der Reaktion nimmt mit dem Bedeckungsgrad der Oberfläche zu. Der Übergang von Oberflächenoxidation zur Oxidation

im Innern zeigt bei nicht zu hoher Temperatur eine Inkubationszeit. Bei 90°C und 200 Torr N_2O findet man einen Bedeckungsgrad von etwa 1 (ein O-Atom pro 2 Cu-Atome an der Oberfläche). Da die weitere Sauerstoffaufnahme stark gehemmt ist (Aktivierungsenergie ca. 20 kcal/mol), eignen sich diese Reaktionsbedingungen zur reproduzierbaren Ermittlung der Größe freier Cu-Oberflächen an Katalysatoren. / *Trans. Faraday Soc.* 65, 2465 (1969) / —Hz. [Rd 142]

Die Verdampfung von Graphit untersuchten *J. T. Clarke* und *B. R. Fox*. Graphitfäden (Querschnitt $0.4 \times 1 \text{ mm}$) wurden im Vakuum oder in Helium durch starke Stromimpulse auf 2500 bis 3400°K geheizt. Bei 3400°K war die Verdampfungsgeschwindigkeit groß genug (ca. $6 \text{ mg cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$), um direkt die Verdampfungswärme daraus zu bestimmen; sie beträgt bei 3400°K 102 kcal mol $^{-1}$. Zusammen mit bei niedrigeren Temperaturen ermittelten thermodynamischen Daten von Graphit und seinen Verdampfungsprodukten lassen die Versuchsergebnisse darauf schließen, daß mindestens oberhalb von 3000°K Graphit als C_2 verdampft. / *J. chem. Physics* 51, 3231 (1969) / —Hz. [Rd 138]

Die Gleichgewichte im System Nitrosylbromid/Brom/Stickstoffmonoxid untersuchten *H. Feilchenfeld*, *J. Kenat* und *S. Manor* durch spektrophotometrische Analyse der Dampfphase. Bei Überschuß von Br_2 liegt in der flüssigen Phase unter 25°C vorwiegend NOBr_3 , über 40°C vorwiegend NOBr vor. Bei NO -Überschuß (2.8 atm) findet man als Kochpunkt von NOBr $14\text{--}15^\circ\text{C}$; die aus den Meßwerten abgeleitete Dampfdruckgleichung

$$^{10}\log p(\text{Torr}) = 8.368 - 1577.64/T (^\circ\text{K})$$

ergibt 14.5°C . Ältere Angaben für diesen Kochpunkt lagen zwischen -2 und $+30^\circ\text{C}$. Die Verdampfungswärme von NOBr beim Kochpunkt unter Atmosphärendruck beträgt 7.2 kcal/mol. / *Trans. Faraday Soc.* 65, 2350 (1969) / —Hz. [Rd 141]

LITERATUR

Handbuch der analytischen Chemie. Herausgeg. von *W. Fresenius* und *G. Jander* †. Teil III: Quantitative Bestimmungs- und Trennungsmethoden. Band IVa: Elemente der vierten Hauptgruppe I: Kohlenstoff, Silicium. Bearb. von *H. Grassmann* und *W. Prodinger*. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York 1967. 1. Aufl., VIII, 563 S., 110 Abb., geh. DM 153.—; geb. DM 158.—.

Im Abschnitt „Kohlenstoff“ befindet sich der Autor in der Schwierigkeit, den Stoff abgrenzen zu müssen, da eine Aufnahme aller Methoden der organischen Elementaranalyse und aller organischen Verbindungen ein uferloses Anschwellen des Bandes bewirkt hätte. Die Auswahl wurde so getroffen, daß die Verbrennungsmethoden relativ kurz, die Bestimmungsmethoden für CO_2 ausführlicher behandelt wurden. Ferner wurden spezielle Methoden (Spektralanalyse, Aktivierungsanalyse, Röntgenstrahlenstreuung, β -Rückstreuung) und die Bestimmung von Kohlenstoff in vielen Materialien (Metallen, Carbiden, Erzen, Böden u.a.) besprochen. Schließlich folgen Kapitel über die Analyse einiger einfacher Kohlenstoff-Verbindungen (Kohlenwasserstoffe, Äthylenoxid, CO , COS , COCl_2 , HCN , HCNO , HCNS , HCOOH , CH_3COOH und Oxalsäure).

Als besonders wertvolle Zusammenstellung dürften außer den Ausführungen über CO und CO_2 die Kapitel über Verbrennungsmethoden und über die Bestimmung von HCN , HCNO , HCNS , COS und COCl_2 anzusehen sein, und es ist außerordentlich verdienstvoll, daß die weit verstreute Literatur über diese Verbindungen gesammelt wurde. Darüber, ob man die erwähnten „rein organischen“ Verbindungen nicht

besser hätte weglassen sollen, ließe sich diskutieren; zum mindesten ist die Auswahl recht willkürlich, und man erwartet ihre Besprechung in diesem Werk kaum.

Der Abschnitt „Silicium“ befaßt sich ausführlich mit der Bestimmung von SiO_2 in Silicaten und Flußspat sowie von Silicium in Metallen, SiC und Organosilicium-Verbindungen, wobei die gravimetrischen, titrimetrischen und photometrischen Methoden besprochen werden. Es ist sehr zu begrüßen, daß die zahlreichen Varianten dieser Verfahren hier übersichtlich zusammengestellt sind. Hervorzuheben ist ferner, daß viele Arbeitsvorschriften angegeben werden, wodurch sich der Wert des Abschnittes für den Praktiker wesentlich erhöht.

Allerdings vermißt man mehrere wichtige Methoden: Wenn die Silicium-Bestimmung durch Atomabsorption oder durch Gaschromatographie nicht erwähnt wird, so dürfte das damit zu entschuldigen sein, daß diese Methoden erst nach Fertigstellung des Manuskriptes ausgearbeitet wurden. Nicht erklärlich ist jedoch das Fehlen der Bestimmung durch Spektrophotographie, Röntgenspekttralanalyse und Aktivierungsanalyse, Verfahren, die nicht ganz unwichtig sind.

R. Bock [NB 853]

Principles of Organic Synthesis. Von *R. O. C. Norman*. Methuen & Co. Ltd., London 1968. 1. Aufl., XIII, 722 S., zahlr. Abb. u. Tab., geb. £ 5/5.—.

Das Buch beabsichtigt, dem Studierenden, der bereits über die Grundkenntnisse der Organischen Chemie verfügt, die für die Planung und Durchführung organisch-chemischer