

Nr.	Versuchs- dauer	Gewicht des ange- wandten Pd g	adsor- birtes C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (0°, 760 mm) ccm	Gewicht des ad- sorbierten C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> g	adsor- birtes C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> auf 100 Teile Pd	Moleküle C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> auf 1 Atom Pd	Volumina C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> auf 1 Volu- men Pd
I	2h 25'	0.05	7	0.008185	16.37	0.67 : 1	1651 : 1
II	132h	0.1	26.38	0.030847	30.84	1.26 : 1	3110 : 1
III	205h 30'	0.15	48.5	0.05671	37.82	1.54 : 1	3816 : 1
IV. a	188h	0.15	59.65	0.06973	46.49	1.90 : 1	4690 : 1
V	40h	0.15	51.4	0.0601	40.06	1.64 : 1	4044 : 1
VIa	141h	1.0	177	0.207	20.7	0.85 : 1	2088 : 1
VIb	348h	1.0	91.23	0.10664	10.66	0.44 : 1	1075 : 1
VII	44h	0.1	20.06	0.023457	23.46	0.96 : 1	2365 : 1

Wie aus der vorletzten Spalte obiger Tabelle ersichtlich ist, handelt es sich bei der Aufnahme des Acetylen durch das kolloidale Palladium nicht um eine chemische Verbindung, sondern um einen Adsorptionsvorgang. Die vom Palladium adsorbierten Acetylenmengen schwanken je nach den Versuchsbedingungen innerhalb weiter Grenzen.

Die Untersuchung wird fortgesetzt.

#### 432. C. Paal und Christian Hohenegger:

##### Über die Adsorption des Acetylen durch Palladiumschwarz.

[Mitteilung aus dem Pharm.-chem. Institut der Universität Erlangen.]

(Eingegangen am 3. Oktober 1910.)

Im Anschlusse an die in der vorhergehenden Mittheilung beschriebenen Versuche haben wir auch das Verhalten des Acetylen gegen fein verteiltes Palladium untersucht und gefunden, daß es wie das kolloidale Palladium große Mengen des Gases zu adsorbieren vermag. Die Versuche wurden in dem mit Gasbürette verbundenen »Schüttelrohr«<sup>1)</sup> ausgeführt in derselben Art, wie Paal und Gerum das Aufnahmevermögen des in Wasser suspendierten Palladiumschwarz für Wasserstoff<sup>2)</sup> bestimmt hatten.

Beim ersten Versuch haben wir das Palladium in einer verdünnten, wäßrigen Lösung von protalbinsaurem Natrium, beim zweiten Versuch in ammoniakhaltigem Wasser und beim dritten Versuch in wäßrigem Alkohol suspendiert, um zu prüfen, ob das am Palladium verdichtete

<sup>1)</sup> Diese Berichte 41, 813 [1908].    <sup>2)</sup> Diese Berichte 41, 818 [1908].

Acetylen mit den im Wasser gelösten Substanzen in Reaktion treten würde, was sich durch eine über die beim kolloidalen Palladium gefundenen Werte erhöhte Adsorption des Gases hätte bemerklich machen müssen. In allen drei Versuchen wurden annähernd gleiche Mengen Acetylen vom Palladium adsorbiert, welche die beim kolloidalen Palladium ermittelten Acetylen-Quantitäten nicht übertrafen. Auch das am Platinschwarz verdichtete Acetylen wird zum Teil in die schon in der vorhergehenden Mitteilung erwähnten Polymerisations- oder Kondensationsprodukte (vielleicht unter Mitwirkung des Wassers?) übergeführt, deren Menge aber noch geringer war, als bei Anwendung von Palladiumhydrosol. Die Ausführung der Versuche geschah, wie in der vorstehenden Mitteilung angegeben.

I. Versuch. In das mit 97-prozentigem Acetylen gefüllte und mit Gasbürette verbundene Schüttelrohr wurde eine Lösung von 0.1 g protalbinsaurem Natrium in einigen ccm Wasser, in welchem 0.1 g Palladiumschwarz suspendiert war, eingesaugt und mit soviel Wasser nachgespült, daß das Volumen der Flüssigkeit im Schüttelrohr 10 ccm betrug. Lösung und Adsorption des Acetylens begannen sofort. Unter zeitweisem Schütteln und schließlich unter gleichzeitiger Einwirkung von geringem Druck und Wärme (50—60°) war nach 27.5 Stunden Volumenkonstanz eingetreten. Nach Abzug von 10 ccm für das von der wäßrigen Lösung aufgenommene Gas ergaben sich als vom Palladium adsorbiert 32.0 ccm (0°, 760 mm) = 0.03742 g Acetylen. Um zu prüfen, ob, wie beim Palladiumsol, nicht flüchtige Kondensationsprodukte entstanden seien, haben wir den Inhalt des Schüttelrohres quantitativ herausgespült, vom Palladium abfiltriert, das Filtrat in einer Platinschale bei gelinder Wärme zur Trockne gebracht und mehrere Wochen im evakuierten Exsiccator bis zur Gewichtskonstanz aufbewahrt. Die Gewichtszunahme betrug 0.012 g, entsprechend 10 ccm = 32% vom Gewicht des adsorbierten Acetylens.

II. Versuch. 0.15 g Palladiumschwarz, 12 ccm Wasser und 2 ccm 10.5-prozentiges Ammoniak wurden in das mit 99.2-prozentigem Acetylen gefüllte Schüttelrohr eingesaugt. Von der Gesamtmenge des gelösten und adsorbierten Acetylens wurden 14 ccm, als in Lösung gegangen, in Abzug gebracht. Vom Palladium adsorbiert wurden im Laufe von 112<sup>h</sup> 37' 45.5 ccm (0°, 760 mm) = 0.0532 g Acetylen. (Schütteln, Druck und Wärme.) Nach Beendigung des Versuchs wurde die wäßrige Lösung resultatlos auf eventuell entstandene organische Basen geprüft.

III. Versuch. Für diesen Versuch wurde 60-gewichtsprozentiger Alkohol verwendet und vorher dessen Lösungsvermögen für Acetylen ermittelt. Die Bestimmung geschah mit 98-prozentigem Acetylen im Schüttelrohr, in das 30 ccm des wäßrigen Alkohols eingesaugt wurden. Es gingen innerhalb 24 Stunden bei Zimmertemperatur 90 ccm, also das dreifache Volumen Acetylen in Lösung. Hierauf wurde in den mit Acetylen beschickten Apparat 1 g Palladiumschwarz, in 60-gewichtsprozentigem Alkohol suspendiert, eingesaugt und mit soviel desselben Alkohols nachgespült, daß das Volumen

30 ccm betrug. Der Versuch dauerte 388 Stunden. Unter Tags wurde, zum Teil unter schwachem Druck und Wärme, geschüttelt. Über Nacht blieb der Apparat in Ruhe. Nach Abzug von 90 ccm für das vom Alkohol gelöste Gas ergaben sich als vom Palladium adsorbiert 284.63 ccm (0°, 760 mm) = 0.3328 g Acetylen.

Der Inhalt des Schüttelrohres wurde dann herausgespült, vom Palladium abfiltriert, das Palladium auf dem Filter mit absolutem Alkohol nachgewaschen und das gesamte Filtrat vorsichtig verdunstet. Es blieb nur ein Rückstand von 0.015 g, entsprechend 12.8 ccm Acetylen. Das Palladiumschwarz, bei Zimmertemperatur und dann bei 120° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, gab beim Glühen 7.1 % Gewichtsverlust, der größtenteils auf aus dem Acetylen gebildete Kondensationsprodukte, zum kleineren Teil auf anhängende Feuchtigkeit, die vom Palladiumschwarz erst bei hoher Temperatur vollständig abgegeben wird, zurückzuführen ist.

In der folgenden Tabelle sind die aus den 3 Versuchen abgeleiteten Werte für die Adsorption des Acetylen durch Palladiumschwarz zusammengestellt.

Nr.	Ver- suchs- dauer	Gewicht des ange- wandten Pd g	adsor- birtes C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (0°, 760 mm) ccm	Gewicht des ad- sorbierten C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> g	adsor- birtes C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> auf 100 Teile Pd	Moleküle C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> auf 1 Atom Pd	Volumina C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> auf 1 Volu- men Pd
I.	27h 30'	0.1	32	0.03742	37.42	1.53 : 1	3774 : 1
II.	112h 37'	0.15	45.5	0.0532	35.47	1.45 : 1	3580 : 1
III.	388h	1.0	284.63	0.3328	33.28	1.36 : 1	3357 : 1

Die Untersuchung wird fortgesetzt.

### 433. Fritz Ullmann und Christian Groß: Über Biphenylen-sultam.

[Mitteilung a. d. Techn.-chem. Institut d. Kgl. Techn. Hochschule zu Berlin.]

(Eingegangen am 10. Oktober 1910.)

Im Laufe von Untersuchungen über Beziehungen zwischen Farbe und Konstitution wollten wir Farbstoffe vergleichen, die einerseits aus Benzolsulfanilid (I.) und andererseits aus Biphenylen-sultam (II.)



aufgebaut waren, um den chromogenen Charakter letzterer Verbindung festzustellen. Da aber weder die Muttersubstanz, noch Abkömmlinge