

ist ziemlich schwer löslich in heißem Alkohol und Aceton, etwas leichter in Essigester und Benzol, sehr schwer in Äther und Ligroin, so gut wie unlöslich in Wasser.

Durch Reduktion der Nitroverbindung in Eisessiglösung mit Zinn und Salzsäure erhält man das entsprechende Amino-styryl-ke-ton. Das Acetylderivat krystallisiert aus Essigsäure in sternförmig angeordneten Nadeln; es schmilzt bei 203° (unkorr.).

42. R. Feulgen: Darstellung von Platinmohr.

[Aus dem Physiolog. Institut d. Universität Gießen.]

(Eingegangen am 4. August 1920.)

Platinmohr zur katalytischen Hydrierung stellt man nach Löw-Willstätter¹⁾ durch Reduktion von Platinchlorid mit Formaldehyd in alkalischen Lösungen und Auswaschen des abgeschiedenen Platins dar. Beim Auswaschen (durch Dekantieren) geht jedoch in kurzer Zeit ein Teil des Platins kolloidal in Lösung, und zwar noch bevor das Metall chlorfrei gewaschen ist. Abgesehen von Verlusten, wird das sichere Arbeiten hierdurch sehr gestört.

Es zeigte sich, daß durch kurzes sehr kräftiges Schütteln, besonders bei schwach essigsaurer Reaktion der Flüssigkeit, eine vollständige Ausflockung-bezw eine Behebung der Neigung, in kolloidale Lösung zu gehen, erzielt werden konnte, so daß irgend welche Schwierigkeiten nicht hestehen, wenn man folgendermaßen vorgeht:

5 g Platinchlorwasserstoffsäure (Platinchlorid des Handels) werden in 5 ccm Wasser gelöst, 7 ccm 40-proz. Formalin zugesetzt und allmählich unter Kühlung eine Lösung von 5 g Natriumhydroxyd in 10 ccm Wasser eingetragen. Man läßt $\frac{1}{2}$ Stunde stehen, vervollständigt durch viertelstündiges Eintauchen des Kölbchens in ein Wasserbad von 55° die Reduktion und gießt die Masse in einen zur Hälfte mit Wasser gefüllten Halbliterkolben. Man schüttelt nunmehr einige Minuten sehr kräftig, worauf sich der zum Teil sehr feine Niederschlag in grobe, sich augenblicklich absetzende Flocken verwandelt und die darüberstehende Flüssigkeit fast farblos wird. Diese gießt man ab, füllt Wasser auf und säuert nunmehr mit Essigsäure stark an. Nach kräftigem Schütteln bilden sich wieder die groben Flocken, und nunmehr kann das abgeschiedene Metall beliebig ausgewaschen werden, ohne daß Neigung zur kolloidalen Lösung bestünde. Endlich saugt man ab und trocknet den vom Filter entfernten Niederschlag im Vakuum

¹⁾ B. 23, 259 [1890]; 45, 1472 [1912].

über Schwefelsäure. Beim Einlassen von Luft in den Exsiccator ist große Vorsicht geboten, da das Metall sonst infolge von Sauerstoff-Absorption sich bis zum Glühen erhitzen kann. Ich pflege dann das Metall unter Zerreiben und Schlämmen nochmals auszuwaschen.

Der so dargestellte Katalysator ist von großer Wirksamkeit. 1 g Ölsäure in 10 ccm Eisessig gelöst, werden in Gegenwart von 0.1 g Katalysator beim Schütteln mit Wasserstoff innerhalb 5 Minuten vollständig hydriert, wobei man mit der Menge des angewandten Katalysators noch erheblich heruntergehen kann.

Berichtigung.

Jahrg. 53, Heft 11, S. 2320, 125—140 mm v. o. muß die Formelreihe lauten:

