

Alkohol mit 500 mg Palladium-Bariumsulfat<sup>14)</sup> in Wasserstoff-Atmosphäre. In 25 Min. werden 322 ccm Wasserstoff absorbiert (22°, 765.5 mm; berechnet für eine Doppelbindung 327 ccm). Das hydrierte Produkt filtriert man vom Katalysator ab, schüttelt über Nacht mit festem Natriumbicarbonat und engt das Filtrat im Wasserstrahl-Vakuum bei 35° Bad-Temp. ein. Der Rückstand erstarrt beim Abkühlen. Ausbeute quantitativ. Aus Petroläther umkristallisiert und durch Sublimation bei 0.1 mm gereinigt, zeigt die Substanz den Schmp. 49.5°. Misch-Schmp. mit Benzaltrimethylenglykol<sup>15)</sup> 49—50°.

4.910 mg Sbst.: 13.140 mg CO<sub>2</sub>, 3.22 mg H<sub>2</sub>O.

C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub> (164). Ber. C 73.17, H 7.32. Gef. C 72.99, H 7.34.

Trimethylenglykol, CH<sub>2</sub>(OH).CH<sub>2</sub>.CH<sub>2</sub>(OH): Das 1,3-Benzaltrimethylenglykol (2.2 g) behandelt man 20 Min. auf dem Wasserbade mit 10 ccm 12.5-proz. Essigsäure. Den abgespaltenen Benzaldehyd, am Geruch deutlich erkennbar, schüttelt man nach Beendigung der Verseifung mit reichlich Äther aus; die wäßrige Schicht engt man bei 0.5 mm und 45° Bad-Temperatur ein. Der Rückstand wurde als Trimethylenglykol identifiziert durch sein Di-*p*-nitrobenzoat. E. Fischer und Pfähler<sup>16)</sup> geben als Schmp. 120° an, wir konnten nur 118—119° erzielen; Misch-Schmp. beider Präparate 118—119°.

## 88. Bruno Blaser: Die Autoxydation des Phosphors in Kohlenstofftetrachlorid-Lösung (Vorläufige Mitteilung).

[Aus d. Chem. Institut d. Universität Berlin.]

(Eingegangen am 6. Januar 1931; vorgetragen in der Sitzung vom 9. Februar 1931.)

A. Besson<sup>1)</sup> hat 1897 gefunden, daß Lösungen oder Suspensionen von farblosem Phosphor in Kohlenstofftetrachlorid beim Durchleiten trockner Luft einen weißgelblichen Niederschlag abscheiden. Nach Behandlung dieses Niederschlages mit Schwefelkohlenstoff, heißem und kaltem Wasser ergab sich eine gelbrote Masse, die Besson als ein Phosphorsuboxyd P<sub>2</sub>O ansprach.

Ich habe den Oxydations-Vorgang quantitativ untersucht. Zunächst wurden die Sauerstoff-Mengen gemessen, die von bestimmten Mengen Phosphor aufgenommen werden. Da die Löslichkeit des Phosphors in Kohlenstofftetrachlorid ziemlich gering ist, wurden in Anlehnung an die Versuche von Willstätter und Sonnenfeld<sup>2)</sup> über die Oxydation des Phosphors in Gegenwart ungesättigter Verbindungen Suspensionen von fein verteiltem Phosphor unter dem Lösungsmittel verwandt. Auch die Apparatur war der von Willstätter beschriebenen ähnlich. Eine mit Kühlmantel ver-

<sup>14)</sup> Dtsch. Reichs-Pat. 252136; Frdl., Fortschr. Teerfarb.-Fabrikat. **10**, 1205. — Unter den genannten Bedingungen, in Alkohol als Lösungsmittel, und bei der geringen Menge des Katalysators wird die Benzylidengruppe nicht durch Reduktion entfernt, wie es z. B. bei der Reduktion des β-Benzoyl-α,α'-benzyliden-glycerins nach Bergmann u. Carter (l. c.) der Fall ist.

<sup>15)</sup> W. Gerhardt, Dtsch. Reichs-Pat. 253083; vergl. auch E. Fischer, B. **27**, 1537 [1894].

<sup>16)</sup> E. Fischer u. E. Pfähler, B. **53**, 1643 [1920].

<sup>1)</sup> A. Besson, Compt. rend. Acad. Sciences **125**, 1033 [1897].

<sup>2)</sup> R. Willstätter u. E. Sonnenfeld, B. **47**, 280r [1914].

sehene Schüttelbirne<sup>3)</sup> war durch Schläuche mit einem aus tubulierten Flaschen bestehenden Sauerstoff-Gasometer verbunden. Als Sperrflüssigkeit diente 50-proz. Kalilauge. Zur weiteren Trocknung des Sauerstoffgases und zur Beobachtung der Reaktionsgeschwindigkeit waren eine mit Schwefelsäure gefüllte Waschflasche und ein Phosphorpentoxyd-Rohr zwischen Gasometer und Schüttelbirne geschaltet.

Gewogene Mengen fein verteilter Phosphor (je 2–5 g) wurden in die mit Stickstoff gefüllte Birne gegeben, mit viel (100 ccm) Kohlenstofftetrachlorid übergossen und der Stickstoff durch Sauerstoff ersetzt. Gleichzeitig mit beginnender Sauerstoff-Absorption setzt unter starkem Leuchten die Abscheidung eines schwach gelblichen, voluminösen Niederschlages ein. Unter dem Mikroskop zeigt dieser Niederschlag keine Krystallform. Die Oxydationsgeschwindigkeit ist stark temperaturabhängig. Bei 30–40° Kühlwasser-Temperatur erreicht sie so hohe Werte, daß die Reaktionsmischung unter Erwärmung z. B. in 30 Min. 1000 ccm Sauerstoff aufnimmt. Bei der Temperatur des schnellfließenden Leitungswassers (8–10°) hingegen kann die Oxydation aufhören. Ferner ist die Reaktionsgeschwindigkeit von der Reinheit der Lösungen abhängig. Kleine Mengen Schwefelkohlenstoff z. B. verhindern die Sauerstoff-Aufnahme überhaupt. Wahrscheinlich bewirken kleinste Verunreinigungen unkontrollierbarer Art, daß die Lösungen gelegentlich trotz Erwärmens auf 40° indifferent gegen Sauerstoff sind. Bei den folgenden Versuchen wurde durch geeignetes Schütteln und Kühlen bewirkt, daß die Sauerstoff-Absorption 100–200 ccm in der Stunde betrug.

Nachdem die Sauerstoff-Aufnahme beendet war, wurde noch mehrere Stunden geschüttelt, um einer vollständigen Umsetzung sicher zu sein. Wie aus Tabelle I hervorgeht, betrug die Absorption in zahlreichen Versuchen übereinstimmend ungefähr 3 Atome Sauerstoff (genau 3.2) auf 2 Atome Phosphor.

Tabelle I.

Versuch Nr.	Angewandte Menge Phosphor in g	Menge Sauerstoff in g		Verhältnis P : O
		gef.	für P <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ber.	
1	3.18	2.70	2.46	<b>2 : 3.29</b>
2	3.71	3.09	2.87	<b>2 : 3.24</b>
3	3.23	2.60	2.50	<b>2 : 3.12</b>
4	4.23	3.53	3.27	<b>2 : 3.24</b>
5	2.39	2.00	1.85	<b>2 : 3.25</b>

Da das Reaktionsprodukt, wie im folgenden beschrieben wird, außerordentlich hygroskopisch ist und durch das aufgenommene Wasser Zersetzung erleidet, wurde es möglichst schnell in eine Jenaer Glasfilter-Flasche gebracht und unter Stickstoff-Druck filtriert. Sodann wurde mit viel (300–400 ccm) Schwefelkohlenstoff gewaschen und die Nutsche in einen mit Phosphorpentoxyd beschickten Exsiccator gebracht, der mehrere Tage hindurch auf ca. 20 mm gehalten wurde. Die aus Kohlenstofftetrachlorid und Schwefelkohlenstoff bestehende Waschflüssigkeit wurde auf Phosphor geprüft. Sie enthielt nur Spuren Phosphor (bzw. einer löslichen Phosphorverbindung), z. B. 2.6 mg Phosphor = 0.6<sup>0</sup>/<sub>100</sub> der angewandten Menge.

<sup>3)</sup> Abbildung siehe Willstätter, l. c., S. 2808.

Das Atom-Verhältnis P:O = 2:3 ist durch diesen Versuch bestätigt und gleichzeitig der Nachweis geführt, daß bei der Reaktion das bekannte, in Tetrachlorkohlenstoff und Schwefelkohlenstoff leicht lösliche Phosphor-trioxyd  $P_4O_6$  nicht entsteht. Ferner geht aus den Experimenten die Unlöslichkeit des Reaktionsproduktes in beiden Lösungsmitteln hervor.

Das obige Atom-Verhältnis bleibt erhalten, wenn nicht Sauerstoff, sondern Phosphor in Überschuß angewandt wird. Unterbricht man nämlich einen Versuch vorzeitig, so findet sich in der Waschflüssigkeit so viel Phosphor gelöst, daß sich aus dem in Reaktion getretenen Phosphor wieder ungefähr P:O = 2:3 berechnet (genauer 2:2.96).

Tabelle II.

Versuch Nr.	Menge Phosphor in g		Menge Sauerstoff in g		Verhältnis P:O
	angewandt	wiedergef.	gef.	für $P_2O_3$ ber.	
6	4.99	2.62	1.81	1.83	<b>2:2.96</b>

Der Versuch erlaubt ferner den Schluß, daß bei der Reaktion kein niedrigeres Phosphoroxyd entsteht.

Beim Trocknen im Vakuum-Exsiccator verliert die Substanz ihren gelblichen Ton und wird weiß. Sie enthält in diesem Zustand noch große Mengen Lösungsmittel (ca. 20% ihres Gewichtes), so daß ein weiteres Trocknen bei erhöhter Temperatur (80–100°) im guten Vakuum ( $1/2$  mm) notwendig ist. Die Analyse der so gewonnenen Produkte erstreckte sich auf alle Elemente, mit denen die Substanz in Berührung gekommen war. Es wurden stets Kohlenstoff und Chlor gefunden, jedoch in relativ kleinen Mengen, so daß der Einblick in die Zusammensetzung der Verbindung nicht getrübt wird.

Tabelle III.

Substanz des Ver- suches Nr.	Prozentzahlen						Verhältnis			
	C	H	Cl	P	O	O korr.	P:O	P:O korr.		
3	1.97	0.41	(a) 3.96	4.04	(a) 49.65	49.73	43.85	40.57	2:3.42	<b>2:3.17</b>
			(b) 4.12		(b) 49.81					
5	0.68	0.25	(a) 3.13	3.15	(a) 51.60	51.38	44.54	42.54	2:3.36	<b>2:3.21</b>
			(b) 3.18		(b) 51.17					
6	0.14	0.18	1.82	(a) 54.28	54.44	43.12	41.68	2:3.07	<b>2:2.97</b>	
				(b) 54.60						

O korr. bedeutet die dadurch korrigierte Sauerstoff-Zahl, daß die zu dem gefundenen H-Wert in Beziehung stehende, zur Wasser-Bildung notwendige O-Menge vom Gesamt-Sauerstoff subtrahiert wurde.

Schwefel wurde nicht gefunden. Ob Chlor und Kohlenstoff der Substanz als adsorbiertes Lösungsmittel oder in Form einer Phosphorverbindung anhaften, kann bisher mit Sicherheit nicht gesagt werden. Wahrscheinlicher ist das zweite; denn der Tetrachlorkohlenstoff erleidet durch die Reaktion eine Veränderung: im Wasch-Schwefelkohlenstoff ist stets durch Wasser ausschüttelbares und durch Ag fällbares Chlor vorhanden, dessen Menge jedoch relativ zur angewandten Phosphormenge klein ist.

Das Verhältnis beträgt z. B. 100 Atome P: 1.4 Atome Cl. 100 Atome P: 2.4 Atome Cl. Wurde das ganze Reaktionsgemisch in Wasser eingetragen, so wurde mehr ionisierbares Chlor gefunden: z. B. 100 Atome P: 7.3 Atome Cl.

Die gefundenen geringen Wasserstoff-Mengen sind eine unvermeidliche Folge der hohen Hygroskopizität. Bringt man die rein weiße Verbindung an die Zimmerluft, so färbt sie sich in wenigen Augenblicken oberflächlich gelb und riecht nach Phosphorwasserstoff. Trocknet man eine solche Substanz bei erhöhter Temperatur, so tritt weitgehende Zersetzung auf: die gelben Teile des Produktes färben sich rot, und Phosphor destilliert ab<sup>4)</sup>).

Wirft man die Verbindung auf Wasser, so fangen selbst kleine Teilchen Feuer. Trägt man dagegen das im Kohlenstofftetrachlorid der Herstellung fein suspendierte Produkt vorsichtig in kaltes Wasser ein, so resultiert eine gelbe, stark reduzierende, nach Phosphorwasserstoff riechende Lösung, die einige Zeit klar bleibt, später jedoch einen gelben Niederschlag abscheidet, der offensichtlich identisch mit dem von Besson für ein Phosphorsuboxyd  $P_2O$  gehaltenen Produkt ist.

Gegen Temperatur-, anscheinend auch Licht-Einwirkung, ist die Verbindung ziemlich beständig: sie verträgt langes Erhitzen im Vakuum auf  $100^\circ$  und zersetzt sich erst bei höherer Temperatur. Schmelzen tritt nicht ein.

Entstehung und Analyse des Reaktionsproduktes sprechen, da seine Eigenschaften weit von denen des bekannten Phosphortrioxydes  $P_2O_3$  abweichen, für die Bildung eines bisher unbekanntes Trioxydes des Phosphors  $[P_2O_3]_x$ . Seine Farblosigkeit und die vergeblichen Versuche, ihm durch Lösungsmittel Phosphor zu entziehen, schließen Verunreinigungen durch farblosen Phosphor, Phosphortrioxyd  $P_2O_3$  und gefärbte Stoffe, wie z. B. roten Phosphor, feste Phosphorwasserstoffe, sog. Phosphorsuboxyde, aus. Der Mangel an wesentlichen äußeren Kennzeichen der Einheitlichkeit, wie Schmelz- und Siedepunkt, Krystallform und Löslichkeit, fordert jedoch weitere Versuche, um das Vorliegen eines chemischen Individuums zu erhärten. Experimente, eine peroxydische Bindung des Sauerstoffes nachzuweisen, mißlangen bisher, werden jedoch fortgesetzt. Gleichfalls sind Versuche, die Entstehung des Oxydes bei Verbrennung und Autoxydation ungelösten Phosphors nachzuweisen, im Gange bzw. geplant. Ich bitte dieses Arbeitsgebiet mir zu überlassen, ebenso die Oxydation des Phosphors in anderen Lösungsmitteln und alle Reaktionen der neuen Substanz.

### Beschreibung der Versuche.

Der durch Schütteln unter heißem Wasser fein verteilte Phosphor (Kahlbaum, D. A.-B. 6) wird nach den Angaben Willstätters<sup>5)</sup> auf der Nutsche mit Aceton und Äther gewaschen, durch kräftiges Durchsaugen von Luft kurze Zeit getrocknet und unter trockenem Kohlenstofftetrachlorid (Kahlbaum, schwefel-frei, für analyt. Zwecke) auf 0.01 g genau gewogen. Sofort nach dem Wägen wird er in die sorgfältig gereinigte und getrocknete Schüttelbirne, durch die während dieser Zeit trockner Stickstoff geleitet wird, eingefüllt und mit 90 ccm Kohlenstofftetrachlorid übergossen. Der Phosphor soll vom Lösungsmittel bedeckt sein, nicht an den oberen Wandungen

<sup>4)</sup> Man muß deshalb alle notwendigen Manipulationen in einem luft-dichten Metallkasten vornehmen, der mit Gummi-Handschuhen versehen ist, und dessen Luft-Inhalt vor dem Öffnen der das Oxyd enthaltenden Gefäße stundenlang mit Phosphorperoxyd getrocknet worden ist.

<sup>5)</sup> Willstätter, l. c., S. 2807.

haften. Das Reaktionsgefäß wird sodann evakuiert und darauf mit dem Sauerstoff-Gasometer verbunden. Man stellt das Gasvolumen fest, schüttelt und erwärmt eventuell das Kühlwasser auf 30°, bis die Reaktion einsetzt. In den ersten Stunden soll die Reaktion ständig beobachtet werden und durch geeignetes Schütteln und Kühlen in der weiter oben beschriebenen Geschwindigkeit gehalten werden. Die in der Tabelle IV angegebenen Versuche sind in je 2 1/2 Tagen ausgeführt worden, wobei während des letzten Tages kein Sauerstoff mehr aufgenommen wurde.

Tabelle IV.

Ver- such Nr.	Angewandte Menge Phosphor in g	Gasometerstand							
		Vor Versuch				Nach Versuch			
		ccm	t	b	t <sub>b</sub>	ccm	t	b	t <sub>b</sub>
1	3.18	3500	21°	755.5	22°	1450	21°	755.7	22.5°
2	3.71	3450	20°	755.7	22.5°	1100	21°	760.7	21.5°
3	3.23	3625	21°	765.3	18°	1675	21°	765.6	20°
4	4.23	3825	21.5°	756.2	22.5°	1100	18.5°	770.2	20°
5	2.39	3800	20°	755.6	17°	2325	21°	745.5	19.5°

Volumen der Waschflasche, des P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Rohres usw. ca. 150 ccm. Resultate Tabelle I.

Die Reaktionsprodukte werden in der im theoretischen Teil beschriebenen Weise filtriert und mit 300—400 ccm über Phosphorpenoxyd getrocknetem Schwefelkohlenstoff gewaschen. Die Waschflüssigkeit wurde mit Wasser überschichtet, mit überschüssigem Brom versetzt, das Gemisch einige Stunden unter Rückfluß gekocht, der Schwefelkohlenstoff abdestilliert und in der wäßrigen Lösung die Phosphorsäure bestimmt. Die gefundenen Mengen waren gering.

Beispiel: Versuch Nr. 4.

0.1486 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 24 MoO<sub>3</sub>, entsprechend 2.6 mg P oder 0.6‰ der angewandten Phosphormenge.

Versuch Nr. 6 wurde vorzeitig unterbrochen, die Substanz filtriert und mit 450 ccm Schwefelkohlenstoff gewaschen. Die letzten 5 ccm enthielten keine nachweisbare Menge Phosphor.

Gasometerstand vor Versuch 3800 ccm O<sub>2</sub> bei 20.5° u. 752.9 mm (21°). Gasometerstand nach Versuch 2490 ccm O<sub>2</sub> bei 19° u. 754.5 mm (18°). Außerdem wurde der Sauerstoff-Inhalt der Birne (90 ccm) absorbiert.

Die Phosphor-Bestimmung geschah wie oben. Je 20 ccm der auf 1000 ccm aufgefüllten Phosphorsäure-Lösung gaben 3.0335, 3.0327 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 24 MoO<sub>3</sub>.

Resultate: Tabelle II.

Substanz von Versuch Nr. 3. 3 Tage Vakuum-Exsiccator (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 20 mm), 2 Tage Trockenpistole (CCl<sub>4</sub>, 1/2 mm, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>).

0.3220 g Sbst.: 0.0232 g CO<sub>2</sub>, 0.0119 g H<sub>2</sub>O (Schiffchen, PbCrO<sub>4</sub>). — (a) 0.3210 g Sbst.: 0.0514 g AgCl, in 25 ccm der auf 100 ccm aufgefüllten Lösung. 2.3092 g P<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, 24 MoO<sub>3</sub> (Carius). — (b) 0.3117 g Sbst.: 0.0519 g AgCl, in 25 ccm der auf 100 ccm aufgefüllten Lösung 2.2495 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 24 MoO<sub>3</sub> (Carius).

Substanz von Versuch Nr. 5. Vorbereitung zur Analyse wie oben, nur wurde bei 100° getrocknet.

0.3804 g Sbst.: 0.0095 g CO<sub>2</sub>, 0.0084 g H<sub>2</sub>O. — (a) 0.3055 g Sbst.: 0.0387 g AgCl, in 25 ccm der auf 100 ccm aufgefüllten Lösung 2.2841 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 24 MoO<sub>3</sub> (Carius). — (b) 0.3967 g Sbst.: 0.0510 g AgCl, in 20 ccm der auf 100 ccm aufgefüllten Lösung 2.3528 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 24 MoO<sub>3</sub> (Carius).

Sbst. von Versuch Nr. 6. Zur Analyse wie Nr. 5 vorbereitet.

0.4440 g Sbst.: 0.0072 g CO<sub>2</sub>, 0.0072 g H<sub>2</sub>O. — (a) 0.3156 g Sbst.: 0.0232 g AgCl, in 25 ccm der auf 100 ccm aufgefüllten Lösung 2.4820 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 24 MoO<sub>3</sub> (Carius). — (b) 0.3156 g Sbst. in 20 ccm der auf 100 ccm aufgefüllten Lösung 1.9976 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 24 MoO<sub>3</sub> (Die Sbst. wurde vorsichtig mit Bromwasser oxydiert.)

Resultate: Tabelle III.

## 89. G. Rankoff: Über die Umwandlung der Ölsäure in Elaidinsäure mittels Schwefels (II.).

[Aus d. Technolog. Institut d. Universität Sofia.]

(Eingegangen am 13. Januar 1931.)

Es wäre unverständlich, wenn die Einwirkung von Schwefel auf Ölsäure die Aufmerksamkeit der Chemiker bisher noch nicht auf sich gelenkt haben sollte. In der Tat haben bereits im Jahre 1833 W. Radig, H. Harff, G. Ulex und Schoy<sup>1)</sup> die Einwirkung von Schwefel auf einige Öle, sowie auf Ölsäure untersucht, wobei W. Radig<sup>2)</sup> beim Erhitzen von 6 Tln. Ölsäure mit 1 Tl. Schwefel auf 300° unter Schwefelwasserstoff-Entwicklung die Bildung einer rotbraunen, brenzlich riechenden Masse, die etwas dünnflüssiger als Baumöl war, feststellte. Th. Anderson<sup>3)</sup> destillierte Ölsäure mit der Hälfte ihres Gewichts an Schwefel und isolierte Margarinsäure aus dem Destillat. R. Benedikt und F. Ulzer<sup>4)</sup> erhielten bei 2-stdg. Erhitzen von 100 g Ölsäure mit 10 g Schwefel auf 200–220° nach der Reinigung des entstandenen Produktes ein dunkles, auch im Vakuum nicht destillierbares Öl, das 10.99% Schwefel enthielt und der Formel C<sub>18</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>S entsprach. J. Altschul<sup>5)</sup> fand, daß bei 4-stdg. Erhitzen von 200 g Ölsäure mit 24 g Schwefel auf etwa 140° sich Schwefel an die Doppelbindung der Ölsäure anlagert: C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub> + S = C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>S.

Aus den angeführten Literatur-Angaben ist ersichtlich, daß die damaligen Untersuchungen über die Einwirkung von Schwefel auf Ölsäure mit verhältnismäßig großen Schwefelmengen, mindestens 1 Atom Schwefel auf 1 Mol. Ölsäure, ausgeführt wurden, wobei in keinem Fall die Bildung von Elaidinsäure beobachtet wurde.

In einer früheren Mitteilung<sup>6)</sup> haben wir gezeigt, daß beim Erhitzen von Ölsäure mit 1% Schwefel im zugeschmolzenen Rohr in Gegenwart von Wasser auf 180° sich über die Hälfte der Ölsäure in Elaidinsäure umwandelt. Im Hinblick auf die bei diesen Untersuchungen erzielten Resultate und

<sup>1)</sup> Über die für das Jahr 1833 aufgegebene Preisfrage der Hagen-Buchholzschens Stiftung in betreff der Einwirkung von Schwefel auf die fetten Öle, vergl. C. 1833, 815.

<sup>2)</sup> C. 1835, 607, 623.

<sup>3)</sup> A. 63, 370 [1847].

<sup>4)</sup> C. 1887, 882.

<sup>5)</sup> Ztschr. angew. Chem. 1895, 535.

<sup>6)</sup> B. 62, 2712 [1929].