

wenigstens drei verschiedenen Stoffen ist, von denen vermutlich keiner der Pteridin-Reihe angehört. Die aufgenommenen UV-Spektren schließen das Vorliegen von Pteridin-Derivaten aus.

Eingeg. am 13. November 1953 [Z 94]

Einfache Synthese für Pentacen-6,13-chinon

Von Doz. Dr. W. RIED und Dipl.-chem. F. ANTHÖFER

Aus dem Institut für Organische Chemie der Universität
Frankfurt/Main

Pentacen-6,13-chinon entsteht nach W. H. Mills und M. Mills¹⁾ bei der Oxydation des 6,13-Dihydro-pentacens mit FeCl₃ oder nach E. Clar und Fr. John²⁾ durch Oxydation des Pentacens bzw. des 6,13-Dihydro-pentacens mit Chromsäure in Eisessig. Beide Methoden sind zur Darstellung größerer Mengen Chinon wenig geeignet, einmal wegen der schweren Zugänglichkeit des Pentacens bzw. seiner Dihydro-Verbindung, zum anderen wegen der schlechten Ausbeuten und der Uneinheitlichkeit der entstehenden Oxydationsprodukte.

Wir fanden, daß sich das Pentacen-6,13-chinon in guten Ausbeuten einfach herstellen läßt, wenn man Cyclohexan-1,4-dion³⁾ und o-Phthalaldehyd⁴⁾, die beide leicht zugänglich sind, in alkoholischer Lösung bei Temperaturen um 50 °C in Gegenwart von 5proz. wäbr. KOH reagieren läßt. Die Umsetzung verläuft außerordentlich rasch. Als Rohprodukt scheidet sich ein gelblich-brauner Niederschlag ab, der zweckmäßig aus Dimethylformamid umkristallisiert wird. Ein sehr reines Produkt erhält man durch

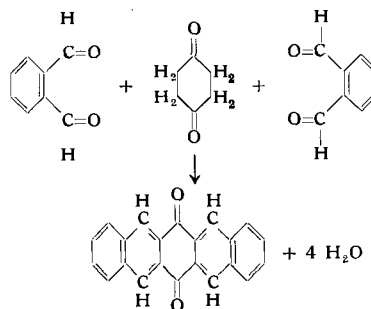
¹⁾ J. chem. Soc. [London] 101, 2194 [1912].

²⁾ Ber. dtsch. Chem. Ges. 62, 3021 [1929]; 63, 2967 [1930].

³⁾ H. Meerwein, Liebigs Ann. Chem. 398, 248 [1913].

⁴⁾ J. Thiele u. O. Günther, ebenda 347, 107 [1906]. F. Weygand u. Mitarb., diese Ztschr. 65, 525 [1953].

Sublimation bei Atmosphärendruck. Diese Synthese ist ein weiterer Beweis für die Konstitution des Pentacen-6,13-chinons.



0,56 g (0,005 Mol) Cyclohexan-1,4-dion und 1,34 g (0,01 Mol) o-Phthalaldehyd werden in 150 cm³ Äthanol gelöst und mit 2 cm³ 5proz. wäbr. KOH versetzt. Das Kondensationsprodukt scheidet sich fast augenblicklich als gelb-brauner Niederschlag ab. Zur Vervollständigung der Reaktion erwärmt man zweckmäßig noch einige Zeit auf 50 °C. Das schon ziemlich rein anfallende Rohprodukt wird aus Dimethylformamid umkristallisiert, Fp (Berl-Block) 377–378 °C (unkorr.). Durch Sublimation werden lange orange-gelbe Spieße vom Fp 394 °C (korr.) erhalten. Lit. Fp 393 °C (korr.).

Aus Nitrobenzol oder Pyridin kann es ebenfalls umkristallisiert werden. Das Produkt zeigt alle für das Pentacen-6,13-chinon in der Literatur beschriebenen Eigenschaften. In konz. Schwefelsäure löst es sich mit blauer Farbe; die Lösung zeigt rote Fluoreszenz. Mit alkalischem Hydrosulfit ist es unverknüpfbar.

Eingeg. am 17. November 1953 [Z 95]

Versammlungsberichte

Hauptversammlung der Gesellschaft Deutscher Metallhütten- und Bergleute e. V.

vom 9.—14. September 1953 in Bonn¹⁾

Der diesjährigen Hauptversammlung ging eine Arbeitstagung des Chemiker-Ausschusses voraus. Die Referate anlässlich der Hauptversammlung wurden in den Arbeitskreisen Bergbau und Aufbereitung, Hüttenwesen und Lagerstättenkunde gehalten. Als neuer Vorsitzender wurde Generaldirektor Dr. jur. H. C. Paulssen, Konstanz, gewählt.

JOSEPH FISCHER, Frankfurt/M.: Beiträge zur Bestimmung nichtmetallischer Bestandteile in Aluminium, Kupfer, Blei und Zink.

Nichtmetallische Verunreinigungen in Metallen üben u. U. bereits in geringen Mengen (1/100 % und weniger) großen Einfluß auf die chemische Beständigkeit und die technologischen Eigenschaften des Metalles aus. Die Art der Einwirkung ist in der Regel von der Bindungsform im Metall abhängig. Die quantitative Bestimmung reicht daher nicht aus; die Bindungsform bzw. die Anteile der verschiedenen Bindungsformen müssen ebenfalls bestimmt werden. Dabei ist zu berücksichtigen, daß die nichtmetallischen Bestandteile häufig nicht homogen im Metall verteilt sind. Besonders bei der Bestimmung von Kohlenstoff, Sauerstoff und Wasserstoff ist auf die Beeinflussung durch Kohlensäure und Wasserdampf an der Oberfläche zu achten. Die Spektralanalyse ist für die Bestimmung der nichtmetallischen Bestandteile unbrauchbar.

W. HOFMANN, Braunschweig: Weitere Ergebnisse bezüglich der Sauerstoff-Bestimmung in Hüttenzink und Hüttenblei.

Vortr. berichtete über Vakuumextraktionsversuche zur Bestimmung gelöster Gase an Bleischmelzen.

Der Bestimmung des Sauerstoffs im Zink liegt die Reaktion $H_2S + ZnO = H_2O + ZnS$ zugrunde. Bei den geringen Sauerstoffmengen, die im Zink vorliegen, ist die Absorption des gebildeten Wassers in einem Auffangmittel mit anschließender Wägung nicht sehr empfindlich. Versuche von Hartmann ergeben günstige Ergebnisse bei Anwendung der Unterzuckerschen C—H-Bestimmung. Hierbei wird das Wasser über erhitzter Kohle in Wasserstoff und Kohlenoxyd übergeführt. Weitere Versuche gelten der Frage der Löslichkeit von Stickstoff in Zink.

¹⁾ Vgl. auch die Referate der chem.-techn. Vorträge Chem.-Ing.-Technik 25, 747 [1953].

B. RODEWALD, Essen: Spurenanalyse im Hüttenlaboratorium.

Die qualitative und quantitative Bestimmung von in Spuren vorhandenen Elementen ist bereits im Hüttenlaboratorium erforderlich. Die Spurenelemente sind größenordnungsmäßig von 10⁻⁴ bis 10⁻⁶ % enthalten. Die Schwierigkeiten der Analyse liegen nicht in der Messung kleinster Mengen eines bestimmten Elementes, vielmehr in dessen Isolierung. Hierfür müssen spezielle Verfahren ausgearbeitet werden, die naturgemäß von der normalen Analytik abweichen.

W. NIELSCH, Lauchertal (Hohenzollern): Betriebsschnellanalysen mit photometrischen Methoden.

Betriebsschnellanalysen müssen in so kurzer Zeit durchgeführt werden, daß ihr Ergebnis rechtzeitig vorliegt, um noch Korrekturen der Schmelze vor dem Guß vornehmen zu können. Aus Legierungen, bei denen die Bohrspanprobe zulässig ist, konnten 10 g Bohrspäne für die Analyse in etwa 10 sec hergestellt werden. Späneherstellung, Einwaage und Lösen der Probe konnten in 88–108 sec erledigt werden. Sehr schnelle Analysenergebnisse sind mit der spektralphotometrischen Methode mit Filter (ELKO II) zu erreichen. Sie kann für kleine und hohe Gehalte verwendet werden. In einer Aluminium-Mehrstofflegierung mit 83 % Cu wurde der Kupfer-Gehalt in 3,5–5 min ermittelt mit einer größten Abweichung von ± 0,04 % vom Sollgehalt. Eine Vollanalyse einer Kupfer-Legierung, die Kupfer, Aluminium, Eisen, Nickel und Mangan enthält, kann bei geeigneter Arbeitsteilung in 8 min beendet sein. Alle Bestimmungen der Vollanalyse werden aus einer Einwaage, aus der durch Auffüllen eine Stammlösung hergestellt wird, vorgenommen. Die Genauigkeit richtig ausgeführter Schnellanalysenmethoden kann eine Nachanalyse im Laboratorium erübrigen.

F. SCHRÖDER, Krefeld: Die Entstehung wirtschaftlich bedeutender hydrothormaler sulfidischer Erzlagerstätten, erläutert an den rheinisch-westfälischen Lagerstätten und deren Erzabsatzräumen.

Für hydrothermale Lagerstätten, die räumlich und zeitlich nicht mit sauren plutonischen Eruptivgesteinen in Verbindung zu bringen sind, ergaben sich nach der bisherigen Lehrmeinung über die Entstehung magmatischer sulfidischer Lagerstätten Schwierigkeiten bei der Einordnung in die genetische Systematik.

Aus der geochemischen Betrachtung der paragenetischen Verhältnisse oxydischer und sulfidischer Erzlagerstätten, die im einzelnen erläutert wird, ergeben sich neue Aspekte für eine Systematik dieser Lagerstätten.

[VB 501]