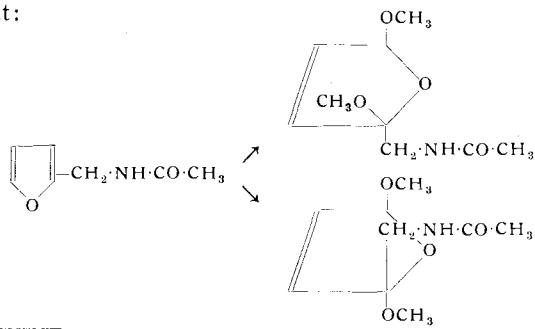


Normalerweise scheinen Acetale von α,β -ungesättigten Aldehyden nicht zur Addition an Diene befähigt zu sein. Die elektrolytische Methoxylierung von α -substituierten Furanen, wie Sylvan, Furfurylalkohol, Furfurylacetat, Furfurol-dimethylacetal, Furfurylmethyläther, Furancarbonsäure-methylester, ferner einiger β -Isopropylfurane, wie 4-Isopropylfuran, 4-Isopropyl-furfurol-dimethylacetal und 4-Isopropyl-2-furancarbonsäure-methylester ergibt mit hohen Ausbeuten die entsprechenden 2,5-Dimethoxy-2,5-dihydrofurane¹¹⁾.

Das durch Methoxylierung von Furfurylalkohol gewonnenen 2,5-Dimethoxy-2-oxymethyl-2,5-dihydrofuran und dessen Acetyl-Derivat ergeben nach Hydrierung zu den entsprechenden Tetrahydro-Verbindungen beim Kochen mit methanolischer HCl 2,5,5-Trimethoxy-tetrahydropyran¹²⁾.

Die Äthoxylierung des Furans geschieht ähnlich. Das 2,5-Diäthoxy-2,5-dihydrofuran z. B. erhält man in 63 proz. Ausbeute¹³⁾. Maleindialdehyd-tetraäthylacetal fällt dabei als Nebenprodukt an. Bei der Methoxylierung des 2-(Acetamidomethyl)-furans zum 2,5-Dimethoxy-2-(acetamido-methyl)-2,5-dihydrofuran erhält man ein Gemisch, das zu etwa gleichen Teilen aus dem cis- und trans-Isomeren besteht:

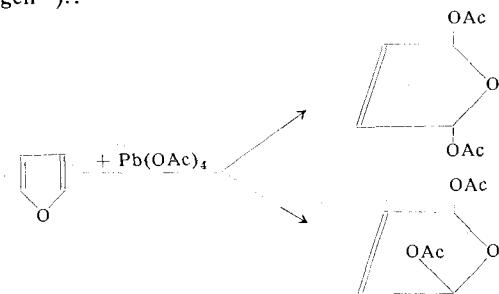


¹¹⁾ N. Clauson-Kaas u. Mitarb., Acta chem. Scand. 6, 545–550 [1952]; 6, 551–555 [1952]; 6, 556–559 [1952]; 6, 572–577 [1952].

¹²⁾ N. Clauson-Kaas, ebenda 7, 845–848 [1953].

¹³⁾ N. Clauson-Kaas, ebenda 6, 569–571 [1952]; 2, 109 [1948]. J. Fakstorp u. Mitarb., J. Amer. chem. Soc. 72, 869 [1950].

Hydrierung und Umsetzung der beiden Tetrahydro-Verbindungen mit Anilin ergibt 1-Phenyl-2-(acetamido-methyl)-pyrrol¹⁴⁾. Weitere Darstellung von Pyrrolen aus Furanen beschreiben N. Elming und N. Clauson-Kaas¹⁵⁾. Bei der Acetoxylierung des Furans mit Pb-tetraacetat entsteht ein Gemisch der cis-trans-Isomeren 2,5-Diacetoxy-2,5-dihydrofuran, die sich glatt zu ihren Tetrahydro-Verbindungen hydrieren lassen. Das gilt auch für die homologen Dipropionoxy-, Dibutyroxy- und Dibenzoxy-Verbindungen¹⁶⁾:



Bei der Pyrolyse des 2,5-Diacetoxy-2,5-dihydrofurans bei etwa 500 °C entsteht unter Abspaltung von Essigsäure 2-Acetoxy-furan, das mit Maleinsäureanhydrid ein normales Addukt liefert¹⁷⁾. Ergebnislos verlief die Acetoxylierung von α -substituierten Furanen, wie Sylvan, Furfurylacetat, Furfuoldiacetat, 2-Acetyl furan, Brenzschleimsäure und deren Äthylester¹⁸⁾. Im Gegensatz hierzu gelingt die Reaktion beim β -Isopropylfuran (hergestellt nach Friedel-Crafts aus Furfurol¹⁹⁾) unter Bildung von 2,5-Diacetoxy-3-isopropyl-2,5-dihydrofuran.

Eingegangen am 5. September 1955 [A 708]

¹⁴⁾ N. Clauson-Kaas u. Z. Tyle, Acta chem. Scand. 6, 667–670 [1952].
¹⁵⁾ N. Elming u. N. Clauson-Kaas, ebenda 6, 867–874 [1952].
¹⁶⁾ N. Elming u. N. Clauson-Kaas, ebenda 6, 535–544 [1952].
¹⁷⁾ N. Clauson-Kaas u. N. Elming, ebenda 6, 560–564 [1952].
¹⁸⁾ N. Elming, ebenda 6, 578–579 [1952].
¹⁹⁾ N. Elming, ebenda 6, 605–607 [1952].

Dokumentation chemischer Patentliteratur

Von Dr. HILDEGARD DANIOF^{*)}

Badische Anilin- und Soda-Fabrik A.G., Ludwigshafen a. Rh.

Die wachsende Patentliteratur kann nach den bisherigen Dokumentationsmitteln nur unzulänglich aufgeschlossen werden. Vorgeschlagen wird eine Gemeinschaftsarbeit der chemischen Industrie und gegebenenfalls weiterer Kreise unter Verwendung moderner Hilfsmittel.

Den Stand der Technik zu kennen, ist Voraussetzung für die Forschung und für den Patentschutz. Die Dokumentation des ständig anwachsenden Schrifttums wird jedoch von Jahr zu Jahr schwieriger. Wenn man heute bereits von einer krisenhaften Lage im Bereich der Dokumentation spricht, so gilt dies ganz besonders für die Patentliteratur.

Die starke Zunahme der Patente zeigt die Gegenüberstellung folgender Zahlen: Die „Chemical Abstracts“ haben in den letzten Jahren etwa 12000–13000 Patente pro Jahr referiert gegenüber 2000 Patenten im Jahre 1920. Aber nicht nur die steigende Zahl der Patente, sondern auch der wachsende Umfang der einzelnen Patentschriften erhöht die Schwierigkeiten ihrer Dokumentation. Mit der zu-

nehmenden Spezialisierung der Arbeitsgebiete wird zwar der patentfähige Kern der Erfindungen immer kleiner, aber der Erfindungsgedanke wird bekanntlich in der Patentbeschreibung nicht nur durch spezifische Beispiele, sondern oft durch recht allgemein gehaltene Begriffe beleuchtet. Während man in der wissenschaftlichen Literatur bestrebt ist, nur neue Erkenntnisse zu schildern, gehört es zum Wesen der Patentliteratur, die Zusammenhänge mit Bekanntem im einzelnen darzulegen. Je mehr sich das Bekannte ausweitet, desto größer wird die Anzahl der Kombinationsmöglichkeiten. Diese Fülle von Einzelheiten muß aussagebereit festgehalten sein, wenn es sich um Neuheitsprüfung oder Beschaffung von Streitmaterial handelt. Bei der Dokumentation wissenschaftlicher Literatur genügen im allgemeinen fünf Merkmale zur Charakterisierung einer wissenschaftlichen Veröffentlichung, die alle in die Sachregister

^{*)} Nach einem Vortrag auf der Tagung der GDCh-Fachgruppe „Gewerblicher Rechtsschutz“ in München am 13. Sept. 1955.

der Referateorgane aufgenommen werden können. Dagegen ist es selbstverständlich unmöglich, darin sämtliche Charakteristika von Patentschriften zu berücksichtigen.

Patent-Recherchen sind also vollständig nur an Hand der Originalpatentschriften selbst oder mit Hilfe einer gut gegliederten Kartei auszuführen, die sämtliche Einzelheiten erfaßt. Bei der derzeitigen Grobunterteilung der deutschen Patentklassen hält sich der jeweils durchzusehende Stoff häufig nicht mehr in übersichtlichen Grenzen. Außerdem müssen die Patentschriften fremder Länder umklassifiziert werden, wenn man nicht verschiedene Klassifikationssysteme nebeneinander verwenden will. Die auf Grund der „Übereinkunft über die Internationale Patentklassifikation“ vom Dezember 1954 im Europa-Rat in Angriff genommene Feinunterteilung für die gesamte Patentklassifikation, die etwa 25000 Gruppen und Untergruppen vorsieht, könnte eine neue Situation schaffen, doch soll es noch einige Jahre dauern, ehe diese Feinunterteilung abgeschlossen ist. Der Aufdruck von Kreuzverweisen, wie in England, auf Patentschriften, die ebensogut in die eine wie in mehrere andere Unterklassen eingereiht werden könnten, und in den Fällen, die kombinierte Erfindungsgegenstände betreffen, brächte eine weitere Erleichterung. Das Dokumentationsproblem wird jedoch damit nicht gelöst. In zahlreichen Fällen werden dann mehr Unterklassen durchsucht werden müssen. Die USA besitzen bereits weitgehend unterteilte Patentklassen, aber auch dort bereitet das Dokumentationsproblem große Sorge. Es ist mitgeteilt worden, daß die Prüfer des Patentamts etwa 60 Prozent der Arbeitszeit für die Literaturdurchsicht benötigen.

Auf welche Auszüge kann man bei der Anfertigung von Patentkarteien zurückgreifen? Neben den großen Referateorganen, wie „Chemisches Zentralblatt“ und „Chemical Abstracts“, bringen in der Bundesrepublik Literaturberichte einiger großer Industrieunternehmen und zahlreicher privater Literaturfirmen Patentreferate. Sie erscheinen schneller, haben aber in erster Linie Informationscharakter. Derartige Publikationen können deshalb dem Patentbearbeiter in nur begrenztem Umfang dienen. Alle diese Referate müssen für eine Patentkartei an Hand der Patentschriften weitgehend ergänzt werden, da Einzelfakten nur begrenzt berücksichtigt sind. Durch das Nebeneinander der verschiedenen Organe ist aber keineswegs Gewähr auf lückenlose Erfassung der Patentliteratur gegeben. Man sieht, welche Belastung die Dokumentation der Patentliteratur heute für jedes Einzelunternehmen bedeutet. Da der Etat der Dokumentationsstellen sich andererseits in bestimmten Grenzen halten muß, ist es unmöglich geworden, auf dem laufenden zu sein und umfangreiche Recherchen auszuführen. Das hat zur Folge, daß die Dokumentationsstellen nicht mehr ihrer Bedeutung entsprechend benutzt werden.

Zur Behebung der unhaltbaren und unwirtschaftlichen Lage bieten sich zwei Maßnahmen an, die bereits für die Dokumentation allgemein verschiedentlich diskutiert worden sind:

1. Gemeinschaftsarbeit der chemischen Industrie und gegebenenfalls weiterer Kreise.
2. Verwendung mechanischer Hilfsmittel.

Vorschläge zu einer Gemeinschaftsarbeit

Das große Arbeitsfeld der Chemie müßte in klar abgegrenzte Fachgebiete aufgeteilt werden, die jeweils von den Teilnehmern der Gemeinschaftsorganisation zu bearbeiten wären. Die vervielfältigten Karteikarten könnten direkt oder über eine Zentralstelle ausgetauscht werden. Dabei wären auch mechanisch selektierbare Karten zu verwenden.

Überdies wären Listen mitzuliefern, die den Zusammenhang von „Äquivalenzpatenten“, d. h. einander entsprechenden Patenten in verschiedenen Ländern mit bereits ausgetauschten Patentreferaten aufzeigen. Es ist volkswirtschaftlich nicht zu verantworten, daß diese mühevolle und zeitraubende Vergleichsarbeit an Dutzenden von Stellen geleistet wird.

In Kreisen der „Deutschen Gesellschaft für Dokumentation“ sind zum Thema „Gemeinschaftsarbeit auf Fachgebieten“ von verschiedenen Seiten Anregungen vorgebracht worden. Auch auf internationalen Konferenzen wird die Frage der Koordinierung behandelt. Zusammenarbeit auf internationaler Grundlage sollte im Laufe der Zeit angestrebt werden. Eine Gemeinschaftsarbeit bringt praktisch natürlich manche Schwierigkeit mit sich. Daß sie sich bewährt und letzten Endes allen Beteiligten Nutzen bringt, beweisen Vorbilder, z. B. die im „Verlag Chemie“ in Heft- und Karteiform erscheinenden „Verfahrenstechnischen Berichte“, die von der Ingenieurwissenschaftlichen Abteilung der Farbenfabriken Bayer bearbeitet werden, aber ein Gemeinschaftswerk von nahezu 300 Sachbearbeitern aus Industrie und Forschung darstellen. Leider bestand bisher auf dem Gebiete der Chemie, obwohl die Notlage anerkannt wird, im allgemeinen wenig Interesse an einer Arbeitsgemeinschaft. Vor allem wirkten die besonderen Anforderungen abschreckend, die an Karteien chemischer Patente gestellt werden müssen.

Mechanische Hilfsmittel

In der einschlägigen Literatur ist die Verwendung von mechanischen Hilfsmitteln für die Dokumentation eingehend geschildert worden¹⁾. Sämtlichen Verfahren ist gemeinsam, die festzuhalgenden Begriffe so zu speichern, daß sie bei der Befragung einzeln oder in jeder beliebigen Kombination angesprochen werden können. Sämtliche Verfahren setzen die Verschlüsselung der Begriffe in Form von Zahlen oder anderen Symbolen voraus. Die Aufstellung des Schlüssels mit klar abgegrenzten und widerspruchsfreien Begriffen, den dazu gehörigen Ober- und Unterbegriffen und die Berücksichtigung der jeweils in Zukunft neu auftretenden Möglichkeiten ist eine sehr mühevolle Aufgabe, die wohl nur der einschätzen kann, der sich selbst an solchen Arbeiten beteiligt hat.

In der Bundesrepublik haben sich zur Dokumentation auf chemischem Gebiet besonders die sog. Randlochkarten in verschiedenen Ausführungsformen eingeführt, die durch einfache mechanische Handhabung mit Hilfe von Sortiernadeln befragt werden²⁾. Daneben werden für größere Anforderungen die maschinell sortierbaren Lochkarten (IBM-Karte, Marcsensing-Karte) benutzt^{1, 3, 4)}.

Die Patentabteilung der BASF hat Erfahrungen mit Randlochkarten und mit IBM-Karten (Hollerith-Karten) auf dem Kunststoffgebiet⁴⁾ gesammelt, dessen Dokumentation infolge der großen Breite und Streuung besonders schwierig ist. Während die Sortierung einer Randlochkartei schon bei einer Kartenzahl von mehr als 10000 schwerfällig wird, könnte mit der Hollerith-Kartei trotz der weitergehenden Aufschlüsselung und größeren Kartenzahl noch nach 10 Jahren befriedigend und wirtschaftlich gearbeitet werden. Gegen die Benützung einer Randlochkartei spricht die Tatsache, daß allein auf dem Polymerisations-

¹⁾ Siehe z. B. E. Pietsch, Nachr.-Dokumentation 2, 38 u. 116 [1951]; 4, 80 [1953].

²⁾ Siehe z. B. W. R. Ruston, Nachr.-Dokumentation 3, 5 [1952]; W. Gruber, diese Ztschr. 65, 230 [1953]; H. Nagel, Nachr.-Dokumentation 5, 73 [1954].

³⁾ W. Stoezter, Nachr.-Dokumentation 3, 189 [1952]; Möhring, ebenda 5, 132 [1954].

⁴⁾ H. Danilof u. W. Heimerdinger, Nachr.-Dokumentation 3, 192 [1952].

gebiet bereits nach fünf Jahren eine Kartenzahl von etwa 10000 erreicht sein wird. Die Gruppe der Polymerisationsprodukte in der Hollerith-Kartei würde zwar schätzungsweise nach 10 Jahren etwa 100000 Karten umfassen, die aber nicht alle durch die Sortiervorrichtung (Kartenmixer mit Durchgang von 24000 Karten pro Stunde) laufen müßten, da besondere Kartenarten mit eigenem Suchbereich für Ausgangsstoffe, Hilfsmittel, Verfahren, Nachbehandlung, Verarbeitung und Verwendung vorgesehen sind. Die BASF wäre bereit, diesen Sachschlüssel und ihre Erfahrungen beim Zustandekommen eines Gemeinschaftswerks zur Verfügung zu stellen. Das Verfahren beschränkt sich natürlich nicht nur auf Kunststoffschutzrechte. Es kann auf Schutzrechte aller anderen Gebiete und auch auf wissenschaftliche Literatur übertragen werden.

In den USA wurden die Anwendungsmöglichkeiten von existierenden und in Entwicklung befindlichen Maschinen für Recherchen des Patentamts geprüft⁵⁾. Dem Bau einer elektronischen Maschine nach Art der sog. Rechenautomaten (*computer*) zu einem angemessenen Preis, spe-

⁵⁾ M. F. Bailey, B. E. Lanham u. I. Leibowitz, J. Pat. Off. Soc. 35, 566 [1953]; Report to the Secretary of Commerce by the Advisory Committee on Application of Machine to Patent Office Operations, 1954 (Department of Commerce, Washington).

ziell für diese Zwecke, wird große Bedeutung zuerkannt. Auch neue photoelektrische und photoelektronische Dokumentationsverfahren sind zu erwarten. Obwohl man auf vervollkommenete Dokumentationsmöglichkeiten hoffen kann, sollte man sich in Deutschland in der Zwischenzeit nicht abwartend verhalten, sondern sich der zur Verfügung stehender Hilfsmittel bedienen, die gegenüber den bisherigen Stellkarten groÙe Vorteile bieten und leichtere Umstellung auf künftige Verfahren gestatten.

Als Dokumentationsverfahren besonderer Art sei auf das von der *Documentation Incorporated* entwickelte „*Uniterm System of coordinate indexing*“ hingewiesen, das seit Anfang 1955 von der Firma *Information for Industry Inc.*, Washington, im „*Uniterm Index to U. S. Chemical Patents*“ zur Dokumentation der amerikanischen Patente auf chemischem Gebiet benutzt wird⁶⁾.

Die hier angeregte und dringend erforderliche Gemeinschaftsarbeit kann nur dann zum Erfolg führen, wenn ihr die maÙgeblichen Stellen ihre Unterstützung nicht versagen und das notwendige Verständnis für die Dokumentationsarbeit aufbringen, die auch bei Anwendung mechanischer Hilfsmittel mühevolle Geistesarbeit bleibt.

Eingegangen am 8. November 1955 [A 702]

⁶⁾ Logic for Literature, Chem. Week 76, 40 [1955].

Analytisch-technische Untersuchungen

Die RC-Titration

Ein neues Verfahren zur elektrodenlosen Leitfähigkeitsmessung

Von Dipl.-Phys. R. HUBER und Prof. Dr. K. CRUSE

Physikalisch-chemisches Institut der Bergakademie Clausthal

Es werden die theoretischen Zusammenhänge für eine Methode erörtert, mit der Leitfähigkeiten über praktisch unbegrenzte Bereiche gemessen werden können. Verwendet werden in der Hochfrequenztitration übliche elektrodenlose Meßzellen, die in einem Zweig einer Wien-Brücke in einem RC-Generator liegen. Für den Gerätebau und für die praktische Messung wesentliche Gesichtspunkte werden diskutiert.

Meßverfahren zur elektrodenlosen Leitfähigkeitsbestimmung, d. h. mit Elektroden, die mit der Meßlösung keinen galvanischen Kontakt besitzen, sind bis heute nur wenig bekannt. Erst durch die Einführung der Hochfrequenztitration ist die mit diesem Meßverfahren verbundene Verwendung elektrodenloser Meßzellen in den Vordergrund gerückt. Mit Hochfrequenz-Titrimetern wird bekanntlich im allgemeinen in „kapazitiven“ oder „induktiven“ Zellen gemessen. Mit den Kapazitätszellen, bei denen die Elektrodenbelege sich außen auf einem Gefäß aus Isoliermaterial (Glas, Keramik) befinden, werden die durch Leitwertsänderungen bedingten Kapazitätsänderungen bzw. die Änderungen der Verluste des gesamten Zellkondensatorsystems gemessen. Bei den Induktions- oder „Spulen“-Zellen wird die Meßlösung in das Wechselfeld einer Spule, von deren Windungen isoliert, eingebracht, so daß sich Verluste und Selbstinduktion der gesamten Spule nach dem Leitwert dieser Lösung richten. Die Ersatzbilder beider Zellentypen sind in Bild 1 wiedergegeben. Hier bedeuten: C die Kapazität mit dem Dielektrikum der Gefäßwände, K die Kapazität, deren Dielektrikum von der Dielektrizitätskonstanten (DK) des Lösungsmittels abhängt und die durch den Widerstand R der Lösung überbrückt ist. Bei Induktionszellen stellt L die

reelle Induktionsspule dar, I eine hypothetische innerhalb der Meßlösung, die mit L nicht gekoppelt und durch den Widerstand R der Lösung überbrückt ist.

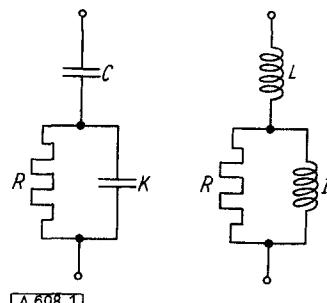


Bild 1. Ersatzbilder von elektrodenlosen Meßzellen

Aus den Ersatzbildern kann folgendes entnommen werden: Wird die Leitfähigkeit und damit auch der Leitwert $1/R$ der Lösung von null nach unendlich geändert, so vermindert sich bei Induktionszellen der Wert der Selbstinduktion von $L + I$ über Zwischenwerte bis auf L , bei kapazitiven Zellen dagegen vergrößert sich die Gesamtzellenkapazität von $\frac{C}{(C+K)}$ über Zwischenwerte bis auf C . Die Verluste durchlaufen hierbei in beiden Zelltypen