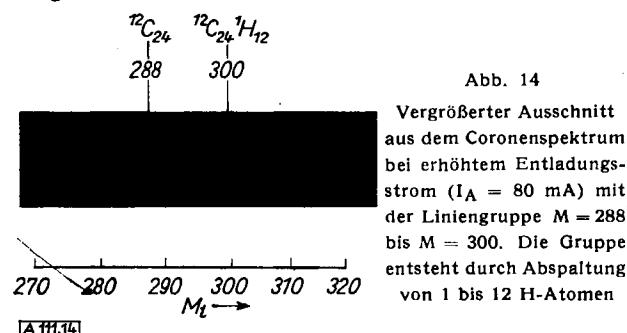


Mit der Vergrößerung des Entladungsstromes läuft eine steigende Aufheizung des Neutralgases durch Wechselwirkung der Ladungsträger mit den Gasmolekülen parallel.



Infolge der höheren kinetischen Energie führen Zusammenstöße zwischen den Teilchen bereits zur Wasserstoffabspaltung. Wie Abb. 14 zeigt, kann man auf diese Weise ein Spektrum gewinnen, das eine starke Liniengruppe enthält, die bei der Masse des Testdampfmoleküls beginnt und bis herab zum wasserstoff-freien Molekülrest jede Linie aufweist. Dadurch hat man eine Möglichkeit, bei aromatischen Kohlenwasserstoffen die Zahl der Wasserstoffatome festzustellen.

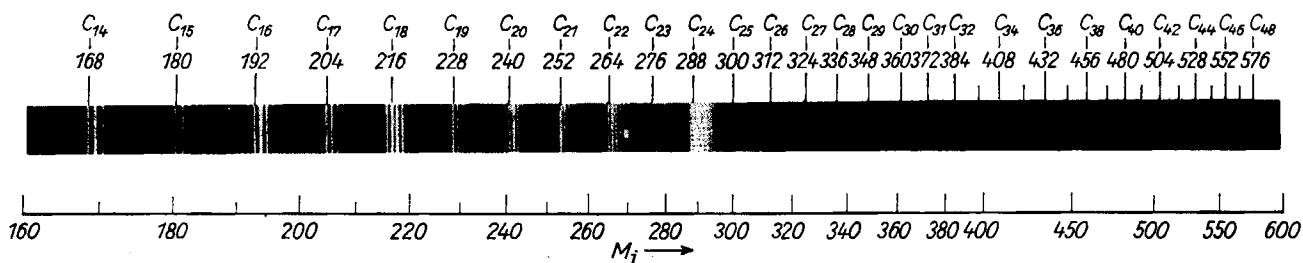


Abb. 15. Ausschnitt aus dem Coronenspektrum mit starker kritischer Aufspaltung. Außerdem tritt die Zusammenlagerung von Moleküleresten ein, deren Liniengruppen bis zur doppelten Sollmasse reichen ($I_A = 500 \text{ mA}$)

Bei weiterer Erhöhung des Entladungsstromes auf 100 mA und darüber wird die Temperatur in der Entladung soweit gesteigert, daß neben der Wasserstoff-Abspaltung in immer stärkerem Maße das Kohlenstoffgerüst abgebaut wird. Abb. 15 gibt einen Ausschnitt aus dem EA-Massenpektrum des Coronens, $C_{24}H_{12}$, bei hohem Entladungsstrom wieder. Bis herab zur Masse 24, d. h. bis zum C_2 , treten im Abstand von 12 ME Gruppen von mehreren Li-

beim Phenanthren beobachtet werden und ist auch bei den anderen Substanzen unter gleichen Versuchsbedingungen zu erwarten.

Die mitgeteilten Ergebnisse wurden im Rahmen eines Forschungsauftrages des Amtes für Kernforschung und Kerntechnik, Berlin-Oberschöneweide, erhalten.

Eingegangen am 7. Juni 1960 [A 111]

¹⁸⁾ E. Dörnenburg u. H. Hinterberger, Z. Naturforsch. 14a, 765 [1959].

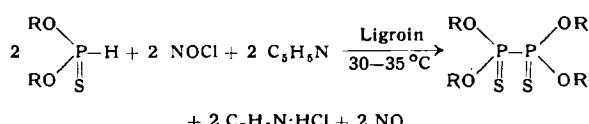
Zuschriften

Tetraalkyl-dithio-unterdiphosphate

Von Prof. Dr. J. MICHALSKI und Dr. A. ZWIERZAK

Institut für Organische Chemie der T. H. (Politechnika)
Lódź (Polen)

Wir entwickelten kürzlich eine allgemeine Synthese von Tetraalkyl-unterdiphosphaten, die auf der Umsetzung von Sulfurylchlorid mit Natrium-dialkylphosphiten beruht¹⁾. Die Anwendung dieser Methode auf Natrium-dialkylthiophosphite führte jedoch nicht zu Tetraalkylestern der hypothetischen Dithio-unterdiphosphorsäure.



Tetraalkyl-dithio-unterdiphosphate entstehen in befriedigender Ausbeute, wenn man Nitrosylchlorid mit Dialkyl-thiophosphiten in Gegenwart von Pyridin umsetzt. Tabelle 1 enthält Ausbeuten und physikalische Konstanten der synthetisierten Derivate. Sie sind wenig reaktionsfähige Verbindungen und werden im Gegen-

R	Ausb. %	Kp °C/Torr	n_D^{25}
C_2H_5	58	94–95/0,01	1,4542
C_3H_7	49	106–107/0,01	1,4578
iso- C_3H_7	58	94–95/0,005	1,4488
C_4H_9	38	114–115/0,01	1,4582

Tabelle 1. Tetraalkyl-dithio-unterdiphosphate

satz zu Phosphorverbindungen mit Anhydridstruktur auch bei 120 °C nicht hydrolytisch gespalten.

Eingegangen am 2. Januar 1961 [Z 35]

¹⁾ J. Michalski u. T. Modro, Chem. and Ind. 1960, 1570.

Synthese von Cyananil und Cyananilsäure

Von Prof. Dr. K. WALLENFELS
und Dipl.-Chem. G. BACHMANN

Chemisches Laboratorium der Universität Freiburg/Brsg.

Benzochinon bildet durch Addition von 2 Mol Blausäure 2,3-Dicyan-hydrochinon¹⁾. Dies steht im Gegensatz zu analogen Additionsreaktionen, bei denen im allgemeinen die 2,5-substituierten Chinone oder Hydrochinone erhalten werden^{2,3)}. Die Unter-