

langen, dünnen Kapillare eben durchbohrt und mit einem über die Kapillare und in das Substanzrohr passenden Röhrchen bis dicht an die Substanz herangeschoben. Nach dem Herausziehen des Röhrchens und der Kapillare wird die Substanz geschmolzen und gasblasenfrei bis an den Siliconstopfen herangebracht; von hier aus läßt man sie langsam erstarren. Nach dem Anschmelzen der Zugstange an der Seite, wo der Siliconstopfen sitzt, und dem Abschmelzen der Kapillare am hinteren Ende ist das Röhrchen zum Zonenschmelzen fertig. Eingegangen am 6. März 1961 [Z 64]

<sup>1)</sup> Kurze Originalmitteilung, die andernorts nicht mehr veröffentlicht wird. — <sup>2)</sup> H. Schildknecht u. H. Vetter, Angew. Chem. 71, 723 [1959]. — <sup>3)</sup> U. Hopf, Diplomarbeit, Erlangen 1960; H. Schildknecht u. U. Hopf, Chem.-Ing.-Technik 1961, im Druck.

### Über ein isomeres Dicyclopentadien

Von Dr. W. SCHROEDER, Ludwigshafen am Rhein

Durch einen Hinweis von Dr. W. Lwowski, Assistant-Professor von der Yale-Universität, wurde ich darauf aufmerksam gemacht, daß es sich bei dem von mir beschriebenen i-Dicyclopentadien (Angew. Chem. 72, 865 [1960]) sehr wahrscheinlich um die bekannte exo-Form handelt. Ich habe die Angabe nachgeprüft und die Vermutung bestätigt gefunden. Einen gleichen Hinweis erhielt ich inzwischen von Dr. W. Haaf, Max-Planck-Institut für Kohlenforschung, Mülheim/Ruhr.

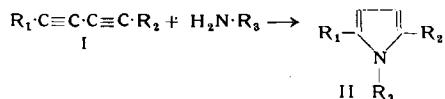
Eingegangen am 2. März 1961 [Z 63]

### Pyrrol-Derivate aus Diacetylenen

Von Dr. J. REISCH und Prof. Dr. K. E. SCHULTE

Institut für Pharmazie und Lebensmittelchemie  
der Universität Münster/Westf.

Nach M. F. Schosstakowski und Mitarb.<sup>1)</sup> kann Diacetylen ohne Katalysator in guter Ausbeute 2 Mol eines prim. aliphatischen Amins zu 1,4-Diaminobutadienen anlagern. Wir fanden, daß aus disubstituierten Diacetylenen (I) in Gegenwart geringer Mengen



Kupfer(I)-chlorid mit primären aliphatischen und aromatischen Aminen in einer exotherm verlaufenden Reaktion 1,2,5-trisubstituierte Pyrrole (II) entstehen.

R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> können sowohl die gleichen als auch verschiedene aliphatische, aromatische und heterocyclische Reste darstellen. Die substituierten Diacetylene sind durch oxydative Kupplung<sup>2)</sup> oder nach W. Chodkiewicz<sup>3)</sup> in guter Ausbeute aus den Monoäthiinyl-Derivaten zugänglich. Einige der dargestellten Verbindungen zeigt Tabelle 1.

R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Fp °C
			172
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> —	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> —		63
	CH <sub>3</sub> —	—CH <sub>3</sub>	51
			216
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> —	CH <sub>3</sub> —		102

Tabelle 1

Eine ausführliche Mitteilung folgt an anderer Stelle zusammen mit den Mitarbeitern H. Lang und M. Sommer.

Eingegangen am 20. Februar 1961 [Z 65]

<sup>1)</sup> Nachr. Akad. Wiss. UdSSR, Abt. chem. Wiss. 1959, 1960; Chem. Zbl. 1961, 456; C. A. 54, 8596d [1960]. — <sup>2)</sup> DAS 1015788 Kl. 120 vom 13. 11. 1954; Chem. Zbl. 1958, 11952. — <sup>3)</sup> W. Chodkiewicz, Ann. chim. France 2, 819 [1957].

## Versammlungsberichte

### Chemische Gesellschaft zu Heidelberg

am 7. Februar 1961

F. ROGOWSKI, Braunschweig: Strukturuntersuchungen an freien und gebundenen Molekülen mit Elektronenbeugung.

Strukturbestimmungen mit Elektronenbeugung lassen sich experimentell durch Ausgestaltung des Sektorverfahrens und sonst durch vertiefte Analyse der Meßergebnisse verbessern. Die Aufnahmen an SNF<sup>1)</sup> wurden mit einem s<sup>2</sup>-Sektor hergestellt. An Hand der gefundenen Beugungsringe werden über 100 theoretisch mögliche Modelle diskutiert und dadurch die Genauigkeit in den Abstandswerten gegenüber den in<sup>1)</sup> mitgeteilten verbessert. Die besten Werte sind nunmehr: SN = 1,62 ± 0,03 Å, NF = 1,42 ± 0,03 Å, Winkel SNF = 122° ± 3°.

Die Methode der Gasinterferenzen läßt sich auch auf die in „amorphen“, dünnen Schichten gebundenen Moleküle anwenden. So ergibt sich, daß die Silicium-Aufdampfschichten zum überwiegenden Teil aus tetraedrisch angeordneten Si<sub>5</sub>-Molekülen bestehen<sup>2)</sup>. Zwei- und dreiatomige Komplexe konnten mit Sicherheit ausgeschlossen werden, ebenso wenig können ringförmige Gebilde mit „aliphatischen“ oder „aromatischen“ Silicium-Atomen in der Schicht vorhanden sein.

Mit neuen Sektoren, die s<sup>3</sup> im normalen und im Kleinwinkelbereich kompensieren, wurde begonnen, andere dünne Schichten zu untersuchen. An Kolloidfolien z. B. liefern diese Sektoren mindestens 10 Maxima und Minima, die sich als wirkliche Extrema über einem nahezu horizontalen Untergrund zu erkennen geben. An SiO-Schichten wurden auf gleiche Weise 7 gut ausmeßbare Maxima und 3 ebenfalls gute Minima erhalten, die sich in Lage und Intensitätsverteilung stark von den Si-Ringen unterscheiden. Die Analyse zeigt zunächst, daß einfache SiO-Moleküle in der Schicht nicht vorliegen können, aber auch nicht eine Anzahl von größeren eben oder räumlich angeordneten Modellen, darunter auch nicht

<sup>1)</sup> Naturwissenschaften 47, 94 [1960]; Angew. Chem. 72, 423 [1960].  
<sup>2)</sup> Z. Elektrochem. 64, 305 [1960].

solche mit einem tetraedrischen Si-Skelett. Die noch nicht abgeschlossene Untersuchung gibt zu erkennen, daß in der Schicht eine bipyramidal Form Si<sub>5</sub>O<sub>2</sub> mit je einem Sauerstoff-Atom an den Spitzen bevorzugt vertreten ist. Moleküle mit größeren Durchmessern als 4,3 Å kommen ebenfalls nicht vor. [VB 443]

### GDCh-Ortsverband Süd-Württemberg

Tübingen, am 8. Februar 1961

R. JUZA, Kiel: Ternäre Verbindungen des Mangans mit den Elementen der Stickstoff-Gruppe.

Es wurde zunächst eine Übersicht über ternäre Verbindungen der Übergangselemente der 4., 5. und 6. Gruppe mit Lithium und Stickstoff, Phosphor oder Arsen gegeben. Die Untersuchung der entspr. Mangan-Verbindungen hat in vieler Hinsicht ein ganz anderes Bild gegeben. Während bei den anderen Übergangselementen stets die maximale Oxydationsstufe des Metalls auftrat und nur diese, wurden beispielsweise die ternären Nitride Li<sub>2</sub>MnN, Li<sub>3</sub>MnN<sub>2</sub> und Li<sub>2</sub>MnN<sub>4</sub> gefunden. Bei den Phosphor-Verbindungen wurde die mit statistischer Verteilung von Lithium und Mangan im Flußspatgitter kristallisierende Verbindung Li<sub>2</sub>MnP<sub>4</sub> festgestellt. Die Verbindung geht einphasig in die pseudokubische Verbindung Li<sub>5</sub>MnP<sub>3</sub> über. Dieses Präparat bildet zugleich die Phasengrenze eines breiten Mischkristallgebietes, das durch die Zusammensetzung Li<sub>3</sub>MnP<sub>2</sub> charakterisiert ist. Unter den Arsen-Verbindungen wird mit der Verbindung Li<sub>11</sub>MnAs<sub>6</sub> die Oxydationsstufe 7 erreicht. Eine zweite Phase, charakterisiert durch die Formel Li<sub>3</sub>MnAs<sub>2</sub>, ist wie die genannte Phosphor-Verbindung gleicher Zusammensetzung aufgebaut. Zwischen die beiden Arsenide schaltet sich die Phase Li<sub>11</sub>MnAs<sub>4</sub> ein; ihr Aufbau steht mit dem des Li<sub>3</sub>MnAs<sub>2</sub> in Zusammenhang. Die Kristallstrukturen der genannten Phosphor- und Arsen-Verbindungen können mit dem Flußspatgitter in einen Zusammenhang gebracht werden, sis fallen durch breite Phasengebiete trotz salzartigen Charakters auf. [VB 436]