

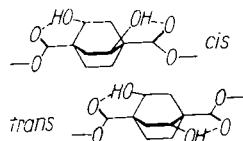
Neue Experimente zur Erklärung der Faserbildung

H. Batzer, Basel

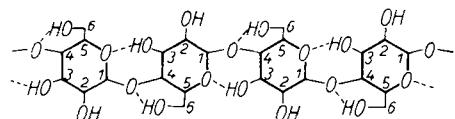
GDCh-Ortsverband Mainz-Wiesbaden am 9. November 1961

Polyester können Modellsubstanzen zur Untersuchung der Voraussetzung der Faserbildung sein. Die bereits vorliegenden Befunde über die Abhängigkeit der Faserbildung von Molekulargewicht und Konstitution der Monomeren [1] wurden durch weiteres experimentelles Material ergänzt.

An Polyester von Ketodicarbonsäuren, z. B. Ketopimelinsäure, konnte gezeigt werden, daß sie durch katalytische Hydrierung in Polyester mit Hydroxyl-Gruppen übergeführt werden können. Diese Beobachtung wurde benutzt, um Polyester mit mehreren freien Hydroxylgruppen als Modellsubstanzen der Cellulose zu synthetisieren. So wurden Polyester aus Bicyclo[2.2.2]octandion-dicarbonsäure mit Hexandiol hergestellt. Das Ausgangsprodukt wurde aus Succinylbernsteinsäureester, der in 1.4-Stellung durch eine Äthylene-Gruppe verknüpft wurde, erhalten. Die genannten Polyester (I) besaßen bei einem Molekulargewicht von ca. 20000 einen Erweichungspunkt von ca. 180 °C und zeigten gute Faserbildung. Nach der Hydrierung lag der Erweichungspunkt bei 80 °C, und die Faserbildung war verloren gegangen. Als Voraussetzung für diesen Befund wurden Strukturformeln



Bicyclerüst von I. Andeutung möglicher Wasserstoffbrückenbindungen durch gestrichelte Linien



Schema der Cellulosekette mit Andeutung möglicher Wasserstoffbrückenbindungen.

[1] Vgl. u. a. H. Batzer, Angew. Chem. 67, 556 (1955).

RUNDSCHAU

Komplexe des dreiwertigen Silbers erhielten M. Jenšovský und M. Skála, indem sie Folien aus reinem Silber in alkalischer Lösung in Gegenwart von Perjodat oder Tellurat anodisch oxydierten. Zur Vermeidung von Überzügen niedrigwertiger Silber-Verbindungen auf der Anode muß bei möglichst niedriger Temperatur und kleiner Stromdichte gearbeitet werden. Je nach dem *pH* wurden verschiedene Natrium- und Kalium-Salze des Diperjodato-argentat(III)-Ions, $[\text{Ag}(\text{JO}_4)_2]^-$, in Form braunroter bis gelbroter Kristalle isoliert. Ditellurato-argentat(III) wurde als gelbes, kristallines Natrium-Salz $\text{Na}_7\text{H}_2[\text{Ag}(\text{TeO}_6)_2] \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ gefaßt. Beide Argentate(III) sind diamagnetisch. Sie werden sehr leicht zu Silber(I) reduziert. (Z. anorg. allg. Chem. 312, 26 [1961]). -Ko. [Rd 990]

Nitroso-boranate haben R. A. Wiesboeck, A. R. Pritchett und M. F. Hawthorne dargestellt. Einwirkung von NO_2 (gelöst in CH_2Cl_2) oder von $\text{NO}^- \cdot \text{Fe}^{3+}$ auf das $\text{B}_{10}\text{H}_{10}^2$ -Ion (als Triäthylammonium-Salz) ergab $[\text{NH}(\text{C}_2\text{H}_5)_3]_2\text{B}_{14}\text{H}_{12}\text{NO}$ in Form purpurfarbener Kristalle. Die NO-Gruppe wird katalytisch leicht zu $-\text{NH}_2$ reduziert. Bei Anwendung von gasförmigem NO_2 wurden Verbindungen mit mehreren NO-Gruppen erhalten, nämlich $\text{B}_{10}\text{H}_6(\text{NO})_2 \cdot \text{N}(\text{CH}_3)_4$ und $\text{B}_{10}\text{H}_6(\text{NO})_3 \cdot \text{N}(\text{CH}_3)_4$. Beide Verbindungen sind rote, kristallisierte Festkörper; die Trinitroso-Verbindung ist stoßempfindlich. (J. Amer. chem. Soc. 83, 4108 [1961]). -Ko. [Rd 992]

mit Chelatbindungen diskutiert, Chelatbindungen ließen sich IR-spektroskopisch nachweisen. Die Chelatbindung fixiert hier sowohl die cis- als auch die trans-Gruppierung, so daß das hydrierte Produkt als Isomeren-Gemisch vorliegt.

[VB 548]

Zur Prüfung der Feuergefährlichkeit von Aerosolen

W. Roth und U. Ferrati, Basel und Mailand

Internationaler Aerosolkongreß, Luzern, 6. Oktober 1961

Die Prüfung zweiphasischer, mit wechselnden Anteilen an brennbaren Stoffen verschiedener Aerosolformulierungen im *Flame Projection Test* und im *Closed Drum Test* der CSMA (Chemical Specialties Manufacturers Association) ergab:

Der *Flame Projection Test*, das heißt die Ausbildung der Flammenlänge, ist abhängig von der Konzentration der im Aerosol vorhandenen Anteile an brennbaren Stoffen, und zwar ist es gleichgültig, ob es sich bei den brennbaren Stoffen um bei Normaldruck und Normaltemperatur flüssige oder unter Druck verflüssigbare Kohlenwasserstoffe handelt. Ferner kann die Flammenlänge von den physikalischen Eigenschaften des Sprühnebels beeinflußt werden (Zusammensetzung des Aerosols und Ventiltyp).

Der *Closed Drum Test* ergibt bei Aerosolen mit brennbaren Stoffen dann ein positives Resultat, d. h. eine Explosion, wenn die Konzentration des brennbaren Stoffes den Bereich der unteren Explosionsgrenze erreicht hat. Es ist auch hier gleichgültig, ob der brennbare Stoff bei Normalverhältnissen flüssig oder unter Druck verflüssigbar ist.

Es wurde vorgeschlagen, die Feuergefährlichkeit des fertigen Aerosols an Hand von Testmethoden, die den praktischen Anforderungen Rechnung tragen, zu kontrollieren und die Beurteilung nicht auf einzelne brennbare Komponenten der Aerosolformulierung abzustellen. Das würde dem Hersteller von Aerosolprodukten die aus technischen und wirtschaftlichen Gründen notwendigen Freiheiten gewährleisten, und die Behörden könnten den Verkauf allzu feuergefährlicher Aerosole wirksam verhindern.

[VB 539]

Die Trennung von Rubidium und Caesium gelingt nach J. Krtík durch Ionenaustausch mit Ammonium-phosphorwolframat und anschließende fraktionierte Elution. Als Säulenfüllung dient auf Asbest frisch gefälltes Ammonium-1-phosphor-12-wolframat. Dieses tauscht Ammonium- gegen Rubidium- und Caesium-Ionen aus, die Austauscherkapazität beträgt $2/3$ des theoretischen NH_4^+ -Gehalts. Man eluiert Rubidium mit 1 n NH_4NO_3 und Caesium mit 6 n NH_4NO_3 . (J. inorg. nucl. Chem. 19, 298 [1961]). -Ko. [Rd 995]

Technetiumhexafluorid stellten H. Selig, C. L. Chernick und J. G. Malm durch Einwirkung von Fluor auf Technetium-Metall bei 400 °C dar. Die Ausbeute betrug nach Reinigung durch fraktionierte Sublimation über 90 %. TcF_6 ist eine leicht flüchtige, gelbe Substanz vom Fp 33 °C. Der Dampfdruck beträgt bei 15,7 °C 140 Torr. Es wurden zwei Modifikationen gefunden, der Umwandlungspunkt liegt bei -3,5 °C. Beide Modifikationen sind mit den Hoch- bzw. Tieftemperatur-Modifikationen anderer Übergangsmetallhexafluoride isomorph. (J. inorg. nucl. Chem. 19, 377 [1961]). -Ko. [Rd 996]

Über Benstonit, $\text{Ca}_7\text{Ba}_6(\text{CO}_3)_{13}$, ein neues Ba-Ca-Carbonat, berichtet F. Lippmann. Es wurde im Baryt-Tagebau in Hot Spring County, Arkansas, als spaltenfüllendes Material neben Quarz, Baryt und Caleit gefunden. Es bildet weiße bis elfen-