

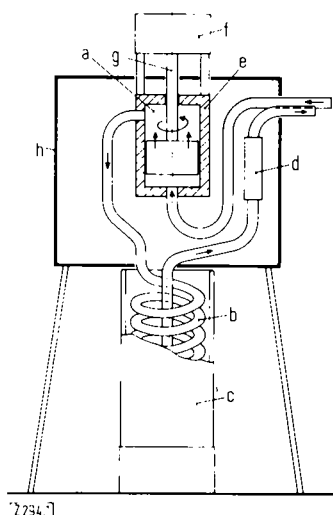
Kryostat für tiefe Temperaturen

Von Dipl.-Ing. G. Hohlneicher

Physikalisch-chemisches und Elektrochemisches Institut der TH München

Der hier beschriebene Kryostat arbeitet mit einem geschlossenen Gaskreislauf ohne Wärmeaustauscher. Als Kühlmittel wird flüssige Luft oder flüssiges Helium verwendet. Mit diesem Kryostaten wird im Meßobjekt eine Temperaturstabilität von 1 °C erhalten.

Eine berührungsfrei arbeitende rotierende Pumpe (a) erzeugt in dem geschlossenen Kreislauf einen Gasstrom, dessen Stärke von der Drehzahl der Pumpe abhängig ist. Das Gas wird von der Pumpe erst durch eine Kupferspirale (b) gedrückt, die sich in einem Dewargefäß (c) mit dem Kühlmittel befindet. Beim Durchgang durch diese Spirale kühlt sich das Gas bis nahe auf die Temperatur des Kühlmittels ab. Auf dem Weg von der Kühlschleife zum Meßkörper strömt das Kühlgas an einer Heizwicklung (d) vorbei, mit der es falls erwünscht wieder etwas erwärmt werden kann. Vom Kühl-



objekt fließt das Gas wieder zur Pumpe zurück. Das Gehäuse (e) ist aus einem Kunststoff geringer Wärmeleitfähigkeit gefertigt. Die Einführung der Antriebswelle in das Gehäuse ist berührungsfrei gedichtet. Der Motor (f) sowie die Lager der Welle (g) befinden sich außerhalb des mit Styropor isolierten Thermostatengehäuses (h) bei normaler Temperatur. In diesem Gehäuse (h) sind auch noch alle zur Einstellung der Temperatur nötigen Vorrichtungen untergebracht [1].

Eingegangen am 27. April 1962 [Z 294]

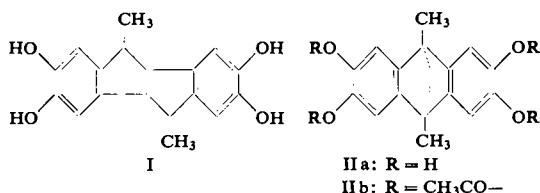
[1] Einzelheiten enthält ein in Kürze in der Chem.-Ing.-Technik erscheinender Aufsatz.

2.3.6.7-Tetrahydroxy-9.10-dimethyl-9.10-äthanoanthracen

Von Dr. E. Le Goff

Mellon Institute, Pittsburgh, Pa. (USA)

Niederl und Nagel [1] isolierten nach der Umsetzung von 1.2-Dihydroxybenzol mit 2.5-Hexandion in 70-proz. H₂SO₄ eine weiße Substanz (Fp = 300 °C). Auf Grund der Elementar-



analyse und der Bildung eines Tetraacetates (Fp = 238 bis 240 °C) wurde der Verbindung die Struktur I zugeschrieben. Aus mechanistischen Gründen kam für das Kondensationsprodukt auch die Struktur des 2.3.6.7-Tetrahydroxy-9.10-dimethyl-9.10-äthanoanthracens (IIa) in Frage. Das NMR-Spektrum des Tetraacetates des Kondensationsproduktes stimmt mit der Struktur (IIb) vollkommen überein. Es enthält ein Vier-Protonen-Singlet bei $\tau = 2,95$ (aromatische =CH-Gruppe), ein Zwölf-Protonen-Singlet bei $\tau = 7,75$

(CH₃CO-), ein Sechs-Protonen-Singlet bei $\tau = 8,13$ (-C-CH₃)

und ein Vier-Protonen-Singlet bei $\tau = 8,37$ (-CH₂-) [2].

Eingegangen am 4. Juni 1962 [Z 298]

[1] J. B. Niederl u. R. H. Nagel, J. Amer. chem. Soc. 62, 3070 (1940).

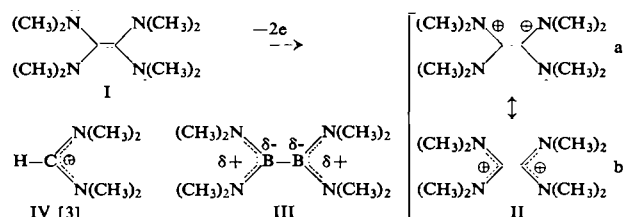
[2] NMR-Spektren wurden mit einem Varian-A-60-Spektrometer in Deuteriochloroform aufgenommen. Der Autor dankt Dr. B. L. Shapiro für die Aufnahme der Spektren.

Tetrakis(dimethylamino)-äthylen: ein starker Elektronendonator

Von Dr. Nils Wiberg und Dipl.-Chem. J. W. Buchler

Institut für Anorganische Chemie der Universität München

Tetrakis(dimethylamino)-äthylen ((CH₃)₂N)₂C=C(N(CH₃)₂)₂ (I) [1] ist ein starker Elektronendonator. Geeignete Oxydationsmittel [2] saugen zwei Elektronen aus I ab, wobei das sehr beständige, farblose Oktamethyl-oxamidinium-Kation II entsteht:



Näheres über die Struktur von II erhellt aus IR- und PMR-Studien an II, III, IV und I (s. Tab. 1).

	$\nu_{\text{as}} \text{CN}_2 [\text{cm}^{-1}]$ bzw. $\nu_{\text{as}} \text{BN}_2 [\text{cm}^{-1}]$	Chem. Shift [ppm] (gegen (CH ₃) ₄ Si)	Flächenverhältnis
I	?	2,32	—
II	1670 st	2,87/3,15	1:1
III	1367 st [4]	2,40	—
IV	1720 st	2,95 7,16 [5]	12:1

Tabelle 1

Die hohe Wellenzahl von 1670 cm⁻¹ für die CN₂-Gruppierung in II deutet auf einen hohen Doppelbindungsanteil. — Während I, III und IV [5] im PMR-Spektrum nur je eine Sorte von Methylwasserstoff aufweisen, liefert II zwei verschiedene Signale im Flächenverhältnis 1:1. Somit dürfte keine Rotation um die C-NMe₂-Bindung erfolgen. Hieraus, sowie aus der Lage der Signale von II, ergibt sich — verglichen mit III und IV — eine besonders starke Beteiligung der Amino-Elektronenpaare an der Mesomerie des Kations. Dies ist verständlich, da hierdurch die beiden sich abstoßenden positiven Ladungen möglichst weit voneinander entfernt und verteilt werden.

II wurde als Bromid [1] (Fp 252 °C), Hexafluorophosphat (Fp 278 °C), Tetrafluoroborat (Fp 273 °C), Pikrat (Fp 200 °C) sowie als unreines Chlorid und Jodid isoliert. Alle Salze schmelzen unter Zersetzung.

I bildet auch Elektronen-Donator-Acceptor-Komplexe, z. B. mit Trinitrobenzol (Zers. ~ 35 °C, schwarzrot, luftempfindlich, λ_{max} : 550, 475, 437 m μ), Nitrobenzol (tiefviolett, äther-