

Zonenschmelzen. Von *H. Schildknecht*. Monographie Nr. 75 zu „Angewandte Chemie“ und „Chemie-Ingenieur-Technik“. Verlag Chemie, GmbH., Weinheim/Bergstr. 1964. 1. Aufl., XII, 226 S., 220 Abb., 29 Tab., Gzln. DM 26.—.

Ursprünglich für die Reinigung von Halbleitern mit ihren extremen Reinheitsanforderungen entwickelt, hat sich das Zonenschmelzverfahren in wenigen Jahren auch in der präparativen anorganischen und organischen Chemie einen wichtigen Platz erobern können. Das liegt nicht zuletzt daran, daß dieses Verfahren in vielen Fällen die Trennung selbst chemisch verwandter Verbindungen mit guten Ausbeuten ermöglicht, ohne daß man den Umweg über chemische Umsetzungen gehen muß. Steht einmal eine geeignete Apparatur zur Verfügung, so kommt der Vorteil des geringen Arbeitsaufwandes hinzu.

In der vorliegenden Monographie hat der Verfasser in knapper Form einen möglichst umfassenden Überblick über das Zonenreinigungsverfahren und seine Anwendungsmöglichkeiten gegeben.

In einem „allgemeinen Teil“ werden die Grundlagen behandelt. Das Phasengleichgewicht „flüssig-fest“, eutektische Systeme und Mischkristallbildung werden in prägnanter, aber durchaus vertretbarer Kürze besprochen und ihr Zonenschmelzverhalten diskutiert. Dabei kommt es dem Verf. nicht auf eine mathematische Analyse des Zonenschmelzverhaltens der Systeme an. Er beschränkt sich vielmehr auf die wichtigsten Formeln und begnügt sich konsequenterweise in einigen komplizierten Fällen mit qualitativen Betrachtungen. Im zweiten „apparativen Teil“ werden Zonenschmelzapparaturen sowie die Methoden der Heizung und Kühlung besprochen. Vor allem der präparativ tätige organische Chemiker wird hier manche Anregung finden.

Im dritten „speziellen Teil“ schließlich geht der Verfasser u.a. auf das Zonenreinigen von halbleitenden Elementen und Verbindungen, von Metallen sowie von organischen, aromatischen und aliphatischen Verbindungen ein. Der verhältnismäßig breite Raum, den die organischen Verbindungen hier einnehmen – etwa die Hälfte dieses Teiles – überrascht insofern nicht, als der Verf. ja selbst auf diesem Gebiet durch bedeutende Arbeiten hervorgetreten ist und wesentlich zu der Anwendung des Zonenschmelzens, u. a. zur Trennung von Naturstoffen, beigetragen hat. Daneben wird eindringlich die Bedeutung demonstriert, die dieses Trennungsverfahren für die Präparation organischer Verbindungen bereits erlangt hat und welche Entwicklungsmöglichkeiten in dieser Richtung noch vorhanden sind.

Die Monographie ist klar geschrieben und wendet sich nach Inhalt und Aufbau eindeutig an den Praktiker. Jedem, der sich über dieses elegante Reinigungsverfahren orientieren möchte, kann das Buch empfohlen werden. Aber auch der bereits auf diesem Gebiet Tätige wird es mit Gewinn lesen können.

Schließlich erleichtert ein ausführliches Literaturverzeichnis (360 Zitate) und Autorenverzeichnis die Einarbeit in die spezielle Fachliteratur.

Th. Renner [NB 318]

Methoden der organischen Chemie (Houben-Weyl), Band VI, Teil 2: Sauerstoffverbindungen I [1], Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1963. 4. Aufl., herausgeg. v. Eugen Müller. XLVIII, 952 S., 4 Abb., 1 Portrait, 161 Tab., Einzelpreis geb. DM 220.—.

Von den geplanten Bänden VI/2 und VI/3 über organische Sauerstoffverbindungen liegt der erste Teilband nunmehr vor. Er enthält im ersten Kapitel die Methoden zur Herstellung

[1] Bd. XIV/1 vgl. Angew. Chem. 74, 885 (1962).

von Metallalkoholaten, -enolaten und -phenolaten mit einem Anhang (20 S.) über die wichtigsten Chelate, in welchen auch die technisch interessante „Oxydative Kupferung der Azo-farbstoffe“ eingegliedert ist. Es folgen Kapitel über die Darstellung von Kieselsäure- und Borsäurederivaten. Dabei empfindet der Leser es als Erleichterung, daß die oftmals sehr verwirrende Nomenklatur in den Vorkapiteln definiert und dann konsequent angewendet wird. Die Autoren haben nicht die Mühe gescheut, den Verbindungen die Namen in alter und neuer Nomenklatur – manchmal sogar mit Hinweis auf angelsächsische Bezeichnungen – beizufügen.

Die Herstellung der vielen Verbindungen basiert im wesentlichen auf wenigen chemischen Grundoperationen wie partieller und vollständiger Solvolyse der meist leicht zugänglichen Halogenderivate, Com- und Disproportionierung sowie Veresterung und Umesterung, die alle übersichtlich geordnet sind. Nach dem anschließenden, sehr ähnlich gestalteten Kapitel über organische Stickstoff-, Arsen-, Antimon-, Schwefel- und Halogen-Sauerstoffsäurederivaten werden die Darstellung von β -Lactonen und die Herstellung und Umwandlung von Lactonen beschrieben.

Die Literatur ist nicht immer bis zu dem im Vorwort angekündigte Zeitpunkt 1962/63 berücksichtigt, wodurch die Aktualität aber nur in wenigen Fällen beeinträchtigt wird. So sind dem Referenten bei sorgfältigem Lesen [2] des Bandes folgende Punkte aufgefallen:

1. Das aus Hexamethyldisilazan und Aluminiumchlorid entstehende Trimethylsilaazadichloralan (S. 167/2) ist nach *M. Schmidt* und *H. Schmidbaur* [Angew. Chem. 74, 327 (1962); Angew. Chem. internat. Edit. 1, 327 (1962)] offenbar dimer.
2. Beim Hinweis auf die Umsetzung von N_2O_5 mit Paraffinen und Cycloparaffinen (S. 346) sollte man die Arbeit von *F. Asinger* [Chem. Ber. 94, 84 (1961)] zitieren, welche die Ergebnisse berichtet.
3. Nachdem ohnehin auf die Lichtempfindlichkeit der Alkyl-nitrite hingewiesen wird (S. 338), wäre es nützlich, auf die präparativ wichtige „Barton-Reaktion“ [J. Amer. chem. Soc. 82, 2640 (1960) und 83, 4076 (1961)] einzugehen, welche die Methoden der Steroidsynthese bereichert. Das gleiche gilt sinngemäß für die Photolyse der Alkylhypohalogenide, deren Erwähnung man bei den Zersetzungreaktionen auf Seite 499–500 vermisst.
4. Die Bicyclo[2.2.1]heptan- und Bicyclo[2.2.2]octan-Systeme sollte man im ganzen Band einheitlich (wie auf S. 710) schreiben. Damit wäre der internationalen Gefangenheit entsprochen und gleichzeitig ein exakteres Bild von der Molekülstruktur gegeben, was stereochemische Probleme klarer zutage treten ließe, z. B. das spezielle Problem des Cantharidins auf Seite 594.
5. Darüber hinaus ist der räumliche Bau der Moleküle bei den meisten Formeln unbeachtet geblieben. Nun mag in einzelnen Fällen die Stereochemie nicht bekannt oder unsicher sein, deshalb ist auch die Originalliteratur zitiert; aber wenn im Text die Reaktionsprodukte stereoisomerer Verbindungen besprochen werden (z. B. Seite 726), sollte man doch die sterischen Verhältnisse in den Formeln deutlicher herausheben. So wäre auch der Hinweis nützlich, daß die auf Seite 822 beschriebene β,δ -Dimethylsorbinsäure von $F_p = 67,5^\circ C$ die Δ^2 -cis-Struktur hat.
6. Bei der Darstellung der Terebinsäure (S. 637) handelt es sich um eine durch Benzophenon photosensibilisierte Addition von Isopropanol an Fumarsäure. Mit dem Begriff „chemisch sensibilisiert“ verbindet der Referent keine Vorstellungen. Weiterhin hätten die Arbeiten von *G. O. Schenck* erwähnt werden sollen, der diese Addition schon früher beschrieben hat [Angew. Chem. 69, 177 (1957)]. Das gleiche

[2] Dr. H. D. Scharf sei für seine Hilfe gedankt.