

B 36, 1384

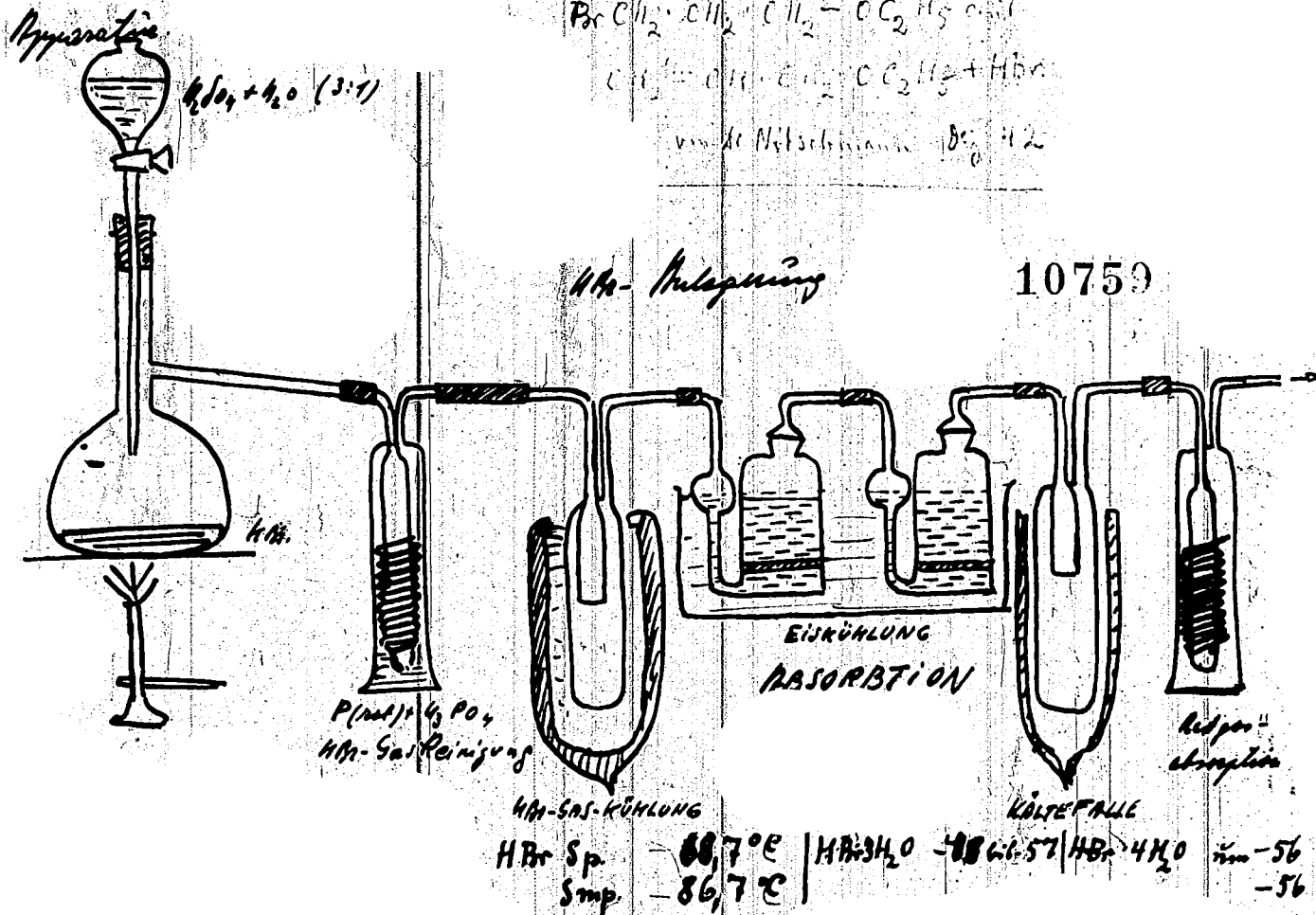
$\text{CH}_2=\text{O}-\text{CH}_3$

320g. et al. ...
an ...
...
...

A 330, 1084

...
...
...
...
...

10759



Es wurde nach dem Einleiten von H_2 , das angeschlossen in positivem Strom
durchfloss, eine starke Volumenzunahme (c. 100%) in
eine starke Zunahme von 122% festgestellt, wobei vor der Einleitung
von H_2 nicht für eine Teilung durchgetrennt worden.

200 cm³ Äther (= 236,5 g) geben 529,6 g Äther.

Da nach dem Äther flücht sich nach der Einleitung schwach gelblich
Nach längerem Lagern unter Luft abschließ besteht aus einer l.
Schicht perenn. Die obere Schicht war braunrot gefärbt.

Die untere (mengenmäßig größere) Schicht war hellbraunliche färbung
Volumenverhältnis der Schichten ungefähr 1:1.

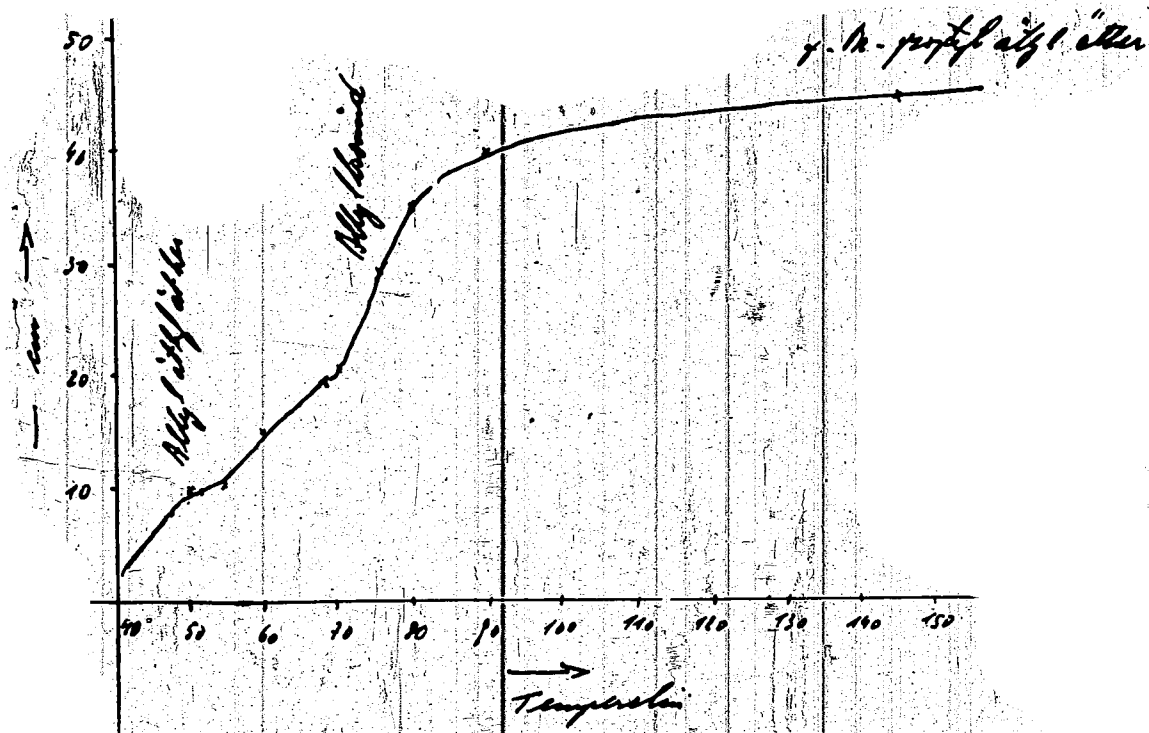
Untersuchung des Reaktionsproduktes.

a. Die flüchtigste flüchtige Schicht.

Es besteht aus 71% g in 10% Kochsalzlösung

Die angereicherte Flüssigkeit war hell, schwach gelblich gefärbt.

und schwach alkalisch.



10761

Es finden sich einige % des oben stehenden g-m. propyläthyläthers
vorhanden.

B 2. heller Teil.

Dieser enthält nicht von dem g-m. propyläthyläther; er ist

16.

hochstens halb um (10%) Wasser vollständig löslich.

Zur Gewinnherstellung:

Monomerstoff führt in Wasser keine Kalayierung, sondern fällt in wesentlichen den Äther aus, da infolge der Doppelbindung $\text{C}=\text{C}$ vorhandene O-Mische.

Monomerstoffapparatur:

4 M. Rinde (nach Trocknung) am K.M. in 4 L. $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ hergestellt.

Die $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (cons., rein) Rinde mit $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ im Verhältnis 3:1 verdünnt in auf das gepulverte in allenfalls nach verdünnt K.M. mittels eines Tropftrichters gegeben. Die 4 M. von sind freies M_2 sehr gelblich gelb gefärbt in Rinde mit roten P (in cons. $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ mischbar) von diesen befreit.

4 M. Siedepunkt -69°C
 Schmelzpunkt -89°C

10762

Alk. Sulfide [Bilstein]

$C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5, Ar$ [I/110] ein Alkylsulfid i. räumlicher Ar neben sehr wenig

$C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5$

stark. Alkylsulfid sind im Sonnenlicht bei einer Kühlung temp. von $20-22^\circ C$ auf Ar -Säure gewandelt. $K_p 140-142^\circ$

mit 1 Teil Ar -Säure wird das Alkyl γ -chlorpropyl - Säure (Perkin B 27, 216)

$C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5$ $K_p 120^\circ$ [I/109]

$C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5, C_2H_5$ [I/198]

Patented Dec. 17, 1935

2,024,749

6p. A 525 151

Op 58

UNITED STATES PATENT OFFICE

2,024,749

DRP 167

2,024,749

PREPARATION OF HALOGENATED ETHERS

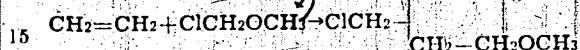
Norman D. Scott, Niagara Falls, N. Y., assignor to
E. I. du Pont de Nemours & Company, Inc.,
Wilmington, Del., a corporation of Delaware

No Drawing. Application August 4, 1932.
Serial No. 627,539

19 Claims. (Cl. 260-151)

This invention relates to a process of reacting halogenated ethers with olefine hydrocarbons to produce halogenated ethers of higher molecular weight.

I have found that chlormethyl ether and other alpha halogenated ethers can be made to react with olefine hydrocarbons giving as a main product a gamma chlor ether formed by the addition of the halogen atom and the ether residue to the unsaturated linkage of the olefine hydrocarbon. Thus, from ethylene and chlormethyl ether I have obtained gamma chlorpropyl methyl ether as represented by the following equation:



Similarly, from propylene and chlormethyl ether I have obtained gamma chlorbutyl methyl ether:



In this case it will be noted that the chlorine atom adds on to the middle carbon atom of the propylene, in the "secondary" position, as might, perhaps, be predicted by analogy with the known manner of addition of hydrohalogens to propylene.

The addition of the methoxy methylene group to the other side of the olefine linkage results as shown above, in the formation of a normal butane derivative. This was shown experimentally by treating the chlorbutyl methyl ether with strong NaOH to split out HCl, resulting in the formation of $\text{CH}_3-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{OCH}_3$ which was then converted by catalytic hydrogenation with a platinum oxide catalyst, into normal butyl methyl ether.

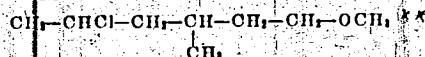
I have carried out analogous reactions using amyene as the olefine hydrocarbon. This reacts even more vigorously than propylene which in turn reacts more vigorously than ethylene. In addition to condensations involving monochloromethyl ether, I have carried out the similar condensation reactions using the following alpha-halogenated ethers: symmetric dichlorodimethyl ether, monobromomethyl ether, alpha-chlorethyl ether, and monochlormethyl isopropyl ether.

The best conditions and methods for carrying out the reactions will of course vary with the particular olefine hydrocarbon and alpha halogenated ether. In general the use of a catalyst has been found advisable though not necessary in some cases. I have found that moderately easily hydrolyzable metal halides, soluble in the halogenated ether-olefine reaction mixture, such as,

BiCl_3 , BiBr_3 , SbCl_3 , SnCl_4 , ZnCl_2 , FeCl_3 , AlCl_3 , form satisfactory catalysts. The optimum combination of temperature, pressure, catalyst concentration, and duration of reaction will obviously vary with particular combination of materials employed. The following examples are given by way of further illustration of methods of carrying out these reactions:

Example 1

1000 cc. of monochlormethyl ether containing in solution 50 gms. of BiCl_3 was placed in a steel bomb, mounted on a shaker and connected to a cylinder of propylene. Propylene was readily absorbed as admitted and the mixture warmed up due to the heat of reaction. By a combination of external cooling, and controlled rate of admitting the propylene, the temperature was kept from exceeding 70°C . and averaged about 50°C . during the period of saturation which was one and one-half hours. The final pressure in the bomb was 150 lbs. The bomb was cooled in ice water, the excess propylene vented, and the liquid poured out. This crude product measured 1490 cc. and weighed 1676 gms. After washing with water, drying and distilling, a fraction was collected at $121-131^\circ\text{C}$. weighing 938 gms. which was very largely chlorbutyl methyl ether. A total of 359 cc. of higher boiling material was largely a chlorheptyl methyl ether, boiling point about 205°C . The molecular weight and composition of this substance indicate that it is derived from the reaction of two molecules of propylene with one molecule of chlormethyl ether. It most probable formula appears to be

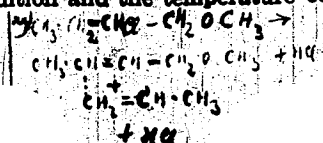


Analogous high boiling by-products were also obtained from ethylene and chlormethyl ether. Accordingly the compound would be a chloramyl methyl ether.

The reaction has been studied with alpha-halogenated ethers as the original raw material. The formation of epsilon chlor ethers along with gamma chlor ethers, is believed to represent a successive condensation of a second molecule of olefine with the gamma chlor ether.

Example 2

A solution of 10 gms. ZnCl_2 in 200 cc. chlormethyl ether was treated with 10 cc. portions of amyene until a total of 250 cc. had been added during a period of about 1 hour. The flask was shaken after each addition and the temperature



Shipping A330, 114 1075-1
Shipping and handling charges (4.00)

In Reaction with CH_3O
20/11

was kept below 30° C. by occasionally immersing in ice water. When the reaction had ceased the mixture was thoroughly washed with water at 50° C. 250 cc. of oily material was obtained. The material was distilled, yielding 200 cc. of an oil which boiled, with some decomposition, at about 150° C. Rapid redistillation under reduced pressure at 80° C. gave a relatively pure product which was identified as monochlorohexyl methyl ether.

Example 3

200 cc. of chloromethyl ether and 150 cc. of amylene were mixed together and allowed to stand over night at room temperature. After washing with hot water 50 cc. of an oil remained. This oil was dried with CaCl_2 and distilled; the main fraction of about 30 cc. distilling at 150° C. with some decomposition. Rapid redistillation under vacuum at 80° C. gave a relatively pure product which was identified as chlorohexyl methyl ether.

Example 4

500 cc. of chloromethyl ether, containing 25 gms. of BiCl_3 in solution was placed in a steel bomb mounted on a shaker, and connected to a cylinder of compressed ethylene. The reaction mixture was heated to 80° C. and reacted with ethylene at 700-800 lbs. pressure for 4 hours. The excess gas was vented after cooling the bomb, and the liquid products poured out. On fractionation 191 grams of a material boiling at 100-115° C. was obtained; this was very largely gamma chlor propyl methyl ether.

Example 5

A solution of 5 gms. ZnCl_2 in 100 cc. of somewhat impure dichloromethyl ether was shaken with propylene at atmospheric pressure, at about room temperature, until there was no further absorption of gas.

The crude product containing dichlorodibutyl ether was then washed with water and diluted NaOH until substantially neutral. After drying with CaCl_2 this was distilled under vacuum. 23 cc. were collected boiling mainly at 130-135° C. at 10 mm. Hg. pressure. Determination of chlorine in this material showed it to contain 32.5%, as compared with 35.5% in pure dichlorodibutyl ether.

The term "alpha halogenated ether" as used in the specification and claims refers to halogens on a carbon atom next to the ether oxygen atom. I claim:

1. Method for the production of halogenated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an organic compound containing an olefinic linkage between two carbon atoms.

2. Method for the production of halogenated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an olefine hydrocarbon.

3. Method for the production of chlorinated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha chlorinated aliphatic ether with an organic compound containing an olefinic linkage between two carbon atoms.

4. Method for the production of chlorinated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha chlorinated aliphatic ether with an olefine hydrocarbon.

5. Process which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an organic compound having an olefine hydrocarbon group.

6. Process which comprises reacting an alpha halogenated ether with an olefine hydrocarbon.

7. Process which comprises reacting an alpha chlorinated ether with an olefine hydrocarbon.

8. Process which comprises reacting monochloromethyl methyl ether with an organic compound containing an olefinic linkage between two carbon atoms.

9. Process which comprises reacting symmetric dichlorodimethyl ether with an organic compound containing an olefinic linkage between two carbon atoms.

10. Process which comprises reacting monochloromethyl methyl ether with an olefine hydrocarbon.

11. Process which comprises reacting symmetric dichlorodimethyl ether with an olefine hydrocarbon.

12. Method for the production of halogenated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an organic compound containing an olefinic linkage between two carbon atoms in the presence of a moderately easily hydrolyzable metal halide soluble in the reaction mixture.

13. Method for the production of halogenated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an olefine hydrocarbon in the presence of a moderately easily hydrolyzable metal halide soluble in the reaction mixture.

14. Method for the production of halogenated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an organic compound containing an olefinic linkage between two carbon atoms in the presence of a bismuth halide.

15. Method for the production of halogenated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an olefine hydrocarbon in the presence of a bismuth halide.

16. Method for the production of halogenated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an olefine hydrocarbon in the presence of bismuth chloride.

17. Method for the production of halogenated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an olefine hydrocarbon in the presence of zinc chloride.

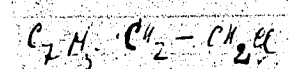
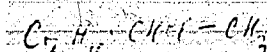
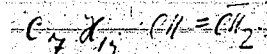
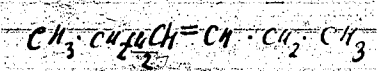
18. Method for the production of halogenated aliphatic higher ethers which comprises reacting an alpha halogenated aliphatic ether with an olefine hydrocarbon in the presence of tin chloride.

19. As a new product, gamma chlor primary butyl methyl ether.

NORMAN D. SCOTT

10767

$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-\text{CH}_3$	87-91 166-170	81/125	136/160	9.9455	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-\text{C}(\text{CH}_3)_2$	83-85 46/4	153/167	9.9528
$\text{CH}_3\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-\text{CH}_3$	50/760	53	9.8660	$\text{CH}_3\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3)_2-\text{CH}_2\text{O}-\text{CH}_3$	87-91 41/4	9.8751	9.9528	
$\text{CH}_3\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3)_2-\text{CH}_2\text{O}-\text{CH}_3$	97.5/130	51/15	144/160	9.8984	$\text{CH}_3\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3)_2-\text{CH}_2\text{O}-\text{CH}_3$	58/12	159/150	9.9012
$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$	-6		9.50/0.67		$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$	36/160		9.685



181

0.880/16

Youngs A 525, 174

A 330, 114 $\text{Si} \rightarrow \text{H} \rightarrow \text{C}_2\text{O} \cdot \text{C}_4$ B 36, 135 $\text{B} \rightarrow \text{C}_2\text{O} \cdot \text{C}_4$ Bei einem CH_2O !

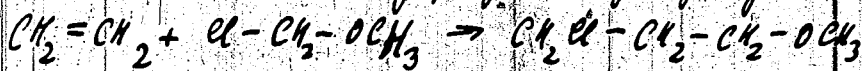
Am. for 50/1427 (1928)

Engl. Patent 423 520 Aug. 4. 32 U.S.A.

In Pont de Nemours and Co, Wilmington (Delaware)

Wir fanden, daß Chlormethyläther in anderen α -Halogen-Äthern mit olefinischen Olefinen in Reaktion gebracht werden können.

Als Hauptprodukt entsteht ein γ -Halogenäther durch Addition des Halogens und des Äther-Kopfs an die ungesättigte Bindung des Olefins. Für Versuche wir mit Äthyl- und Methyl-äthoxymethyl-äther den γ -Chlorpropyläther nach folgender Gleichung:



Ebenso versetzen wir mit Propyl- und Chlormethyläther den γ -Chlorbutyl-methyläther $\text{CH}_3-\text{CH}_2\text{Cl}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OCH}_3$

In diesem Fall ist zu bemerken, daß sich das Chlor-atom an das mittlere C-Atom des Propyls anbindet, und entspricht nach der bekannten Analogie der Halogen-addition voranzuführen war.

Die Bildung eines normalen Butyl-Äthers infolge Addition an die andere Seite der Olefin-Bindung läßt sich bewerkstelligen durch Behandlung des Äthoxybutyl-methyläthers mit starkem NaOH, die zur Abspaltung von HCl und zur Bildung von $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2\text{OCH}_3$ führt, das durch Hydrierung mit Platin-oxyl als Katalysator zu dem normalen Butyl-Methyläther verwandelt werden konnte.

Wir fanden die gleiche Reaktion mit Äthylen durchgeführt. Dies reagiert noch lebhafter als Propyl- und ist prinzipiell lebhafter als Äthyl- reagiert. Wir fanden ferner die Kondensation mit folgenden α -Halogen-Äthern durchgeführt: symmetrisch-Difluormethyläther, α -Äthoxyäthyläther und Chlormethyl-isopropyläther.

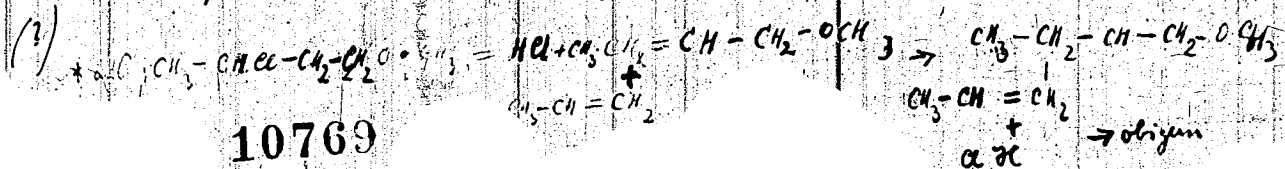
Methoden in Bedingungen für die Durchführung der Reaktion.

Griffing 1.

$$\text{CH}_3 - \text{CH}(\text{CH}_3) - \text{CH}_2 - \text{CH}(\text{CH}_3) - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{OCH}_3$$

die Reaktion wurde mit 8 Halogenatomen als Abgangsprodukte geprüft.

(2)



Beispiel 2

Fürs Beispiel von 10g $2n Cl_2$ in $200 cm^3$ Chloromethyläther wird in Portionen von $10 cm^3$ insgesamt $250 cm^3$ Äthylen in einer Stunde zugeführt. Der Apparat wird dabei gefüllt in die Temperatur darf festhalten in fest unter $30^\circ C$ gehalten. Auf Auflösen der Reaktion wird gründlich mit Wasser gewaschen bei 50° . Man wäscht $250 cm^3$ Öl. Man destilliert in. resultiert $200 cm^3$ einer Fraktion, die bei 150° siedet. Typische Redistillation bei normalem Druck gibt eine geringe Menge Chloromethyläther.

Beispiel 3

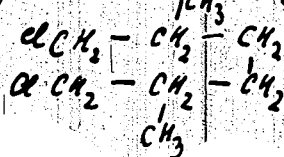
$200 cm^3$ Chloromethylä. in $150 cm^3$ Äthylen werden über Nacht bei Zimmertemperatur stehen lassen. Auf waschen mit heiß Wasser hinterbleibt ein Öl. Das Öl wird mit $Ca Cl_2$ getrocknet in. gab eine Fraktion von $30 cm^3 / 150^\circ$, die bei 80° im Vakuum redistilliert $20 cm^3$ resultiert geben.

Beispiel 4

$500 cm^3$ Difluormethylä. werden mit $25g Br_2$ in einer Kugelbombe mit Äthylen bei $80^\circ C$ zusammengebracht und 7 Stunden bei $700-800 \text{ mm}$ (100 Atm) gehalten. Als flüssiger Rückstand werden beim Fraktionieren $191g$ Sp. $109-115$ erhalten + Chlorpropyl-Methyläther.

Beispiel 5

$5g 2n Cl_2$ in einem kleinen Difluordimethyläther ^($100 cm^3$) werden bei Raumtemperatur mit Propylen bis zum Auflösen der Äthylen gefüllt. Das Reaktionsprodukt, das Dichlordimethyläther enthält, wird mit Wasser in verdünnter Lösung bis zur Neutralität gewaschen. Auf Trocknung mit $Ca Cl_2$ wird im Vakuum destilliert. $23 cm^3$ der Fraktion $135^\circ / 10 mm Hg$ mit $32,5\%$ Chlor (berechnet $35,6$) in Dichlordimethyläther werden erhalten.



10770

S. S. W. folgt Auftrag

Strawß in Thiel
A. 25 1, 163

Entsorgung von Alkyl-alkylhalogeniden

Für den Versuch mit den verdichteten Gasen Butadien i. Tropen
dienen Röhren mit schwer schmelzbarem Glas an der Form der üblichen Gasförmig-
ofen, Füllungsraum 50-60 cm³, die zu einem Aufsatz sehr am 9,8 cm stark entge-
zogen waren. Erst eingedachte Korkstopfen füllten die nachfolgenden abwärts
dann oben mit Wasser und, so daß ein Gasförmiges bei verdrängt. ($2C_4H_6 = 0,67$)
die einer Lampe mit einem Gas werden aber ein Trocknungssystem
geleitet in zinnigste in einer Messer für verdichtet, von der in die mit
Katalysator und dem zu addierenden Stoffe befüllten, in CO_2 -Alkohol (Toluol)
gefüllten Reaktionsgefäß überfüllt. Die Gasförmigkeit der verdichteten
Stoffe wird durch sorgfältigen Anstoß von Flüssigkeit. Die verdichteten
Röhren werden dann 2 Stunden in fest gestellt; sobald die Viskosität des
Stoffes als gestaute, die verdichtete Flüssigkeit homogenisiert, und
bleiben über die restliche Reaktion. Diese bei Zimmertemperatur stehen.

Aufsätze mit bei Zimmertemperatur flüssigen K.W. werden geschnitten
oder unter Verwendung einer Normalkalif-Applikation unter Druck-
förmigkeit gestrich, bei Antioxidationsgefäß unter Cl_2 .

Für Anfärbung können wir die Aufsätze, sowohl gefärbte K.W.
betreffend waren, zinnigste in Kältemischung ein, und beschriften sie auf
Zinnigste einer langen, oben einseitig zugestrichenen Kapillare -
als die einzige Methode, die von großem Nutzen ist. - von
nicht zinnigsten K.W. deren Menge auf so bestimmt werden kann,
in einem 25-30° warmen Lauge. Die weitere Befandlung der Flüssigkeit
erfolgt dann, gleich wie die der übrigen Aufsätze mit verdichtenden K.W.

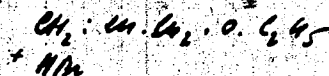
auf zwei Wegen: A Entweder man nimmt in d. vdr. Petrolä. auf, entfernt den Katalysator dñf. Wasser mit Wasser (bzw. NaCl-Lsg. bei Monomerisierung von $HgCl_2$), gebildete Aldehyd mit NaCl SO_3 in üblicher Weise und darauf folgende Behandlung mit wenig verdünntem Alkali (1%), kookt u. destilliert die am Lösungsmittel befreiten Umsetzungsprodukte unter normalem Druck.

B Oder man gießt, wenn die Monomerisierung von Lösungsmitteln p. 3. 6. u. 3. 6. für die Leberung, niedrig, siedende Reaktionsprodukte mobil, vom Katalysator ab, destilliert die leichter flüchtigen Anteile der Ansätze bei möglichst niedrigem Gefallen Druck von dem gelösten Teil des Katalysators in stark gekühlte Kolonnen u. fraktioniert. Mit höher siedende Anteile, die in einem Bad um 20° nicht mehr übergingen, werden in diesen Fällen auf A behandelt da α -Alkyl-Alkylfluoride mit Wasser sehr leicht hydrolysierten so wie es bei Grenzgrenz der Methode A möglich, den Anteil des nicht in Reaktion getretenen Alkohols u. damit den Umfang des Umsatzes dñf. titrimetrische Bestimmung der in die Wasserphase übergetretenen Al zu bestimmen wenn das Halogen in der gebildeten Anlagerungsbindung genügend hydrolysefähig war.

vgl. H. 493, 191 u. 498/101

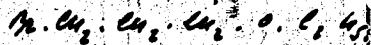
Auf diese Weise sind die größere Menge Methyl-äther hergestellt.

Bestimmung von H_2 an dem Methyl-äther



+ H_2

10773



Quantitative Analyse:

65,3 cm³ (= 50% Methyl) addieren 47,7 H_2 [= 97% ige Gerichte zu nehmen]
(entw. 69,7 H_2 + 47,7 entw. Menge)
 H_2 CO_2 + H_2 = (3:1) im Verhältnis

Die im ersten Versuch sind festgehalten, das H_2 in der Kälte (0°) fest addiert wird.
Die Absorption scheint mit Äthyl-äther (4,0-Verhältnis) zu
bestimmen. Es sind die deutliche Verhältnisse: Volumen zu
festhalten. 54% Gerichte Steigerung. (hier ist es aber die
Absorption nicht sicher bestimmt!)

<u>Ger.</u>	$CH_2: 44.44 \cdot 0.645$	Beibl. I 438 (226)
	$CH_2, n. CH_2: 44.44 \cdot 0.645$	Beibl. I. 357 + I 581
	$CH_2 (n.). CH_2: 44.44 \cdot 0.645$	I 476 (247)
	$CH_2, n. CH_2, n. CH_2: 44.44 \cdot 0.645$	I 357

Allylchlorid . . . eingewogen
 76,5 g
 163 cm
 158 g (Körpergewicht)

Pflanz
 86,0 g
 225 cm³
 172 g

Letz. 172 werden zum 108,0 g Pflanz erhalten, der entspricht einer 65,7 %igen Trocknung

ca. 44. 44. NaO. 2. 45 → ~~ca. 44. 44. 0. 2. 45~~

Bei der quantitativen Analyse wurde über die Kämme und das eingewogene Na & gesammelt in eingedampft. (in ein sehr geringes Maß)

Ther. Na & - Menge
 gelb.

117 g
 404,4
 12,6 = 89,3%

Bei dem größten Versuch, bei dem 489 cm³ Allylchlorid (= 459 g) mit 188 g Na (in 2400 cm³ abt. Alkoh.) eingewogen wurden wurde eine Mischung von 7 1/2 % erhalten

20/11

1.3 Brompropen-Äther

Nachfolgt die sehr geringe Löslichkeit, wird nun versucht, auf dem Weg über die N-Verbindung besserer Resultate zu erzielen.

Ergebnisse des Übergangsniederschlags

2/ Daten

	Allylalkohol	Allylalkylacetat
S.P.	45°	61°
Dichte	0,938	0,765
Luftdr.	76,5	86
Luftdruck	9,5 (3)	112

10775

163 cm³ Allylalkohol : 100 cm³ absol. Alkohol + (96g H₂O + 100 cm³ absol. Alkohol)

Der Alkohol wird am Rückflüßkühler hergestellt.

Unter ständigem Rühren wurde der Alkohol tropfenweise dem Allylalkohol zugefügt; hierbei wurde Rührbewegung angewandt, die nicht größer als in hochviskös. Legen habe die Reaktion nicht. Nachdem ein Rührer schaltet, wurde Rühren am Rückflüßkühler unter ständigem Rühren geleitet. Der Rückflüß wurde einer fraktionierten Destillation unterworfen.

Früher Bedingung hier möglichst vollständig in Vorsetzung ist, möglichst
lang zu kochen.

So gab eine mit Na acet. stund gefüllte Vorsetzung nach 2^h eine
14,2%ige Nisbeim, die durch längeres Kochen (24^h) auf 51,1% erhöht
wurde. Kon - Lösung bewirkt nach 4^h eine 57,3%ige Vorsetzung, die
nach 24^higen Kochen auf 83,6% erhöht wurde.

Koch gibt die beste Vorsetzung, Na acet. bei sonst gleichen Bedingungen
veranlaßt vollständig, Ca Cl₂ die vollständigste.

Bei gleich gehaltenen Bedingungen verhalten sich die Nisbeimen

$$\left\{ \begin{array}{ccc} \text{Ca Cl}_2 & \text{Na acet.} & \text{Kon.} \\ 1 & : 2,2 & : 3,6 \end{array} \right\}$$

Die Wirkung von Alkalikarbonat, die zuerst nicht eingewirkt wurde
liegt größtenteils in Ordnung für sich zwischen Na acet. u. Kon.

18/

- 5.) 1 cm³ Al₂O₃ wird mit 40 cm³ Na₂CO₃ (4,0 : 10%) Lösung versetzt.
 24 cm³ Rüst flüssigkeit erhalten.
 1. kann gute Verhältnisse als Katalysator.

vermehrt
 schult
 in klein
 kann

Vorlage nach der Filtration: — cm³ Na₂CO₃ (4,0 : 10%), aufgefüllt auf 250 cm³
 100 cm³ bräunlich — cm³ K₂CO₃ (2,0 : 0,99)
 dieses Verschiebung
 nicht mehr
 bestimmbar.
 demnach: 2,5 : 10. — 0,099 : — cm³ K₂CO₃ (2,0 : 0,1)
 das entspricht einer Verdünnung von $\frac{100}{63,9}$

- 6.) 1 cm³ Al₂O₃ wird mit 40 cm³ dest. 4,0 : 5,0 g CaCO₃ (p.a.) versetzt und nach Zugabe
 von etwas Verunreinigung als Katalysator
 24 cm³ Rüst flüssigkeit erhalten.

Vorlage nach der Filtration: 25 cm³ Na₂CO₃ (4,0 : 10%), aufgefüllt auf 250 cm³
 100 cm³ bräunlich — cm³ K₂CO₃ (2,0 : 0,99)

10777

25
 20,2
 4,8

demnach: 2,0 : 10. 10,1 0,099 : 20,2 cm³ K₂CO₃ (2,0 : 0,1)

das entspricht einer Verdünnung von $\frac{7,5}{100} \cdot \frac{100}{63,9}$
 bezogen auf die reine Substanz

3. 1 cm³ Silber rinde mit 40 cm³ KOH (reinst, $n=0,5$) 24^h an Rind/Flüchle verweilt
 1 chem. Kunsstoffgüte Neben Kupfer als Katalysator.

Förderung und d. Fällung: 2,5 cm³ AgNO₃ ($n=0,1$), aufgefällt auf 250 cm³.

100 cm³ verhandeln 2,95 cm³ KOH (Löst ein 2^{te} Verlehen)

demnach: $2,5 \cdot 10 \cdot 2,95 \cdot 0,099 = 7,36$ cm³ KOH ($n=0,1$)

$$\begin{array}{r} 65 \\ 7,36 \\ \hline 17,64 \end{array}$$

das entspricht einer Verdrängung von 27,6 % ($\frac{100 \cdot 17,64}{63,1}$)

betrifft auf die reine Substanz 83,6 % ($\frac{100}{32}$)

4. 1 cm³ Silber rinde mit 40 cm³ H₂O.O.Cu₂ (10%, reinst) 24^h an Rind/Flüchle verweilt.
 1 chem. Kunsstoffgüte Neben Kupfer als Katalysator.

10778

Förderung und d. Fällung: 2,5 cm³ AgNO₃ ($n=0,1$), aufgefällt auf 250 cm³

100 cm³ verhandeln 5,8 cm³ KOH (Löst ein 2^{te} Verlehen)

demnach: $2,5 \cdot 10 \cdot 5,8 \cdot 0,099 = 14,5$ cm³ KOH ($n=0,1$)

$$\begin{array}{r} 65 \\ 14,5 \\ \hline 10,5 \end{array}$$

das entspricht einer Verdrängung von 16,4 % ($\frac{100 \cdot 10,5}{63,1}$)

betrifft auf die reine Substanz 51,4 % ($\frac{100}{32}$)

16.

da nicht versetzte Alkal. in H_2O nicht lösliche Teil in das Kupfer werden abgeschieden, best. abfiltriert. in die Lösung mit HNO_3 (20%) versetzt.

ferner mit 20 cm³ H_2O_2 (a=0,1)

nach Abfiltration des H_2O wurde die Reduktion auf 250 cm³ aufgefüllt

mit KCN zurücktitriert (gegen $H_2Fe(10\%)$ als Indikator) (Methode Vollhardt)

100 cm³ braunrot 3,35 cm³ KCN (a=0,099) (Mittel aus 2 Versuchen)

dann noch: $2,5 \cdot 10 \cdot 3,35 \cdot 0,099 = 8,3$ cm³ KCN (a=0,1)

10779

$\frac{20,0}{8,3}$
11,7 H_2O_2 (a=0,1) Gesamt verbraucht

das entspricht einer 11,3% H_2O_2 Konzentration $\left(\frac{100 \cdot 11,7}{117}\right)$

bezogen auf die reine Substanz = 57,3% H_2O_2 (mit $\frac{100}{55}$)

Es ergibt sich, dass H_2O_2 wesentlich besser reagiert, als H_2O -acetat.

in viel höherer und die Zeit ein sehr grobes Resultat ergibt

wirden die folgenden Proben 24^h lang am Rind fließend gehalten.

bei diesem Versuch würde die Katalysator 2 cm^3 Cu_2O ($\alpha = 0,2$) - Lösung eingesetzt
in dieses noch mit H_2O_2 angefüllt. Ein kleiner Teil des Cu_2O wird zu
mehrwertigem Cu reduziert.

3. Ansatz 1 cm^3 H_2O_2 ($\alpha = 0,1$) 5g
 2 cm^3 Cu_2O ($\alpha = 0,2$)
 20 cm^3 NaOH l. Cu ($\alpha = 0,2$)
 Wasser 25

Es werden noch 40 cm^3 H_2O ($\alpha = 0,1$) zugegeben, um H_2O_2 abzufüllen u. mit
4 cm^3 KOH versetzt (Schmelze nach Volhard)

Auffüllung auf 250 cm^3

100 cm^3 verbrauchen 15 cm^3 KOH ($\alpha = 0,099$)
 $10 \cdot 15 \cdot 0,099 = 37,1 \text{ cm}^3$ KOH ($\alpha = 0,1$)

demnach:

40,0

37,1

2,9

2,9 cm^3 H_2O_2 ($\alpha = 0,1$) Gesamtverbrauch

Es werden demnach nur 4,54 % des H_2O_2 verstrahlt ($\frac{2,9 \cdot 100}{63,9}$)
 $4,54 \cdot \left[\frac{100}{32} : 3,13 \right] = \underline{\underline{14,2 \%}}$

4. Versuch

1 cm^3 H_2O_2 versetzt mit 40 cm^3 KOH (vers. $\alpha = 0,5$) nachst. Nachweis der H_2O_2
 wird als Katalysator in 4 cm^3 Pflanzensaft gegeben.

Ums 10780

Versäufungsmittel:

16 g. KCl ist in 40 g. nicht vollständig löslich

spez. Gew. (by gravimetric method)

$$\begin{array}{r} 36,4048 \\ 45,1202 \\ \hline 0,7154 \end{array}$$

20°

spez. 9,9770 g. 40 g. (40%)

demnach $\frac{0,7154}{9,9770} = \underline{\underline{0,07154}}$ bei 20°

Versäufungsversuche

1. 1 cm³ KCl wird mit 20 cm³ H₂O versetzt (10%) 2^{te} am Rindfleischkuchen verteilt
 Versuchsmittel wurde das in 40 g. nicht lösliche Teil in Salzwasserlösung von der
 versetzten Schicht getrennt in: diese wurde quantitativ auf Cl⁻ untersucht.

Bei der Versäufung sind HCl gebildet:

1.0 ~~cm³~~ HCl. HCl. HCl. HCl. 0. HCl. HCl. HCl

NaCl = 40. HCl. HCl. HCl. 0. HCl. HCl. HCl

10781

die Menge HCl gibt eine Maßzahl für die Versäufungsgesch.

1 cm³ KCl = 0,07154 g. liefern 0,374 g. NaCl theoretisch (entsp. 26% Cl⁻)

(1 g. KCl: 0,07154 0,26 g. " 0,43 g. NaCl)

Bei einer 100% Versäufung würde man ebenfalls 63,9 cm³ H₂ (n=0,1) verbraucht werden.

(1 cm³ H₂ (n=0,1) entspr. 0,0525 g. NaCl)

fraktionierung

IV.1.

Num.	Tagz.	g.
Pyrim	54	
1	61	
2	85	
3	94	
5	95	
7,5	102	
8,5	122	
9	126,5	
10	132	
11	135	
12	138	
18	139	
20	139	
30	139,5	
35	140	
40	140,5	
45	141	
55	141	
65	142	
85	141,5	

10782

Die Hauptfraktion wird in 6. gegeben

a) prod. (L.-subst.) konstant

b) quant. 8,69% M_2 -Teil (nach Normierung) 0,89 eins f. 1 als 134

also enthält kein Nucleotid

da die Hauptfraktion mit dem

in 32% sein Substrat enthalten

5. Goldwindvermisch

200 cm Stilles Winden bei kaltem Winden (50-70 °) u. sehr niedriger Temp. sind
 Regen zu erwarten.

Abg. durch: 186 cm (- 93 %).

Wird das Winden mit 4,0 u. Treiben sein 6. 6.

97 kg in Regen
 cm (- 52 Var 2)

10783

Fortsetzung des Winden

Zeit	Temper.	Wind- Temp.	Wind- Temp.
0	-	-	50
10'	24	36	41
20'	24	31	41
30'	26	31	46
40'	28	31	50
50'	26	50	50
1 20'	36	75	51
2 50'	43	93	60
3 20'	54	100	61
4 00'	60	96	70
5 20'	62	88	72
6 50'	62	80	72
8 20'	61	76	72
9 50'	61	73	72
11 20'	62	73	72
12 50'	60	73	72
1 20'	60	75	72
2 50'	60	75	72
4 20'	60	75	72
5 50'	60	70	72
7 20'	60	70	72
8 50'	58	70	71
10 20'	58	73	71
11 50'	60	75	71
1 20'	60	77	72
2 50'	60	77	72
4 20'	60	77	72
5 50'	60	77	72
7 20'	60	75	72

Die gesammelte Kieselpollenmenge wurde gesammelt, mit Ca. O₂ getrocknet
wie Pollenmisch.

104 can large section

[illegible]

das Verleih wurde mit 6 fide gestellte Verleih vereinigt.

Neig. fraction: 66 74 2
-Mischprobe

(10)

Zeit	Festsetzung		Haut
	neu- lang.	alt- lang.	
12 ⁵	98	119	50
12 ³⁰	98	119	50
13 ⁵	96	120	50
13 ³⁰	96	126	50
14 ⁵	100	126	52
14 ³⁰	100	126	52

10785

Nach dem Rindstern ist 189 cm³ Polgradul vorhanden (= 92% Vol.)
 diesen Gradulstern ist die gleiche Haut wie bei Versuch 3 beigesetzt
 Lücke füllt 145 unversifbare cm³ Substanz an (= 76% Vol. %)
 [d. sind in beiden Fällen genau die gleiche, als bei 3]
 1/2⁵ am Rindstern hatte gehört in dem Gradulstern

26 cm³ Langspalten (vermischt mit 13 cm³ Vorklang 146)

cm ³	Temp.	Werkst. I	Werkst. II	Werkst. III
12	42			
2	45			
4	46,5			
6	48			
8	49			
10	50			
12	51			
14	52			
16	54			
18	57,5			
20	62			
22	73			
24	89			
26	89			
28	91			
30	92			
32	94			
34	96,5			
36	98,5			
38	99,5			
40	99,5			
42	116			
44	124,5			
46	128			
48	132			
50	133			
52	134			
54	134			
56	135			
58	136			
60	136			
62	136			
64	136			
66	135,5			
68	135,5			
70	137			
72	146			
74	144			

Die Brücke 121 i. 140° abgelesene Station (25 mm³ = 12,5 Vol. d. Kugelschmel.)
 runden, gesammelt.

Die Station war im Jahr als die Hälfte klein, als im nächsten Jahr
 nicht. (voll aufge- der zu hohen Temp.)

4. Fort durch den Kanal.

200 cm³ Abgangspunkt pro Tag älter werden mit 10 p. d. vermischt.

Im Gegensatz zu Versuch 3 wurde gleich im Anfang, Methylen eingeleitet (50 Atm).

da oben nicht angeliefert.

Abgabe d. Stationen

10786

Zeit	Inner- Temp.	Außen- Temp.	Abk.
0	-	-	50
15'	39	54	
20'	45	64	
45'	45	71	
75'	47	77	
105'	52	82	
135'	55	88	
165'	58	93	
195'	60	98	
225'	66	105	
255'	70	113	
285'	74	116	
315'	78	122	
345'	84	127	
375'	88	130	
405'	89	134	
435'	93	137	
465'	96	141	
495'	100	143	
525'	100	146	
555'	105	148	
585'	104	146	
615'	105	140	
645'	105	136	
675'	105	136	
705'	104	130	
735'	104	127	
765'	104	123	
795'	100	118	
825'	100	116	
855'	98	116	
885'	98	116	
915'	98	116	
945'	98	116	
975'	98	116	
1005'	98	116	
1035'	98	116	
1065'	98	116	
1095'	98	116	
1125'	98	116	
1155'	98	116	
1185'	98	116	
1215'	98	116	
1245'	98	116	
1275'	98	116	
1305'	98	116	
1335'	98	116	
1365'	98	116	
1395'	98	116	
1425'	98	116	
1455'	98	116	
1485'	98	116	
1515'	98	116	
1545'	98	116	
1575'	98	116	
1605'	98	116	
1635'	98	116	
1665'	98	116	
1695'	98	116	
1725'	98	116	
1755'	98	116	
1785'	98	116	
1815'	98	116	
1845'	98	116	
1875'	98	116	
1905'	98	116	
1935'	98	116	
1965'	98	116	
1995'	98	116	
2025'	98	116	
2055'	98	116	
2085'	98	116	
2115'	98	116	
2145'	98	116	
2175'	98	116	
2205'	98	116	
2235'	98	116	
2265'	98	116	
2295'	98	116	
2325'	98	116	
2355'	98	116	
2385'	98	116	
2415'	98	116	
2445'	98	116	
2475'	98	116	
2505'	98	116	
2535'	98	116	
2565'	98	116	
2595'	98	116	
2625'	98	116	
2655'	98	116	
2685'	98	116	
2715'	98	116	
2745'	98	116	
2775'	98	116	
2805'	98	116	
2835'	98	116	
2865'	98	116	
2895'	98	116	
2925'	98	116	
2955'	98	116	
2985'	98	116	
3015'	98	116	
3045'	98	116	
3075'	98	116	
3105'	98	116	
3135'	98	116	
3165'	98	116	
3195'	98	116	
3225'	98	116	
3255'	98	116	
3285'	98	116	
3315'	98	116	
3345'	98	116	
3375'	98	116	
3405'	98	116	
3435'	98	116	
3465'	98	116	
3495'	98	116	
3525'	98	116	
3555'	98	116	
3585'	98	116	
3615'	98	116	
3645'	98	116	
3675'	98	116	
3705'	98	116	
3735'	98	116	
3765'	98	116	
3795'	98	116	
3825'	98	116	
3855'	98	116	
3885'	98	116	
3915'	98	116	
3945'	98	116	
3975'	98	116	
4005'	98	116	
4035'	98	116	
4065'	98	116	
4095'	98	116	
4125'	98	116	
4155'	98	116	
4185'	98	116	
4215'	98	116	
4245'	98	116	
4275'	98	116	
4305'	98	116	
4335'	98	116	
4365'	98	116	
4395'	98	116	
4425'	98	116	
4455'	98	116	
4485'	98	116	
4515'	98	116	
4545'	98	116	
4575'	98	116	
4605'	98	116	
4635'	98	116	
4665'	98	116	
4695'	98	116	
4725'	98	116	
4755'	98	116	
4785'	98	116	
4815'	98	116	
4845'	98	116	
4875'	98	116	
4905'	98	116	
4935'	98	116	
4965'	98	116	
4995'	98	116	
5025'	98	116	
5055'	98	116	
5085'	98	116	
5115'	98	116	
5145'	98	116	
5175'	98	116	
5205'	98	116	
5235'	98	116	
5265'	98	116	
5295'	98	116	
5325'	98	116	
5355'	98	116	
5385'	98	116	
5415'	98	116	
5445'	98	116	
5475'	98	116	
5505'	98	116	
5535'	98	116	
5565'	98	116	
5595'	98	116	
5625'	98	116	
5655'	98	116	
5685'	98	116	
5715'	98	116	
5745'	98	116	
5775'	98	116	
5805'	98	116	
5835'	98	116	
5865'	98	116	
5895'	98	116	
5925'	98	116	
5955'	98	116	
5985'	98	116	
6015'	98	116	
6045'	98	116	
6075'	98	116	
6105'	98	116	
6135'	98	116	
6165'	98	116	
6195'	98	116	
6225'	98	116	
6255'	98	116	
6285'	98	116	
6315'	98	116	
6345'	98	116	
6375'	98	116	
6405'	98	116	
6435'	98	116	
6465'	98	116	
6495'	98	116	
6525'	98	116	
6555'	98	116	
6585'	98	116	
6615'	98	116	
6645'	98	116	
6675'	98	116	
6705'	98	116	
6735'	98	116	
6765'	98	116	
6795'	98	116	
6825'	98	116	
6855'	98	116	
6885'	98	116	
6915'	98	116	
6945'	98	116	
6975'	98	116	
7005'	98	116	
7035'	98	116	
7065'	98	116	
7095'	98	116	
7125'	98	116	
7155'	98	116	
7185'	98	116	
7215'	98	116	
7245'	98	116	
7275'	98	116	
7305'	98	116	
7335'	98	116	
7365'	98	116	
7395'	98	116	
7425'	98	116	
7455'	98	116	
7485'	98	116	
7515'	98	116	
7545'	98	116	
7575'	98	116	
7605'	98	116	
7635'	98	116	
7665'	98	116	
7695'	98	116	
7725'	98	116	
7755'	98	116	
7785'	98	116	
7815'	98	116	
7845'	98	116	
7875'	98	116	
7905'	98	116	
7935'	98	116	
7965'	98	116	
7995'	98	116	
8025'	98	116	
8055'	98	116	
8085'	98	116	
8115'	98	116	
8145'	98	116	
8175'	98	116	
8205'	98	116	
8235'	98	116	
8265'	98	116	
8295'	98	116	
8325'	98	116	
8355'	98	116	
8385'	98	116	
8415'	98	116	
8445'	98	116	
8475'	98	116	
8505'	98	116	
8535'	98	116	
8565'	98	116	
8595'	98	116	
8625'	98	116	
8655'	98	116	
8685'	98	116	
8715'	98	116	
8745'	98	116	
8775'	98	116	
8805'	98	116	
8835'	98	116	
8865'	98	116	
8895'	98	116	
8925'	98	116	
8955'	98	116	
8985'	98	116	
9015'	98	116	
9045'	98	116	
9075'	98	116	
9105'	98	116	
9135'	98	116	
9165'	98	116	
9195'	98	116	
9225'	98	116	
9255'	98	116	
9285'	98	116	
9315'	98	116	
9345'	98	116	
9375'	98	116	
9405'	98	116	
9435'	98	116	
9465'	98	116	
9495'	98	116	
9525'	98	116	
9555'	98	116	
9585'	98	116	
9615'	98	116	
9645'	98	116	
9675'	98	116	
9705'	98	116	
9735'	98	116	
9765'	98	116	
9795'	98	116	
9825'	98	116	
9855'	98	116	
9885'	98	116	
9915'	98	116	
9945'	98	116	
9975'	98	116	
10005'	98	116	

Folding		Jensen - Miller -		Kind
Nil	Temp.	Temp.		
12 ¹	107	114		45
12 ² 30	107	110		45
13 ¹	106	130		45
13 ² 30	100	118		46
14 ¹	97	127		46
14 ² 30	97	127		46
15 ¹	98	129		46
15 ² 30	100	127		46
16 ¹	99	127		46
			End.	

10787

Nach dem Rindfleisch nur 170 kg (= 85% der) vorhanden:
 Der Rest wird meistens mit 4,0 gewaschen: dann mit 6,6, getrocknet.
 106 cm² geschaltete Rindfleisch (= 53 1/2% der) auf hingewiesen.

Im die 6,6 z. welche sind meist 1/2 an Rindfleisch haben nicht:
 z. dann geschmeckt.

Bestand der Fleischmengen:

3	6	9	12	15	18	21	24	27	30	33	36	39	42	45	48	51	54	57	60	63	66	69	72	75	78	81	84	87	90	93	96	99	102	105	108	111	114	117	120	123	126	129	132	135	138	141	144	147	150	153	156	159	162	165	168	171	174	177	180	183	186	189	192	195	198	201	204	207	210	213	216	219	222	225	228	231	234	237	240	243	246	249	252	255	258	261	264	267	270	273	276	279	282	285	288	291	294	297	300	303	306	309	312	315	318	321	324	327	330	333	336	339	342	345	348	351	354	357	360	363	366	369	372	375	378	381	384	387	390	393	396	399	402	405	408	411	414	417	420	423	426	429	432	435	438	441	444	447	450	453	456	459	462	465	468	471	474	477	480	483	486	489	492	495	498	501	504	507	510	513	516	519	522	525	528	531	534	537	540	543	546	549	552	555	558	561	564	567	570	573	576	579	582	585	588	591	594	597	600	603	606	609	612	615	618	621	624	627	630	633	636	639	642	645	648	651	654	657	660	663	666	669	672	675	678	681	684	687	690	693	696	699	702	705	708	711	714	717	720	723	726	729	732	735	738	741	744	747	750	753	756	759	762	765	768	771	774	777	780	783	786	789	792	795	798	801	804	807	810	813	816	819	822	825	828	831	834	837	840	843	846	849	852	855	858	861	864	867	870	873	876	879	882	885	888	891	894	897	900	903	906	909	912	915	918	921	924	927	930	933	936	939	942	945	948	951	954	957	960	963	966	969	972	975	978	981	984	987	990	993	996	999	1002	1005	1008	1011	1014	1017	1020	1023	1026	1029	1032	1035	1038	1041	1044	1047	1050	1053	1056	1059	1062	1065	1068	1071	1074	1077	1080	1083	1086	1089	1092	1095	1098	1101	1104	1107	1110	1113	1116	1119	1122	1125	1128	1131	1134	1137	1140	1143	1146	1149	1152	1155	1158	1161	1164	1167	1170	1173	1176	1179	1182	1185	1188	1191	1194	1197	1200	1203	1206	1209	1212	1215	1218	1221	1224	1227	1230	1233	1236	1239	1242	1245	1248	1251	1254	1257	1260	1263	1266	1269	1272	1275	1278	1281	1284	1287	1290	1293	1296	1299	1302	1305	1308	1311	1314	1317	1320	1323	1326	1329	1332	1335	1338	1341	1344	1347	1350	1353	1356	1359	1362	1365	1368	1371	1374	1377	1380	1383	1386	1389	1392	1395	1398	1401	1404	1407	1410	1413	1416	1419	1422	1425	1428	1431	1434	1437	1440	1443	1446	1449	1452	1455	1458	1461	1464	1467	1470	1473	1476	1479	1482	1485	1488	1491	1494	1497	1500	1503	1506	1509	1512	1515	1518	1521	1524	1527	1530	1533	1536	1539	1542	1545	1548	1551	1554	1557	1560	1563	1566	1569	1572	1575	1578	1581	1584	1587	1590	1593	1596	1599	1602	1605	1608	1611	1614	1617	1620	1623	1626	1629	1632	1635	1638	1641	1644	1647	1650	1653	1656	1659	1662	1665	1668	1671	1674	1677	1680	1683	1686	1689	1692	1695	1698	1701	1704	1707	1710	1713	1716	1719	1722	1725	1728	1731	1734	1737	1740	1743	1746	1749	1752	1755	1758	1761	1764	1767	1770	1773	1776	1779	1782	1785	1788	1791	1794	1797	1800	1803	1806	1809	1812	1815	1818	1821	1824	1827	1830	1833	1836	1839	1842	1845	1848	1851	1854	1857	1860	1863	1866	1869	1872	1875	1878	1881	1884	1887	1890	1893	1896	1899	1902	1905	1908	1911	1914	1917	1920	1923	1926	1929	1932	1935	1938	1941	1944	1947	1950	1953	1956	1959	1962	1965	1968	1971	1974	1977	1980	1983	1986	1989	1992	1995	1998	2001	2004	2007	2010	2013	2016	2019	2022	2025	2028	2031	2034	2037	2040	2043	2046	2049	2052	2055	2058	2061	2064	2067	2070	2073	2076	2079	2082	2085	2088	2091	2094	2097	2100	2103	2106	2109	2112	2115	2118	2121	2124	2127	2130	2133	2136	2139	2142	2145	2148	2151	2154	2157	2160	2163	2166	2169	2172	2175	2178	2181	2184	2187	2190	2193	2196	2199	2202	2205	2208	2211	2214	2217	2220	2223	2226	2229	2232	2235	2238	2241	2244	2247	2250	2253	2256	2259	2262	2265	2268	2271	2274	2277	2280	2283	2286	2289	2292	2295	2298	2301	2304	2307	2310	2313	2316	2319	2322	2325	2328	2331	2334	2337	2340	2343	2346	2349	2352	2355	2358	2361	2364	2367	2370	2373	2376	2379	2382	2385	2388	2391	2394	2397	2400	2403	2406	2409	2412	2415	2418	2421	2424	2427	2430	2433	2436	2439	2442	2445	2448	2451	2454	2457	2460	2463	2466	2469	2472	2475	2478	2481	2484	2487	2490	2493	2496	2499	2502	2505	2508	2511	2514	2517	2520	2523	2526	2529	2532	2535	2538	2541	2544	2547	2550	2553	2556	2559	2562	2565	2568	2571	2574	2577	2580	2583	2586	2589	2592	2595	2598	2601	2604	2607	2610	2613	2616	2619	2622	2625	2628	2631	2634	2637	2640	2643	2646	2649	2652	2655	2658	2661	2664	2667	2670	2673	2676	2679	2682	2685	2688	2691	2694	2697	2700	2703	2706	2709	2712	2715	2718	2721	2724	2727	2730	2733	2736	2739	2742	2745	2748	2751	2754	2757	2760	2763	2766	2769	2772	2775	2778	2781	2784	2787	2790	2793	2796	2799	2802	2805	2808	2811	2814	2817	2820	2823	2826	2829	2832	2835	2838	2841	2844	2847	2850	2853	2856	2859	2862	2865	2868	2871	2874	2877	2880	2883	2886	2889	2892	2895	2898	2901	2904	2907	2910	2913	2916	2919	2922	2925	2928	2931	2934	2937	2940	2943	2946	2949	2952	2955	2958	2961	2964	2967	2970	2973	2976	2979	2982	2985	2988	2991	2994	2997	3000
---	---	---	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------

3. Kochdruckversuch

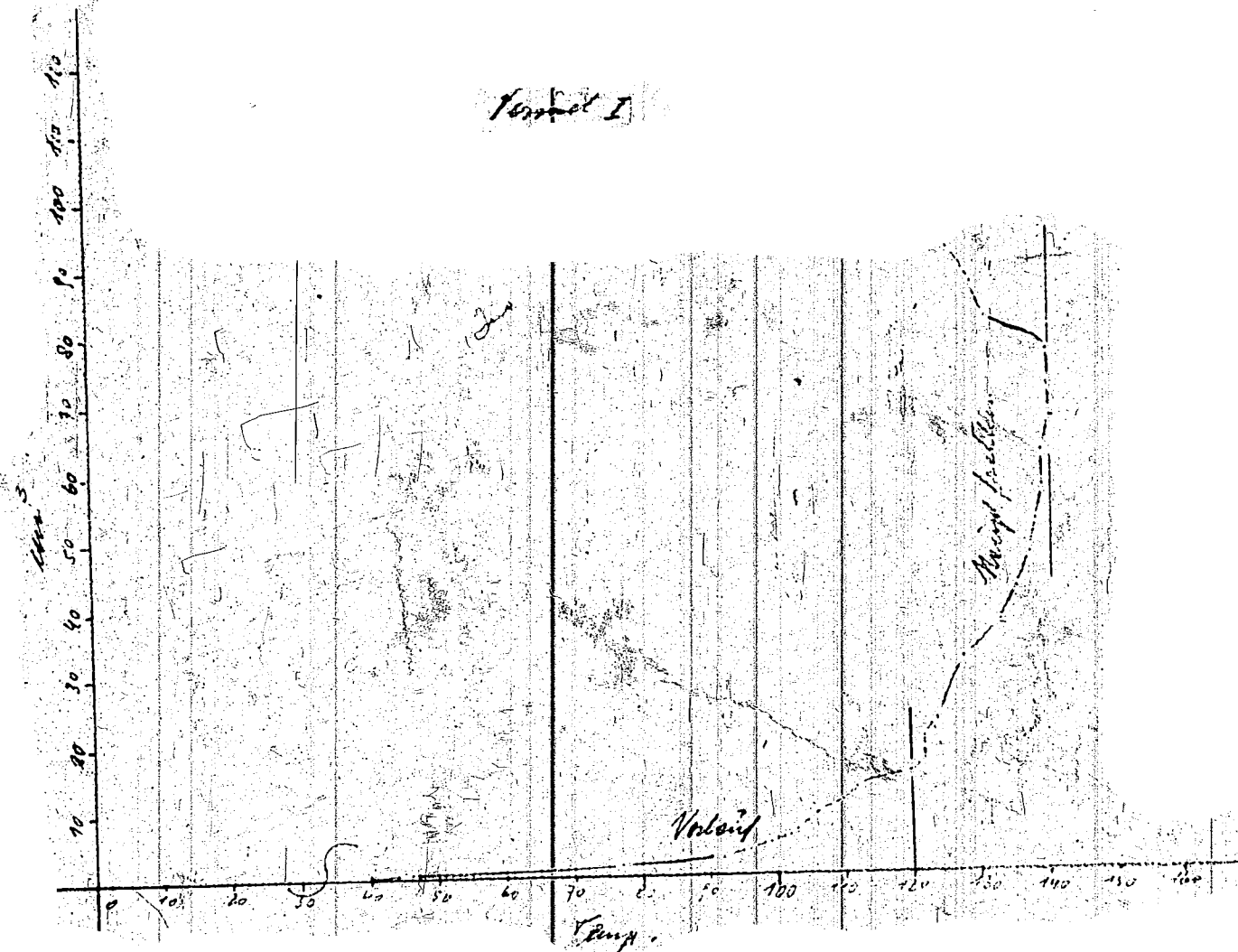
200 cm³ Allen mitz. gepulverten Wunden mit 10g T.O., versetzt.
 in Butteblet rinde und die Temp. auf 100° gebracht. i. diesem Tinten Röhren
 Hgkoll. eingeschlossen. Die Wunde rinde gleich in Kupfer auf 50 Wm. gehalten.

Thermochromatogramm des Synthesens.

10788

Zeit	Thermochromatogramm	Butteblet	Wunde
0'	24	24	0
10'	24	24	0
20'	28	32	0
30'	28	35	0
40'	28	51	0
50'	32	66	0
1'	35	82	0
2'	39	96	0
3'	43	106	0
4'	47	114	0
5'	50	127	0
6'	54	130	0
7'	66	138	0
8'	66	140	0
9'	76	148	0
10'	82	152	0
11'	95	157	0
12'	96	166	0
13'	100	166	0
14'	100	148	0
15'	97	120	0
16'	100	118	0
17'	103	116	0
18'	100	115	0
19'	100	124	0
20'	97	130	0
21'	96	138	0
22'	100	141	0
23'	100	144	0
24'	101	144	0
25'	103	144	0
26'	105	145	0
27'	105	139	0
28'	105	124	0
29'	103	120	0
30'	101	116	0

Normal I



1078

Die Füllungen werden getrennt eingebettet, die Kämpfplatten einstecken
mit CaO getrocknet.

38 cm Torleif i. 53 Kämpfplatten

Vorlage: 118 cm.

Mischbinder: 45% belagte auf die Vorlage.

Die Vorlage wird aus dem Rohprodukt der Kiste über Kanten durch gestrich-
teltes Hin- und Her mit CaO in beschriebenen Tischen mit CaO gegeben.
200 cm Rohprodukt ergeben 118 cm Vorlage.

Fraktionierung des Rohproduktes

7.11.42. 5

die Fraktionierung wurde über 2. und 3. durchgeführt.

Verwendet wurde ein Kolonnenapparat mit Nachlaufvorrichtung.

Ergebnis

Zeit	Vol. Temp.	Weg
0	40	Beginn
1'	46	1
	77	2
2'	92	3
	96	4
3'	99	5
	102	6
	103	7
4'	104,5	8
	106	9
	108	10
5'	110	11
	112	12

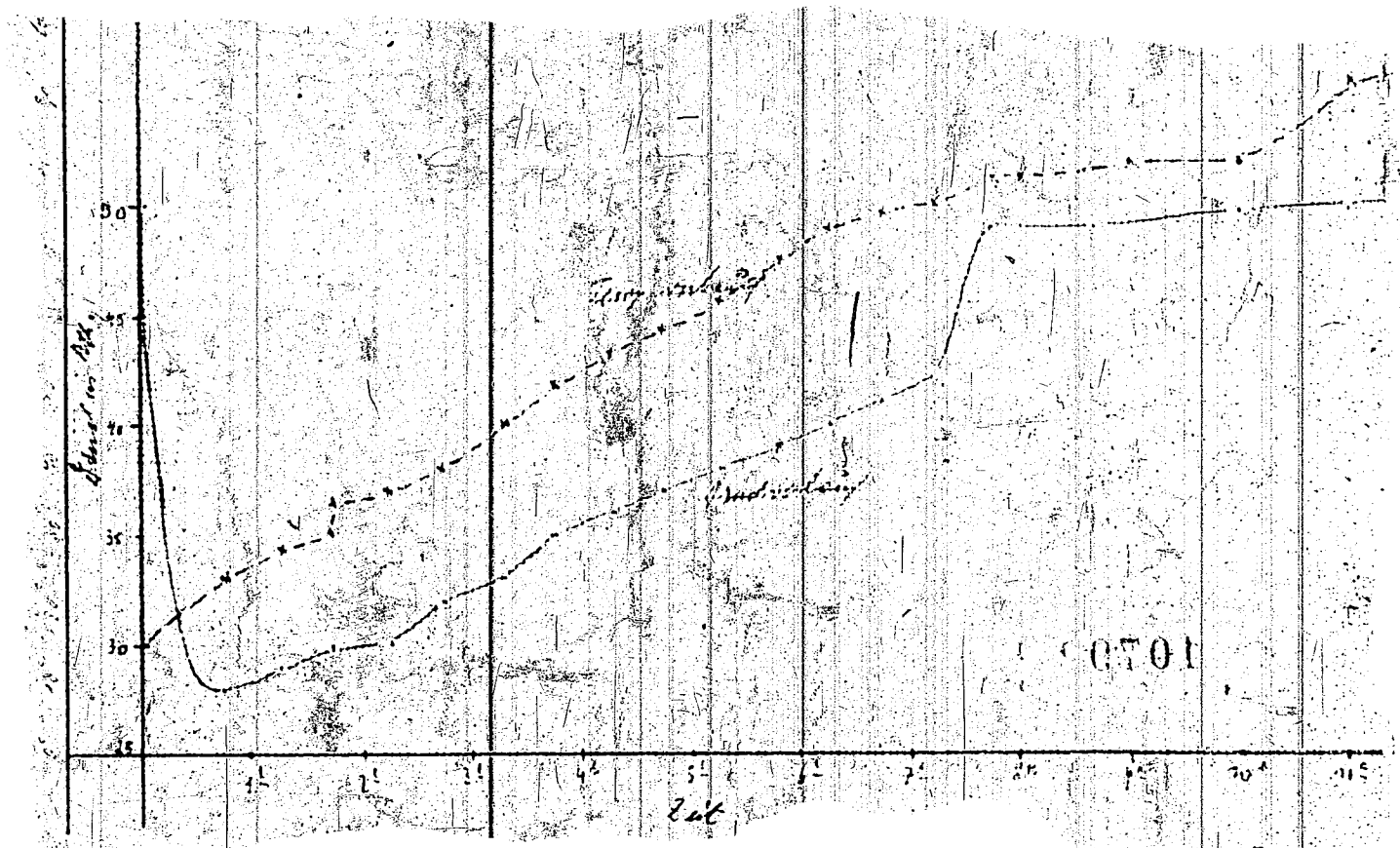
Hauptfraktion			T. Versuch = 1. Versuch	
Zeit	Temp.	Weg		
5,5'	116	13		
	120	15		
	122	17		
	122	18		
	122	19		
	122	20		
	124	23		
	128	32		
	134	37		
	136	42		
	138	47		
	139	52		
	140	57		
	140	62		
	141	67		
	141	72		
	141	77		
	142	82		
	140	87		

10791

Kohlensäure

1079

6501



10793

5.11.42

11

bei diesem Versuch wurde

kein Volumen - i. keine Gasölle zwischen festgehalten
das Endprodukt war also nicht flüchtig i. durch gelöst.

Filtration verläuft für kein Endprodukt $\rho_{\text{des. Abg.}} = 1,0$

7,8 cm³ Gas (a. 1,0)

dennach Verschiebung 2. all. 437

bei der physikalischen Interpretation ergibt sich
ein Gehalt von 74,5% G. gasen - u. gasen - äther

das Abgasprodukt von 195 g füllte 1 Liter 245 g triebente Gasen zusammen.
(die Volumenzunahme sind rund 45 cm³ festgelegt)

5. 11. 42.

erhaltene Reihen

$u_1, u_2, 0, u_1, u_2, u_3$

u_1, u_2

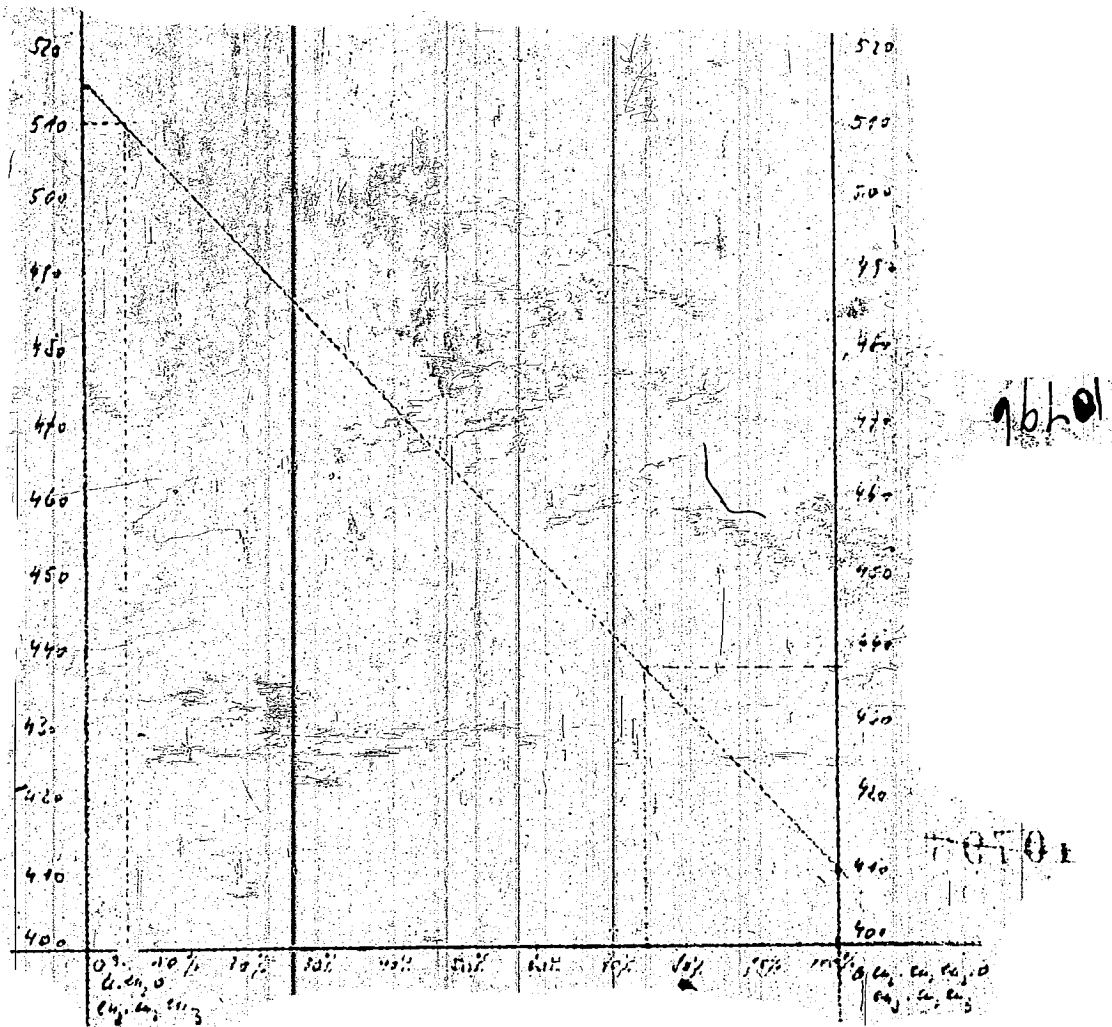
$\rightarrow u, u_1, u_2, u_3, 0, u_1, u_2, u_3$

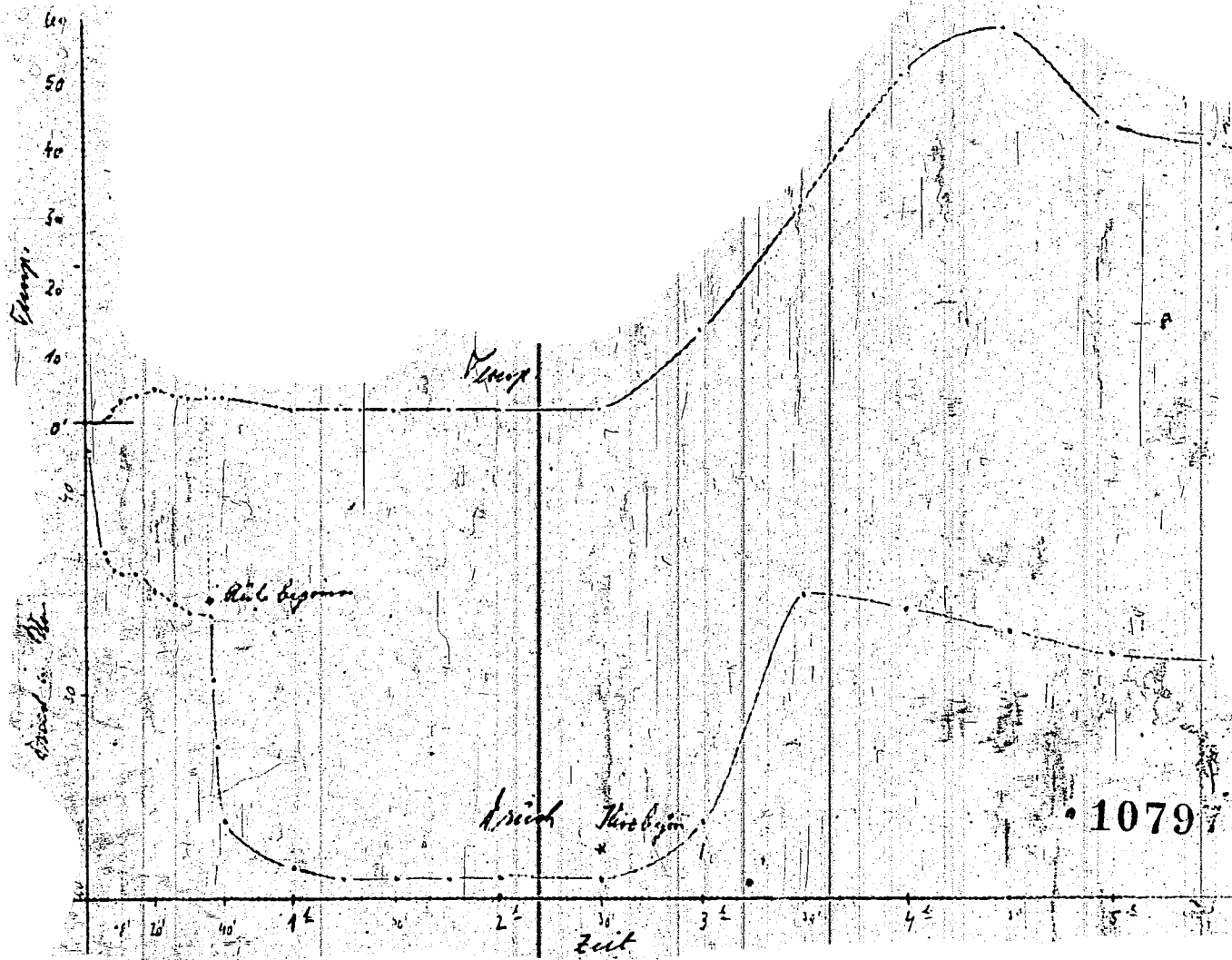
2. Kollisionsversuch

100 cm Ultraviolettpropagator ($\lambda = 195,0 \mu$) runden mit Kap. V. 4. versetzt.
bei 15° runden als Punkte verschoben auf $67,50^\circ$. Winkel ist unter Reihen
Höhen angegeben. Die Punkte runden gegen links auf 50 bzw. rechts
begründet 50 Min. Klein 21°

Zeit	Temperatur	Rechenungs.	Rechn.
0	15	15	50
45'	24	35	28
1' 15'	28	47	29
1' 45'	35	53	30
2' 15'	36	55	30
45'	39	58	32
3' 15'	45	69	33
45'	51	73	35
4' 15'	55	80	36
4' 45'	58	86	37
5' 15'	62	86	38
45'	68	94	39
6' 15'	72	94	40
45'	74	95	41
7' 15'	75	98	42
45'	79	98	43
8' 0	79	98	49
9'	84	100	49
10'	84	100	50
11'	83	100	50
12'	83	100	50

10795





1079

Polonium zersetzt

von 205 cm auf 208 cm (3 cm).

Erste Zersetzung von 305 g auf 208 g (3 g)

Reine Zersetzungen zeigen keine Veränderung.

Das Endprodukt von Polonium zerfällt in α und β Strahlung.

5. das Endprodukt ist Bi .

Polonium zerfällt 9,11 cm³ Gas (4-1,0) für 1 cm³ Polonium

haben sich im P.S. von 510

ther. Kurvenzahl der α , α_1 , α_2 , α_3 , α_4 , α_5 , α_6 , α_7 $\uparrow$ 515

" " der α , α_1 , α_2 , α_3 , α_4 , α_5 , α_6 , α_7 $\downarrow$ 410

man sieht aus der graph. Extrapolation ein Wert von 5,5% Produkt ergibt

Kurvenzahl hat in ganz kein Interesse. Hat gefunden.

10798

Reduktion

 $ca_1, ca_2, ca_3, ca_4, ca_5$

T. Hohldruckvermisch

 ca_1, ca_2 $ca_1, ca_2, ca_3, ca_4, ca_5$

200 cm³ Alter, nicht gepuffertes (o. 195,0 g) wurden mit 10 g Fett versetzt.
 bei 15° mischen im selben eingeschalteten Apparat 283 cm³ Nitrogen (o. 76,0 g) zugeführt.

Anfangsdruck 42,0 mm.

Zeit	Druck	Druck Temperatur	Temperatur
0'	42,0	-1,02	0
5'	37,0	-1,00	0,5
8'	36,5	-0,92	1
10'	36,3	+0,85	1,5
15'	36,0	-0,80	2
20'	35,9	-0,72	2,5
25'	34,6	+0,80	3
30'	34,3	-0,83	3,5
35'	34,1	-0,89	3,5
37'	30,8	-0,89	3,5
38'	27,5	-0,85	3,5
40'	23,8	-0,88	3,5
45'	24,5	-0,94	2
15'	24,2	-0,92	2
30'	24,2	-0,91	2
45'	24,2	-0,91	2
25'	24,2	-0,91	2
30'	24,2	-0,91	2
35'	23,8	-0,92	1,4
36'	35,0	+0,6	3,2
45'	34,5	+1,6	5,1
50'	33,2	+1,99	5,8
55'	32,2	+1,25	4,4
30'	32,0	+1,41	4,4
55'	31,0	+1,0	3,9

Reaktion

Zugabe von Nitrogen

Ende

10799

LIT

— = Lit. Stellen

An der Kolonien- und Museum

2) $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot O \cdot C_2 H_5$ B.I. 438 (2009) S.P. 62,5 (84) 66-67 (127)

3) $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot Ca_2 \cdot O \cdot C_2 H_5$ 357 - NIS 84 S.P. 197-198 (150-151)
~~Hydrat-[β-brom-propyl]-äther~~

3) $Ca_2 (m) \cdot Ca_2 \cdot Ca_2 \cdot O \cdot C_2 H_5$ N.I. 476 (2009) S.P. 160-161

4) $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot O \cdot C_2 H_5$ N.I. 357 S.P. 193-195
~~Ca-brom-äther~~

5) $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot O \cdot C_2 H_5$ S.P.
~~Hydrat-[β-brom-propyl]-äther~~

6) $Ca_2 \cdot Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca \cdot O \cdot C_2 H_5$ S.P.
~~Hydrat-[α-brom-propyl]-äther~~

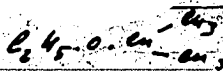
gelling durch 6m $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot O \cdot C_2 H_5$ 10800
 $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot Ca \cdot O \cdot C_2 H_5$

7) $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot Ca$ I.B.I. 201
 + 4m S.P. 70-71

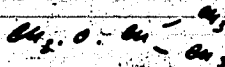
8) $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot Ca_2 \cdot Ca$ I. 110
 $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot Ca_2 \cdot Ca$ S.P. 165

9) $Ca_2 \cdot Ca \cdot Ca_2 \cdot Ca_2 \cdot Ca$ I. 109
S.P. 142

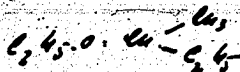
1) kohl- in propyl-äther



2) kohl- in propyl-äther



3) kohl- in butyl-äther



4) kohl- in butyl-äther



5) li- in propyl-äther

es. Synthesen