

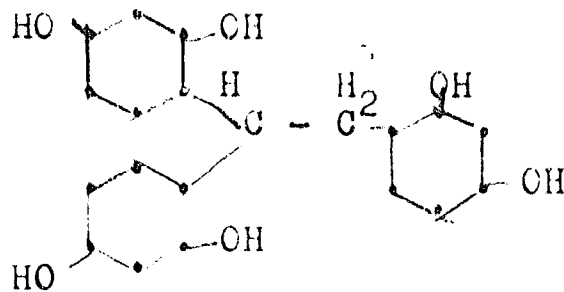
KALLE & Co. Aktiengesellschaft, Wiesbaden-Biebrich

Monatsbericht

Angefertigt	3 Expl.	Monat. 1. Augusthälfte	193 7.
Verteilt an H. Dir. Dr. Schmidt	1 Expl.	Bericht des Herrn Dr. Mittag	
H. Dr. Mittag	1 Expl.	vom 30.10.	193 7
zu den Akten	1 Expl.	Gesehen vom:	
	Expl.	Abteilungsleiter	
Insgesamtl Manuskri. & 3	Expl.	Vorstand (gez.) Dr. Schmidt.	

Kupplungskomponenten:

1.) Darstellung von Triresorzyl-aethan:



nach Wislicenus u. Siegfried: A. 243,173.

Das Produkt verhält sich ganz so wie diese Verfasser angeben, d.h. es ist sehr leicht wasserlöslich, ist aber nicht in kristalliner Form zu erhalten. Nach mehrwöchigem Stehen am Licht wird es braun. Seine Kupplungsfarben sind ähnlich denen des Resorzin. Die Substanz zeigt jedoch gegenüber diesem keine nennenswerten Vorteile, nur mit D-Base kuppelt sie deutlich trüber und braunstichiger.

2.) Versuch der Darstellung von $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}\cdot\text{CH}\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_3$ $\text{CH}_2\cdot\text{COOH}$

Benzoylacetone wurde mit Chloressigester umgesetzt und so der entsprechende Aethylester erhalten. Dieser kuppelt noch ebenso schnell und kräftig wie das Benzoylacetone. Beim Verseifen dieser wasserlöslichen Produkte tritt jedoch Spaltung ein, selbst wenn unter sehr milden Bedingungen gearbeitet wurde. Das erhaltene Spaltprodukt kuppelt nicht und sublimiert in langen flachen Nadeln. Sein F.P. liegt bei 114° . Darnach ist es die β -Benzoyl-propionsäure: $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COOH}$. Der Benzoylrest haftet also fester als der Acetylrest.

3.) Weiteres zur Darstellung von 2,4,4'-Trioxy-diphenyl:

Wie in kleinen Ansätzen ermittelten optimalen Reaktionsbedingungen wurden in etwas größerem Maßstab ausprobiert. Die Ausbeuten bleiben die gleichen. Die Darstellung in der Größenordnung von 1 kg bietet keine Schwierigkeiten mehr, sodaß auch technische Ansätze glatt verlaufen werden. Das Rohprodukt enthält wechselnde Mengen Kaliumchlorid, welche durch Umkristallisieren leicht zu entfernen sind. Die Verluste, an eigentlicher Substanz betragen nur wenige Prozente. Das Produkt ist rein weiß zu erhalten.

4.) Die Darstellung von Tetraoxy-diphenyl-sulfid aus Resorzin und S Cl konnte dadurch verbessert werden, daß in das Schwefelchlorür ein grosser Überschuß an Chlor eingeleitet wurde. Die Ausbeuten sind auch dann nicht höher als etwa 30%. Unangenehm ist das langsame Kristallisieren dieser Substanz, wenn sie noch mit Ausgangsmaterial verunreinigt ist. Ein vollständiger Ausschuß von Wasser erhöht die Ausbeuten nicht. Die Kupplungen dieses Körpers sind - wie früher schon kurz erwähnt - wegen ihres trüben Farbtons nicht uninteressant.

(gen.) Dr. Mittag)