

7. Eine vielstufige Verteilungsapparatur

von R. Signer und H. Arm

(11. XI. 66)

Vor zehn Jahren wurde über Gegenstromextraktionsapparaturen berichtet [1], in denen die beiden nicht mischbaren flüssigen Phasen durch kommunizierende, horizontal angeordnete Kammern fließen. In jeder Kammer sorgt eine intensive Flüssigkeitsbewegung für eine rasche Einstellung des Verteilungsgleichgewichtes der Komponenten des zu zerlegenden Gemisches, ohne eine Aufteilung der Phasen ineinander in Form von Tropfen zu bewirken. Hierzu wird entweder das zylindrische Kammeraggregat um seine Achse gedreht oder es befindet sich in jeder ruhenden Kammer eine in beide Flüssigkeiten eintauchende Rührscheibe. Bei diesen Apparaten kann die Zahl der Kammern nicht über etwa 30 gesteigert werden, da die Öffnungen in den Kammerwänden klein gehalten werden müssen und hiedurch ein geringer Flüssigkeitsaufstau von Kammer zu Kammer unvermeidlich ist.

Im folgenden wird über Apparate berichtet, die nach demselben Prinzip der Einstellung des Verteilungsgleichgewichtes in jeder Kammer ohne Dispergierung arbeiten, bei denen die Kammerzahl aber sehr hoch getrieben werden kann. Es wird hiebei allerdings auf die Bewegung der beiden Phasen gegeneinander verzichtet und nur die leichte über die in jeder Kammer verbleibende, also stationäre schwere bewegt, so dass die Apparatur mit einmaliger Gemischzufuhr am oberen Ende wie eine Chromatographiesäule arbeitet. Im weiteren ist das Kammeraggregat nicht horizontal, sondern mit einer Neigung von etwa 45° angeordnet.

Apparatur und Arbeitsweise. Fig. 1 zeigt die Konstruktionseinzelheiten einer einfachen und leistungsfähigen Apparatur dieser Art im Längsschnitt. Dünne Platten (1) aus Edelstahl, Teflon oder Glas, von etwa 10 cm Durchmesser, mit einer exzentrisch angeordneten Öffnung (2), bilden mit Teflonringen (3), vom gleichen Durchmesser wie die Platten, das zylindrische Kammeraggregat beliebiger Länge. Die aufeinanderfolgenden Platten (1) mit den Öffnungen (2) sind um 180° gegeneinander verdreht. Das Kammeraggregat wird durch zwei Metallringe (4) mit Bohrungen (5) und Stäben (6) mit Gewinden (7) und Muttern (8) flüssigkeitsdicht zusammengehalten. Die unterste Kammer wird durch eine Metallplatte (9) abgeschlossen, die für den Flüssigkeitsaustritt im Zentrum ein Rohr (10) trägt. Die oberste Kammer ist nach aussen durch die Glasplatte (11) verschlossen, welche das zentrale Flüssigkeitszulaufrohr (12) trägt. Das ganze Kammeraggregat wird mit einer Neigung von 45° auf einem Rollgestell montiert, das eine ständige Rotation um die Längsachse mit beliebig einstellbarer Drehzahl zulässt.

Bei der Durchführung einer Gemischzerlegung wird die schwere Phase durch das Trichterrohr (13) in das rotierende Kammeraggregat einlaufen gelassen. Zuerst füllt sich die oberste Kammer bis zur Höhe (14), der maximalen Einfüllhöhe. Wenn diese erreicht ist, beginnt das Einfließen in die zweitoberste Kammer, indem bei jeder Rotation bei der tiefsten Lage der Öffnung etwas Flüssigkeit in die nächste Kammer fließt. So füllt sich die ganze Apparatur, Kammer um Kammer, und dann tritt die schwere Phase aus dem Stutzen (10) in das stationäre, nicht rotierende Glasrohr (15) ein. Dieses wird bis zum Niveau (16) angefüllt, worauf die schwere Phase durch das Überlaufrohr (17) in eine Vorlage läuft. Bei dieser Fülloperation des Kammeraggregates kann das gesamte mit Flüssigkeit gefüllte Volumen V leicht bestimmt werden.

Nach dem Füllen des Kammeraggregates mit der schweren Phase erfolgt wiederum bei rotierender Apparatur die Übersichtung der schweren Phase in jeder Kammer mit der leichten.

Hiezu wird unter das Rohr (17) ein leerer Messzylinder gesetzt und dann leichte Phase durch das Trichterrohr (13) einlaufen gelassen. Sie verdrängt etwas von der schweren aus der ersten Kammer in die zweite und bildet eine wenige Millimeter dicke Schicht zwischen der Oberfläche (14) und der Phasengrenze (18). Die Schichtdicke der oberen Phase nimmt eine Zeitlang zu und wächst dann nicht mehr weiter. In diesem Zustand fließt nur noch leichte Phase aus der ersten Kammer in die zweite, in der ebenfalls schwere Phase verdrängt wird, bis sich eine nicht mehr zunehmende Schicht von der Dicke wie zwischen (14) und (18) in der ersten Kammer ausgebildet hat. In gleicher Art wird nun schrittweise in jeder Kammer etwas schwere Phase verdrängt und durch eine Schicht leichter Phase ersetzt. Zuerst tritt durch das Rohr (17) beim Einfüllen der leichten Phase

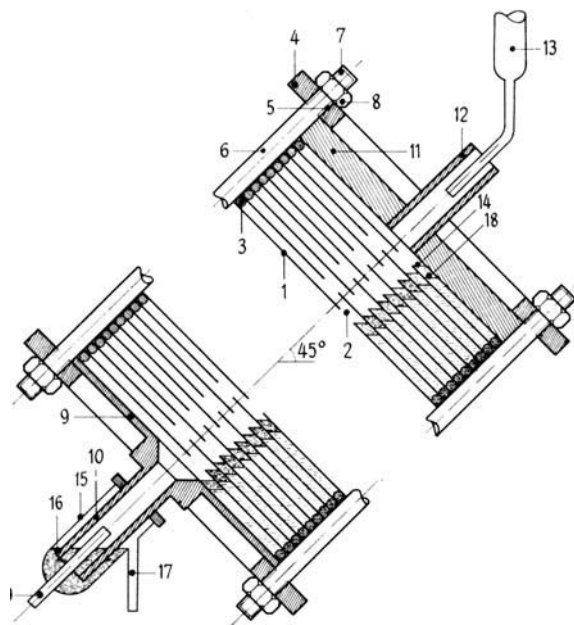


Fig. 1. Längsschnitt durch die Verteilungsapparatur

nur schwere Phase aus. Wenn die Front der leichten Phase gegen die unterste Kammer vorstößt, beginnt der Austritt von leichter Phase. Kurze Zeit darauf tritt nur noch leichte Phase aus. Jetzt hat sich auch in der untersten Kammer eine Schicht wie zwischen den Niveaus (14) und (18) ausgebildet und der ganze Apparat ist für die Gemischzugabe bereit. Das Volumen der in den Messzylinder aus Rohr (17) total ausgetretenen schweren Phase sei V_m . Es ist gleich dem Volumen der im ganzen Apparat in allen Kammern gleichmässig verteilten leichten oder mobilen Phase. Das Volumen der im Apparat vorhandenen schweren, stationären Phase V_s ist gleich $V - V_m$. Das Volumen der im Apparat vorhandenen leichten Phase, also V_m , oder, was damit zusammenhängt, die Höhendifferenz der Niveaus (14) und (18) in jeder Kammer, hängt von den Benetzungseigenschaften der Trennwände durch die Phasen, der Distanz der Trennwände und der Drehzahl des Kammeraggregates ab. Für jedes System können aber V und V_m und damit auch der Volumquotient $q = V_m/V_s$, wie eben beschrieben, leicht bestimmt werden.

Nachdem das Kammeraggregat in der eben beschriebenen Weise mit beiden flüssigen Phasen versehen ist, erfolgt die Zugabe des zu zerlegenden Stoffgemisches. Es wird in einem möglichst kleinen Volumen der leichten oder schweren Phase gelöst durch das Trichterrohr (13) langsam einlaufen gelassen, wobei an das Auslaufrohr (17) eine Vorlage oder ein Fraktionensammler angeschlossen wird. Nach beendigtem Gemischeinlauf wird das Kammeraggregat durch das Trichterrohr (13) wieder mit leichter Phase beschickt. Die Gemischkomponenten durchwandern das Kammeraggregat mit verschiedenen Geschwindigkeiten und treten aus dem Rohr (17), in der leichten Phase gelöst, nacheinander aus.

Experimentelle Daten der Trennung von Dicarbonsäuren im Phasenpaar Wasser/n-Butanol

Versuch Nr.	Zahl konstruierter Kammern	Umdrehungen pro Min.	Strömungs- geschwind. ml/h	V ml	$\frac{V_m}{V_s}$	Gemisch		V_{max} ml	c_{max} mg/ml	K	n	
						Säure	M_0 g				Einzel- werte	Mittel- wert
1	81	27	1,8	300	0,300	Glut.	0,700	165	14,10	2,3	72	75
						Mal.	0,700	314	7,30	0,8	78	
2	81	27	13,8	300	0,300	Glut.	0,720	165	13,70	2,2	47	44
						Mal.	0,720	325	6,65	0,7	41	
3	199	20	40	1850	0,330	Glut.	1,50	1070	5,90	2,2	113	111
						Mal.	1,50	2180	2,64	0,8	110	
4	350	20	45	3528	0,318	Adip.	2,70	1460	10,95	4,3	232	205
						Glut.	2,75	2070	7,55	2,2	203	
						Bernst.	2,95	3350	5,19	1,1	220	
						Mal.	2,75	4450	3,12	0,8	166	

Beispiele solcher Gemischzerlegungen geben die Tabelle und die Fig. 2 wieder. Die dabei verwendeten Apparate hatten eine Kammertiefe, das heisst einen Abstand der Wände, von 2 mm bei den Versuchen 1 und 2, und von 3 mm bei den Versuchen 3 und 4. Der innere Durchmesser des

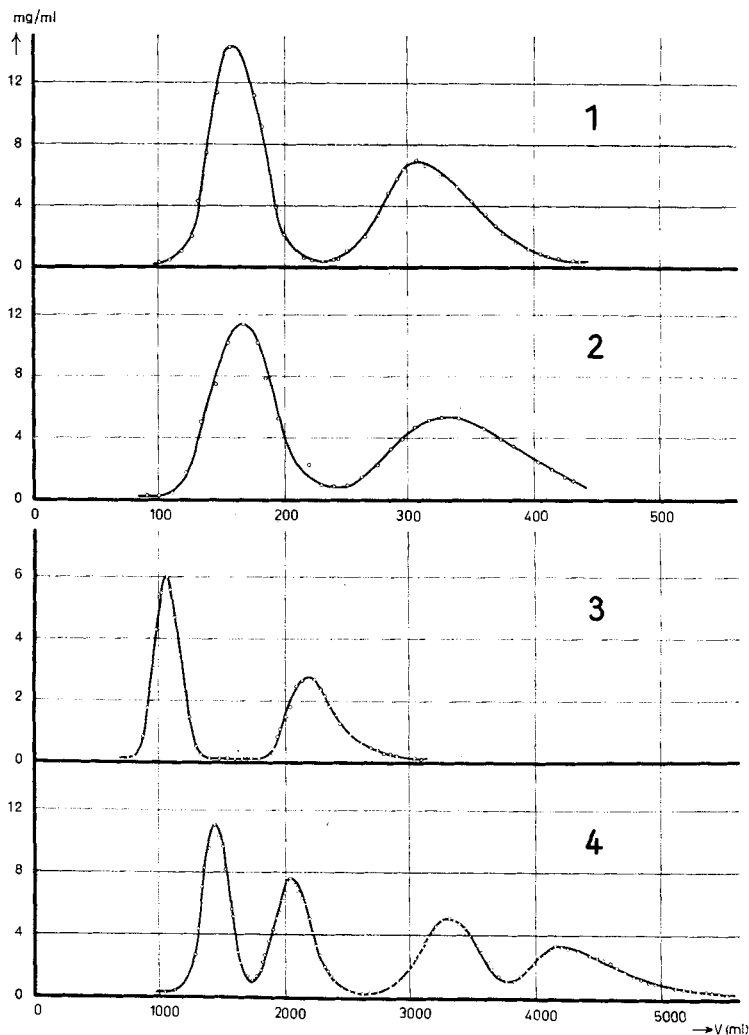


Fig. 2. Trennungen von Dicarbonsäuren im Phasenpaar Wasser/*n*-Butanol

Zylinderaggregates betrug bei den Versuchen 1 und 2 70 mm, was ein Flüssigkeitsvolumen pro Kammer von 3,7 ml ergab. Die Versuche 3 und 4 wurden mit Kammeraggregaten grösserer Durchmesser von rund 100 mm ausgeführt, wobei das Flüssigkeitsvolumen pro Kammer 9,3 ml im Versuch 3 und 10,0 ml im Versuch 4 betrug. Als Gemischkomponenten wurden die Dicarbonsäuren von Malon- bis Adipinsäure, als Phasen *n*-Butanol gesättigt mit Wasser und Wasser gesättigt mit *n*-Butanol verwendet¹⁾. Die aus dem Kammeraggregat austretende leichte Phase wurde in einem Fraktionensammler in kleinen Anteilen aufgefangen und mit 0,1N Natronlauge titriert. Im ersten

¹⁾ Diese Gemischkomponenten und Phasen schlug RITCHARD [2] zur Prüfung der Leistung von Gegenstromextraktoren vor.

Versuch, der durch eine sehr niedrige Strömungsgeschwindigkeit von 1,8 ml/h ausgezeichnet ist und mit einem Apparat von 81 Kammern ausgeführt wurde, sind die beiden Gemischkomponenten, Glutar- und Malonsäure, vollständig getrennt. Der geringen Strömungsgeschwindigkeit entspricht eine lange Versuchsdauer von 250 Std. Im zweiten Versuch, ausgeführt im gleichen Apparat, aber mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 13,8 ml/h, treten im Eluat zwischen 100 und 210 ml ca. 95% der Glutarsäure rein aus, dann folgte ein Säuregemisch mit abnehmender Glutar- und zunehmender Malonsäure. Im Eluatanteil von 260 bis zu 500 ml befanden sich etwa 95% der eingesetzten Malonsäure in reiner Form. Die Versuchsdauer betrug 36 Std. Der dritte Versuch zeigt die Zerlegung des gleichen Dicarbonsäurepaares in einem Apparat grösseren Durchmessers und einer höheren Zahl von Kammern, nämlich 199. Die Strömungsgeschwindigkeit war gegenüber dem zweiten Versuch im gleichen Mass vergrössert wie das Flüssigkeitsvolumen in jeder Kammer, nämlich auf das dreifache. Nach der Elution der Glutarsäure traten 400 ml Butanolphase ohne Gemischkomponente aus, ehe der Malonsäureaustritt begann. Dies ist eine Folge der hohen Kammerzahl. Der vierte Versuch zeigt die Trennung eines Gemisches aus Adipin-, Glutar-, Bernstein- und Malonsäure in einem Apparat von sehr ähnlichem Durchmesser, aber mit 350 Kammern bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 45 ml/h. Die Trennungen der Adipin- und Glutarsäure sowie der Bernstein- und Malonsäure waren nahezu vollständig, die Abtrennung der Bernstein- von der Glutarsäure war 100-proz. Versuchsdauer 140 Std.

Da für vielstufige Verteilungen, wie sie in diesen Apparaten ausgeführt wurden, eine vollständige Theorie [3] ausgearbeitet ist, lassen sich die Kurven der Fig. 2 in einfacher Weise rechnerisch auswerten. Symmetrische Glockenkurven des Konzentrationsganges im Eluat, wie sie für Adipin-, Glutar- und Bernsteinsäure beobachtet wurden, sind durch einen konzentrationsunabhängigen Verteilungskoeffizienten $K = c_m/c_s$ bedingt. c_m und c_s sind die Konzentrationen in der mobilen und der stationären Phase einer Kammer. Die unsymmetrischen Glockenkurven der Malonsäure in Fig. 2 zeigen eine Veränderung von K mit der Konzentration an. Bei höheren Werten der Kammerzahl über etwa 30 kann eine symmetrische Glockenkurve mit hoher Genauigkeit als eine GAUSS'sche behandelt werden, deren Auswertung besonders einfach ist.

Da sich die leichtere Phase dauernd über die schwere bewegt, kann die Einstellung des Verteilungsgleichgewichtes in keiner Kammer vollständig erreicht werden. Hierdurch entsteht eine flachere, aber auch wieder GAUSS'sche Glockenkurve, die einer geringeren Zahl von Kammern entspricht als konstruiert sind. Diese Zahl theoretisch wirksamer Kammern n wird nach der Formel

$$n = 2 \pi \left(\frac{V_{max} \cdot c_{max}}{M_0} \right)^2 + 1$$

berechnet, in der V_{max} die Eluatmenge bis zur Erreichung der Maximalkonzentration der Glockenkurve, c_{max} diese Maximalkonzentration und M_0 die Gesamtmenge der Komponente bedeuten. Diese Grössen sind in der Tabelle ebenfalls enthalten. In der zwölften Kolonne befinden sich die Zahlen der theoretisch wirksamen Kammern für jede Gemischkomponente einzeln und in der dreizehnten Kolonne für den ganzen Versuch gemittelt. Auch für die Malonsäure wurden die n -Werte trotz der unsymmetrischen Glockenkurven vergleichsweise mitberechnet. Im Apparat mit 81 konstruierten Kammern ist die Zahl der theoretisch wirksamen bei kleiner Strömungsgeschwindigkeit ca. 75, was einem Wirkungsgrad von etwa 93% entspricht. Bei grosser Strömungsgeschwindigkeit sinkt die Zahl der wirksamen Kammern auf etwa 44, was einen Wirkungsgrad von rund 55% ergibt. In den Versuchen 3 und 4, mit Apparaten des dreifachen Flüssigkeitsvolumens pro Kammer im Vergleich zu Versuch 2, wurde

auch die Strömungsgeschwindigkeit verdreifacht und ebenfalls ein Wirkungsgrad von etwa 55% erreicht. In diesen Apparaten ergab eine weitere Versuchsreihe mit denselben Phasen- und Gemischkomponenten unter Variation der Strömungsgeschwindigkeit einen Wirkungsgrad von $70 \pm 5\%$ bei 10 ml/h, von $62 \pm 4\%$ bei 20 ml/h, von $55 \pm 3\%$ bei 40 ml/h und von $35 \pm 3\%$ bei 80 ml/h. Die Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit verursacht also einen systematischen Abfall des Wirkungsgrades, dafür aber eine sehr beachtliche Verminderung der Versuchsdauer. Im Apparat mit 199 Kammern (Versuch 3, s. Tabelle und Fig. 2), bei dem zwischen den Komponenten eine grössere Menge reine leichte Phase ausfliesst, liesse sich die Strömungsgeschwindigkeit etwa auf das dreifache erhöhen. Dabei würden sich die zwei Glockenkurven verbreitern, aber noch nicht überschneiden, und die Versuchsdauer wäre nur 25 Stunden. Würde man im Apparat mit 350 Kammern (Versuch 4, s. Tabelle und Fig. 2) die Strömungsgeschwindigkeit auf 15 ml/h verringern, so würden auch die Adipin- und Glutarsäure sowie die Bernstein- und Malonsäure vollständig voneinander getrennt werden, wobei die Versuchsdauer auf zweieinhalb Wochen anstiege.

Aus den Glockenkurven können auch die Verteilungskoeffizienten der Komponenten bestimmt werden, wenn noch das Volumverhältnis V_m/V_s von mobiler zu stationärer Phase bekannt ist. Hiezu dient die folgende Formel

$$K \frac{V_m}{V_s} / \left(K \frac{V_m}{V_s} + 1 \right) = \frac{(n-1) V_m}{n V_{max}}$$

Die Bestimmung von K ist nicht sehr genau, da auch V_m und V_s bei der oben beschriebenen Bestimmungsart mit Fehlern von einigen Prozenten behaftet sind. Zudem verursacht die Gemischzugabe und der Gemischtransport durch den Apparat lokale Veränderungen des Quotienten V_m/V_s . In der Tabelle sind die Werte für V sowie V_m/V_s für die vier Versuche enthalten, ebenso die nach der obigen Formel berechneten Verteilungskoeffizienten der Gemischkomponenten. Man sieht, dass der Verteilungskoeffizient für jede Komponente denselben charakteristischen Wert ergibt, unabhängig von der Strömungsgeschwindigkeit und den Apparatedimensionen. Damit ist die Brauchbarkeit der Theorie auch zur Vorausberechnung einer Verteilung auf Grund der experimentell ermittelten Verteilungskoeffizienten gezeigt.

Da für grosse Trennschärfe eine hohe Kammerzahl benötigt wird, andererseits das Phasenvolumen möglichst niedrig gehalten werden soll, wurde genau geprüft, wie niedrig die Kammertiefe, also die Distanz der Kammerwände, getrieben werden kann, ohne die Schichtung der Phasen bei der Rotation zu stören. Etwa 3 mm ergaben sich für Kammern von ca. 10 cm Durchmesser als Minimum. Es wurde auch versucht, die Kontaktfläche zwischen den Phasen durch Füllkörper zu vergrössern, um die Gleichgewichtseinstellung zu beschleunigen. Dies hätte auch eine Erhöhung der Durchlaufgeschwindigkeit ermöglicht. Hierbei musste aber die Rotationsgeschwindigkeit stark herabgesetzt werden, um die Phasenschichtung zu gewährleisten, wodurch der Gesamteffekt unbedeutend war und den apparativen Aufwand nicht rechtfertigte.

Die Rotationsgeschwindigkeit wird für jedes Phasenpaar und jedes zu trennende Gemisch bis gegen die obere zulässige Grenze getrieben. Durch die Glasscheibe (11) (s. Fig. 1) kann die Phasengrenze in der ersten Kammer leicht beobachtet werden, so dass sich unter Variation der Drehzahl des Kammeraggregates sicher ermitteln lässt, bei welcher Bewegungsintensität die Emulgierung einsetzt.

Die Gemischzerlegungen können gegenüber den bisher beschriebenen Versuchen noch in verschiedener Weise abgeändert werden. Sind grosse Mengen eines Gemisches mit zwei Komponenten zu zerlegen, deren K -Werte sich wie 1:3 verhalten, wie Glutar- und Malonsäure, und liegt ein Apparat von etwa 200 konstruierten Kammern wie beim Versuch 3 der Fig. 2 vor, so können 400 ml Gemischlösung zugegeben werden. Die Glockenkurven werden um 400 ml breiter, aber es tritt trotzdem noch eine vollständige Trennung ein.

Bei der Trennung sehr grosser Mengen vielkomponentiger Gemische ist eine einfache programmierte Beschickung angezeigt, die am Beispiel des Versuches 4 erläutert werden soll. Eine erste Zugabe einer kleinen Menge des konzentrierten Gemisches führt zu einer Elution, wie sie der Versuch 4 in der Fig. 2 zeigt. Nachdem 4200 ml leichte Phase eingelaufen sind, erfolgt die zweite Injektion einer Gemischportion, dann laufen wieder 4200 ml leichte Phase ein, dann wieder eine Gemischportion usw. Man sieht leicht ein, dass nach dem Eluieren der Malonsäure aus der ersten Portion, also etwa bei 5200 ml Gesamteluat, sofort die steile Glockenkurve der Adipinsäure aus der zweiten Portion erscheint. Das Eluat ergibt also eine ununterbrochene Folge von Glockenkurven, und man hat nur dafür zu sorgen, dass das Material der ersten, fünften, neunten usw. Glockenkurve in dieselbe Vorlage gelangt, ebenso das der zweiten, sechsten, zehnten usw. Diese Betriebsweise des Apparates ist analog zu einer heute in der präparativen Gas-Chromatographie viel verwendeten. Sie hat gegenüber der Gegenstromextraktion mit zwei gegeneinander bewegten Phasen unter kontinuierlicher Gemischzufuhr in eine mittlere Kammer den Vorteil, dass auch Gemische mit mehr als zwei Komponenten in einem Arbeitsgang getrennt werden können.

In den beschriebenen Apparaten können sehr leicht Trennungen unter vollständigem Sauerstoffausschluss ausgeführt werden. Man leitet hierzu vor und während der Elution einen langsamen Strom eines indifferenten Gases durch das Rohr (19) (s. Fig. 1) unten in das Kammeraggregat ein. Durch das Rohr (12) tritt der Gasstrom aus der obersten Kammer aus.

Auch Phasen und Gemischsysteme, die stark zur Emulgierung neigen und in vielen Gegenstromapparaten aus diesem Grund nicht bearbeitet werden können, eignen sich für die hier beschriebenen Apparate.

In dieser Zeitschrift wurden aus unserem Institut kürzlich zwei Anwendungen derartiger Apparate mitgeteilt: Die Trennung stereoisomerer Thioxanthenoxide [4] und die Zerlegung der Pigmente grüner Blätter [5].

Die Autoren sind der CIBA AKTIENGESELLSCHAFT für finanzielle und gedankliche Unterstützung bei der Entwicklung dieser Apparate zu grossem Dank verpflichtet. Die CIBA AKTIENGESELLSCHAFT hat auch die Patentierung von Verfahren und Apparatur eingeleitet.

SUMMARY

A method of countercurrent distribution described ten years ago has been improved to get better resolution. Retaining the principle of fast establishment of liquid-liquid equilibrium without emulgation, the rotating aggregate of separating chambers is not held horizontal, but inclined at an angle of 45° . The light mobile phase flows in every chamber as a thin layer over the heavy stationary phase. The separation of mixtures is analogous to that in a chromatographic column. The number of chambers

can be easily increased to several hundred without complicating the handling of the apparatus. Another advantage consists in the complete absence of emulgations, even with systems or components that emulgate very easily. The apparatus can be operated under exclusion of oxygen.

Institut für organische Chemie der Universität Bern

LITERATURVERZEICHNIS

- [1] R. SIGNER *et al.*, «Eine Laboratoriumsapparatur zur multiplikativen Verteilung von Substanzen zwischen zwei nicht mischbaren Flüssigkeiten», *Dechema Monographien* 27, 32 (1956); R. SIGNER & M. STUDER, *Helv.* 43, 1427 (1960).
 [2] W. RITCHARD, *Helv.* 45, 1132 (1962).
 [3] H. HADWIGER, *Experientia* 9, 391 (1953); 19, 270 (1963); M. BRENNER *et al.* Abschnitt H «Theoretische Grundlagen» in «Dünnschichtchromatographie» von E. STAHL, Springer Verlag, Berlin 1962.
 [4] W. MICHAELIS, O. SCHINDLER & R. SIGNER, *Helv.* 49, 42 (1966).
 [5] H. ARN, E. C. GROB & R. SIGNER, *Helv.* 49, 851 (1966).

8. Die Röntgenstrukturanalyse von 17 β -Bromacetoxy-9 β , 10 α -androst-4-en-3-on¹⁾

von W. E. Oberhänsli²⁾ und J. Monteath Robertson

(14. XI. 66)

Dieses synthetische Steroid zeigt die 9 β , 10 α - oder Retro-Konfiguration und unterscheidet sich dadurch von der normalen, in der Natur vorkommenden 9 α , 10 β -Reihe. Diese erstmals von einer holländischen Arbeitsgruppe [1] synthetisierte Klasse von Steroiden zeigt zum Teil interessante pharmakologische Eigenschaften [2]. Es ist daher von Interesse, zu möglichst genauen strukturellen Informationen über diese neuartigen Steroide zu gelangen.

Kristalldaten. Die Kristalle des untersuchten Retrosteroids gehören dem orthorhombischen Kristallsystem an. Die Zellkonstanten wurden aus Oszillations- und WEISSENBERG-Aufnahmen bestimmt und sind:

$$a = 11,32 \text{ \AA} \quad b = 13,71 \text{ \AA} \quad c = 12,52 \text{ \AA} \quad (\text{alle } \pm 0,04 \text{ \AA})$$

Das Volumen der Elementarzelle errechnet sich zu 1943 \AA^3 .

Auf Grund der Auslöschungsbedingungen (für $h00$ wenn $h = 2n$, $0k0$ wenn $k = 2n$ und $00l$ wenn $l = 2n$) können die Kristalle der Raumgruppe $P2_12_12_1$ zugeordnet werden. Unter Annahme von 4 Molekeln pro Elementarzelle errechnet sich die Dichte der Kristalle zu 1,40 g/cm³, was einer mittels der Schwebemethode bestimmten Dichte von 1,37 g/cm³ gegenübersteht. Der lineare Absorptionskoeffizient der Verbindung für

¹⁾ Auszugsweise vorgetragen am 19. Februar 1966 vor der Schweizerischen Chemischen Gesellschaft in Basel. – Eine Probe des Steroids wurde uns freundlicherweise von Dres M. MÜLLER und A. FÜRST, F. HOFFMANN-LA ROCHE & Co. AG, Basel überlassen.

²⁾ Gegenwärtige Adresse: F. HOFFMANN-LA ROCHE & Co. AG, Basel. Allfällige, diese Veröffentlichung betreffende Korrespondenz sollte an W. E. OBERHÄNSLI gerichtet werden.