

phoroxychlorid bzw. durch aromatische Amine unterworfen werden. Es dürfte möglich sein, auf diesem Weg einen Einblick in die Struktur der erwähnten Kondensate zu erhalten.

### $\zeta$ - und $\eta$ -1,1,2,3,4,5,6-Heptachlor-cyclohexan.

(Kurze Mitteilung.)

Von

Hans Reutler und Fritz Semmler<sup>1</sup>.

(Eingelangt am 11. März 1954.)

Der räumliche Bau von  $\zeta$ - und  $\eta$ -1,1,2,3,4,5,6-Heptachlor-cyclohexan vom Schmp. 154° und 101° sowie anderer  $C_6H_5Cl_7$ -Isomere ist von *Riemschneider, Korl* und *Bös*<sup>2</sup> mittels relativer Konfigurationsbestimmung bestimmt worden, indem die genannten Autoren feststellten, aus welchen Stereoisomeren des 1,2,3,4,5,6-Hexachlor-cyclohexans  $\zeta$ - und  $\eta$ - $C_6H_5Cl_7$  bei der Chlorierung entstehen und in welche Oktachlor- bzw. Enneachlor-cyclohexane,  $C_6H_4Cl_8$  bzw.  $C_6H_3Cl_9$ , sie bei der Weiterchlorierung übergehen.  $\zeta$ - $C_6H_5Cl_7$  hat darnach die Konfiguration *ep.e.e.p.e.e*<sup>2</sup>,  $\eta$ - $C_6H_5Cl_7$  die Konfiguration *ep.e.p.e.e.p*<sup>2</sup>.

Da dielektrische Messungen zur Bestimmung der Konfiguration von halogenierten Cyclohexanen von zahlreichen Untersuchern<sup>3, 4</sup> mit Erfolg verwendet und die Dipolmomente von  $\zeta$ - und  $\eta$ - $C_6H_5Cl_7$  noch nicht bestimmt worden sind, haben wir entsprechende Versuche mit  $\zeta$ - und  $\eta$ - $C_6H_5Cl_7$  angestellt.

$\zeta$ - und  $\eta$ - $C_6H_5Cl_7$  stellten wir nach Angaben von *Riemschneider* und Mitarbeitern<sup>3, 5</sup> durch Chlorierung von  $\varepsilon$ -1,2,3,4,5,6-Hexachlor-cyclohexan her. Wir fanden für  $\zeta$ - $C_6H_5Cl_7$  vom Schmp. 153 bis 154° das Dipolmoment 1,2 D, für  $\eta$ - $C_6H_5Cl_7$  vom Schmp. 100° das Moment 0,7 D, gemessen in Benzol bei 24 bis 25° nach einer Methode, wie sie von *Hettand*<sup>3</sup> beschrieben worden ist (Apparatur von *R. G. Schneider*<sup>6</sup>).

Nach diesen Messungen ist für  $\zeta$ - $C_6H_5Cl_7$  die Konfiguration *ep.e.e.p.e.e*, für  $\eta$ - $C_6H_5Cl_7$  die Konfiguration *ep.e.p.e.e.p* in Betracht zu ziehen. Für die erstere berechneten wir das Dipolmoment 1,4 D,

<sup>1</sup> Anschrift: *F. Semmler*, Rostock, Binderstr. 10.

<sup>2</sup> *R. Riemschneider, H. Korl* und *R. Bös*, Ann. Chem. 580, 191 (1953); Angh. Chem. 64, 597 (1952).

<sup>3</sup> *E. Hettand*, Acta Chem. Scand. 2, 679 (1948).

<sup>4</sup> *K. K. Jatkar*, und *S. B. Kulkarni*, J. Indian Chem. Soc. 27, 273 (1950). *Y. Morino*, Bot. Kag. 15, 182 (1951). — *R. Riemschneider* und *A. Brand*, Mh. Chem. 84, 1240 (1953); 83, 1281 (1952).

<sup>5</sup> *R. Riemschneider*, Mitt. XIII (Manuskript 1951).

<sup>6</sup> *R. G. Schneider* und *H. Heuer*, Z. Naturforsch. 8 b, 695 (1953).

für die letztere das Moment 0,8 D. Unsere Ergebnisse stehen im Einklang mit der vor einigen Jahren von *Riemschneider*<sup>2</sup> durchgeführten relativen Konfigurationsbestimmung von  $\zeta$ - und  $\eta$ -C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Cl<sub>7</sub>.

Wir danken Herrn Dr. *R. G. Schneider*, Hamburg, für seine Unterstützung bei der Durchführung der dielektrischen Messungen.

## Eine Röntgenkleinwinkelinterferenz bei renaturiertem Seidengel.

(Kurze Mitteilung.)

Von

**O. Kratky, G. Porod, E. Schauenstein und A. Sekora.**

Aus dem Institut für theoretische und physikalische Chemie der Universität Graz.

Mit 2 Abbildungen.

(Eingelangt am 22. März 1954.)

Eine etwa 3%ige nach *Coleman* und *Howitt*<sup>1</sup> hergestellte wäßrige Lösung von renaturiertem Seidenfibroin (aus Kokonfäden von *Bombyx mori*) wurde bei Zimmertemperatur im Vakuum auf 20 Gewichtsprozent eingedunstet. In der erhaltenen klaren, ziemlich viskosen Lösung entstand innerhalb von mehreren Tagen eine Trübung und erfolgte Erstarrung zu gallertiger Konsistenz. Durch nachfolgende Austrocknung entstand daraus ein hornartiger fester Körper. Die röntgenographische Untersuchung der verschiedenen Stadien des Seidenfibroins von der 20%igen Lösung bis zum harten festen Körper führte zu teilweise überraschenden Feststellungen, über die hier kurz berichtet sei.

Von der klaren 20%igen Lösung erhält man ein Röntgenbild mit diffuser Kleinwinkelstreuung (Abb. 1). Der Versuch, das Diagramm als eine Lösung von verknäuelten Fadenmolekülen — im Sinne der Vorstellungen von *Signer*<sup>2</sup> über die Seidenlösung — auszuwerten, scheiterte, da der Auslauf der Streukurve, der bei Fadenmolekülen gemäß  $\frac{1}{\delta}$  erfolgen müßte<sup>3</sup>, nach einer zwischen 3 und 4 liegenden negativen Potenz von  $\delta$  abklingt (Abb. 1, Kurve 2).

Dieser Befund ist kaum anders als durch Annahme mehr globularer

<sup>1</sup> *D. Coleman* und *F. O. Howitt*, Proc. Roy. Soc. London, Ser. A **190**, 145 (1946).

<sup>2</sup> *R. Signer* und *G. Glanzmann*, J. Makromol. Chem. **5**, Nr. 3 (1951).

<sup>3</sup> *O. Kratky* und *G. Porod*, Rec. trav. chim. Pays-Bas **68**, 1106 (1949). — *G. Porod*, J. Polymer Sci. **10**, 157 (1953).