

weiteren 10 min ist die Reaktion beendet, das Gemisch erstarrt. Durch Zugabe von 33,6 g (0,6 mol) KOH in 50 ml Wasser werden die Basen freigesetzt. Man extrahiert das Gemisch 20 Std. mit Benzol. Fraktionierende Destillation liefert 12,9 g (40,3 %) Tryptamin ($K_p = 143-146^\circ\text{C}/0,75$ Torr, $F_p = 118^\circ\text{C}$, Hydrochlorid: $F_p = 251-253^\circ\text{C}$) neben 1,3 g (4 %) 1-(2-Aminoäthyl)indol (6) [$K_p = 125-126^\circ\text{C}/0,75$ Torr, $n_D^{20} = 1,6092$; IR: 3370 cm^{-1} (νNH_2); UV (Äthanol): $\lambda = 219\text{ nm}$ ($\epsilon = 28900$), 273 (5080), 280 (5130), 292 (4100); $^1\text{H-NMR}$: $\tau = 9,25$ (s); NH_2 : $\tau = 7,25$ (t); CH_2-NH_2 : $\tau = 6,15$ (t); CH_2-N (Indol): $\tau = 3,50$ (d); Indol- β -H: $\tau = 2,95$ (d); Indol- α -H: $\tau = 2,85-2,50$ (m); Hydrochlorid: $F_p = 213-214^\circ\text{C}$ (Zers.); Monopikrat (gelb): $F_p = 211$ bis 212°C ; Dipikrat (rot) $F_p = 160-162^\circ\text{C}$].

2-Methyltryptamin

20,0 g (0,15 mol) (3) ergeben nach Eintragen in 20,0 g (0,15 mol) (2) bei 110°C , Freisetzen mit 25,2 g (0,45 mol) KOH in 50 ml Wasser, 10-stünd. Extraktion mit Benzol und Destillation 23,3 g (87 %) 2-Methyltryptamin (4) vom $K_p = 155^\circ\text{C}/0,05$ Torr, $F_p = 107^\circ\text{C}$, Pikrat: $F_p = 218^\circ\text{C}$.

Eingegangen am 19. Dezember 1966 [Z 404]

[*] Prof. Dr. E. Pfeil und Dr. U. Harder
Chemisches Institut der Universität
355 Marburg, Bahnhofstraße 7

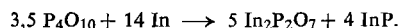
[1] U. Harder, E. Pfeil u. K. F. Zenner, Chem. Ber. 97, 510 (1964).

Synthese von Indiumphosphid aus Indium und Phosphorpentoxid

Von M. Kuisl[*]

Indiumphosphid besitzt als $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$ -Verbindung Interesse als Halbleitermaterial[1]. Die erstmalige Darstellung gelang Iandelli[2] durch 350- bis 400-stündige Reaktion der Elemente im verschlossenen Rohr bei 700°C . Wir haben gefunden, daß Phosphorpentoxid in wesentlich kürzerer Zeit mit Indium zu Indiumphosphid reagiert.

Die Reaktion verläuft bei 850°C innerhalb 8 Stunden nach der Gleichung



Indiumspäne und Phosphorpentoxid werden unter Feuchtigkeitsausschluß in eine Quarzampulle eingewogen und vermischt, die Ampulle abgeschmolzen und erhitzt. Die Produkte können durch Sublimation des InP oberhalb 650°C im Hochvakuum getrennt werden. Bei nicht-stöchiometrischem Verhältnis der Ausgangssubstanzen erhält man keine weiteren Indium-Phosphat-Verbindungen. Setzt man mehr Metall zu, so bleibt der Überschuß auch nach 100 Stunden unangegriffen. Ist zuviel P_4O_{10} vorhanden, so entsteht Phosphor, der sich als gelber bis roter Beschlag an den Ampullenwänden absetzt und sich beim Öffnen der Ampulle entzünden kann. Um reines InP zu erhalten, wird man daher von einem Überschuß an Indium ausgehen, da Indium bei 650°C noch keinen merklichen Dampfdruck aufweist, während Phosphor bei dieser Temperatur ins Sublimat gelangen kann.

Charakterisiert wurde InP durch Debye-Scherrer-Diagramme. $\text{In}_2\text{P}_2\text{O}_7$ entsteht in Form weißer Kristalle, die sich in Säuren langsam unter Gasentwicklung lösen. Für das Vorliegen eines P_2O_7 -Anions spricht neben der Elementaranalyse das IR-Spektrum. Lage und Intensität der IR-Banden stimmen bis auf 20 bis 30 cm^{-1} mit denen von $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ [3] überein. In der Formel $\text{In}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ist das Indium formal zweiwertig, analog zu In_2Br_4 und Ga_2Cl_4 kann man aber die Zusammensetzung $\text{In}^{\text{III}}\text{In}^{\text{III}}\text{P}_2\text{O}_7$ annehmen. ESR-Messungen[4] scheinen das zu bestätigen.

Eingegangen am 13. Dezember, ergänzt am 23. Dezember 1966 [Z 400]

[*] Dr. M. Kuisl
Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft
AEG-Telefunken, Forschungsinstitut
79 Ulm, Postfach 627

[1] H. Welker, Z. Naturforsch. 7a, 744 (1952); 8a, 248 (1953).

[2] A. Iandelli, Gazz. chim. ital. 71, 58 (1941).

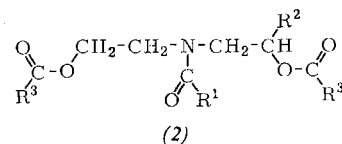
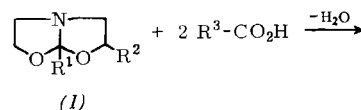
[3] W. Bues u. H. W. Gehrke, Z. anorg. allg. Chem. 288, 291 (1956).

[4] Für die Messung und Diskussion der ESR-Spektren danke ich Prof. H. Ch. Wolf und Dr. D. Schmid, Technische Hochschule Stuttgart.

Reaktion bicyclischer Amidacetale mit Carbonsäuren und Carbonsäureanhydriden

Von R. Feinauer[*]

Kürzlich berichteten Brechbühler et al.[1] über eine neue Veresterungsmethode durch Umsetzung von Carbonsäuren mit Acetalen des *N,N*-Dimethylformamids. Die aus Epoxiden und Δ^2 -Oxazolinen neuerdings gut zugänglichen bicyclischen Amidacetale (1)[2] reagieren mit Carbonsäuren oder Carbonsäureanhydriden analog unter Bildung von Esteramiden (2) des Diäthanolamins.

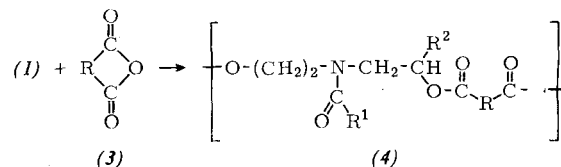


Man erhitzt die Komponenten unter Anwendung eines 5-fachen Überschusses an Carbonsäure oder Anhydrid ohne Lösungsmittel 2 Std. auf 120°C und isoliert die Esteramide durch Destillation. Die Produkte sind zähflüssige Öle, deren Strukturen sich aus Elementaranalysen, Molekulargewichtsbestimmungen und den IR-Spektren ergeben.

R ¹	R ²	R ³	(2), Ausb. (%)	(2), K _p (°C/Torr)	(2), n _D ²⁰
-C ₂ H ₅	-C ₆ H ₅	-H	60	198/0,4	1,5152
-C ₂ H ₅	-C ₆ H ₅	-CH ₃	95 [a]	177/0,1	1,5052
-C ₂ H ₅	-C ₆ H ₅	-C ₂ H ₅	66	179/0,1	1,5038
-C ₂ H ₅	-CH ₂ OC ₆ H ₅	-H	92	228-230/1,7	1,5159
-C ₂ H ₅	-CH ₂ OC ₆ H ₅	-CH ₃	92 [a]	205/0,3	1,5052
-C ₂ H ₅	-CH ₂ OC ₆ H ₅	-C ₂ H ₅	84	207/0,1	1,5055
-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	-CH ₃	82	245/1	1,5450

[a] Bei Verwendung von Essigsäureanhydrid

Erwärmt man äquimolare Mengen der bicyclischen Amidacetale (1) mit Dicarbonsäureanhydriden (3) 2 Std. unter Rühren und Überleiten von trockenem Stickstoff auf 120 bis 140°C , so erhält man in einer rasch und ohne Katalysator ablaufenden Polyadditionsreaktion lineare Polyesteramide der Struktur (4). Sie werden zur Reinigung aus Chloroform/Äther (1:10 v/v) umgefällt. Ihre Struktur ergibt sich aus Elementaranalyse, Molekulargewichtsbestimmung und IR-Spektren.



Verwendet man an Stelle der Dicarbonsäureanhydride (3) Dicarbonsäuren, so erhält man niedermolekulare Kondensate der Struktur (4). Bei Temperaturerhöhung oder Ver-