

Wird nach „Methode A“ in Schwefelkohlenstoff-Lösung gearbeitet, so resultiert eine blasige, spröde Masse von grüner Farbe, aus der sich die Indolbase nur in minimaler Menge wiedergewinnen läßt.

N-Methyl-indol und Aluminiumbromid.

1 g *N*-Methyl-indol, in Ligroin gelöst, wurde mit einer ebensolchen Lösung von 2.8 g AlBr_3 unter Kühlung tropfenweise versetzt. Es schied sich sofort ein rötlichweißer Niederschlag ab, der unter Feuchtigkeits-Ausschluß abgesaugt, mit Ligroin gewaschen und im Vakuum-Exsiccator getrocknet wurde. Ausbeute 2 g.

0.4263 g Sbst.: 0.0552 g Al_2O_3 , 0.3452 g Ag.

AlBr_3 , ($\text{C}_8\text{H}_9\text{N}$). Ber. Al 7.08. Gef. Al 6.87. — Al:Br = 1:2.96.

Durch Zersetzen der in Benzol aufgeschlämmten Additionsverbindung mit Kalilauge wurde eine gelbliche Benzol-Lösung erhalten, aus der mittels Pikrinsäure das Pikrat des *N*-Methyl-indols gefällt werden konnte.

Bis-[α -methyl- β -indyl]-methen und Zinn(IV)-chlorid.

Darstellung nach Methode A: Die feingepulverte Substanz wurde in Schwefelkohlenstoff aufgeschlämmt und mit einer Lösung von SnCl_4 in Schwefelkohlenstoff versetzt. Nach 90-stdg. Stehen im Eisschrank wurde das Lösungsmittel im Vakuum bei gewöhnlicher Temperatur abgedampft. Das orangerote Reaktionsprodukt schnielt scharf bei 201° .

0.5794 g Sbst.: 0.1665 g SnO_2 , 0.4588 g Ag.

SnCl_4 , ($\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{N}_2$). Ber. Sn 22.88. Gef. Sn 22.63. — Sn:Cl = 1:3.85.

Durch Zersetzen der Additionsverbindung mit Ammoniak und Kalilauge wurde der unveränderte Methenkörper regeneriert.

70. Ad. Grün:
Zur quantitativen Bestimmung der Aceton-Gruppe.

(Eingegangen am 17. Dezember 1928.)

In Heft 10 des Jahrgangs 1928 dieser „Berichte“ beschreibt Hr. Horst Elsner¹⁾ eine Bestimmung der Aceton-Gruppe in Aceton-Zuckern darin bestehend, daß die zu analysierende Verbindung gespalten, das Aceton abdestilliert und im Filtrat nach Messinger titriert wird. Er gibt an, daß eine analoge Atomgruppen-Bestimmung für die Derivate der mehrwertigen Alkohole bereits von mir und Limpächer²⁾ ausgearbeitet wurde, bei der nach der Spaltung des Substrats das Aceton direkt, d. h. ohne vorhergehendes Abdestillieren, auf Grund der quantitativen Überführung in Jodoform titriert werden kann. Der betreffende Passus lautet:

„Allein die direkte Anwendung dieser Methode in einer Form, wie sie von A. Grün und R. Limpächer für die Aceton-Gruppen-Bestimmung in den Aceton-Derivaten mehrwertiger Alkohole vorgeschlagen ist, war ausgeschlossen, da ja das zur Verwendung gelangende Hypojodit nach R. Willstätter und G. Schudel auf Aldosen in definierter Weise einwirkt.“

¹⁾ B. 61, 2364 (1928).

²⁾ B. 59, 695 (1926).

Diese Äußerung klingt so, als ob Limpächer und ich die Anwendung der Methode auf die Aceton-Derivate von Zuckern überhaupt nicht in Betracht gezogen oder die Notwendigkeit einer entsprechenden Modifizierung außer acht gelassen hätten. Demgegenüber zitiere ich einfach das Einschlägige aus der in Rede stehenden Mitteilung von mir und Limpächer:

„Wir glauben, daß sich die Methode auch bei anderen mehrwertigen Alkoholen und ihren Derivaten als nützlich erweisen wird. Selbstverständlich wird man aber bei der Übertragung nicht rein schematisch verfahren dürfen. Schon in einer homologen Reihe, wie bei den Monoglyceriden, zeigen sich ja Unterschiede in der Reaktionsfähigkeit, die eine Anpassung dieser oder jener Versuchsbedingung erforderlich machen. In noch höherem Maße gilt das natürlich von Verbindungen, die neben der Dimethylmethylene-dioxy-Gruppe auch noch andere mit Hypojodit reagierende Substituenten aufweisen.“ „Ist aber der andere Substituent reaktionsfähiger, wie z. B. die Aldehyd-Gruppe von Zuckern (vergl. die Aldosen-Bestimmung nach Willstätter und Schudel), so ist natürlich ein anderer Ausweg nötig. Soweit unsere Beobachtungen reichen, wird es speziell in diesem Falle das einfachste sein, nach der Spaltung des Aceton-Zuckers seine Komponenten auf Grund der Flüchtigkeit des Acetons zu trennen. Obwohl es kaum erst nötig schien, haben wir uns doch vergewissert, daß Aceton aus Zucker-Lösungen bereits mit einer verhältnismäßig geringen Menge Wasser ohne Verlust abfraktioniert und im Destillat quantitativ bestimmt werden kann.“

Grenzach, Dezember 1928.

Berichtigung.

Jahrg. 62, Heft 1, S. 292, Anmerkung (1) lies „Wills“ statt „Mills“