

Darstellung von Dibrom-formoxim aus Knallquecksilber: 38 g Knallquecksilber werden in ca. 300 ccm 1-n. Bromwasserstoffsäure suspendiert und innerhalb 30 Min. 20 ccm Brom unter Röhren und Eiskühlung zugetropft. Das Gemisch wird dann filtriert, auf das doppelte Volumen verdünnt und 3-mal ausgeäthert, der Äther mit CaCl_2 getrocknet und entfernt. Im Vakuum geht nach einem kleinen gelben Vorlauf das Dibrom-formoxim zwischen 73° und 75° bei 14 mm Druck in die vorgelegte Ente über. Ausbeute 30—32 g.

Darstellung von Tribrom-nitroso-methan aus Knallquecksilber: In eine eisgekühlte Hypobromit-Lösung, die man aus 60 g Ätzkali 50 ccm Brom und 700 ccm Wasser frisch bereitet, trägt man unter guter Rührung portionsweise innerhalb 10 Min. 38 g Knallquecksilber ein. Das Tribrom-nitroso-methan sammelt sich auf dem Boden des Kolbens an. Die überstehende hellbraune Lösung wird sofort abgegossen und das blaue Öl mehrmals mit Wasser gewaschen. Tribrom-nitroso-methan siedet bei 14 mm Druck zwischen 36 — 38° ; die Badtemperatur soll 50° nicht übersteigen, da sonst merkliche Zersetzung eintritt. Ausbeute durchschnittlich 30 g (40% d. Th.). Der Destillations-Rückstand besteht zum allergrößten Teil aus Dibrom-furoxan (Schmp. 51°) und Tetrabrom-methan.

Es ist mir eine angenehme Pflicht, Hrn. Prof. Dr. W. Prandtl und Hrn. Geheimrat Dr. H. Wieland für ihr dieser Arbeit erwiesenes Interesse zu danken.

15. A. Miekeley: Bemerkung zur Existenz der α -Diamylose.

[Aus d. Kaiser-Wilhelm-Institut für Lederforschung, Dresden.]

(Eingegangen am 30. November 1931.)

Meine experimentell begründeten Zweifel an der Existenz der α -Diamylose¹⁾ beantworten H. Pringsheim, A. Weidinger und H. Sallentien²⁾ mit der Hypothese, daß Diamylose nur in Gegenwart von gebundenem Alkohol beständig sein soll. Der Alkohol (2%) soll in Form einer nicht dissoziierenden Molekülverbindung mit Diamylose vorliegen. Es müßte also eine komplizierte stabile Molekülverbindung von hohem Molekulargewicht (mindestens 1 Mol. Alkohol auf 7 Mol. Diamylose, Molekulargewicht = 2300) vorliegen. Trotzdem soll aber die alkohol-haltige Diamylose in wäßriger Lösung das richtige Molekulargewicht der alkohol-freien Diamylose ergeben. Bei Rückflußkochung oder bei wochenlangem Stehen der wäßrigen Lösung soll die Diamylose beständig sein infolge des gebundenen Alkohols, dagegen soll sie diesen (nicht dissoziierenden!) Alkohol beim Eindunsten der wäßrigen Lösung abgeben und deshalb in Tetraamylose übergehen. Ich bin der Meinung, daß diese widerspruchsvollen Befunde nicht geeignet sind, die fragliche Existenz der Diamylose irgendwie zu sichern.

¹⁾ B. 63, 1957 [1930].

²⁾ B. 64, 2117 [1931].