

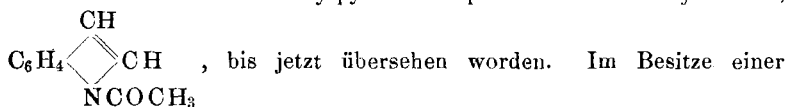
zustellen. Es wird ferner nicht ohne Interesse sein, nachzusehen, ob das Diamin (oder seine Salze) in verschiedenen geometrisch-isomeren Formen auftreten kann, da es zwei gleichwerthige asymmetrische Kohlenstoffatome enthält.

Bologna. Laboratorium des Prof. G. Ciamician, 20. April 1890.

197 C. Zatti und A. Ferratini: Ueber die Acetylderivate des Indols.

(Eingegangen am 10. Mai; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Obwohl die Acetylindole schon öfters untersucht worden sind, so ist doch das dem *n*-Acetylpyrrol entsprechende *n*-Acetylindol,



grösseren Menge aus α -Indolcarbonsäure¹⁾ bereiteten Indols haben wir die Versuche wiederholt und es ist uns gelungen, die gesuchte Verbindung aufzufinden.

Wenn man das in üblicher Weise bereitete Einwirkungsproduct von Essigsäureanhydrid auf Indol durch Destillation im Vacuum vom überschüssigen Anhydrid befreit und dann im Dampfstrom destillirt, so erhält man eine gelbliche, ölige Flüssigkeit, die auf keine Weise zum Erstarren gebracht werden kann. Zur vollkommenen Trennung dieses Körpers von den anderen festen und minder flüchtigen Acetylindolen haben wir die Dampfdestillation des übergegangenen Oeles wiederholt, das letztere, durch Ausäthern, vom Wasser getrennt und nach dem Trocknen unter vermindertem Drucke destillirt. Es siedet bei einem Drucke von circa 14 mm bei 152—153°. Seine Dämpfe zeigen die Fichtenspanreaction und haben einen schwachen an die übrigen Acetylderivate des Indols und des Pyrrols erinnernden Geruch.

Da es selbst bei stark vermindertem Drucke nicht ganz ohne Zersetzung siedet, so haben wir bei der Analyse nicht sehr scharfe Zahlen erhalten.

	Gefunden		Ber. für C ₁₀ H ₉ NO
	I.	II.	
C	76.35	76.09	75.47 pCt.
H	5.83	5.95	5.66 »

¹⁾ Diese Berichte XXII, 1976.

Sein Verhalten gegen siedende Alkalien bewies jedoch zur Genüge, dass die gesuchte Verbindung vorlag. Kocht man nämlich das *n*-Acetylintol mit mässig starker Kalilauge, so scheidet sich Indol aus, welches an seinem Schmelzpunkt erkannt wurde, und in der alkalischen Flüssigkeit kann man mit Leichtigkeit die Gegenwart von Essigsäure nachweisen.

Die ursprüngliche, durch Dampfdestillation vom *n*-Acetylintol befreite, wässrige Lösung giebt beim Erkalten eine krystallinische Ausscheidung, welche die beiden schon bekannten Acetylintole in fast gleichen Mengen enthält. Dieser Befund schien uns etwas befremdend, da es bekannt ist¹⁾, dass die ursprüngliche Reaktionsmasse, bei Verarbeitung mit wasserfreien Lösungsmitteln, fast ausschliesslich das β -*n*-Diacetylintol liefert. Zur Aufklärung dieser Beobachtungen haben wir das reine β -*n*-Diacetylintol längere Zeit mit Wasser am Rückflusskühler gekocht und haben gefunden, dass nicht nur kohlen saure Alkalien, sondern auch Wasser die am Stickstoff gefundene Acetylgruppe abspaltet und das β -*n*-Diacetylintol in das β -Acetylintol verwandelt. Wir glauben aus unseren Versuchen den Schluss ziehen zu können, dass bei der Einwirkung des Essigsäureanhydrids auf Indol nur β -*n*-Diacetylintol und *n*-Acetylintol gebildet werden; bei Anwendung wasserhaltiger Lösungsmittel wird das erstere zum Theil in β -Acetylintol verwandelt, welches deshalb unter den Reactionsproducten zuweilen angetroffen wird. Es ist vielleicht möglich, dass ähnliche Verhältnisse auch bei der Acetylierung des Pyrrols obwalten, und dass man bis jetzt das α -*n*-Diacetylpyrrol nur deshalb noch nicht erhalten hat, weil dieser Körper noch leichter als das entsprechende Indolderivat durch kochendes Wasser zerlegt wird.

Wir stellen, der leichteren Uebersicht halber, die bis jetzt bekannt gewordenen Acetyl derivate des Indols in der folgenden Tabelle zusammen:

	Schmelzpunkt.	Siedepunkt.	Verhalten.
β -Acetylintol . . .	190–191°	—	Wird weder von Wasser noch von Alkalien zerlegt.
β - <i>n</i> -Diacetylintol .	150–151°	—	Liefert durch Kochen mit Alkalien oder mit Wasser das β -Acetylintol.
<i>n</i> -Acetylintol . . .	flüssig	152–153° bei 14 mm	Wird beim Kochen mit Kalilauge in Indol und Essigsäure gespalten.

Zum Schlusse sei noch erwähnt, dass wir das β -Acetylintol durch Kochen mit Benzaldehyd in Gegenwart von Kalilauge zu condensiren

¹⁾ Diese Berichte XXII, 1978.

versucht haben. Die Vereinigung der beiden Körper geht mit ziemlicher Leichtigkeit vor sich, und aus der erkalteten, festen Reactionsmasse, die von der wässrigen Lauge durch Filtration gesondert wird, erhält man durch Umkrystallisiren aus siedendem Alkohol gelbe, glänzende Blättchen, die bei 229—231° schmelzen. Dieselben stellen das β -Cinnamylindol dar, welches vollkommen der analogen aus dem α -Acetylpyrrol gewonnenen Verbindung entspricht. Die Analyse bestätigte die erwartete Zusammensetzung der neuen Verbindung:

	Gefunden	Ber. für $C_{17}H_{13}NO$
C	82.63	82.59 pCt.
H	5.63	6.26 »

Wir haben auch versucht, das β -Acetylindol durch Oxydation mit Kaliumpermanganat in eine der Pyrrylglyoxylsäure entsprechende Ketonsäure überzuführen, doch sind unsere Versuche bis jetzt erfolglos geblieben.

Bologna, den 20. April 1890. Laborat. des Prof. G. Ciamician.

198. L. Spiegel: Zur Salpetersäurebestimmung nach Schulze-Tiemann.

(Eingegangen am 28. April.)

In einer vor mehreren Jahren veröffentlichten Abhandlung über die Bestimmung der Salpetersäure im Trinkwasser¹⁾ habe ich bei Besprechung des Schulze-Tiemann'schen Verfahrens ziffermässig nachgewiesen, dass genaue Resultate mit demselben nur dann zu erzielen sind, wenn gegen Ende des Processes das im Zersetzungskolben befindliche Gas durch einen Kohlensäurestrom verdrängt wird. Die dort angeführten Versuche ergaben, dass ein Fehler von mindestens 3 pCt. der wirklich vorhandenen Salpetersäure die Folge ist, wenn nach Tiemann's Vorschrift gearbeitet wird, und dass der Fehler sich noch vergrößert, wenn eine andere, im entgegengesetzten Sinne wirkende Fehlerquelle, nämlich der Luftgehalt der anzuwendenden Agentien, vermieden wird. Hr. Tiemann hat sich in der neuen Auflage seiner »Wasseruntersuchung« über die in dieser Beziehung mehrfach gemachten Vorschläge hinweggesetzt mit der durch Versuchszahlen leider nicht belegten Behauptung, er habe ebenso gute Resultate durch nochmalige

¹⁾ Zeitschr. für Hygiene 1887, 163.