

nicht schon während desselben die Ausscheidung des Salzes beginnen soll. Bei Verwendung grösserer Mengen Superoxyd auf ein Mal lässt sich letztere noch schwieriger vermeiden. Nach 6 stündigem Stehen in der Kälte wurde das Salz filtrirt und weiter wie die Salzsäureverbindung behandelt.

Es wurden bestimmt:

1. Der Gesamtverlust, den die Substanz beim Erhitzen bis zum beginnenden Schmelzen erleidet und zwar im Luftstrom zu 17.2 pCt., im Kohlensäurestrom zu 17.2 pCt.

2. Das beim Schmelzen im Luftstrom entweichende Wasser durch Absorption im Chlorcalciumrohr zu 10.3 pCt. (Anordnung wie oben unter 5); der Kohlensäure-Apparat nahm nur minimal zu).

4. Der Natrium-Gehalt in der ursprünglichen Substanz zu 23.5 pCt., im Schmelzrückstand zu 28.3 pCt. Für Natriumacetat errechnet sich 28.0 pCt.

5. Der beim Erwärmen entweichende Sauerstoff:

a) durch Erhitzen im Kohlensäurestrom und Auffangen des Sauerstoffs über Kalilauge zu 6.9 pCt.

b) aus der Differenz zwischen Gesamtverlust beim Schmelzen (1) und Gewicht des entweichenden Wassers (2) zu 6.9 pCt.

Demnach stehen Natriumacetat, wirksamer Sauerstoff und Wasser in der analysirten Probe im Verhältniss

$$82.8 : 6.9 : 10.3,$$

während für eine Verbindung der Zusammensetzung



sich dieses Verhältniss zu 82.8 : 8.2 : 9.1 berechnet.

Hrn. cand. chem. Walter Beckh, welcher mich bei dieser Arbeit auf's Eifrigste unterstützte, sage ich meinen besten Dank.

149. Julius Tafel: Ueber die Oxydation hydrirter Chinoline.

[Mittheilung aus dem chemischen Institute der Universität Würzburg.]

(Eingegangen am 15. März; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Das Tetrahydrochinolin kann, wie ich im letzten Jahre¹⁾ mitgetheilt habe, durch Erhitzen mit einer concentrirten Lösung von Mercuriacetat ziemlich glatt in Chinolin verwandelt werden. Ich habe die Verwendbarkeit der Methode an einigen Derivaten des Chinolins prüfen lassen und möchte kurz über die Resultate berichten.

¹⁾ Diese Berichte 25, 1620.

Aus bz. 3-Methyltetrahydrochinolin, welches durch Reduction von *p*-Toluchinolin mit Zinn und Salzsäure bereitet und als Acetylverbindung durch Destillation von unveränderter Base getrennt worden war, hat Hr. cand. chem. Moses Kann, genau nach der beim Chinolin gegebenen Vorschrift arbeitend, 50 pCt. der theoretisch berechneten Menge bz. 3-Methylchinolin gewonnen.

Analyse: Ber. für $C_{10}H_9N$.

Procente: C 83.92, H 6.29, N 9.79.

Gef. » » 83.75, » 6.65, » 9.74.

Aus bz. 1-Methyltetrahydrochinolin hat ebenfalls Hr. Kann das entsprechende Chinolin dargestellt in einer Ausbeute, welche 60 pCt. der theoretisch zu erwartenden Menge erreichte.

Analyse: Ber. für $C_{10}H_9N$.

Procente: C 83.92, H 6.29, N 9.79.

Gef. » » 83.78, » 6.44, » 9.87.

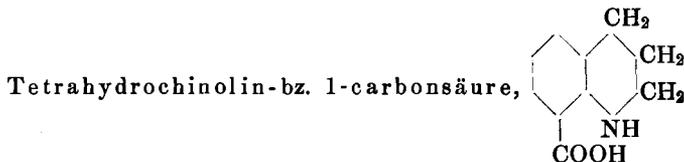
Tetrahydrochinaldin hat Hr. Ignaz Vogel oxydirt. Er erhielt 41 pCt. der theoretisch errechneten Menge.

Analyse: Ber. für $C_{10}H_9N$.

Procente: C 83.92, H 6.29, N 9.79.

Gef. » » 84.13, » 6.61, » 9.66.

Um auch eine hydrirte Chinolincarbonsäure in ihrem Verhalten gegen Quecksilbernitrat kennen zu lernen, hat Hr. Vogel aus der Orthochinolinbenzcarbonsäure¹⁾ durch Reduction mit Zinn und Salzsäure die bisher nicht beschriebene:



dargestellt und aus Ligroin umkrystallisirt.

Analyse: Ber. für $C_{10}H_{11}NO_2$.

Procente: C 67.79, H 6.21, N 7.91.

Gef. » » 67.46, » 6.60, » 8.11.

Die Säure schmilzt bei 163^0 (uncorr.) und sublimirt bei höherer Temperatur unzersetzt. Sie löst sich in heissem Wasser sehr schwer, leicht in Alkohol, Aether, Benzol, Chloroform und Schwefelkohlenstoff. Aus heissem Ligroin krystallisiren farblose Nadeln. Die neutralen, wie die alkalischen Lösungen der Säure zeigen prächtige, blaue Fluorescenz. Die wässrige Lösung liefert mit verdünnter Schwefelsäure und Oxydationsmitteln einen braunrothen Niederschlag oder eine ebensolche Färbung.

¹⁾ Skraup, Monatsh. 2, 518.

Beim Erhitzen dieser Tetrahydro-bz. 1-Chinolincarbonsäure mit Quecksilberacetat entstand in der Hauptsache unter Kohlensäureabspaltung Tetrahydrochinolin, dessen Platindoppelsalz analysirt wurde.

Analyse: Ber. für $(C_9H_8N)_2PtCl_6, H_2O$.

Procente: H_2O 2.60.

Gef. » » 2.71.

Ber. für $(C_9H_8N)_2PtCl_6$.

Procente: Pt 29.41.

Gef. » » 29.39.

bz. 1-Chinolincarbonsäure konnte nur in ganz geringer Menge aus der Reaktionsmasse isolirt werden. Sie wurde an ihrem Schmelzpunkt (187°) erkannt.

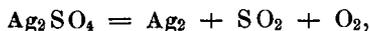
Hr. cand. chem. Kann hat endlich versucht, die Oxytetrahydrochinoline oder deren Methyläther in die nicht hydrirten Körper überzuführen; bisher ohne Erfolg, die Oxydation verlief stets in anderer Richtung.

150. Moses Kann und Julius Tafel: Ueber die Oxydation hydrirter Indole.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Würzburg.]
(Eingegangen am 15. März; vorgetragen in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Im Anschluss an die in der vorstehenden Abhandlung beschriebenen Versuche haben wir nach einer Methode gesucht, auch die hydrirten Indole in die nicht hydrirten zurückzuverwandeln. Dazu sind weder Quecksilberacetat noch Silberacetat¹⁾ verwendbar. Beide Reagenzien wirken zwar sehr leicht auf Hydroindole ein, aber die Oxydation verläuft dabei nur zum kleinsten Theil in der gewünschten Richtung. Als einzig wirklich brauchbares Mittel haben wir bisher die Destillation des betreffenden Hydroindols mit der berechneten Menge Silbersulfat kennen gelernt.

Das Silbersulfat zersetzt sich dabei nach der Gleichung:



sodass also auf zwei Moleküle der Base nur ein Molekül Silbersulfat nothwendig ist. Wir haben unsere Versuche nicht mit dem Dihydroindol selbst, sondern mit den leichter zugänglichen Methylderivaten desselben, dem Dihydromethylketol und dem Dihydroskatol ausgeführt.

Oxydation von Dihydromethylketol: 5 g der Hydrobase wurden mit 6.5 g Silbersulfat und so viel trockener Kieselguhr (circa 2 g) verrieben, dass eine pulverige Masse entstand. Diese wurde in

¹⁾ Diese Berichte 25, 1620.