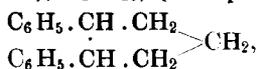


wasserstoffes anzusprechen. Wir haben dies auch dadurch festgestellt, dass beide durch Reduction mit Jodwasserstoffsäure in das gleiche Diphenylcyclopentan¹⁾, $C_{17}H_{16}$, (Schmp. 47°),



übergeführt wurden.

Der als 7-Methylstilben bezeichnete Kohlenwasserstoff, $C_{15}H_{14}$, der aus der Spaltung des Ketoenols mit concentrirter Kalilauge hervorgeht²⁾, ist von Klages³⁾ und vor kurzem auch von Hell⁴⁾ in anderer Weise dargestellt worden. Wir zweifeln nicht, dass unser Kohlenwasserstoff, $C_{15}H_{14}$, und das Dibromid, $C_{15}H_{14}Br_2$, identisch sind mit den entsprechenden Verbindungen aus Desoxybenzoin und Methylmagnesiumjodid bezw. aus Acetophenon und Benzylmagnesiumchlorid, obgleich geringe Abweichungen in den Schmelzpunktsangaben bestehen; Schmelzpunkt des Kohlenwasserstoffes 81°, bezw. 82—83°; Schmelzpunkt des Dibromids 127° unter Zersetzung bezw. 134—135°.

174. D. Vorländer und O. Apelt: Darstellung von Indol aus Indoxyl.

[Mittheilung aus dem chem. Institut der Universität Halle a. S.]

(Eingegangen am 14. März 1904.)

Das Indol ist trotz der interessanten Synthesen, welche im Laufe der Jahre bekannt geworden sind, noch immer ein recht schwer zugänglicher Körper. Wir möchten daher die Aufmerksamkeit darauf lenken, dass man Indol mit guter Ausbeute durch Reduction von Indoxylsäure oder von Indoxyl in alkalischer Lösung darstellen kann. Das Hydroxyl des Indoxyls wird bei der Reduction durch Wasserstoff ersetzt. Dieser Weg schliesst sich an die zuerst von A. von Baeyer aufgefundene Darstellungsmethode des Indols durch Zinkstaubdestillation⁵⁾ an, vermeidet jedoch die durch hohe Temperatur bedingte Zersetzung des Indoxyls.

Wir erhitzen eine Lösung von 10 g Indoxylsäure-Natronschmelze⁶⁾ in 100 ccm Wasser unter Luftabschluss zum Sieden, um die Indoxyl-

¹⁾ Japp, Burton und Lander, loc. cit.

²⁾ Diese Berichte 36, 1495 [1903]. ³⁾ Diese Berichte 35, 2648 [1902].

⁴⁾ Diese Berichte 37, 458 [1904].

⁵⁾ Ann. d. Chem., Suppl. 7, 56 [1871].

⁶⁾ Vergl. diese Berichte 35, 1702 [1902].

säure in Indoxyl zu verwandeln, und tragen in die auf 60–70° abgekühlte Lösung Natriumamalgam ein, bis eine Probe der Flüssigkeit sich an der Luft nicht mehr blau färbt. Alsdann wird die Flüssigkeit mit Kohlendioxyd gesättigt und im Kohlendioxydstrom mit Wasserdampf destillirt. Das Indol geht theils krystallinisch über (Schmp. 52°), theils bleibt es im Destillat gelöst und kann als Pikrat abgeschieden werden. Man erhält im Ganzen etwa 55 pCt. vom Gewicht des Indigos, der sich aus der wässrigen Lösung der angewandten Indoxylsäureschmelze durch Luft ausblasen lässt.

Ebenso leicht verläuft die Reduction des Indoxyls, wenn man in die kochende, mit Kalilauge verdünnte Lösung der Indoxylsäureschmelze Zinkstaub einträgt. Etwas geringer war die Ausbeute an Indol, als die Indoxylsäure reducirt wurde, bevor sie in Indoxyl übergeführt war. Im Rückstande von der Wasserdampfdestillation befinden sich andere Reductionsproducte des Indoxyls, welche wir noch nicht untersucht haben.

Die Indoxylsäure-Natronschmelze war aus Phenylglycin-*o*-carbonsäure und Natriumhydroxyd nach Heumann bereitet worden und enthielt eine kleine Menge Indol (2 pCt. des Indigos).

Aus *N*-Methylindoxylsäure³⁾ haben wir durch Reduction in alkalischer Lösung das ölige *N*-Methylindol⁴⁾ gewonnen.

175. Arthur Stähler und Bruno Denk: Ueber das Zirkoniumtetrajodid, ZrJ_4 .

[Aus dem I. chemischen Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 9. März 1904.)

Bei der Analogie zwischen Zirkonium und Titan war zu vermuthen, dass das Zirkonjodid in noch höherem Maasse als das entsprechende Bromid und Chlorid gegen Feuchtigkeit empfindlich sein würde. Mit dieser Voraussetzung harmoniren aber nicht einige Angaben, welche vor etwa acht Jahren³⁾ Dennis und Spencer über das von ihnen zuerst erhaltene Zirkontetrajodid machen.

¹⁾ Diese Berichte 35, 1700 [1902]. Der dort genannte, bei 88° schmelzende Indoxylsäureester ist der Aethyl ester der *N*-Methylindoxylsäure; vergl. Diss. von M. Popp [1902] und von O. Apelt [1904].

²⁾ E. Fischer und Hess, diese Berichte 17, 562 [1884]; Lipp, ebenda 17, 2510 [1884].

³⁾ Journ. Amer. Soc. 20, 321 [1896]; Chem. Centralbl. 1896 II, 651.