

Versuch 1: Angewandt 4.3930 g Phosphorsäure von 91.18 % und 0.7416 g Flußsäure von 36.35 %; $\frac{1}{5}$ der neutralisierten Lösung gab über das Silberphosphat 0.7378 g $Mg_2P_2O_7$; es waren also 81.10 % der angewandten Phosphorsäure unverändert erhalten geblieben.

Versuch 2: Angewandt 4.3171 g Phosphorsäure von 96.72 % und 0.6795 g Flußsäure von 36.35 %; $\frac{1}{5}$ der Lösung = 0.7679 g $Mg_2P_2O_7$; erhalten geblieben 80.97 % der Phosphorsäure.

Versuch 3: Angewandt 3.4147 g Phosphorsäure von 91.18 % und 0.8086 g Flußsäure von 36.35 %; $\frac{1}{5}$ der Lösung = 0.5500 g $Mg_2P_2O_7$; erhalten geblieben 77.77 % der Phosphorsäure.

Versuch 4: Angewandt 2.7494 g Phosphorsäure von 96.72 % und 2.7678 g Flußsäure von 36.35 %; $\frac{1}{5}$ der Lösung = 0.4278 g $Mg_2P_2O_7$; erhalten geblieben 70.83 % der Phosphorsäure.

Versuch 5: Angewandt 1.4342 g Phosphorsäure von 91.18 %, 1.0442 g Flußsäure von 36.35 % und 0.2970 g Wasser; $\frac{1}{5}$ der Lösung = 0.2557 g $Mg_2P_2O_7$; erhalten geblieben 86.09 % der Phosphorsäure.

Versuch 6: Angewandt 1.0187 g Phosphorsäure von 91.18 %, 0.6747 g Flußsäure von 36.35 % und 3.3286 g Wasser; $\frac{1}{5}$ der Lösung = 0.2101 g $Mg_2P_2O_7$; erhalten geblieben 99.64 % der Phosphorsäure.

In der nachstehenden Aufstellung ist angegeben, welche Zusammensetzung die Säure-Gemische zu Beginn jedes Versuches hatten.

Versuch	1	2	3	4	5	6
H_3PO_4 in g	4.0055	4.1755	3.1135	2.6592	1.3077	0.9288
HF „ g	0.2696	0.2470	0.2939	1.0061	0.3796	0.2453
H_2O „ g	0.8595	0.5741	0.8159	1.8519	1.0881	3.8479

Die nächste Tabelle zeigt die Zusammensetzung der Gemische, nachdem sich das Gleichgewicht eingestellt hatte.

Versuch	1	2	3	4	5	6
H_3PO_4 in g	3.2485	3.3809	2.4214	1.8835	1.1258	0.9288
HF „ g	0.1151	0.0849	0.1527	0.8478	0.3425	0.2453
H_2PO_3F „ g	0.7725	0.8108	0.7063	0.7915	0.1856	—
H_2O „ g	0.9986	0.7201	0.9431	1.9944	1.1215	3.8479

Der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft sei für die gewährte Unterstützung verbindlichster Dank ausgesprochen.

169. G. Plancher: Über Indolin und α -Methyl-Bz-tetrahydro-indol.

(Eingegangen am 1. März 1929.)

In Heft 1 der diesjährigen „Berichte“ veröffentlichte Erwin Ferber¹⁾ eine Mitteilung „Über die Existenz des Dihydro- und Oktohydro-*p*-indols“. Dieser Autor berichtet unter anderem über eine neue Synthese des *o*-Dihydro-indols, gewöhnlich Indolin genannt, und vergleicht sie mit der seinerzeit von Willstätter²⁾ und v. Braun³⁾ ausgeführten. Diese Substanz

¹⁾ B. 62, 183 [1929].

²⁾ B. 51, 777 [1918].

³⁾ B. 45, 1274 [1912].

ist jedoch bereits 7 Jahre vor v. Braun von mir im Verein mit Ravenna⁴⁾ hergestellt worden, und zwar durch Entmethylieren des *N*-Methylindols mit HJ und Phosphor; die Konstanten der auf diesem Wege erhaltenen Base entsprechen denen des Ferberschen *o*-Dihydroindols.

Auch folgende Derivate, die damals zwecks Charakterisierung der Verbindung hergestellt wurden, entsprechen größtenteils den Ferberschen, so siedet z. B. die Base bei 220–221° nicht scharf, die Ferbersche bei 228–230°. Durch Ermittlung der Gefrierpunkts-Depression wurde ferner festgestellt, daß sie monomolekular ist.

Das Pikrat meines Indolins schmilzt bei 174°, das Ferbersche bei 172° (Verbrenn. und *N*-Bestimm.), das Chloroplatinat bei 180° unt. Zers. (Pt-Bestimm.), das saure Oxalat bei 128° (Verbrenn. und Oxalsäure-Bestimm.), das Benzoylderivat bei 118–119° (Verbrenn.), das Nitrosoderivat bei 83–84° (Verbrenn., *N*- und Mol.-Gew.-Bestimm.), das Ferbersche bei 81–82°.

Später ist das Indolin elektrolytisch von Carrasco dargestellt worden. Mit dieser Veröffentlichung beabsichtige ich vor allem, den Kollegen die von mir gefundenen Konstanten zur Verfügung zu stellen, weil keiner von denen, die nach mir über das gleiche Thema arbeiteten, meinen Namen genannt hat.

Ich benutze diese Gelegenheit, um hervorzuheben, daß ich in der V. Versammlung der „Società per il progresso delle scienze“ zu Rom im Jahre 1911⁵⁾ mitgeteilt habe, daß ich, zusammen mit Dr. Zambonini, vom Acetessigester und α -Chlor-cyclohexanon ausgehend, ein Carboxäthylderivat des α -Methyl-*Bz*-tetrahydroindols (Schmp. 133°) erhalten habe, das sich durch Verseifung und Destillation über gebrannten Kalk in das *Bz*-Tetrahydro- α -methylindol überführen ließ. Es ist dies dasselbe Produkt, welches v. Braun⁶⁾ vor einigen Jahren durch katalytische Reduktion erhalten hat, und welches ich damals, als Pyrrolverbindungen mit einem Cyclohexamethylenring noch nicht existierten, auf ganz andere Weise synthetisch dargestellt habe.

Bologna, Pharmazeut. Institut d. Königl. Universität, 26. Februar 1929, VII.

⁴⁾ Atti R. Accad. Lincei Roma [5] 14, I 532 (C. 1905, II 335).

⁵⁾ A. Soc. Ital. Pr. Sc. Roma 1911, 828; R. Acc. Sc. Bologna 1922 (12. 2. 1922).

⁶⁾ B. 57, 392 [1924].

Berichtigungen.

Jahrg. 62, Heft 2, S. 307, 136 mm v. o. lies „E Σ “ statt „E“.

Jahrg. 62, Heft 3, S. (A) 39, Anmerk. 63 füge an: „Inzwischen sind Arbeiten von Staudinger, A. 467, 73 [1928], sowie von Bergel und Widmann (ebenda S. 76) erschienen, nach denen dies nicht der Fall sein soll“.

Jahrg. 62, Heft 3, S. 725, 81 mm v. o. lies „Armin Hillmer“ statt „Arnim Hillmer“.

Autoren-Generalregister zu Jahrg. 1918/27: Auf S. 95, 163 mm v. o. lies: „ α β “ statt „ α , γ -ungesättigte Ketone“.