

Bestimmung der Galaktose: Je 98.5 mg Sbst. wurden mit 1.2 ccm Salpetersäure (d 1.15) im siedenden Wasserbad im Laufe von $1\frac{1}{2}$ —2 Stdn. auf 0.4 ccm eingedampft. Zum Vergleich dienten 2 Mischungen von je 50 mg Galaktose⁵⁾ + 25 mg Glucose + 25 mg *N*-Acetyl-glucosamin. Die Ausbeuten an kristallisierter Schleimsäure betragen: 28.9 und 24.7 mg aus dem Tetrasaccharid, 35.7 und 33.2 mg aus dem Vergleichsgemisch. In % d.Th. wurden aus IIIc erhalten: 50% und 42%, aus den Vergleichsversuchen 60% und 57%. Das Ergebnis spricht für einen Gehalt von 2 Moll. Galaktose.

Bestimmung der Glucose: Diese erfolgte durch Vergärung (nach Hydrolyse) mit Bäckerhefe bei 28°. Da die angewandte Hefe aus reiner Glucose etwas weniger als die berechnete Menge an Kohlendioxyd bildete, ließen wir in der Warburg-Apparatur zum Vergleich mit den Hydrolysaten des Tetrasaccharids gleichzeitig Lösungen von reiner Glucose gären. Auch wurden zum Vergleich künstliche Gemische von Glucosamin-hydrochlorid: Galaktose: Glucose = 1:2:1 herangezogen.

20.05 mg IIIc wurden in einer zugeschmolzenen Ampulle 16 Stdn. mit 1 ccm $2n$ H₂SO₄ auf 97° erhitzt. Nach Neutralisation mit Bariumhydroxyd (auf p_H 8) wurde zentrifugiert und das Bariumsulfat 3mal mit heißem Wasser gewaschen. Je 1 ccm der auf genau 5 ccm gebrachten Lösung versetzten wir mit 1 ccm 1-proz. KH₂PO₄-Lösung + 0.5 ccm einer 2-proz. Suspension von Bäckerhefe, die 2mal mit 1-proz. KH₂PO₄-Lösung gewaschen worden war.

Es wurden folgende CO₂-Mengen (cmm) gebildet:

Versuchs-Nr.*) (Gärdauer)	1.02 mg Glucose	Vergleichsgemisch mit 1.02 mg Glucose	Hydrolysat entspr. 1.02 mg Glucose
I (275 Min.)	—	206	220; 206
II (70 Min.)	159	164	169; 171
III (120 Min.)	182; 178	—	179; 191

*) Die Versuche I—III sind an verschiedenen Tagen mit verschiedenen Hefen durchgeführt worden.

137. J. P. Wibaut: Über Bis-[pyridyl]-ketone. Bemerkung zur Abhandlung von Wilhelm Mathes und Walter Sauermilch*): Notiz über Bis-[α -pyridyl]-ketone

[Aus dem Laboratorium für Organische Chemie der städtischen Universität Amsterdam]
(Eingegangen am 15. Juni 1953)

Es wird auf die vom Verfasser in den Jahren 1950 und 1951 durchgeführten Synthesen von Bis-[pyridyl]-ketonen hingewiesen.

In der obengenannten Abhandlung beschreiben Mathes und Sauermilch*) die Umsetzung von α -Pyridyl mit Bleioxyd in der Hitze, wobei Bis-[α -pyridyl]-keton erhalten wird. Die Autoren bemerken, daß dieses heterocyclische Analogon des Benzophenons noch nicht bekannt war. Demgegenüber ist festzustellen, daß verschiedene Bis-[pyridyl]-ketone im Jahre 1951 von mir und meinen Mitarbeitern beschrieben worden sind. Nach der von uns gefundenen Methode^{1,2)}, Umsetzung von Lithium-pyridylen mit Cyan-

⁵⁾ Unter der Annahme, daß das Tetrasaccharid 2 Moll. Galaktose enthält, entspricht die Einwaage von 98.5 mg Lacto-*N*-tetraose einem Galaktosegehalt von 50 mg.

*) W. Mathes u. W. Sauermilch, Chem. Ber. 86, 109 [1953].

¹⁾ J. P. Wibaut, Recherches sur la Synthèse dans la série de la pyridine, Chim. et Ind. 63, 609 [1950].

²⁾ J. P. Wibaut, A. P. de Jonge, H. G. P. van der Voort u. P. Ph. H. L. Otto, Rec. trav. chim. Pays-Bas 70, 1054 [1951].

pyridinen oder mit Estern der Pyridin-carbonsäuren, haben wir u. a. synthetisiert: Bis-[pyridyl-(2)]-keton, Bis-[pyridyl-(3)]-keton, [Pyridyl-(2)]-[pyridyl-(4)]-keton und [Pyridyl-(3)]-[pyridyl-(4)]-keton. Das Bis-[pyridyl-(2)]-keton war schon vorher durch Umsetzung von [Pyridyl-(2)]-magnesiumjodid mit α -Picolinsäure-äthylester³⁾ erhalten worden.

³⁾ A. P. de Jonge, H. J. den Hertog u. J. P. Wibaut, Rec. trav. chim. Pays-Bas 70, 989 [1951].

Berichtigungen

Jahrg. 86 [1953], Heft 1, S. 129, Zeile 3 v. u., statt „Cyclooctatetraen“ lies „Cyclooctatrien“.

Jahrg. 86 [1953], Heft 2, S. 260, Mitte, statt „CH₃CO 12.33“ lies „CH₃CO 2.33“.

Jahrg. 86 [1953], Heft 3, S. 422, Zeile 7 v. u., statt „2.“ lies „c“; S. 423, Absatz 3, letzte Zeile, statt „Dieses“ lies „Sie“.