

Sulfochlorid in der Gesamtmenge verseift und so das Di-p-tolyldisulfid rein gewonnen: 0,8 g (Schmp. 46°; 41,5% d. Th.). 52,4% des Sulfochlorids lagen unverändert vor. 21,2% des Äthylanilins waren in p-Brom-N-äthylanilin übergeführt worden. (Sdp.<sub>11</sub>: 135 bis 136°;  $n_D^{20}$ : 1,5958; Schmp. 12°.)

$C_8H_{10}NBr$  ( $M = 200,08$ ). Ber. Br 39,94. Gef. Br 39,84.

7,3 g N-Monoäthylanilin wurden in 30 ccm wäbr. HBr (47%) gelöst und nach Zugabe von 5,8 g p-Toluolsulfochlorid 6 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Aufarbeitung wie oben. 1,4 g Di-p-tolyldisulfid (Schmp. 46°; 38% d. Th.). 59% des N-Äthylanilins wurden unverändert wiedergewonnen, während 29,6% als p-Brom-N-äthylanilin isoliert werden konnten.

Unter analogen Bedingungen wurde aus wäbr. HBr und N-Äthylanilin allein erwartungsgemäß kein Bromäthylanilin gebildet.

## Nachtrag zu unserer Arbeit: Über das angebliche $\beta$ -(2-Chinoly)-äthylamin von R. Hupe und A. Schrammer.

(Kurze Mitteilung.)

Von

K. Eiter und E. Mrazek.

Aus dem II. Chemischen Laboratorium der Universität Wien.

Mit 1 Abbildung.

(Eingelangt am 14. Nov. 1952. Vorgelegt in der Sitzung am 27. Nov. 1952.)

Vor kurzer Zeit hatten wir<sup>1</sup> über die Konstitution eines Körpers berichtet, der von R. Hupe und A. Schrammer<sup>2</sup> bei der katalytischen Reduktion des Chinoly-2-acetaldehyds erhalten und von diesen Autoren fälschlich als  $\beta$ -(2-Chinoly)-äthylamin angesehen wurde. Nun haben R. B. Woodward und Edmund C. Kornfeld<sup>3</sup> in einer Publikation, welche leider erst jetzt zu unserer Kenntnis gelangte, gezeigt, daß bei der Einwirkung von Lauge auf Chinaldin-chloral und Oxydation des entstehenden Produktes infolge eines komplizierten Umlagerungsmechanismus nicht, wie A. Einhorn<sup>4</sup>, A. Einhorn und P. Sherman<sup>5</sup>, W. Borsche und R. Mantuffel<sup>6</sup>, R. Hupe und A. Schrammer<sup>2</sup> angenommen hatten, Chinoly-2-acetaldehyd, sondern 3-Acetyl-chinolin entsteht. Den eindeutigen Konstitutionsbeweis dieses 3-Acetyl-chinolins sehen wir allerdings in einer Synthese, die B. K. Nandi<sup>7</sup>, ausgehend vom Chinolin-3-carbonsäure-ester, durchgeführt hat.

<sup>1</sup> Mh. Chem. **83**, 926 (1952).

<sup>2</sup> Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **177**, 315 (1928).

<sup>3</sup> J. Amer. chem. Soc. **70**, 2508 (1948).

<sup>4</sup> Ber. dtsh. chem. Ges. **19**, 904 (1886).

<sup>5</sup> Liebigs Ann. Chem. **287**, 38 (1895).

<sup>6</sup> Liebigs Ann. Chem. **526**, 22 (1936).

<sup>7</sup> J. Indian Inst. Sci., Sect. A **12**, 1 (1940).



Diese Verbindung zeigte merkwürdige Eigenschaften, die uns zur Aufstellung der alternativen Formeln als 1,2,3,4-Tetrahydro-furano-(3',2':2,3)-chinolin bzw. 1,4,4',5'-Tetrahydro-furano-(3',2':2,3)-chinolin veranlaßten. Bei der C-Methylgruppenbestimmung des 1,4-Dihydro-3-acetyl-chinolins (III) als auch des 3-Acetyl-chinolins (I) nach *Kuhn-Roth* konnte auch nicht spurenweise Essigsäure bestimmt werden. Aus der Tatsache, daß 1,4-Dihydro-3-acetyl-chinolin (III) im UV-Spektrum keine Carbonylbande zeigt und mit p-Nitrophenylhydrazin in 30%iger Essigsäure selbst bei längerem Erhitzen kein Hydrazon bildete, während die Carbonylgruppe im Keton (I) sehr wohl nachweisbar ist, haben wir die Gegenwart einer Gruppe  $-\text{CO}-\text{CH}_3$  in der Verbindung (III) für unwahrscheinlich gehalten.

Schließlich sei eine soeben erschienene Arbeit von *Reuben G. Jones*<sup>8</sup> über die Darstellung des 2- $\beta$ -Aminoäthylchinolins erwähnt, in welcher der Autor die Vermutung ausspricht, daß die von *R. Hupe* und *A. Schrammer* bei der Reduktion des 3-Acetyl-chinolin-ketoxims (II) erhaltene Verbindung das 3-Chinoly- $\alpha$ -äthylamin sei; nach unseren Untersuchungen trifft diese Vermutung nicht zu.

## Zur Reduktion von As(V) und Sb(V) mit S oder S-haltigen Verbindungen.

(Kurze Mitteilung.)

Von

**N. Konopik und J. Zwiauer.**

Aus dem I. Chemischen Laboratorium der Universität Wien.

Mit 1 Abbildung.

(Eingelangt am 14. Nov. 1952. Vorgelegt in der Sitzung am 27. Nov. 1952.)

### 1. Reduktion mit Schwefel.

Im folgenden wird über eine Methode berichtet, die sich bei uns seit längerem gut bewährt hat und die für As(V) von *N. Konopik* und für Sb(V) von *J. Zwiauer* aufgefunden bzw. ausgearbeitet worden ist. Danach lassen sich As(V) und Sb(V) durch Abrauchen mit Schwefelblüte und konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  quantitativ zur 3wertigen Stufe reduzieren, die dann in üblicher Weise, z. B. mit  $\text{KMnO}_4$ , maßanalytisch bestimmt werden kann.

Ausgegangen sind wir von der Tatsache, daß in Lösungen von *Schlippeschem* Salz (bzw. des analogen Thioarsenats) nach Ansäuern

<sup>8</sup> J. Amer. chem. Soc. 74, 4207 (1952).