

kochenden Wasserbade $\frac{3}{4}$ Stunden unter Durchleiten von getrocknetem Wasserstoffgas erwärmt. Nach dem Erkalten verrührte ich die von kristallinischen Ausscheidungen durchsetzte dickflüssige Masse mit 5 cm^3 4prozentiger Chlorwasserstoffsäure und ließ die Mischung einige Zeit bei niedriger Temperatur stehen. Die abgeschiedenen Kristalle wurden auf der Saugplatte gesammelt und mit Alkohol und Äther abgewaschen. Nach dem Trocknen betrug ihre Menge 1.4 g .

Obwohl dieses Zinksalz im wesentlichen aus dem Doppelsalz der neuen Base bestand, erwies folgender Versuch, daß durch die Einwirkung von Zinnchlorür eine bessere Ausbeute an Base erhalten werden kann.

2 g Hydrazon wurden mit einer Lösung von 4 g geschmolzenem Zinnchlorür in 7 cm^3 Alkohol (96%) unter Zugabe von 1.7 cm^3 Salzsäure (spezifisches Gewicht 1.19) vermischt. Schon bei Zimmertemperatur scheiden sich aus dieser Mischung nach achttägigem Stehen wohl ausgebildete Kristalle eines Doppelsalzes ab, deren Menge jedoch nur gering ist (0.2 g). Wird die Reaktion durch Erwärmen auf dem Wasserbade beschleunigt, so tritt beim Erkalten eine reichlichere Kristallausscheidung ein. Die davon befreite Lösung gibt endlich nach Zugabe von einigen Tropfen Salzsäure (spezifisches Gewicht 1.19) und Äther eine noch reichlichere Abscheidung von allerdings weniger reinen Kristallen, die aber größtenteils aus einem Zindoppelsalze der Base bestehen, dessen vereinigte Menge 3.5 g betrug.

Darstellung des *B-3-Methyl-Pr-3-Dimethyl-2-Methylenindolins*.

Nach den durch diese Vorversuche gewonnenen Erfahrungen wurden zur Darstellung der Base 17.5 g Hydrazon mit einer Auflösung von 35 g geschmolzenem Zinnchlorür in 61 cm^3 Alkohol und 14.87 cm^3 Chlorwasserstoffsäure (spezifisches Gewicht 1.19) versetzt. Nach achttägigem Stehenlassen bei Zimmertemperatur, nach dem darauf erfolgten Digerieren am Wasserbade und nach der zum Schlusse vorgenommenen Fällung mit Äther unter gleichzeitigem Einleiten von Chlor-