

wurde eingedampft, nochmals mit Aether aufgenommen und filtrirt, dann mit Kaliumcarbonat getrocknet und destillirt. Es ging bei etwa 205° eine wasserhelle, neutrale Flüssigkeit über, welche dieselbe Zusammensetzung und genau denselben Geruch zeigte, wie ein aus Lävulinsäure durch Reduction gewonnenes Präparat.

	Gefunden	Berechnet
C	60.05	60.00 pCt.
H	8.28	8.00 »

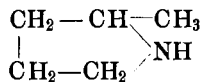
Zum Ueberfluss wurde aus dem Lacton durch Kochen mit Barytwasser und Fällen mit Kohlensäure das Baryumsalz der  $\gamma$ -Oxyvaleriansäure dargestellt und dieses durch Fällen mit Silbernitrat in das charakteristische Silbersalz übergeführt, welches nach Aussehen, Löslichkeit und Silbergehalt mit dem Controllpräparate vollkommen übereinstimmte.

	Gefunden	Ber. für $C_5H_9O_3Ag$
Ag	48.21	48.00 pCt.

**356. Julius Tafel und Adolf Neugebauer:  
Ueber 2-Methylpyrrolidin.**

[Mittheilungen aus dem chemischen Laboratorium der Universität Würzburg.]  
(Eingegangen am 11. Juli.)

Das von dem Einen von uns aus dem Anhydrid der  $\gamma$ -Amidovaleriansäure durch Reduction gewonnene, sauerstofffreie Imin, das 2-Methylpyrrolidin<sup>1)</sup> der Form



zeigt dieselbe Zusammensetzung  $C_5H_{11}N$  und im Allgemeinen ähnliche Eigenschaften, wie eine von Brieger<sup>2)</sup> in den Culturen des Tetanusbacillus gefundene Base. Die früher zu Gebote gestandene Menge der synthetischen Verbindung war nicht hinreichend, um einen genauen Vergleich der beiden Körper anzustellen.

Inzwischen hat Herr Oldach<sup>3)</sup> ein zweites Methylpyrrolidin durch Reduction des Brenzweinsäurenitrils gewonnen und ist durch eingehenden Vergleich zu dem Schlusse gelangt, dass seine Base mit der Brieger'schen nicht identisch ist.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XX, 250.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XIX, 3120.

<sup>3)</sup> Diese Berichte XX, 1658.

Wir haben nun eine grössere Menge der nicht ganz leicht erhältlichen Base, des 2-Methylpyrrolidins, dargestellt und seine Derivate etwas näher untersucht. Nach den hierbei gewonnenen Resultaten ist auch unser Körper von dem Brieger'schen verschieden, und zwar zeigt sich diese Verschiedenheit schon in der procentischen Zusammensetzung des Gold- und Platindoppelsalzes.

**2-Methylpyrrolidin.** Nach der früher beschriebenen Darstellungsmethode erhält man die Base in wenig zufriedenstellender Ausbeute. Es rührt dies offenbar daher, dass der grössere Theil des Methylpyrrolidins unter der Einwirkung des Alkalis in das Natronsalz der  $\gamma$ -Amidovaleriansäure übergeht und sich so der Reduction entzieht. Wir haben daher die Methode in der Weise abgeändert, dass wir die siedende, amyalkoholische Lösung des Methylpyrrolidons auf einmal zu einem grossen Ueberschuss von Natrium gaben und die Reaction unter fortwährendem Schütteln und Erwärmen im Oelbade zu Ende führten. So gelingt es, die Ausbeute um etwa die Hälfte zu erhöhen. Aber es bildet sich dennoch in beträchtlicher Menge das Natronsalz der Amidosäure. Diese lässt sich in Form ihres Anhydrids wieder gewinnen, wenn man die Reactionsflüssigkeit nach dem Destilliren mit Wasserdampf neutralisirt, abdampft und den Rückstand auf 200° erhitzt. Das Methylpyrrolidon destillirt hierbei über.

Das Hydrochlorat des 2-Methylpyrrolidins fällt in kleinen, farblosen Prismen, wenn die alkoholische Lösung der Base mit alkoholischer Salzsäure neutralisirt und vorsichtig Aether zugesetzt wird. Der Schmelzpunkt des Salzes wurde nicht ganz constant zwischen 210—220° gefunden.

	Gefunden	Berechnet für $C_5H_{12}NCl$ .
HCl	29.76	29.98 pCt.

**Oxalat.** Durch Neutralisation der alkoholischen Lösung der Base mit Oxalsäure und Zusatz von Aether wird das neutrale Oxalat in Nadelchen erhalten, welche bei 165—168° schmelzen.

	Gefunden	Berechnet für $(C_5H_{11}N)_2C_2H_2O_4$
N	10.93	10.76 pCt.

**Platindoppelsalz.** Dasselbe fällt in gelben Nadelchen beim Vermischen der alkoholischen Lösung der Base mit alkoholischem Platinchlorid. Es ist in Wasser sehr leicht löslich und krystallisirt aus der heiss gesättigten Lösung beim Erkalten in langen, goldgelben Nadeln. In heissem Alkohol ist es schwer löslich. Das Salz scheint auch noch bei 100° Wasser festzuhalten. Nach dem Trocknen im Vacuum entspricht der Platingehalt der Formel  $(N_5H_{12}N)_2PtCl_6 \cdot H_2O$ .

	Gefunden		Berechnet
	I.	II.	
Pt	32.37	32.72	32.59 pCt.

**Golddoppelsalz.** Wird die alkoholische Lösung des salzsauren Salzes der Base mit überschüssigem Goldchlorid und einigen Tropfen alkoholischer Salzsäure versetzt und dann vorsichtig Aether zugegeben, so krystallisiren wohlausgebildete, glänzende, goldgelbe Rhomboëder, welche bei 140—144° schmelzen.

Das Salz ist in Wasser und Alkohol leicht löslich.

Die Verbindung zeigt einerlei, ob ein grosser oder geringer Ueberschuss von Goldchlorid angewendet wird, die Zusammensetzung:  $(C_5H_{11}N \cdot HCl)_2 AuCl_3$ .

	Gefunden		Berechnet
	I.	II.	
Au	35.86	35.75	36.04 pCt.
N	4.91	—	5.13 »

**Nitrosomethylpyrrolidin.** Wird die concentrirte wässerige Lösung der Base mit Schwefelsäure angesäuert, mit überschüssigem Natriumnitrit versetzt und mit Aether ausgeschüttelt, so hinterlässt derselbe beim Verdunsten das Nitrosamin als schwach gelbes Oel, welches nach Entfernung von überschüssiger salpetriger Säure durch Schütteln mit festem Kali die Liebermann'sche Farbenreaction liefert und bei der Reduction mit Zinkstaub und Essigsäure in eine ätherlösliche Base übergeführt wird, welche Fehling'sche Lösung in der Wärme kräftig reducirt, also wohl das dem Nitrosamin entsprechende Hydrazin ist.

**1-2-Dimethylpyrrolidinjodmethylat.** Wird Methylpyrrolidin mit überschüssigem Jodmethyl in methylalkoholischer Lösung einige Zeit am Rückflusskühler gekocht, dann der Methylalkohol abdestillirt und das zurückbleibende Oel mit Aether versetzt, so erstarrt dasselbe zu einer weissen Krystallmasse. Durch Aethylalkohol wird aus derselben das jodwasserstoffsäure Salz der methylirten Base ausgezogen, während das Jodmethylat zurückbleibt. Wir haben das Filtrat eingedampft, mit concentrirter Kalilauge zersetzt und die ölig ausgeschiedene, bei etwa 102° siedende Base durch erneutes Behandeln mit Jodmethyl ebenfalls in das Jodmethylat übergeführt. Dasselbe ist in Wasser und heissem Alkohol leicht löslich und krystallisirt aus letzterem beim Erkalten in farblosen Spiessen.

	Gefunden	Ber. für $C_6H_{13}N \cdot CH_3J$
J	52.44	52.70 pCt.
N	5.99	5.81 »