

Dibrom-1¹²-propylbenzen. Der Kohlenwasserstoff addirt Brom unter lebhafter Erwärmung. Das Product wurde aus heissem Alkohol umkrystallisirt und schmolz bei 65—66°.

Analyse: Ber. für C₉H₁₀Br₂.

Procente: C 38.84, H 3.59, Br 57.40.

Gef. » » 38.68, » 3.62, » 57.10.

435. Ludwig Senfter und Julius Tafel:

Zur Kenntniss der γ -Amidovaleriansäure (Amino-4-pentansäure) und des Methylpyrrolidons.

[Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Universität Würzburg.]

(Eingegangen am 13. August.)

Die γ -Amidovaleriansäure wurde von dem Einen von uns durch Reduction des Lävulinsäurephenylhydrazons mit Natriumamalgam und Eisessig in alkoholischer Lösung erhalten. Sie selbst, und namentlich ihr Anhydrid sind in mehreren Richtungen genauer untersucht worden, soweit dies für die Feststellung ihrer Constitution nöthig gewesen war. Wir haben nunmehr einige der einfachsten Derivate dieser Substanzen, die Methyl-, Acetyl- und Benzoylderivate darzustellen gesucht. Bei der Säure selbst, ist es uns jedoch nur gelungen, das Benzoyldérivat krystallisirt zu erhalten, während die Acetylierung und Methylierung bisher nicht zu fassbaren Producten geführt hat. Acetyl- und Methyl-derivate des Methylpyrrolidons können dagegen leicht in reinem Zustande gewonnen werden. Das 1.2-Dimethylpyrrolidon,



wird durch Alkalien schwieriger aufgespalten, als das nichtmethylirte Product. Die entstehende Säure zeigt aber wenig Neigung zur Krystallisation.

Benzoyl- γ -amidovaleriansäure. Die γ -Amidovaleriansäure wurde in concentrirter wässriger Lösung mit Benzoylchlorid und Alkali behandelt und die angesäuerte Lösung durch Ausschütteln mit Aether von Benzoesäure befreit. Aus der sauren Flüssigkeit scheidet sich das Benzoylproduct bei 12 stündigem Stehen als weisse, verfilzte Krystallmasse ab.

Analyse: Ber. für C₁₂H₁₅NO₃.

Procente: C 65.15, H 6.77, N 6.33.

Gef. » » 65.26, » 6.94, » 6.34.

¹⁾ Tafel, diese Berichte 19, 2414; 20, 250; 22, 1860.

Der Körper ist in heissem Wasser leicht, in Aether und Benzol schwer löslich. Schmelzpunkt 132° . Bei höherem Erhitzen tritt Wasserabspaltung, zugleich aber auch Abspaltung von Benzoësäure ein.

1-Acetyl-2-methylpyrrolidon¹⁾. Methylpyrrolidon wird mit der doppelten Menge Essigsäureanhydrid am Rückflusskühler gekocht und das Product im Vacuum über Natronkalk gestellt, wodurch es in verhältnissmässig kurzer Zeit vom überschüssigen Anhydrid und von Essigsäure befreit wird. Die Hauptmenge des öligen Rückstandes destillirte zwischen 210 und 230° . Durch mehrmaliges Fractioniren wurde das Acetylproduct als eine zwischen 224 und 226° siedende Flüssigkeit erhalten.

Analyse: Ber. für $C_7H_{11}NO_2$.

Procente: C 59.57, H 7.80.

Gef. » » 59.59, » 8.06.

Das Acetyl-Methylpyrrolidon ist ein schwach gelbliches, dünnflüssiges Oel, das auch bei -17° nicht erstarrt. Es riecht pfeffermünzartig. Mit Wasser ist es nicht mischbar, doch löst es sich schon in der Kälte ziemlich leicht. Aus dieser Lösung wird es durch Kaliumcarbonat ausgeschieden. Mit Alkohol, Aether und Benzol ist es in allen Verhältnissen mischbar.

1.2-Dimethylpyrrolidon. Methylpyrrolidon wurde mit der 3fachen Menge Jodmethyl im geschlossenen Rohr 12 Stunden auf 150° erhitzt. Das Reactionsproduct ist eine braune Flüssigkeit. Sie wurde zur Beseitigung etwa unveränderten Methylpyrrolidons mit Aether durchgeschüttelt, dann in Wasser gelöst und zur Entfernung überschüssigen Jodmethyls gekocht. Dabei scheidet sich ein dunkelbraunes Oel, wohl ein Perjodid, aus, welches durch Behandlung der Flüssigkeit mit Schwefelwasserstoff unter Entfärbung und Abscheidung von Schwefel wieder in Lösung gebracht wird. Nunmehr scheidet sich beim Sättigen der Flüssigkeit mit Potasche das methylirte Product als gelbes Oel ab. Es wurde mit viel Aether aufgenommen, die ätherische Lösung mit Kaliumcarbonat getrocknet und destillirt. Nach Entfernung des Aethers siedet die Flüssigkeit zwischen 211 bis 219° . Durch weiteres Fractioniren erhält man ein unter einem Druck von 743 mm zwischen 215 und 217° (Faden ganz im Dampf) siedendes Oel.

Analyse: Ber. für $C_8H_{11}NO$.

Procente: C 63.37, H 9.73, N 12.39.

Gef. » » 63.38, » 9.84, » 12.32.

Das Dimethylpyrrolidon ist ein farbloses Oel von schwachem Geruch, das im Gegensatz zum nichtmethylirten Producte nicht zum Erstarren gebracht werden konnte. Es ist mit Wasser und Aether mischbar. Ein wasserhaltiges Präparat aber wird von Aether schwierig aufgenommen.

¹⁾ Diese Berichte 12, 1861. Anmerkung.