

2. Aus dem Pyridinderivat durch Kochen mit Natronlauge.
3. Aus dem Acetat des Oxydibrompseudocumenols durch Natronlauge in der Kälte.

Diäthyläther des Stilbenderivates: Schmp. 171—172.5°.

Heidelberg, Universitätslaboratorium.

565. K. Auwers und J. Marwedel: Ueber ein abnormes Tribromderivat des Pseudocumenols. II.

(Eingegangen am 14. November.)

Dibrompseudocumenolbrom, $C_6Br_2 \cdot OBr(CH_3)_3$.

Als Ausgangsmaterial für unsere Versuche diente krystallisiertes Pseudocumidin, welches in sehr guter Qualität aus der Schuchardt'schen Fabrik bezogen wurde. Diazotirt man das schwefelsaure Salz der Base in starker Verdünnung — in der Regel wurden 30 g Cumidin, 15 ccm concentrirte Schwefelsäure und ungefähr $\frac{5}{4}$ Liter Wasser angewendet — und sorgt für langsame Zersetzung der Diazoverbindung, so erhält man regelmässig etwa 75 pCt. der Theorie an reinem Pseudocumenol, das bei 70° schmilzt und bei 230—231° siedet.

Lässt man auf eine Lösung von Pseudocumenol in Eisessig unter Kühlung ein Molekül Brom einwirken, so bildet sich vorwiegend das bei 32° schmelzende Monobromderivat. Arbeitet man in der Hitze, so entsteht bei weiterem Bromzusatz zunächst das Dibrompseudocumenol vom Schmp. 149°, dem bei wachsendem Bromüberschuss mehr und mehr von dem Tribromderivat beigemischt wird. Um letzteres als Hauptproduct zu erhalten, muss man das Brom in grossem Ueberschuss und in starker Concentration einwirken lassen. Die Reindarstellung der Verbindung bot anfangs grosse Schwierigkeiten, da ihre leichte Veränderlichkeit durch sonst indifferente Mittel wie Alkohol nicht bekannt war. Man kann auch nicht durch Behandeln des Reactionsproductes mit verdünntem Alkali den neuen Bromkörper isoliren, da er in unreinem Zustande, namentlich wenn ihm noch Brom anhaftet, durch Alkali in eine über 200° schmelzende Substanz verwandelt wird. Nach vielen Versuchen sind wir bei folgendem Verfahren stehen geblieben:

10 g reines Pseudocumenol wurden in Portionen von je 2 g abgewogen, in fünf kleine Krystallisirschalen vertheilt, und jede Portion mit 1 ccm Eisessig befeuchtet. Man giebt nun zur ersten Probe möglichst schnell unter Umrühren eine Mischung von 8 ccm Brom und 2 ccm Eisessig. Unter heftiger Entwicklung von Bromwasserstoff und Bromdämpfen findet anfangs Lösung der Substanz statt, dann scheidet sich

ein Krystallbrei aus, der sich jedoch schon nach Zusatz der ersten Hälfte der Bromlösung wieder zu lösen beginnt. Bei Zusatz des letzten Viertels ist Alles in eine dunkelrothe Flüssigkeit verwandelt und es findet keine merkbare Reaction mehr statt. Man bedeckt die Schale mit einem Uhrglase, bromirt in gleicher Weise die übrigen Portionen, vereinigt dann den Inhalt der einzelnen Schälchen auf einem grossen Uhrglase, das man mit einem zweiten bedeckt, und lässt die Flüssigkeit erkalten.

Bromirt man grössere Quantitäten des Phenols auf einmal, so verschlechtern sich die Ausbeuten an der gewünschten Verbindung erheblich. Es bilden sich dann beträchtliche Mengen schwer löslicher, hochschmelzender Substanzen, die wahrscheinlich durch Einwirkung des Tribromderivates auf noch unangegriffenes Pseudocumenol entstehen.

Sobald das Reactionsproduct zu einem rothen Krystallkuchen erstarrt ist, bringt man eine kleine Probe auf Thon, trocknet sie auf dem Wasserbade, bis alles anhaftende Brom verschwunden ist, und prüft dann mit wässrigem Alkali, wie viel von der Substanz sich noch in Alkalien löst. Je nach dem Ausfall der Probe erwärmt man die gesammte Masse kürzere oder längere Zeit auf dem Wasserbade, wobei man das Uhrglas bedeckt lässt, damit das Brom besser auf die wieder geschmolzene Masse einwirken kann. In der Regel ist es gut, 7—10 Minuten zu erwärmen. Zeigt eine zweite Probe, dass nur noch wenig oder gar nichts von Alkali aufgenommen wird, so lässt man von Neuem erkalten, streicht die Krystallmasse auf Thon und lässt sie einige Stunden liegen, bis sie nur noch wenig feucht ist, und die anfangs dunkelrothe Farbe in Rosa bis Gelb übergegangen ist.

Die filzige Krystallmasse wird darauf zu einem feinen Pulver verrieben und mit so viel Eisessig versetzt, dass sie grade davon bedeckt ist. Man verrührt gut, saugt die dunkelrothe Lauge ab und wiederholt diese Behandlung noch einmal. Die Substanz enthält nunmehr nur noch etwas Dibrompseudocumenol beigemischt. Um dieses zu entfernen, wäscht man das Product in der gleichen Weise zweimal mit Ligroïn, in dem das Tribromderivat schwer, das Dibrompseudocumenol leicht löslich ist. Zum Schluss wird der Rückstand aus heissem Ligroïn umkrystallisirt. Ungelöst bleibt hierbei eine geringe Menge einer dunkelrothen, körnigen Substanz; aus dem Filtrat scheidet sich beim Erkalten das Tribromderivat in concentrisch gruppirten, dünnen Nadeln aus, die gegen 124° schmelzen und für die weitere Verarbeitung genügend rein sind. Will man den Körper völlig rein haben, so krystallisirt man ihn noch ein- bis zweimal aus Ligroïn oder Eisessig um.

Hat man grosse Quantitäten rohes Dibrompseudocumenolbrom zu reinigen, so kann man mit Vortheil eine etwas abgeänderte, von Hrn. Avery ausgearbeitete Methode benutzen. Man stellt sich eine

gesättigte Lösung von Eisessig in Ligroin her. 10 g des in der beschriebenen Weise gewonnenen und auf Thon getrockneten Rohproducts löst man in der Hitze in 20 ccm dieser Flüssigkeit auf. Man filtrirt, lässt erkalten, saugt die ausgeschiedenen Krystalle ab und krystallisirt sie noch dreimal in der gleichen Weise um. Die erste Mutterlauge giesst man fort, die zweite benutzt man, um neue 10 g umzukrystallisiren, die das zweite Mal aus der dritten Mutterlauge der ersten Portion umkrystallisirt werden, und so fort.

Man gewinnt auf diese Weise durchschnittlich 50 pCt. der Theorie an reinem Tribromderivat, d. h. etwa 4 Gewichtstheile aus 3 Gewichtstheilen Pseudocumenol.

Das reine Dibrompseudocumenolbrom krystallisirt aus heissem Eisessig in grossen, flachen, lanzettförmigen Nadeln, die concentrisch verwachsen sind und starken Glanz besitzen. Es schmilzt bei 125—126°, erweicht jedoch leicht 1—2° tiefer. In Aether, Benzol und Chloroform ist die Verbindung schon in der Kälte leicht löslich, schwer in kaltem Eisessig und Ligroin. Methyl- und Aethylalkohol nehmen sie in der Kälte ziemlich schwer, in der Wärme leicht auf, verwandeln sie jedoch gleichzeitig in alkalilösliche Producte. Ebenso wirkt Essigester; ob dies etwa von einem Alkoholgehalt des benutzten Essigesters herrührt, bleibt noch zu untersuchen.

Alkali greift die reine Verbindung in der Kälte bei kurzem Stehen nicht an; kochendes Wasser spaltet Bromwasserstoff ab unter Bildung schmieriger Massen. Fügt man zu einer Auflösung des Körpers in Aether oder Ligroin einige Tropfen wässriges Silbernitrat und schüttelt durch, so scheidet sich rasch Bromsilber ab. Aus Jodkaliumlösung wird Jod frei gemacht.

Analyse: Ber. für $C_9H_9Br_3O$.

Procente: C 28.95, H 2.41, Br 64.33.

Gef. » » 29.31, » 2.58, » 64.31, 64.15 ¹⁾.

Methoxydibrompseudocumenol, $C_6Br_2 \cdot OH(CH_3)_2CH_2(OCH_3)$.

Kocht man das Tribromderivat fünf Minuten mit ungefähr der dreifachen Menge Methylalkohol, so wird durch vorsichtigen Wasserzusatz aus der Lösung ein weisser Körper in hübschen, feinen Nadeln gefällt. Man versetzt ohne zu filtriren mit verdünnter Natronlauge, filtrirt von dem geringen Rückstand ab und versetzt das Filtrat

¹⁾ Alle Verbrennungen der beschriebenen Substanzen wurden mit Bleichromat und zwei vorgelegten Silberspiralen ausgeführt, da sonst der Kohlenstoffgehalt zu hoch gefunden wurde. Bei stickstoffhaltigen Substanzen wurde eine Silberspirale durch eine Kupferspirale ersetzt. Bei den Brombestimmungen nach Carius musste das Bromsilber, wenn reichlich Silbernitrat angewendet worden war, sehr lange mit heissem Wasser behandelt werden, anderenfalls wurden zu hohe Zahlen erhalten.

tropfenweise mit verdünnter Salzsäure. Das ausgefällte feinkristallinische Product ist nahezu völlig rein und wird noch ein- bis zweimal aus siedendem Ligroin umkrystallisirt. Ausbeute etwa 75 pCt. der Theorie.

Seideglänzende, verfilzte Nadelchen vom Schmelzpunkt 91—92°. Der Körper ist leicht löslich in allen gebräuchlichen organischen Lösungsmitteln, am schwersten in Ligroin. Aetzalkalien lösen ihn spielend; Soda und Ammoniak nehmen nur geringe Mengen auf. Durch Säuren wird er aus diesen Lösungen, auch nach längerem Kochen, unverändert wieder ausgefällt.

Analyse: Ber. für $C_{10}H_{12}Br_2O_3$.

Procente: Br 49.38.

Gef. » » 49.90.

Zum Nachweis der Hydroxylgruppe in der Verbindung wurde ihr Benzoësäureester, $C_6Br_2 \cdot OCO C_6H_5 \cdot (CH_3)_2 \cdot CH_2(OCH_3)$, nach der Schotten-Baumann'schen Methode dargestellt. Das zähe Rohproduct reinigt man zunächst durch vorsichtiges Waschen mit einigen Tropfen Alkohol und krystallisirt es dann aus warmem Ligroin um. Büschelförmig verwachsene, seideglänzende Nadeln oder durchsichtige, flache, spitze Prismen. Schmelzpunkt 120°. Leicht löslich in Benzol, Chloroform und Aether. mässig in kaltem Alkohol, Ligroin, Eisessig und Essigester.

Analyse: Ber. für $C_{17}H_{16}Br_2O_3$.

Procente: Br 37.38.

Gef. » » 38.00.

Aethoxydibrompseudocumenol, $C_6Br_2 \cdot OH(CH_3)_2CH_2(OC_2H_5)$.

Die Darstellung entspricht genau der des Methoxyderivates, auch die Ausbeute ist ungefähr gleich. Concentrische, seideglänzende Nadelchen aus Alkohol. Schmelzpunkt: 85—87°. Löslichkeitsverhältnisse wie bei der Methoxyverbindung.

Analyse: Ber. für $C_{11}H_{14}Br_2O_3$.

Procente: C 39.05, H 4.14, Br 47.33.

Gef. » » 39.34, » 4.22, » 47.54.

Der Benzoësäureester der Substanz krystallisirt aus Alkohol in seideglänzenden Nadelchen vom Schmelzpunkt 109—110°. Es ist mässig löslich in kaltem Alkohol und Eisessig, leicht in den übrigen organischen Lösungsmitteln.

Analyse: Ber. für $C_{18}H_{18}Br_2O_3$.

Procente: Br 36.20.

Gef. » » 36.35.

Anilinderivat, $C_6Br_2 \cdot OH(CH_3)_2CH_2(NHC_6H_5)$.

Bringt man zu einer Auflösung des Dibrompseudocumenolbroms in kaltem Benzol die halbe Gewichtsmenge frisch destillirtes Anilin

— ungefähr 2 Mol. Anilin auf 1 Mol. Bromderivat -- so erfolgt sofort unter merklicher Erwärmung die Abscheidung von weissem krystallinischem Anilimbromhydrat. Das Gewicht des abfiltrirten und getrockneten Niederschlages entspricht ungefähr der für 1 Mol. Bromhydrat berechneten Menge.

Das Filtrat lässt man auf einem grossen Uhrglase bis fast zur Trockne eindunsten. Schliesslich hinterbleibt eine gelblich-weiße krystallinische Masse, die abgesaugt und mit Benzol gewaschen wird. Zur Reinigung krystallisirt man den Körper aus heissem Alkohol um, aus dem er sich langsam in gut ausgebildeten, rhombenförmigen, diamantglänzenden Krystallen ausscheidet, die constant bei 134 bis 134.5^o schmelzen.

Wendet man einen grösseren Ueberschuss von Anilin an, so verläuft die Reaction in gleicher Weise.

Das Anilinderivat ist schwer löslich in kaltem Ligroin, mässig in kaltem Alkohol, leicht in Benzol und Aether.

Analyse: Ber. für $C_{15}H_{15}Br_2NO$.

Procente: N 3.63, Br 41.56.

Gef. » » 3.78, » 41.02.

Salze des Anilinderivates.

Die Anilinverbindung bildet mit Basen und mit Säuren Salze. Bringt man die fein gepulverte Substanz in Berührung mit einigen Tropfen gewöhnlicher Natronlauge, so schmilzt sie zu einer zähen, öligen Masse zusammen, die beim Kratzen mit einem Glasstabe zu einem weissen, krystallinischen Brei erstarrt. Auf Zusatz von Wasser löst sich dieser auf; concentrirtes Alkali fällt aus der Lösung das Natriumsalz in seideschimmernden Nadeln aus. Wegen seiner grossen Löslichkeit in reinem Wasser konnte das Salz nicht in analysenreinem Zustand erhalten werden.

Leitet man in eine alkalische Lösung der Substanz Kohlensäure oder fügt überschüssige verdünnte Essigsäure hinzu, so fällt ein amorpher Niederschlag aus, der aus dem unveränderten Körper besteht. Mit Mineralsäuren bilden sich dagegen Salze. Am besten erhält man sie, wenn man zu der alkalischen Lösung des Anilinderivates unter starkem Schütteln auf einmal einen grossen Ueberschuss der betreffenden Säure hinzusetzt: die zunächst entstehende Fällung löst sich zunächst wieder auf, und nach wenigen Augenblicken beginnt dann die Abscheidung des Salzes in gut krystallisirtem Zustand. Fügt man die Säure allmählich hinzu, so erhält man klumpige Niederschläge, die weniger rein sind. Auch die Säuren direct auf die trockene Base einwirken zu lassen, ist nicht vortheilhaft.

Diese Salze sind so gut wie unlöslich in kaltem, und nur spurenweise löslich in heissem Wasser.

Das Bromhydrat bildet mikroskopische, filzige Nadelchen, die bei etwa 200° schmelzen.

Das Chlorhydrat krystallisirt in concentrisch gruppirten mikroskopischen Nadelchen vom Schmelzpunkt ca. 205°.

Das Nitrat sieht ähnlich aus und schmilzt bei ungefähr 172° unter völliger Zersetzung.

Das Sulfat wurde nur in undeutlich krystallinischem Zustand gewonnen. Die Masse schmolz bei 135—150° und war wohl nicht völlig rein.

Analysirt wurde das Bromhydrat. Für die ersten beiden Brombestimmungen diente ein Präparat, das wie oben angegeben dargestellt, gut mit Wasser ausgewaschen und im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet war. Der gefundene Bromgehalt deutete darauf hin, dass das Salz noch ein Molekül Wasser enthielt. Da sich dieses durch Trocknen bei höherer Temperatur nicht ohne beginnende Zersetzung der Substanz austreiben liess, wurde eine neue Probe des Salzes andauernd mit Benzol gekocht. Der Bromgehalt dieses Präparates stimmte gut auf wasserfreies Salz.

Analyse: Ber. für $C_{15}H_{15}Br_2NO \cdot HBr \cdot H_2O$.

Procente: Br 49.60.

Gef. » » 49.08, 49.28.

Ber. für $C_{15}H_{15}Br_2NO \cdot HBr$.

Procente: Br 51.50.

Gef. » » 51.83.

Acetylverbindung des Anilinderivates.

Zur Gewinnung einer Acetylverbindung des eben beschriebenen Körpers erwärmt man die feingepulverte Substanz mit überschüssigem Essigsäureanhydrid, bis sich Alles klar gelöst hat. Die in der Kälte sofort erstarrende Masse wird aus heissem Benzol umkrystallisirt. Diamantglänzende Prismen vom Schmelzpunkt 223—225°. In Aether, Alkohol und Ligroin ist der Körper mässig, in Benzol schwer löslich.

Analyse: Ber. für $C_{17}H_{17}BrNO_2$.

Procente: Br 37.47.

Gef. » » 37.37.

Piperidinderivat, $C_6Br_2 \cdot OH(CH_3)_2CH : NH : C_5H_{10}$.

Die Piperidinverbindung wird wie die entsprechende Anilinverbindung gewonnen. Das nach dem Abfiltriren des bromwasserstoffsauren Piperidins und Eindunsten der benzolischen Mutterlauge hinterbleibende Rohproduct wäscht man gut mit Wasser, um anhaftendes Piperidin zu entfernen, und krystallisirt es aus heissem Alkohol um. Man erhält dann die Verbindung in concentrisch verwachsenen, feinen weissen Nadelchen, die constant bei 91° schmelzen. Will man das Piperidinderivat weiter verarbeiten, so genügt es, das Rohproduct in

wenig Alkohol aufzunehmen und vorsichtig mit Wasser zu fällen. Die so gewonnenen Producte schmelzen meist bei 89° und sind für die meisten Zwecke rein genug.

Der Körper ist leicht löslich in Aether, Benzol, Chloroform, Essigester, Ligroin und Schwefelkohlenstoff, weniger in Alkohol, Aceton und Essigsäure. Das beste Krystallisationsmittel ist Alkohol.

Analyse: Ber. für $C_{14}H_{19}Br_2NO$.

Procente: C 44.56, H 5.04, Br 42.44, N 3.71.

Gef. » » 44.51, » 5.15, » 42.42, » 3.56.

In ihrem Verhalten gegen Alkalien und Säuren gleicht die Verbindung dem Anilinderivat, nur sind ihre Salze mit Mineralsäuren löslicher in Wasser. Näher untersucht wurde das Bromhydrat. Verreibt man die gut gepulverte Substanz mit wenig starker Bromwasserstoffsäure, so erhält man eine ölige Masse, die bei weiterem Säurezusatz einen weissen Krystallbrei bildet. Fügt man noch etwas mehr Säure und gleichzeitig einige Tropfen Wasser hinzu, so lösen sich die Krystalle in Folge der entwickelten Wärme fast vollständig auf. Filtrirt man jetzt über Glaswolle und setzt zu dem klaren Filtrat einige weitere Tropfen Wasser, so scheidet sich das bromwasserstoffsaure Salz reichlich in weissen, kugelförmig verwachsenen Nadeln aus. Diese werden mit Wasser gewaschen, bis das ablaufende Wasser nur noch schwach sauer reagirt und schliesslich im Vacuum über Aetzkalk getrocknet. Der Schmelzpunkt des Salzes liegt bei $207-208^{\circ}$.

Analyse: Ber. für $C_{14}H_{19}Br_2NO \cdot HBr$.

Procente: Br 52.40.

Gef. » » 52.46.

Die Hydroxylgruppe in dem Piperidinderivat wurde durch die Darstellung des Benzoesäureesters nachgewiesen. Die in üblicher Weise gewonnene Verbindung krystallisirt aus verdünntem heissem Alkohol in Nadelchen, die constant bei $136.5-137.5^{\circ}$ schmelzen. Leicht löslich in Benzol, Chloroform und Eisessig, mässig in Aether, Alkohol und Ligroin. Unlöslich in Alkalien.

Analyse: Ber. für $C_{21}H_{23}Br_2NO_2$.

Procente: Br 33.26.

Gef. » » 33.68.

Zersetzungsproduct des Piperidinderivates.

Tetramethyltetrabromdioxystilben,
 $C_6Br_2 \cdot OH(CH_3)_2CH \cdot CH \cdot C_6Br_2OH(CH_3)_2$

Breitet man das Piperidinderivat auf einem Uhrglase aus und erhitzt auf dem Wasserbade, so tritt nach ungefähr 20 Minuten der Geruch nach Piperidin auf, und die helle Flüssigkeit beginnt sich zu verdicken und röthlich zu färben. Nach etwa 2 Stunden ist eine

zähe, dicke Masse entstanden, die beim Erkalten zu einem steinharten, fleischfarbenen Kuchen erstarrt. Man pulverisirt die Masse, kocht sie mit Alkohol aus und krystallisirt den Rückstand mehrfach aus viel siedendem Benzol um. Wenn nöthig, kocht man zunächst die benzolische Lösung einige Zeit mit Thierkohle.

Aus Benzol, dem besten Krystallisationsmittel, und Chloroform scheidet sich die Substanz in derben, diamantglänzenden Prismen und Nadeln ab, aus Eisessig in filzigen Nadelchen. Der Schmelzpunkt liegt bei 232.5—234°; von etwa 240° an beginnt Zersetzung unter langsamer Gasentwicklung.

Der Körper ist in allen gebräuchlichen Lösungsmitteln schwer löslich, auch in der Hitze; am leichtesten wird er von siedendem Benzol oder Chloroform und von warmem Aether aufgenommen.

In Aetzkalken löst sich die Verbindung leicht auf und wird durch Säuren unverändert wieder gefällt. Mit Brom scheint sie ein Additionsproduct zu liefern.

Analyse: Ber. für $C_{18}H_{16}Br_4O_2$.

Procente: C 36.98, H 2.74,

Gef. » » 37.29, 35.43, 35.62, 36.94, » 3.12, 2.70, 2.93, 3.93,

Br 54.80.

» 55.25, 55.74, 55.83.

Aethyläther des Zersetzungsproductes.

Da das Molekulargewicht des eben beschriebenen Körpers wegen seiner geringen Löslichkeit auf kryoskopischem Wege nicht bestimmt werden konnte, wurde sein Aethyläther dargestellt.

Man erhitzt zu diesem Zweck die Substanz mit der äquivalenten Menge Aetznatron, etwas mehr als 2 Mol. Jodäthyl und absolutem Alkohol 10 Stunden im Rohr auf 100°. Der Inhalt des Rohres besteht aus Jodnatrium und glänzenden Krystallblättchen, die durch Waschen mit verdünntem Alkali und Wasser isolirt werden. Durch mehrfache Krystallisation aus Eisessig erhält man diamantglänzende Blättchen, die constant bei 171—172.5° schmelzen.

Die Substanz ist unlöslich in Alkalien, auch beim Erwärmen; leicht löslich in Aether, Benzol und Ligroin, schwer in kaltem, mässig in heissem Alkohol und Eisessig.

Analyse: Ber. für $C_{22}H_{24}Br_4O_2$.

Procente: C 41.25, H 3.75, Br 50.00.

Gef. » » 40.62, » 4.04, » 51.18.

Das Molekulargewicht der Verbindung wurde mittels des Beckmann'schen Apparates durch Gefrierpunktserniedrigung bestimmt.

g Lösungsmittel	g Substanz	Beob. Erniedrigung	g Substanz auf 100 g Lösungsmittel	Gef. Mol.-Gew.	Ber. Mol.-Gew.
16.14	0.2377	0.103°	1.47	701	640
16.14	0.4365	0.191°	2.71	694	640

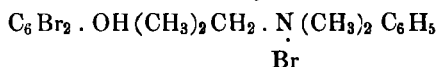
Die Versuche über die Reduction des Dibrompseudocumenolbroms und die Darstellung des Essigsäurederivates werden in der folgenden Mittheilung gemeinschaftlich mit den hierüber von Hrn. Avery angestellten Experimenten beschrieben werden.

Heidelberg, Universitätslaboratorium.

566. K. Auwers und S. Avery: Ueber ein abnormes Tribromderivat des Pseudocumenols. III.

(Eingeg. am 14. November.)

Condensationsproduct von Dibrompseudocumenolbrom mit Dimethylanilin.



Wenn man benzolische Lösungen äquivalenter Mengen von Dibrompseudocumenolbrom und Dimethylanilin mit einander vermischt, so beginnt in der Kälte nach einigen Minuten, beim Erwärmen sofort die Ausscheidung feiner Krystalle, welche das Additionsproduct beider Componenten darstellen. Die Ausbeute ist annähernd quantitativ. Ein Ueberschuss von Dimethylanilin ändert nichts an der Reaction. Beispielsweise wurden aus 11.5 g Bromkörper und 3.6 g Dimethylanilin 13.5 g reines Product erhalten = 92 pCt. der Theorie.

Trägt man das Tribromderivat in einen Ueberschuss kochenden Dimethylanilins ein, so färbt sich die Masse violett. Es wird etwas bromwasserstoffsäures Dimethylanilin gebildet, das Hauptproduct bleibt aber auch in diesem Falle der durch Addition entstehende Körper.

Die Substanz ist nach dem Abfiltriren und Waschen mit Benzol und Wasser rein. Aus siedendem Eisessig erhält man sie in schönen, glänzenden, blätterigen Krystallen, die langsam erhitzt bei 226—230°, rasch bei 234—236° schmelzen. Bei etwa 240° wird Gas entwickelt und die Substanz schwärzt sich.

Die Verbindung ist unlöslich in Chloroform, Ligroin und Essigester, sehr schwer in Aether und Benzol, leicht in heissem Eisessig. Bei andauernder Einwirkung kalten Wassers spaltet sie Spuren von Bromwasserstoff ab, beim Kochen mit Wasser verliert sie allmählich ein Molekül Bromwasserstoffsäure.

Analyse: Ber. für $\text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{Br}_3\text{NO}$.

Procente: Br 48.58.

Gef. » » 48.78.