

Analyse: Ber. für  $C_{16}H_{15}NO_3$ .

Procente: C 71.38, H 5.58.

Gef. » » 71.09, » 5.60.

Schliesslich stelle ich in beifolgender Tabelle einige Constanten des Amidoalkohols mit denen des Glycols und Aethylendiamins zusammen:

	Glycol (Aethandiol)	Amidoalkohol (Aethanolamin)	Aethylendiamin (Aethandiamin)
Siedepunkt	197—197.5° bei 764.5 mm	171° bei 757 mm	116.5°
Volumgewicht	1.125 bei 0°	1.022 bei 20°	0.902 bei 15°
Brechungsindex $n_D$	1.431 bei 20°	1.454 bei 20°	1.447 bei 20°
Löslichkeit in Aether	ca. 1:100	ca. 1:100	ca. 1:300
Mit Wasser und Alkohol	in jedem Verhältnisse mischbar		
Durch Aetzkali aus 50-procentiger Lösung	nicht abgeschieden		abgeschieden
Schmelzpunkt des Di- benzoylderivates	73 <sup>1)</sup>	76°	245 <sup>2)</sup> 249 <sup>3)</sup>

Ueber die Umwandlungen des Amidoalkohols und über sein physiologisches Verhalten soll in einer späteren Mittheilung berichtet werden.

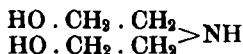
### 165. Ludwig Knorr: Ueber das Diäthanolamin.

(Erste Mittheilung)

[Aus dem chem. Institut der Universität Jena].

(Eingegangen am 1. April; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. S. Gabriel.)

Das Diäthanolamin



ist ebenso wie der Amidoalkohol bisher nur in Form von Salzen erhalten worden. Man gewinnt es leicht nach der in der vorhergehenden Mittheilung beschriebenen Darstellungsmethode in Form eines

<sup>1)</sup> Diese Berichte 23, 2498.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 5, 246 und 21, 2384

<sup>3)</sup> Ann. d. Chem. 223, 43.

wasserhellen Oeles von der Consistenz des Glycerins, das unter 748 mm Druck bei 270° (F. g. i. D.) und unter 150 mm Druck zwischen 217—218° (F. g. i. D.) constant ohne Zersetzung siedet und beim Abkühlen nach einiger Zeit, sofort beim Impfen zu einer harten Krystallmasse, Prismen vom Schmp. 28°, deren Aneinanderlagerung an die Structur des Fasergypses erinnert, erstarrt (vgl. Fig. 7 und 8).

Analyse: Ber. für  $C_4H_{11}NO_2$ .

Procente: C 45.71, H 10.47, N 13.33.

Gef. » » 45.93, » 10.49, » 13.71.

Volumgewicht bei 20° . . . . .	= 1.0966
Brechungsindex $n_D$ bei 20° . . . . .	= 1.4776
Molekularrefraction ber. für $C_4H_{11}NO_2$ . . . . .	= 27.36
Gefunden . . . . .	= 27.08
Dispersion $n_F - n_C$ bei 20° . . . . .	= 0.00838
Molekulardispersion ber. für $C_4H_{11}NO_2$ . . . . .	= 0.725
Gefunden . . . . .	= 0.880.

Die Verbindung ist eine starke einsäurige Base, sie bläut Lakmus, zieht Kohlensäure aus der Luft an und ist so hygroskopisch, dass die Krystalle an die Luft gebracht sofort zerfließen.

0.1129 g Substanz nahmen nach 1 Stunde um 0.0042 g, nach weiter 1 Stunde um 0.0040 g u. s. w. an Gewicht zu.

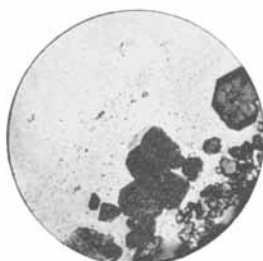
Die Dämpfe des Diäthanolamins rauchen stark an feuchter Luft. Mit Alkohol und Wasser mischt sich die Base in jedem Verhältniss. In Ligroin, Benzol und Aether ist sie sehr schwer löslich, leichter löslich in Chloroform. Die wässrige Lösung der Base wirkt auf die Epidermis wie Alkalilaugen ein. Aus concentrirter wässriger Lösung lässt sie sich ebensowenig wie der Amidoalkohol durch Aetzkali abscheiden. Mit Wasserdämpfen ist sie nicht flüchtig.

#### *Salze des Diäthanolamins.*

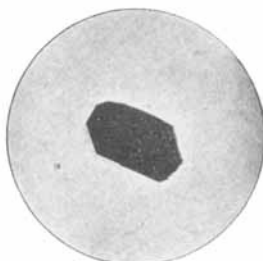
Von den Salzen der Base sind nur das *Hydrochlorat* und das *Chloroplatinat* bis jetzt bekannt geworden<sup>1)</sup>. Wurtz beschreibt das erstere als »dicken Syrup«, das letztere als »prächtige rhombische Prismen von orangerother Farbe, welche einigermassen dem zweifach chromsauren Kali gleichen«. Ich ergänze diese Beschreibung durch die Abbildungen 9 und 10, welche die Krystallisation aus Weingeist wiedergeben.

Das *Chloraurat* der Base kommt aus sehr concentrirter wässriger Lösung bei langsamer Abkühlung (Fig. 11 und 12) in langen, das ganze Gefäss durchsetzenden Nadeln, die im polarisirten Lichte ge-

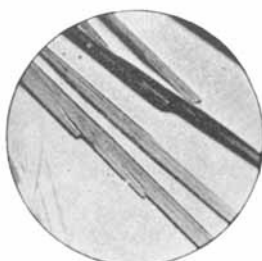
<sup>1)</sup> Ann. d. Chem. 114, 53 und 121, 227, 228.



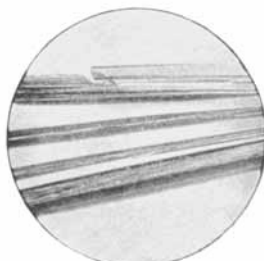
*Fig. 9.*



*Fig. 10.*



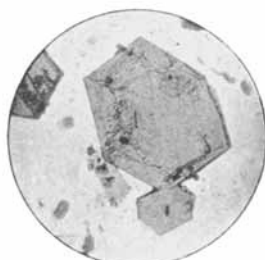
*Fig. 11.*



*Fig. 12.*



*Fig. 13.*



*Fig. 14.*



*Fig. 15.*



*Fig. 16.*

rade Auslöschung parallel der langen Kante zeigen. Fig. 13 giebt ein Bild der raschen Krystallisation aus Wasser.

Das Salz schmilzt unter vorhergehendem Sintern bei ca. 122°.

Analyse: Ber. für  $C_4H_{11}NO_2 \cdot HCl \cdot AuCl_3$ .  
 Procente: Au 44.22,  
 Gef. » » 44.21.

Das *Pikrat* krystallisirt aus den ganz concentrirten Lösungen in Wasser oder Alkohol in einzelnen Blättchen von 6-seitigem Umriss. Fig. 14 zeigt die Krystallisation aus Alkohol, Fig. 15 die langsame, Fig. 16 die rasche Krystallisation aus Wasser.

Das Salz schmilzt unter vorhergehendem Sintern bei 109–110°.

Analyse: Ber. für  $C_4H_{11}NO_2 \cdot C_6H_3N_3O_7$ .  
 Procente: N 17.08.  
 Gef. » » 16.82.

Das *pikrolonsaure Salz*<sup>1)</sup> krystallisirt in kurzen, gelben, optisch zweiaxigen Prismen (vgl. Fig. 17), die sich ziemlich leicht in Wasser und Alkohol lösen.

Das Salz zersetzt sich rasch erhitzt bei ca. 216° unter vorhergehender Bräunung.

Analyse: Ber. für  $C_4H_{11}NO_2 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ .  
 Procente: N 18.97.  
 Gef. » » 19.25.

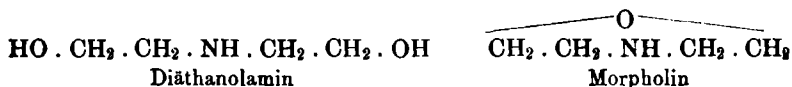
#### *Tribenzoyldiäthanolamin.*

Das Diäthanolamin liefert nach der Methode von Schotten-Baumann ein Tribenzoylderivat, das nicht krystallisirt erhalten werden konnte und deshalb in nicht völlig reinem Zustande isolirt wurde.

Analyse: Ber. für  $C_{25}H_{23}NO_5$ .  
 Procente: C 71.94, H 5.52, N 3.36.  
 Gef. » » 71.92, » 5.37, » 2.60.

0.5707 g Oel gaben verseift 0.51 g Benzoësäure, während sich für  $C_4H_9NO_2 \cdot (C_6H_5 \cdot CO)_3$  0.501 g Benzoësäure berechnen.

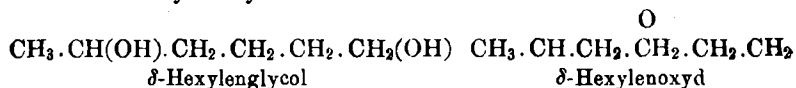
Das Diäthanolamin stellt die Brücke dar, die zum *Morpholin*, der wichtigen Stammsubstanz des Morphins und der früher<sup>2)</sup> beschriebenen Morpholinderivate, führt. Das Morpholin ist der innere Aether des Diäthanolamins.



<sup>1)</sup> Siehe vorhergehende Abhandlung.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 22, 2087.

Man kann dieses am glattesten durch Erhitzen mit 70-procentiger Schwefelsäure auf 160° in Morpholin verwandeln, also in derselben Weise, in der sich  $\delta$ -Glycole, die dem Diäthanolamin in ihrer Constitution verglichen werden können, in ihre Oxyde verwandeln lassen. Nur erfolgt bei den  $\delta$ -Glycolen die Anhydridbildung bereits bei weniger hoher Temperatur. Das  $\delta$ -Hexylenglycol z. B. wird nach den Erfahrungen Lipp's<sup>1)</sup> schon bei 100° durch 60-procentige Schwefelsäure in  $\delta$ -Hexylenoxyd verwandelt:



während sich bei dieser Temperatur Morpholin nicht oder nur spurenweise aus dem Diäthanolamin bildet.

Das Morpholin wird nach dieser neuen Methode reiner und mit viel besserer Ausbeute gewonnen, als nach dem früher<sup>2)</sup> angegebenen Verfahren (Erhitzen des salzsauren Diäthanolamins mit rauchender Salzsäure). Es siedet bei 128° (uncorr.), also um 142° niedriger als das Diäthanolamin. Eine ähnliche Differenz zeigen die Siedepunkte von  $\delta$ -Hexylenglycol (234—235°) und  $\delta$ -Hexylenoxyd (103—104°).

Die eingehende Beschreibung des Morpholins werde ich in einer besonderen Mittheilung folgen lassen.

## 166. Ludwig Knorr: Ueber das Triäthanolamin.

(Erste Mittheilung.)

[Aus dem chemischen Institut der Universität Jena.]

(Eingegangen am 1. April; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. S. Gabriel.)

Das Triäthanolamin hat A. Wurtz<sup>3)</sup> schon in Händen gehabt. Er erhielt es nach Zerlegung des salzsauren Salzes mit der berechneten Menge Silberoxyd durch Verdunsten der Lösung im leeren Raume als dicken Syrup.

In ganz reinem Zustande lässt sich die Base durch Vacuumdestillation in der weiter oben geschilderten Weise gewinnen. Sie stellt ein in der Kälte zähflüssiges, in der Hitze leichtflüssiges Oel von hell

<sup>1)</sup> Diese Berichte 18, 3283, und 3286.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 22, 2084.

<sup>3)</sup> Ann. d. Chem. 121, 229.