

## Mittheilungen.

### 178. Ludwig Knorr und Hermann Matthes: Ueber das Aethanolmethylamin und Diäthanolmethylamin.

(Eingeg. am 20. April; mitgeth. i. d. Sitzung vom 25. April durch Hrn. O. Piloty)

[Aus dem chem. Institut der Universität Jena.]

Die beiden im Titel genannten Alkoholbasen sind von dem Einen<sup>1)</sup> von uns bereits vor längerer Zeit dargestellt und durch einige Salze charakterisirt worden.

Da die Basen indessen nach der damals angewandten Darstellungsmethode nicht in reinem Zustande gewonnen wurden, so haben wir sie nunmehr nach dem kürzlich von Knorr beschriebenen Verfahren<sup>2)</sup> zur Isolirung der wasserfreien Aethanolamine dargestellt, um die früheren unzureichenden Angaben controlliren und ergänzen zu können.

*Aethylenoxyd* wirkt auf starke Methylaminlösungen ausserordentlich heftig ein. Man muss deshalb beim Vermischen beider für starke Kühlung sorgen. Auch bei Temperaturen unter 0° erfolgt die Vereinigung rasch und ist bei Anwendung von 44 g Aethylenoxyd in einigen Minuten beendet. Aus der Reactionsmasse können Aethanolmethylamin und Diäthanolmethylamin ohne besondere Mühe einfach durch fractionirte Destillation isolirt werden.

Bei einem Versuche, bei dem 44 g Aethylenoxyd und 200 ccm 15-procentige Methylaminlösung zur Verwendung kamen, wurden 9.2 g Aethanolmethylamin (Siedep. 159°) und 44.4 g Diäthanolmethylamin (Siedep. 246—248°) erhalten. Bei einem zweiten Versuche, bei dem es in erster Linie auf die Gewinnung des Aethanolmethylamins ankam, wurden aus 44 g Aethylenoxyd und 400 ccm 30-procentiger Methylaminlösung 35 g Aethanolmethylamin und 21 g Diäthanolmethylamin erhalten und 90.5 g Methylamin zurückgewonnen.

#### Aethanol-methylamin, $\text{OH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_3$ .

Das Aethanolmethylamin ist ein farbloses, ziemlich dickflüssiges, stark basisches Oel von eigenthümlichem Geruch, der an Heringslake erinnert. Es zieht Wasser und Kohlensäure aus der Luft begierig an.

0.4055 g der Base hatten, offen an der Luft stehend, nach einer Stunde um 0.0123 g, nach drei Stunden um 0.0340 g an Gewicht zugenommen.

<sup>1)</sup> Knorr, diese Berichte 22, 2088.    <sup>2)</sup> Diese Berichte 30, 910.

Die Base greift Kupfer und Messing, Kork und die Epidermis ziemlich stark an. Ihre Dämpfe rauchen an der Luft. Mit Wasser, Alkohol und Aether mischt sie sich in jedem Verhältniss. Durch Aetzkali wird sie aus concentrirten wässrigen Lösungen als Oel abgetrennt.

Siedepunkt bei 747 mm Druck	159° (F. g. i. D.)
Specifisches Gewicht bei 20° .	0.9370
Brechungsindex bei 20° . . .	1.4385
Molekularrefraction: Gefunden	21.03
Berechnet	21.13
C <sub>3</sub> H <sub>9</sub> NO. Ber. C 48.00, H 12.00, N 18.67.	
Gef. » 47.75, » 12.02, » 18.73.	

Das Aethanoldimethylamin liefert mit einigen Alkaloidreagentien charakteristische Niederschläge:

Quecksilberchlorid fällt noch in einer Verdünnung 1:100 einen weissen, amorphen Niederschlag, welcher sich nach kurzer Zeit gelb färbt. Beim Erwärmen wird er orangeroth. Die Fällung ist sowohl im Ueberschuss der Base, als auch des Quecksilberchlorids löslich.

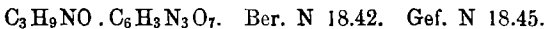
Phosphormolybdänsäure bewirkt in nicht zu verdünnten Lösungen eine charakteristische kanariengelbe Fällung.

Kaliumcadmiumjodid, Kaliumquecksilberjodid, Jod in Jodkalium, Nessler's Reagens und Tanninlösung geben keine Fällung.

Kaliumwismuthjodid fällt einen orangerothern krystallinischen Niederschlag. Selbst in einer Verdünnung 1:20000 bewirkt dieses Reagens noch eine Trübung.

Pikrinsäure erzeugt in 20-procentiger Lösung bereits keine Fällung mehr. Aus sehr concentrirter wässriger Lösung kommt das

*Pikrat* in Gestalt feiner verfilzter Nadeln, die in Alkohol leicht löslich, in Aether fast unlöslich sind. Schmp. 148—150°.



Das *Hydrochlorat* fällt beim Einleiten von Salzsäure in die ätherische Lösung der Base als weisses Krystallpulver aus, das an der Luft bald zerfliesst und deshalb nicht analysirt wurde.

Das *Chloraurat*<sup>1)</sup> krystallisirt in wasserfreien Prismen vom Schmp. 145—146°, welche in Wasser ziemlich leicht löslich sind.

<sup>1)</sup> Das Salz ist von Knorr früher bereits aus unreinem Oxäthylmethylamin dargestellt worden. Er fand den Schmelzpunkt zu niedrig. Später benutzten Freund und Göbel das Salz zur Identificirung des aus dem Thebain abgespaltenen Methyläthanolamins. Sie geben den Schmp. zu 145—147° an.

$(C_6H_9NO.HCl).AuCl_3$ . Ber. Au 47.37. Gef. Au 47.39.

Das *Chlorplatinat* des Methyläthanolamins ist in Wasser spielend leicht löslich. Es krystallisirt beim Verdunsten der wässrigen Lösung in der Kälte in wasserfreien, derben Tafeln vom Zersetzungspunkt 125—130°.

$(C_3H_9NO.HCl)_2PtCl_4$ . Ber. Pt 34.76. Gef. Pt 34.72.

### Diäthanolmethylamin, $CH_2(OH).CH_2.N(CH_3).CH_2.CH_2.OH$ .

Das Diäthanolmethylamin ist ein dickflüssiges, farbloses, stark basisches Oel von schwachem Geruch. Es zieht aus der Luft begierig Wasser und Kohlensäure an.

0.5643 g der Base nahmen, offen an der Luft stehend, nach einer Stunde um 0.0095 g, nach drei Stunden um 0.0312 g an Gewicht zu.

Das Diäthanolmethylamin siedet bei 246—248° (F. g. i. D.) und 747 mm Druck. Sein Dampf raucht stark an der Luft. Es mischt sich mit Wasser und Alkohol, ist dagegen sehr wenig löslich in Aether.

Gleich dem Aethanolmethylamin greift das Diäthanolmethylamin die Epidermis und auch einige Metalle, wie z. B. Kupfer und Messing, stark an.

Volumgewicht bei 20° . . . 1.0377.

Brechungsindex  $n_D$  bei 20° . 1.4678.

Molekularrefraction: Gefunden 31.86.

Berechnet 32.20.

$C_5H_{13}NO_2$ . Ber. C 50.42, H 10.92, N 11.76.

Gef. » 50.31, » 11.12, » 11.87.

Auch das Diäthanolmethylamin giebt mit einigen Alkaloidreagentien charakteristische Niederschläge:

Quecksilberchlorid ruft noch in einer Verdünnung 1:200 einen weissen, käsigen Niederschlag hervor, welcher in der Kälte weiss bleibt, sich aber bei ganz geringem Erwärmen ziegelroth färbt. Der Niederschlag ist sowohl im Ueberschuss der Base, als auch des Quecksilberchlorides löslich.

Phosphormolybdänsäure fällt einen harzigen gelben Niederschlag, löslich im Ueberschuss des Reagenses. Die Fällung tritt noch bei einer Verdünnung 1:100 ein.

Kaliumcadmiumjodid, Kaliumquecksilberjodid, Jod in Jodkalium und Nessler's Reagens bewirken keine Fällung.

Tanninlösung ruft noch in einer 1-procentigen Lösung einen weissen Niederschlag hervor, welcher im Ueberschuss des Tannins leicht löslich ist.

Kaliumwismuthjodid ruft einen orangerothern, krystallinischen Niederschlag hervor. Die Grenze der Fällung dürfte etwa bei 1:10000 liegen.

Pikrinsäure fällt aus einer 20-procentigen Lösung die Base nicht mehr aus.

Das *Pikrat* kommt aus der concentrirten wässrigen Lösung in Gestalt feiner verfilzter Nadeln, welche in Wasser sehr leicht, in Alkohol etwas schwerer löslich sind. Schmp. 94—95°.



Das *Hydrochlorat*,  $\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl}$ , erhält man beim Eindampfen der Base mit Salzsäure als weisse, sehr hygroskopische Krystallmasse.

Das *Chloraurat*<sup>1)</sup> des Diäthanolmethylamins krystallisirt aus sehr concentrirter wässriger Lösung in Gestalt von schief abgeschnittenen, sehr leicht löslichen Prismen, welche bei 101—102° schmelzen.



Das *Chlorplatinat*<sup>2)</sup> stellt rhomboëdrische Prismen dar, welche bei 145° sintern und sich zwischen 148—150° zersetzen. Es ist in Wasser spielend leicht, in Alkohol ziemlich schwer löslich.



### 179. Ludwig Knorr und Werner Schmidt: Ueber Alkoholbasen aus Aethylamin.

[Aus dem chemischen Institut der Universität Jena.]

(Eingeg. am 20. April; mitgeth. i. d. Sitzung vom 25. April durch Hrn. O. Piloty.)

Aethylenoxyd und Aethylamin wirken in concentrirter wässriger Lösung sehr heftig auf einander ein.

Man muss deshalb die Reaction durch kräftiges Abkühlen mässigen, wenn nicht bedeutende Verluste an Aethylenoxyd eintreten sollen. Es entstehen dabei Gemenge von *Aethanoläthylamin* und *Diäthanoläthylamin*, die sich leicht durch *fractionirte Destillation* isoliren lassen. Wird Aethylamin im Ueberschusse verwendet, so bildet sich viel Aethanoläthylamin neben wenig Diäthanoläthylamin. Arbeitet man mit überschüssigem Aethylenoxyd, so entsteht hauptsächlich Di-

<sup>1)</sup> Vergl. L. Knorr, diese Berichte 22, 2080.

<sup>2)</sup> Vergl. Morley, diese Berichte 13, 223 und Knorr, diese Berichte 22, 2089.