

Tetrachlor- $\gamma$ -pyrophtalon,  $C_6Cl_4 \left\langle \begin{array}{l} C=CH.C_5H_4N \\ CO > O \end{array} \right.$

Molekulare Mengen von  $\gamma$ -Picolin und Tetrachlorphtalsäureanhydrid wurden zwei Stunden am Rückflusskühler auf dem Wasserbade erhitzt, wobei sich der Kolbeninhalt zunächst gelb, später dunkelgrün färbte. Die dunkle Masse wurde mehrmals mit kochendem Wasser ausgewaschen, wobei unverändertes  $\gamma$ -Picolin und Tetrachlorphtalsäureanhydrid in Lösung gingen, gleichzeitig aber auch ein gelber, in Nadeln krystallisirter Körper, der bei  $179^\circ$  zu schmelzen begann und dessen Analyse 37.7 pCt. C und 1.91 pCt. H ergab. Das Reactionsproduct, eine dunkelgrüne Masse, konnte aus keinem Lösungsmittel umkrystallisirt werden; es wurde daher mehrmals mit Alkohol ausgekocht und stellte alsdann ein dunkelgrünes Pulver dar, dessen Schmelzpunkt über  $260^\circ$  lag.

0.1532 g Subst.: 0.2617 g  $CO_2$ , 0.0296 g  $H_2O$ .

$C_{14}H_5O_2NCl_4$ . Ber. C 46.54, H 1.40.

Gef. » 46.59, » 2.16.

## 26. Erich Düring:

### Ueber *p*-Methyl- $\gamma$ -stilbazol, seine Reductionsproducte und über $\omega$ -Trichlor-oxy- $\gamma$ -propylpyridin.

[Aus dem landw.-technolog. Institut der Universität Breslau.]

(Eingegangen am 22. December 1904.)

*p*-Methyl- $\gamma$ -stilbazol,  $CH_3.C_6H_4.CH:CH.C_5H_4N$ .

Molekulare Mengen von  $\gamma$ -Picolin und *p*-Toluylaldehyd und etwas Chlorzink wurden im Bombenrohr 10 Stunden auf  $200^\circ$  erhitzt. Beim Oeffnen der Röhre zeigte sich kein Druck; der Inhalt bildete eine dunkle, ölige Flüssigkeit, mitunter auch eine gelbe, feste Masse (Zinksalz); an den Wänden der Röhre hafteten einzelne Wassertröpfchen, ein Zeichen, dass die Reaction unter Wasseraustritt vor sich gegangen war. Der Röhreninhalt wurde vom unverändert gebliebenen Aldehyd aus salzsaurer Lösung, vom unverändert gebliebenen Picolin aus alkalischer Lösung durch Einleiten von Wasserdampf befreit. Die Base selber wurde anfangs aus der alkalischen Lösung mit überhitztem Wasserdampf übergetrieben, später aber wurde das salzsaure Salz dargestellt, dieses mit Aether von anhaftenden Schmierern befreit und mit Kali die Base ausgeschieden.

Aus verdünntem Alkohol umkrystallisirt, stellt sie weisse Kryställchen dar, die bei 80° sintern und zwischen 101—102° schmelzen. Leicht löslich in Alkohol, Aether und Amylalkohol.

0.1254 g Sbst.: 0.3967 g CO<sub>2</sub>, 0.0756 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N. Ber. C 86.09, H 6.71.

Gef. » 86.27, » 6.76.

#### Salze des *p*-Methyl- $\gamma$ -stilbazols.

Salzsaures Salz. Hellgelbe Kryställchen. Schmp. 120°. Sehr leicht löslich in Wasser und Alkohol.

0.0699 g Sbst.: 0.0429 g AgCl.

C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N.HCl. Ber. Cl 15.35. Gef. Cl 15.17.

Bromwasserstoffsäures Salz. Gelbe Nadelchen, die bei 176—177° schmelzen.

0.0707 g Sbst.: 0.0477 g AgBr.

C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N.HBr. Ber. Br 28.97. Gef. Br 28.71.

Quecksilberdoppelsalz. Hellgelbe Nadelchen, die bei 195° zu sintern und bei 208° zu schmelzen beginnen.

0.1190 g Sbst.: 0.0542 g HgS.

(C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N.HCl).HgCl<sub>2</sub>. Ber. Hg 39.84. Gef. Hg 39.26.

Golddoppelsalz. Glänzende, rothbraune Nadelchen; schmilzt bei 191° unter Aufschäumen.

0.0827 g Sbst.: 0.0302 g Au.

(C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N.HCl)AuCl<sub>3</sub>. Ber. Au 36.85. Gef. Au 36.51.

Platindoppelsalz. Hellgelbe Kryställchen, die sich bei 193° unter Gasentwicklung zersetzen.

0.1401 g Sbst.: 0.0059 g H<sub>2</sub>O. — 0.13402 g Sbst. (bei 105° getrocknet): 0.1018 g Pt.

(C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N.HCl)<sub>2</sub>.PtCl<sub>4</sub> + 2H<sub>2</sub>O. Ber. Pt 24.36, H<sub>2</sub>O 4.31.

Gef. » 24.14, » 4.21.

#### Dihydro-*p*-Methyl- $\gamma$ -stilbazol, CH<sub>3</sub>.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.CH<sub>2</sub>.CH<sub>2</sub>.C<sub>3</sub>H<sub>4</sub>N.

3 g des *p*-Methyl- $\gamma$ -Stilbazols wurden mit der 6-fachen Menge rauchender Jodwasserstoffsäure und etwas rothem Phosphor im zugeschmolzenen Rohr 1—2 Stunden auf 160° erhitzt. Nach Beendigung der Reaction bildete der Röhreninhalt eine braune Flüssigkeit. Beim Erwärmen derselben mit concentrirter Kalilauge schied sich an der Oberfläche ein braunes Oel ab. Dasselbe wurde mit Aether aufgenommen, die ätherische Lösung getrocknet und das Oel nach Verdunsten des Lösungsmittels im Vacuum destillirt. Es siedet unter 80 mm Druck bei 220° und ist eine farblose Flüssigkeit. Die Ausbeute war nahezu quantitativ.

0.1229 g Sbst.: 0.3843 g CO<sub>2</sub>, 0.0873 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>N. Ber. C 85.21, H 7.66.

Gef. » 85.27, » 7.96.

Salze des Dihydro-*p*-Methyl- $\gamma$ -stilbazols.

Salzsaures Salz. Weisse, federförmige Büschel aus Alkohol, dem Aether bis zur Trübung beigegeben wurde. Bei 135° beginnt das Salz zu sintern, bei 140° zu schmelzen.

0.1257 g Sbst.: 0.0795 g AgCl.

$C_{14}H_{15}N.HCl$ . Ber. Cl 15.17. Gef. Cl 15.51.

Bromwasserstoffsäures Salz. Weisse Kryställchen vom Schmp. 149—150°.

0.1742 g Sbst.: 0.1165 g AgBr.

$C_{14}H_{15}N.HBr$ . Ber. Br 28.06. Gef. Br 28.45.

Jodwasserstoffsäures Salz. Hellgelbe Büschel, die bei 132° sintern und bei 138° schmelzen.

Quecksilberdoppelsalz. Weisse Nadeln, die sich beim Erhitzen auf 102° verändern und bei 110° unscharf schmelzen.

0.2665 g Sbst.: 0.1235 g HgS.

$(C_{14}H_{15}N.HCl).HgCl_2$ . Ber. Hg 39.66. Gef. Hg 39.98.

Golddoppelsalz. Glänzende, hellgelbe Blättchen vom Schmp. 155°.

0.1087 g Sbst.: 0.0395 g Au.

$(C_{14}H_{15}N.HCl)AuCl_3$ . Ber. Au 36.70. Gef. Au 36.37.

Platindoppelsalz. Glänzende, orangerote Blättchen, die bei 194° unter Gasentwicklung schmelzen.

0.1645 g Sbst.: 0.0395 g Pt.

$(C_{14}H_{15}N.HCl)_2.PtCl_4$ . Ber. Pt 24.29. Gef. Pt 24.01.

*p*-Methyl- $\gamma$ -stilbazolin,  $CH_3.C_6H_4.CH_2.CH_2.C_5H_{10}N$ .

Das *p*-Methyl- $\gamma$ -Stilbazol wurde mit Natrium und siedendem Alkohol in das entsprechende Stilbazolin übergeführt. Zur Zerstörung des Natriumalkoholats wurde der Kolbeninhalt mit etwa dem gleichen Volumen Wasser versetzt und der überschüssige Alkohol abdestillirt, worauf sich alsbald ein braunes Oel abschied, das mit überhitztem Wasserdampf übergetrieben wurde. Die gewonnenen Flüssigkeitsmengen wurden salzsauer gemacht und eingeengt, die Base mit Kali abgeschieden, ausgeäthert, getrocknet und nach Verdunsten des Lösungsmittels im Vacuum bei 50 mm Druck destillirt. Die übergegangene, farblose Flüssigkeit siedete um 215°; sie besitzt einen unangenehmen Geruch und ist stark alkalisch.

0.1017 g Sbst.: 0.3082 g  $CO_2$ , 0.0914 g  $H_2O$ .

$C_{14}H_{21}N$ . Ber. C 82.68, H 10.41.

Gef. » 82.65, » 10.07.

Salze des *p*-Methyl- $\gamma$ -stilbazolins.

Salzsaures Salz, Goldsalz und Quecksilbersalz sind Oele, von denen das Letztere nach einiger Zeit erstarrt.

Platindoppelsalz. Gelbe Kryställchen, die bei 205° unter Zersetzung schmelzen.

0.0776 g Sbst.: 0.0182 g Pt.

$(C_{14}H_{21}N.HCl)_2.PtCl_4$ . Ber. Pt 23.88. Gef. Pt 23.49.

Kohlensaures Salz. Bei längerem Stehen an der Luft verbindet sich das Stilbazolin mit Kohlensäure und geht in einen festen Körper über. Er bildet farblose Nadeln, die bei 90—91° schmelzen und sich in Salzsäure unter Kohlensäureentwicklung lösen (Nachweis durch Trübung von Barytlauge).

$\omega$ -Trichlor-oxy- $\gamma$ -propylpyridin.  $C_5H_4N.CH_2.CH(OH).CCl_3$ .

Molekulare Mengen von  $\gamma$ -Picolin und Chloral wurden im Kölbchen 15 Stunden auf dem Wasserbade am Rückflusskühler erhitzt. Der Kolbeninhalt bildete eine dunkelbraune, feste Masse, welche nach dem Abpressen auf einem Thonteller mit Alkohol aufgenommen und einige Stunden mit Thierkohle gekocht wurde. Beim Zugeben von Wasser zur alkoholischen Lösung bis zur Trübung krystallisirte das Reactionsproduct in glänzenden, weissen Täfelchen aus, deren Schmp. bei 160° lag.

0.1115 g Sbst.: 0.1648 g  $CO_2$ , 0.0348 g  $H_2O$ .

$C_8H_8NOCl_3$ . Ber. C 39.91, H 3.32.

Gef. » 40.31, » 3.15.

Platindoppelsalz. Glänzende, gelbe Blättchen, die bei 198° unter Gasentwicklung schmelzen.

0.1451 g Sbst.: 0.0321 g Pt.

$(C_8H_8NOCl_3.HCl)_2.PtCl_4$ . Ber. Pt 22.33. Gef. Pt 22.12.

## 27. Albert Koeppen: Ueber den salzsauren Betaïnäthylester.

[Aus dem anorganisch-chemischen Laboratorium der Technischen Hochschule zu Hannover.]

(Eingegangen am 1. October 1904.)

Gelegentlich einer Untersuchung über Muscarine, über die ich später berichten zu können hoffe, stellte ich das Additionsproduct des Trimethylamins und des Monochloressigsäureäthylesters, den salzsauren Betaïnäthylester, her. Die entsprechende Aethylverbindung, der salzsaure Triäthylglykocolläthylester, ist schon 1862 von Hofmann<sup>1)</sup> dargestellt worden, während Betaïnester meines Wissens noch nicht beschrieben sind.

### Darstellung des salzsauren Betaïn-äthylesters.

Theoretische Mengen Monochloressigsäureäthylester und Trimethylamin (in Form 33-proc. alkoholischer Lösung) wurden in einem

<sup>1)</sup> Jahresberichte 1862. 333.