

Wasser und Holzgeist leicht und in absolutem Alkohol ziemlich schwer löslich.

0.115 g Sbst.: 0.2254 g CO<sub>2</sub>, 0.07 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>19</sub>H<sub>27</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Br. Ber. C 53.36, H 6.36.

Gef. » 53.45, » 6.80.

Atropin-jodacetamid, C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>O<sub>3</sub>N, CH<sub>2</sub>J.CO.NH<sub>2</sub>.

Gibt man die gesondert dargestellten konzentrierten Lösungen von 1.5 g Jodacetamid und 2 g Atropin in kaltem Sprit zusammen, so scheidet sich nach etwa 1/2 Stunde das Additionsprodukt als flockiger Niederschlag aus. Es läßt sich aus Methylalkohol umkrystallisieren und setzt sich daraus in undeutlichen, kugelförmigen Krystallaggregaten ab, die jedoch bald teilweise verharzen. Das Jodid ist leicht in Wasser und Holzgeist, ziemlich schwer in Alkohol und fast unlöslich in Aceton, Äther, Essigäther, Benzol und Chloroform; es zersetzt sich bei 203—204° und wurde als Rohprodukt analysiert.

0.1364 g Sbst.: 0.2396 g CO<sub>2</sub>, 0.0727 g H<sub>2</sub>O.

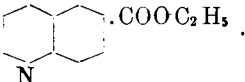
C<sub>19</sub>H<sub>27</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>J. Ber. C 48.08, H 5.73.

Gef. » 47.92, » 5.96.

### 709. Alfred Einhorn: Notizen über einige Chinolinderivate.

[Mitteil. aus dem Labor. der Kgl. Akademie der Wissensch. zu München.]

(Eingegangen am 13. Dezember 1909.)

*p*-Chinolincarbonsäure-äthylester,  .

(Von Alfred Einhorn und Richard Feibelmann.)

Man suspendiert einen Teil salzsaure *p*-Chinolincarbonsäure in 4 Teilen absolutem Alkohol, sättigt mit Salzsäure und kocht 1/2—1 Stunde unter Rückfluß, bis vollständige Lösung eingetreten ist; beim Erkalten der Flüssigkeit scheidet sich dann das salzsaure Salz des Esters ab; es krystallisiert aus Sprit in zu Büscheln vereinigten Nadeln und schmilzt bei 210° unter Zersetzung. In Wasser ist es sehr leicht löslich.

0.1828 g Sbst.: 9.9 ccm N (13°, 720 mm).

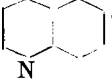
C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>O<sub>2</sub>N, HCl. Ber. N 5.92. Gef. N 6.05.

Mit Alkalien wird aus der wäßrigen Lösung des salzsauren Salzes der *p*-Chinolincarbonsäure-äthylester in Freiheit gesetzt, der

aus verdünntem Sprit in verfilzten Nadeln krystallisiert und bei 50° schmilzt.

0.1644 g Sbst.: 10.4 ccm N (17°, 724 mm).

$C_{12}H_{11}O_2N$ . Ber. N 6.96. Gef. N 6.99.

Monochlorhydrat des *p*-Chinolincarbonsäure-diäthylamino-  
äthylesters, .CO.O.CH<sub>2</sub>.CH<sub>2</sub>.N(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, HCl

(Von denselben.)

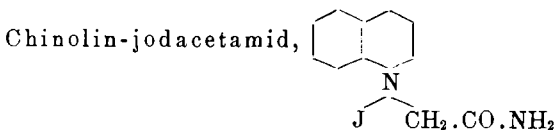
Zur Lösung von 33 g salzsaurer *p*-Chinolincarbonsäure in 330 g konzentrierter Schwefelsäure tropft man unter guter Kühlung 70 g Diäthylaminoäthanol, erhitzt 12 Stunden auf dem Wasserbad, gießt die dunkel gefärbte Flüssigkeit auf Eis, neutralisiert sie annähernd bei einer 20° nicht übersteigenden Temperatur mit einer Lösung von ca. 264 g Ätznatron und fügt nun feste Pottasche im Überschuß hinzu. Hierbei scheidet sich ein basisches Öl ab, welches man in Äther aufnimmt. Die Lösung wird zur Entfernung beigemengten Diäthylaminoäthanol einige Male mit Wasser ausgewaschen und mit Natriumsulfat getrocknet. Beim Verdunsten des Lösungsmittels bleibt der *p*-Chinolincarbonsäure-diäthylaminoäthylester dann als bräunliches Öl zurück.

Er wird genau mit einem Äquivalent *n*-Salzsäure neutralisiert und die Flüssigkeit im Vakuum eingedunstet, wobei das Monochlorhydrat des Esters als fester Rückstand hinterbleibt. Zur Reinigung krystallisiert man das Salz aus absolutem Alkohol um, aus dem es sich mikrokristallinisch abscheidet; es ist schwach gelblich gefärbt und schmilzt bei 180°. In Wasser ist es leicht löslich und verhält sich gegen Kongo und Lackmus neutral. Die Ausbeute an salzsaurem Salz beträgt 15 g.

0.1580 g Sbst.: 0.3606 g CO<sub>2</sub>, 0.1032 g H<sub>2</sub>O. — 0.1321 g Sbst.: 11.0 ccm N (17°, 726 mm). — 0.1194 g Sbst. verbrauchten 3.87 ccm  $\frac{1}{10}$ -*n*. Silberlösung.

$C_{16}H_{20}O_2N_2.HCl$ . Ber. C 62.23, H 6.80, N 9.07, Cl 11.50.

Gef. » 62.24, » 7.25, » 9.17, » 14.47.



(Von Alfred Einhorn und Maximilian Göttler.)

Kocht man 1 g Chinolin und 1.5 g Jodacetamid in Spritlösung eine Stunde unter Rückfluß, so färbt sich die Flüssigkeit bald rot,

und es scheidet sich ein Teil des Additionsproduktes aus; filtriert man es ab und dunstet das Filtrat ein, so krystallisiert der Rest aus, den man von beigemengtem Chinolin durch Auswaschen mit Äther befreit.

Die Verbindung krystallisiert aus Wasser in glänzenden, orangefarbenen, lichtbrechenden Tafelchen, aus Alkohol in gelben Nadeln und zersetzt sich bei 250°; sie ist in Wasser ziemlich löslich, sehr schwer hingegen in Alkohol und unlöslich in Äther, Essigäther und Aceton; ihre alkoholische Lösung fluoresciert grün.

0.1837 g Subst.: 0.2851 g CO<sub>2</sub>, 0.0628 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>ON<sub>2</sub>J. Ber. C 42.04, H 3.53.

Gef. » 42.32, » 3.82.

### 710. K. A. Hofmann und H. Kirmreuther: Carboniumperchlorate.

[Mitteilung aus dem Chem. Laborat. der Kgl. Akad. der Wiss. zu München.]  
(Eingegangen am 9. Dezember 1909.)

Die farbigen Salze und Molekülverbindungen des Triphenylcarbinols, sowie seiner Abkömmlinge sind neuerdings im Hinblick auf den Zusammenhang zwischen Konstitution und Farbe vielfach untersucht worden. Norris und Sanders<sup>1)</sup> stellten die bernsteingelbe Verbindung von Triphenylmethylchlorid mit einem Molekül Aluminiumchlorid dar. F. Kehrman und F. Wentzel<sup>2)</sup> erhielten orangefarbene Krystalle von Triphenylmethylchlorid mit Zinnchlorid. An den Eisenchloridsalzen von Tri-*p*-chlortriphenylmethylbromid, C<sub>19</sub>H<sub>12</sub>Cl<sub>3</sub>Br, FeCl<sub>3</sub>, braune Blättchen, und von Tri-*p*-bromtriphenylchlorid, C<sub>19</sub>H<sub>12</sub>Br<sub>3</sub>Cl, FeCl<sub>3</sub>, ziegelrotes Krystallpulver, wies A. v. Baeyer<sup>3)</sup> die Unhaltbarkeit der chinoiden Formeln für diese Gruppe farbiger Kohlenstoffsalze nach. Er nimmt an, daß das farblose Triphenylmethylchlorid unter der Einwirkung von Metallchloriden oder auch von Phenolen<sup>4)</sup> in einen salzartigen, gelben Zustand übergeht. Sehr schön farbig sind nach Baeyer<sup>5)</sup> die Zinnchloriddoppelsalze von *p*-Trichlor- und *p*-Trijodtriphenylmethylchlorid, nämlich C<sub>19</sub>H<sub>12</sub>Cl<sub>3</sub> + SnCl<sub>4</sub> und C<sub>19</sub>H<sub>12</sub>J<sub>3</sub>Cl + SnCl<sub>4</sub>. Gomberg<sup>6)</sup> hält neuerdings an der Ansicht fest, daß die farbigen Carbinolsalze chinoide Struktur besitzen, während die farb-

<sup>1)</sup> Amer. Chem. Journ. **25**, 54 [1901].

<sup>2)</sup> Diese Berichte **34**, 3818 [1901].    <sup>3)</sup> Diese Berichte **40**, 3083 [1907].

<sup>4)</sup> Diese Berichte **42**, 2624 [1909].    <sup>5)</sup> Diese Berichte **38**, 1156 [1905].

<sup>6)</sup> Diese Berichte **42**, 406 [1909].