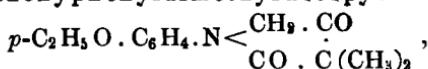


*p*-Aethoxyphenyldimethylketopyrrolidon,

dargestellt mittels *p*-Phenetidin, ist eine weisse, krystallinische, bei 130° schmelzende Substanz.

0.1565 g Sbst. : 0.3880 g CO<sub>2</sub>, 0.1000 g H<sub>2</sub>O.

0.4265 g Sbst. : 21 ccm N (10°, 750 mm).

C<sub>14</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>3</sub>. Ber. C 68.01, H 6.90, N 5.68.

Gef. » 67.70, » 7.09, » 5.81.

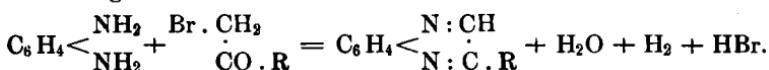
M. Scholtz und P. Friemehlt<sup>1)</sup> haben kürzlich constatirt, dass 1.4-Dibrompentan mit *p*-Toluidin und mit *m*-Nitranilin Pyrrolidin-derivate liefern, dass dagegen bei den betreffenden *o*-Substitutions-producten des Anilins eine Ringschliessung nicht möglich ist. Die Bildung des *o*-Methoxyphenyldimethylketopyrrolidons beweist, dass eine derartige Verhinderung der Ringschliessung durch einen Ortho-Substituenten bei der Einwirkung von aromatischen Aminen auf Bromdimethylacetessigester nicht stattfindet.

---

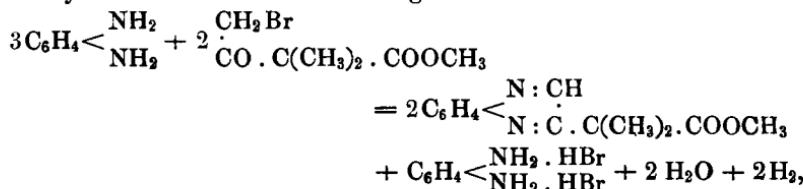
179. M. Conrad und K. Hock: Ueber die Einwirkung von *o*-Phenyldiamin auf Bromdimethylacetessigester.

(Eingegangen am 22. April.)

O. Hinsberg hat nachgewiesen, dass bei der Einwirkung von  $\alpha$ -halogensubstituirten Ketonen auf aromatische *o*-Diamine die Reaktion in folgender Weise verläuft:



Dem entsprechend musste aus Bromdimethylacetessigester und *o*-Phenyldiamin nach der Gleichung:



ein Chinoxalindimethylessigester entstehen.

Um zu diesem Körper zu gelangen, wurde eine methylalkoholische Lösung von 32 g Phenylendiamin und 44.6 g Bromdimethylacetessigester etwa eine Stunde im Wasserbade am Rückflusskühler erhitzt, dann der Methylalkohol verdunstet und der Rückstand mit Wasser

---

<sup>1)</sup> Diese Berichte 32, 849.

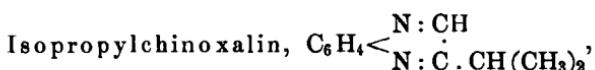
versetzt, wodurch das Phenylendiaminbromhydrat gelöst, der erwartete Ester aber ölförmig abgeschieden wurde.

Beim Einengen der wässrigen Lösung krystallisierte, ehe das Phenylendiaminbromhydrat sich ausschied, eine kleine Quantität eines anderen Körpers heraus. Derselbe zeigte die Tetrahydrochinoxalinreaction<sup>1)</sup>, d. h. er gab mit Eisenchlorid Blaufärbung, die auf Zusatz von Salzsäure in Grün umschlug. Auf Zusatz von viel Wasser stellte sich die blaue Farbe wieder her.

Das als Hauptproduct erhaltene ölige Liquidum konnte durch Abkühlung nicht zum Erstarren gebracht werden. Es wurde deshalb durch mehrständiges Erhitzen mit Salzsäure zersetzt. Nachdem keine Kohlensäureentwicklung mehr wahrnehmbar war, wurde die Reactionsmasse mit Natronlauge alkalisch gemacht und das hierbei entstandene Öl durch einen kräftigen Dampfstrom überdestillirt und so von dem Harze, das im Kolben zurückblieb, getrennt. Aus dem Harze liess sich nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Aether ein weisser krystallinischer Körper extrahiren. Die Quantität desselben reichte nicht zu einer genaueren Untersuchung aus. Die gelbgrüne Fluorescenz seiner Lösungen charakterisiert ihn als ein Dihydrochinoxalinderivat.

Das mit Wasserdämpfen übergegangene Öl siedet glatt zwischen 269—270°.

Es erwies sich bei der Analyse als das erwartete

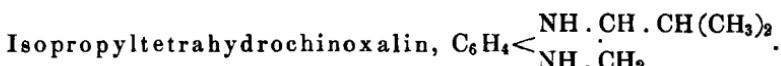


0.124 g Sbst.: 0.3472 g CO<sub>2</sub>, 0.0805 g H<sub>2</sub>O.

0.134 g Sbst.: 19.2 ccm N (119, 736 mm).

C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>. Ber. C 76.67, H 7.02, N 16.31.  
Gef. » 76.38, » 7.26, » 16.62.

Die Base bildet ein farbloses Öl von scharfem Geschmack und pfefferminzartigem Geruch; sie löst sich wenig in Wasser, leicht in Aether, Alkohol und Benzol. Die Salze der Mineralsäuren sind in Wasser ebenfalls leicht löslich. Mit Quecksilberchlorid und Silbernitrat entstehen weisse Niederschläge, Bromwasser erzeugt ein krystallinisches Perbromid.



Wird Isopropylchinoxalin in der zwanzigfachen Menge Alkohol gelöst und Natrium in grossem Ueberschuss eingetragen, so geht die Reduction glatt von Statten. Die alkoholische Lösung wird auf dem Wasserbade eingeengt, mit Wasser versetzt und mit Aether extrahirt.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 20, 1190; 21, 378.

Nach dem Verdunsten des Aethers erstarrt die neue Verbindung zu warzenförmig gruppirten Krystallen. Nach mehrmaligem Umkrystalliren, am besten aus Petroläther, schmilzt die Substanz bei 75°. Sie löst sich leicht in Alkohol, Aether, Essigester, wenig in heissem, fast garnicht in kaltem Wasser. Das Isopropyltetrahydrochinoxalin lässt sich unverändert destilliren, durch seine Dämpfe werden die Schleimbäute heftig gereizt. Mit Eisenchlorid entsteht die charakteristische Blaufärbung, die auf Zusatz von Salzsäure in Grün umschlägt.

0.1328 g Sbst.: 0.363 g  $\text{CO}_2$ , 0.011 g  $\text{H}_2\text{O}$ .

0.2043 g Sbst.: 28.2 ccm N (11°, 750 mm).

$\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{N}_2$ . Ber. C 74.87, H 9.15, N 15.94.

Gef. » 74.56, » 9.27, » 16.30.

**180. Edmund O. von Lippmann: Ueber ein Vorkommen von Cholesterin in Producten der Rübenzucker-Fabrication.**

(Eingegangen am 20. April.)

Vor zwölf Jahren<sup>1)</sup> isolirte ich aus einer Schaumdecke, die sich auf den eingekochten Nachproducten einer belgischen Rübenzucker-fabrik ausgeschieden hatte, ein Cholesterin, das, allen physikalischen Eigenschaften nach, und gemäss des von Hrn. Geheimrath Prof. Dr. Landolt festgestellten Drehungsvermögens, mit dem Phytosterin von Hesse<sup>2)</sup> identifizirt werden konnte. Die Vermuthung einiger Forscher, dieses Phytosterin sei nicht in den Rübensäften selbst, sondern in den, während der Verarbeitung zugesetzten Fetten oder Oelen enthalten gewesen, stützte sich auf keinerlei Versuche, und wurde schon von Herzfeld<sup>3)</sup> als unbegründet zurückgewiesen; die Annahme Rümpler's<sup>4)</sup>, die Substanz habe sich erst während der Gährung des fraglichen Nachproductes aus dem Plasma der hierbei thätigen Pilze abgeschieden, ist gleichfalls unerwiesen, und auch insoffern ganz unwahrscheinlich, als die sog. »Schaumgährung« der Nachproducte nur fälschlich als »Gährung« bezeichnet wird, während sie in der That auf Zersetzungsvorgängen beruht, die mit Mikroorganismen in keinerlei ursächlichem Zusammenhange stehen. Ferner habe ich, aber seiner Zeit (was übrigens Rümpler zum Theile auch erwähnt) ausdrücklich angegeben, dass ich Phytosterin der nämlichen Eigenschaften auch unmittelbar aus dem Fette der Rüben und des Rübensamens erhielt, sowie aus dem fettigen Rückstande im Grossen

<sup>1)</sup> Diese Berichte 20, 3201.

<sup>2)</sup> Ann. d. Chem. 192, 175.

<sup>3)</sup> Zeitschr. für Rübenzuckerindustrie 48, 616.

<sup>4)</sup> »Die Nichtzuckerstoffe der Rüben« (Braunschweig 1898), 243.