

121. S. Gabriel: Notiz über Bromäthylamin.

[Aus dem Berliner Univ.-Laboratorium.]

(Eingegangen am 11. Mai 1917.)

Das Verfahren zur Darstellung des Bromäthylamin-Bromhydrats, welches darin besteht, daß man 50 g Bromäthyl-phthalimid mit 50 ccm Bromwasserstoffsäure (D. 1.49) und 25 ccm Eisessig im Rohr 3 Stdn. auf 170° erhitzt¹⁾, läßt sich bequemer gestalten, wenn man das Imid (50 g) im offenen Gefäß mit je 100 ccm Bromwasserstoffsäure und Eisessig am Rückflußkühler 4 Stdn. lang kocht. Allein auch das so gewonnene Salz ist unrein, wie seine Zerfließlichkeit verrät.

Es läßt sich sofort rein und schneller erhalten, wenn man sich des Amino-äthylalkohols (Oxäthylamins) bedient, der käuflich zu beziehen ist.

10 g Amino-äthylalkohol werden unter starker Eiskühlung in 50 ccm rauchende Bromwasserstoffsäure getropft, die Lösung bei 0° mit Bromwasserstoffgas gesättigt und nun im Rohr 1 Stde. auf 170° erhitzt. Beim Abdestillieren im Vakuum verbleibt eine harte, nicht hygroskopische Krystallmasse, welche aus wenig Alkohol auf Zusatz von Essigester in flachen Blättern vom Schmp. 172.5—173.5° anschießt. Früher wurde als Schmelzpunkt des Bromäthylamin-Bromhydrats 155—160° angegeben.

0.2034 g Sbst. gaben + AgNO₃-Lösung, 0.2215 g AgBr.

C₂H₇NBr₂. Ber. Br 39.02. Gef. Br 39.07.

Oxäthyl-harnstoff²⁾ und Bromwasserstoff.

Erhitzt man 0.7 g Oxäthylharnstoff mit 4 ccm rauchender Bromwasserstoffsäure 1 Stde. im Rohr auf 100°, dunstet die Lösung dann auf dem Wasserbade ein und fügt zum Rückstand unter Kühlung Sodalösung, so scheidet sich ein Krystallbrei ab. Aus wenig lauwarmem Wasser oder nach dem Trocknen aus Methylformiat sehr schnell umkrystallisiert, bildet die neue Substanz kurze, derbe, rechtwinklig abgeschnittene oder seidenglänzende Nadeln vom Schmp. 91°, die nach der Brombestimmung:

0.2100 g Sbst.: 0.2365 g AgBr.

C₃H₇N₂OBr. Ber. Br 47.91. Gef. Br 47.93

aus Bromäthyl-harnstoff, Br.CH₂.CH₂.NH.CO.NH₂, bestehen.

Die Substanz ist unbeständig; nach mehrtägigem Verweilen im Exsiccator wird sie zunächst klümprig, dann wieder fest und löst sich

¹⁾ S. Gabriel und R. Stelzner, B. 28, 2929 [1895].

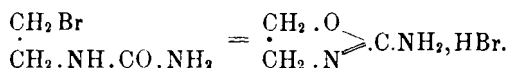
²⁾ Franchimont, B. 13, 488 [1880] (Beilstein, Suppl. I, 860).

nunmehr glatt in wenig kaltem Wasser. Dieselbe Umwandlung erleidet sie beim Schmelzen und beim Erwärmen mit Wasser. Das Produkt der Umwandlung kann aus seiner Lösung in Alkohol durch Essigester in kurzen Prismen abgeschieden werden, die bei 106° schmelzen und an der Luft zerfließen. Sie sind nach der Analyse:

0.2794 g Subst. verbrauchten 16.5 ccm $\frac{1}{10}$ Ag.

$C_2H_7N_2OBr$. Ber. Br 47.91. Gef. Br 47.24,

isomer mit dem Bromäthyl-harnstoff und bestehen aus Äthyl-harnstoff-Bromhydrat, das wie folgt entstanden ist:



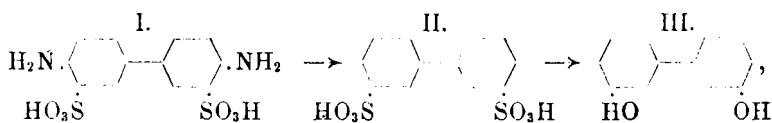
Die wäßrige Lösung des Bromhydrats gibt mit Natriumpikrat das Pikrat vom Schmp. $186-188^{\circ}$).

122. W. Borsche: Zur Kenntnis des *m, m'*-Diphenols.

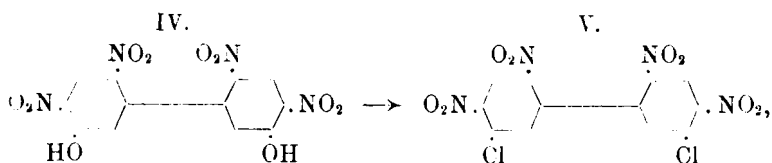
[Aus dem Allgem. Chem. Institut der Universität Göttingen.]

(Eingegangen am 9. Mai 1917.)

Im Anschluß an die verschiedenen Umwandlungen des *o, o'*- und *p, p'*-Diphenols, über die ich mit B. G. B. Scholten zusammen vor kurzem¹⁾ an dieser Stelle berichtete, habe ich gelegentlich auch einige Versuche mit *m, m'*-Diphenol (III.) ausgeführt, das aus Benzidin-disulfosäure (I.) durch Entamidieren und Kalischmelze der restierenden Diphenyl-*m, m'*-disulfosäure (II.) ohne allzu große Schwierigkeit gewonnen werden kann:



bisher aber noch kaum näher untersucht worden ist. Veranlaßt wurde ich dazu vor allem durch die Hoffnung, vom *m, m'*-Diphenol aus über die Tetranitroverbindung IV hinweg bequemer zum Tetranitro-*m, m'*-dichlor-diphenyl V. gelangen zu können:



¹⁾ S. Gabriel, B. 22, 1151 [1889].

²⁾ B. 50, 596 [1917].