ANNALEN

DER

CHEMIE UND PHARMACIE.

CLI. Bandes zweites Heft.

Mittheilungen aus dem chemischen Laboratorium zu Greifswald.

60) Ueber die Amine des Xylylalkohols;
von Dr. O. Pieper.

Zur Darstellung der den Benzylaminen *) entsprechenden Basen des Xylylalkohols wurde das Chlorür dieses Alkohols — welches durch Einleiten von Chlor in siedendes Xylol dargestellt worden war und bei circa 200° siedete — mit starkem weingeistigem Ammoniak in zugeschmolzenen Röhren auf 116° erhitzt. Der Inhalt der Röhren wurde auf ein Filter geschüttet und die auf demselben bleibende, viel Salmiak enthaltende Krystallmasse mit Alkohol einigemal gewaschen.

Das Filtrat wurde durch Destillation vom Ammoniak und dem größten Theil des Weingeistes befreit und dann mit Wasser vermischt, wodurch unreines ölförmiges Trixylylamin abgeschieden wurde. — Die auf dem Filter zurückgebliebene Krystallmasse wurde mit Wasser übergossen, welches Salmiak und salzsaures Bixylylamin und Xylylamin löste, während Trixylylamin ungelöst blieb.

*) Vgl. diese Annalen CXLIV, 304.

Trixylylamin $(C_8H_9)_3N$. — Die unreine Base wird mit Salzsäure vermischt und die dann entstehende Krystallmasse von salzsaurem Trixylylamin durch Waschen mit Wasser und Aether und Umkrystallisiren aus heissem Weingeist gereinigt. Durch Erwärmen mit Kalilauge wird aus diesem Salze das Trixylylamin in Freiheit gesetzt, welches ein zähes, farbloses, schwach alkalisch reagirendes Oel ist, eigenthümlich riecht, auf Wasser schwimmt, sich nicht in Wasser, schwer in Weingeist, leicht in Aether löst. Bei der Destillation wird es zersetzt.

Chlorwasserstoffsäures Trixylylamin $(C_8H_9)_3N, HCl$. — Schneeweisse zarte lockere Nadeln, die in Wasser und Aether nicht, in kaltem Alkohol schwer, in heissem leicht löslich sind und bei 212° *) schmelzen.

0,360 Grm. lieferten 0,145 Chlorsilber = 9,9 pC. Cl.

Die Formel verlangt 9,7 pC. Cl.

Die mit Platinchlorid vermischte weingeistige Lösung setzt beim freiwilligen Verdunsten harte gelbe Krystallkrusten ab.

Das Trixylylamin wird bei Gegenwart von Wasser von Brom zersetzt nach der Gleichung :

In einer Retorte übergießt man das Trixylylamin mit Wasser und erhitzt nach Zusatz von Brom. In der Retorte bleibt bromwasserstoffsäures Bixylylamin und mit den Wasserdämpfen geht der Aldehyd über, der durch Waschen mit etwas Natronlauge und Destillation gereinigt wird. Er ist ein farbloses, wie Bittermandelöl riechendes Oel, schwerer als Wasser und darin etwas löslich; an der Luft oxydirt er

*) Janasch giebt den Schmelzpunkt 203 bis 204° an. Diese Annalen CXLII, 303.

sich allmählig zu Toluylsäure. Zur Bestimmung des Siedepunkts reichte die Quantität nicht hin. — Mit saurem schwefligsaurem Kalium bildet er eine in weissen atlasglänzenden Blättchen krystallisirende Verbindung, deren Schwefelgehalt durch Oxydation mit Salzsäure und chlorsaurem Kalium bestimmt wurde.

0,600 Grm. lieferten 0,646 schwefelsaures Baryum = 14,6 pC. S.
Die Formel $C_8H_7KSO_3$ verlangt 14,4 pC. S.

Beim Erhitzen des salzsauren Trixylylamins in einem Strome trockenen Chlorwasserstoffs geht Xylylchlorür über und der Rückstand besteht aus salzsaurem Bixylylamin :

Das Xylylchlorür wurde am Geruch und an dem Verhalten gegen weingeistiges Ammoniak, wodurch wieder Trixylylamin gebildet wurde, das salzsaure Bixylylamin am Schmelzpunkt und durch Feststellung des Chlorgehalts erkannt.

Bixylylamin $(C_8H_9)_2HN$. — Die salzsaure Verbindung wird zusammen mit dem salzsauren Xylylamin bei Darstellung des Trixylylamins erhalten. Bei der Concentration der Lösung, welche diese beiden Salze enthält, scheidet sich zuerst das salzsaure Bixylylamin ab, welches nach einmaligem Umkrystallisiren aus heissem Wasser rein ist. — Wie diese Base aus dem Trixylylamin mit Brom oder Salzsäure gewonnen werden kann, ist vorhin beschrieben. — Das reine Bixylylamin ist ein schwach gelbliches, nach Häringslake riechendes und alkalisch reagirendes Oel, leichter als Wasser und unlöslich darin, dagegen löslich in Weingeist und Aether. Ueber 210^0 zersetzt es sich.

Chlorwasserstoffsäures Bixylylamin $(C_8H_9)_2HN, HCl$. — Weisse leichte Krystallnadeln, die bei 198^0 schmelzen, schwer

in kaltem, leicht in heissem Wasser und in Alkohol löslich sind.

0,429 Grm. lieferten 0,236 Chlorsilber = 13,5 pC. Cl.

Die Formel verlangt 13,5 pC. Cl.

Bromwasserstoffsäures Bixylylamin $(C_8H_9)_2HN$, HBr. — Zarte weisse Nadeln, die sich beim Erwärmen roth färben und bei 195 bis 196° schmelzen.

0,318 Grm. lieferten 0,197 Bromsilber = 26,3 pC. Br.

Die Formel verlangt 26,1 pC. Br.

Xylylamin $(C_8H_9)H_2N$. — Die von dem salzsauren Bixylylamin getrennte Mutterlauge enthält ausser Resten dieses Salzes noch salzsaures Xylylamin und Salmiak. Sie wird auf ein geringes Volum eingedampft, mit concentrirter Kalilauge vermischt und das abgeschiedene Oel nach dem Trocknen über Kalistückchen auf 210° erhitzt. Bixylylamin bleibt zurück, das Xylylamin destillirt über. — Es ist ein farbloses, stark nach Häringslake riechendes und stark alkalisch reagirendes Oel, das auf Wasser schwimmt und bei 196° siedet. In Alkohol und Aether ist es löslich, in Wasser unlöslich. An der Luft zieht es mit Begierde Kohlensäure an und wird fest. Die Lösung in verdünntem Weingeist fällt aus vielen Metallsalzen Oxyhydrate.

Chlorwasserstoffsäures Xylylamin $(C_8H_9)H_2N$, HCl. — Zarte weisse Nadeln, leicht löslich in Wasser und Weingeist und bei 185° schmelzend.

0,185 Grm. lieferten 0,166 Chlorsilber = 22,1 pC. Cl.

Die Formel verlangt 22,5 pC. Cl.

Mit Platinchlorid entsteht ein in goldgelben glänzenden Blättchen krystallisirendes Salz : $2 (C_8H_{11}N, HCl), PtCl_4$.

0,206 Grm. lieferten beim Glühen 0,062 Pt = 30,1 pC. Pt.

Die Formel verlangt 30,1 pC. Pt.

Auch mit Quecksilberchlorid bildet das salzsaure Xylylamin ein in weissen Krystallen anschliessendes Doppelsalz.