

53. Albert B. Leeds: Ueber Oenantholanilin, Oenantholxyloidin und Oenantholnaphtylamin.

(Eingegangen am 21. December 1882; verl. in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Oenanthol wurde aus Ricinusöl durch Erhitzen desselben in theilweisem Vacuum auf eine Temperatur von ungefähr 150° dargestellt. Die das Ricinusöl enthaltende Flasche war mit einem Liebig'schen Kühler versehen. So lange flüchtige Substanzen überdestillirten, blieb derselbe mit einer Vorlage in Verbindung, welche ihrerseits mit einer Bunsen'schen Pumpe communicirte. Das Oenanthol wurde zu seiner weiteren Reinigung einer zweiten Destillation unterworfen und der bei 154° übergehende Antheil besonders aufgefangen. Nach zwei dergleichen Behandlungen war das Oenanthol für die hier anzuführenden Untersuchungen hinlänglich rein.

Zur Bereitung der folgenden Verbindungen wurden in jedem Falle Molekulargewichtsmengen angewendet. 70 g Oenanthol und 57 g Anilin wurden demnach nach und nach mit einander gemischt. Das Gemenge erhitzte sich stark, die Temperatur desselben stieg von 27° auf 89° . Die resultirende Flüssigkeit ist leicht beweglich und zwar weit mehr als das Anilin oder das Oenanthol für sich.

Um das Oenantholxyloidin darzustellen, wurden 70 g Oenanthol zu 74 g Xylidin hinzugefügt. Die Temperatur stieg von 27° auf 85° , und war auch hier das entstehende Produkt eine äusserst bewegliche Flüssigkeit.

70 g Oenanthol wurden endlich noch mit 88 g Naphtylamin zusammengebracht, wobei das letztere sehr schnell schmolz, und nach der Vereinigung war eine Flüssigkeit entstanden, welche die Temperatur von 75° besass.

Alle drei Verbindungen wurden 6 Stunden am Rückflusskühler erhitzt, um die Vereinigung vollständig zu machen. Nach Verlauf dieser Zeit wurden die Flaschen, welche die drei Substanzen enthielten, entfernt und geringe Mengen derselben der Destillation unterworfen. Das Destillat bestand in jedem Falle aus unverbundener Base und einem Zersetzungsprodukt; aus welchem Grunde die Reinigungsmethode durch Destillation verlassen wurde.

Demnächst beobachtete ich, dass die Verbindungen sich auch nicht durch ein Lösungsmittel reinigen liessen, da das Oenantholanilin, Oenantholxyloidin und Oenantholnaphtylamin in Alkohol, Aether, Benzol, Chloroform und Schwefelkohlenstoff ebenso löslich sind, wie ihre bezüglichen Basen.

Als verhältnissmässig einfachstes Reinigungsverfahren ergab sich mir das Folgende: Jede der drei Verbindungen wurde in ungefähr 150 g Eisessig gelöst und einige Stunden auf dem Wasserbade erhitzt,

um die vollständige Vereinigung zwischen Essigsäure und dem Ueberschuss der Basen Anilin, Xylidin oder Naphtylamin zu bewerkstelligen.

Sobald die Basen vollständig in ihre respektiven Acetverbindungen verwandelt sind, wird ein grosser Ueberschuss von Wasser zugegeben, welches das Oenantholanilin, Oeantholxylidin resp. Oeantholnaphtylamin niederschlägt, während die Acetate in Lösung blieben. Die gefällten Substanzen wurden darauf mit Wasser völlig ausgewaschen, bis jede Spur von Essigsäure verschwunden war, und endlich bei 100° getrocknet.

Ein Theil der so erhaltenen drei Körper wurde zur Analyse aufbewahrt, während der Rest der Destillation unterworfen wurde.

Nach obiger Reinigung stellt das Oeanthol eine röthliche, leicht bewegliche Flüssigkeit vor mit einem angenehmen ätherischen Geruch, welcher weder mit dem des Anilins noch dem des Oeanthols Aehnlichkeit hat. Die Analyse ergab:

	Gefunden	Berechnet für $C_{13}H_{21}NO = C_6H_7NC_7H_{14}O$
C	75.10	75.36 pCt.
H	10.28	10.14 »

Das Oeantholxylidin gleicht dem Oeantholanilin genau in seinen äusseren Eigenschaften und dem Geruch. Seine Formel fand ich zu $C_{15}H_{25}NO = C_8H_{11}NC_7H_{14}O$.

Die Analyse ergab:

	Gefunden	Berechnet für $C_{15}H_{25}NO$
C	76.94	76.59 pCt.
H	10.00	10.64 »
N	5.93	5.96 »

Das Oeantholnaphtylamin war den beiden vorhergehenden Verbindungen in seiner äusseren Erscheinung und den Eigenschaften ähnlich, doch war der ätherische Geruch desselben noch ausgesprochener und erinnerte an den der Fichtenäpfel. Seine Formel war $C_{17}H_{23}NO = C_{10}H_9N \cdot C_7H_{14}O$.

Die Analyse ergab:

	Gefunden	Berechnet für $C_{17}H_{23}NO$
C	79.03	79.38 pCt.
H	9.50	8.95 »

Es ist bemerkenswerth, dass alle diese Verbindungen, synthetisch durch direkte Vereinigung von einem Molekül Oeanthol mit einem Molekül der aromatischen Base ohne Austritt von Wasser erhalten, eine verhältnissmässig hohe Verbindungswärme besitzen. Sie sind beständige Körper und erweisen sich unter nur partieller Zersetzung sublimationsfähig. Die Sublimate waren nicht krystallisirbar und in ihren physikalischen und chemischen Eigenschaften identisch mit den Originalsubstanzen. Ihre Analysen führten zu denselben Formeln.