

Durch Kochen mit salzsaurem Hydroxylamin konnte es in das oben beschriebene β -Naphtholdioxim übergeführt werden.

Durch sehr vorsichtige Reduction des Dioxims mit Zinnchlorür und Salzsäure konnte das Diamido- β -Naphthol ($\overset{1}{\text{NH}}_2 \cdot \overset{2}{\text{NH}}_2 \cdot \overset{7}{\text{OH}}$) in Form des Chlorhydrats erhalten werden. Dasselbe scheidet sich beim Einleiten von Salzsäuregas in die Reduktionsflüssigkeit zinnfrei ab, und kann durch wiederholtes Lösen in Wasser und Fällen mit Salzsäure rein erhalten werden.

Analyse: Ber. für $\text{C}_{10}\text{H}_5(\text{OH})(\text{NH}_2 \cdot \text{HCl})_2$.

Procente: N 11.33, Cl 28.73.

Gef. " " 11.53, " 28.13.

Das Diamidonaphthol geht bei Behandlung mit Essigsäureanhydrid und Natriumacetat in ein bei 244–245° schmelzendes Triacetyl-derivat über.

Analyse: Ber. für $\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_4$.

Procente: N 9.33.

Gef. " " 9.91.

Basel. R. Nietzki's Laboratorium f. organische Chemie a. d. Universität.

204. S. Gabriel und G. Eschenbach: Darstellung des Allylamins.

[Aus dem I. Berliner Universitäts-Laboratorium.]

(Eingegangen am 10. Mai.)

Das Allylamin wird nach A. W. Hofmann¹⁾ am einfachsten und schnellsten in der Weise gewonnen, dass man das leicht zugängliche Allylsenföhl mit Schwefelsäure zusammenbringt, wobei sich eine Reaction im Sinne der Gleichung:



vollzieht. Die Umsetzung soll nach dem genannten Forscher ausserordentlich glatt von statten gehen, man braucht die entstandene Lösung, welche sich kaum gebräunt hat, nur mit Wasser zu verdünnen und nach Zusatz von Alkali zu destilliren, um reichliche Mengen Allylamin zu erhalten.

Die Ausbeute an Allylamin bleibt jedoch erheblich hinter der berechneten zurück. Der Verlust ist leicht zu erklären: man weiss nach den Beobachtungen von C. Liebermann und C. Paal²⁾, dass bei der Einwirkung von Schwefelsäure auf Allylbasen sich die Elemente des

¹⁾ Diese Berichte 1, 183.

²⁾ Diese Berichte 16, 531.

Wassers an die Allylgruppe anlagern und Oxypropylbasen entstehen, die erheblich höher siedend, als die ungesättigten Basen.

Die unbefriedigende Ausbeute ist wohl die Ursache, dass der Preis des Allylamins den des Allylsenföls sehr erheblich übersteigt¹⁾.

Wir haben nun eine sehr befriedigende Ausbeute an Allylamin erzielt, indem wir Salzsäure statt der Schwefelsäure zur Zerlegung des Allylsenföls benutzten, und zwar verfahren wir wie folgt:

50 g Senföl und 200 ccm 20-procentiger Salzsäure werden im Kolben am Rückflusskühler so lange gekocht, bis sich das Oel gelöst hat. Das ist nach etwa 5 Stunden der Fall. Dann dampft man die Lösung auf dem Wasserbade ein, löst die hinterbliebene Krystallmasse in wenig Wasser und fügt unter Kühlung allmählich Kali hinzu, hebt das aufschwimmende Amin ab, trocknet es mit Kali, dann mit Natrium und fractionirt es. Hierbei geht es zwischen 55—58° über; die Ausbeute beträgt 21 g, d. h. ca. 76 pCt. der Theorie.

Wendet man statt der Salzsäure die höher siedende Bromwasserstoffsäure von der Dichte 1.49 an, so vollzieht sich die Zerlegung des Senföls zwar schneller (in etwa 2 Stunden), allein man gewinnt beim Eindampfen der Lösung neben Allylaminbromhydrat auch gewisse Mengen β -Brompropylaminbromhydrat. Sättigt man die Lösung mit Bromwasserstoff und erhitzt sie dann im Rohr auf 100°, so geht das Allylamin bekanntlich in β -Brompropylamin²⁾ über: auf diesem Wege hat Hr. C. Uedinck im hiesigen Laboratorium bequeme grosse Mengen β -Brompropylaminbromhydrat direct aus dem Allylsenföl hergestellt.

Zum Nachweis des Allylamins eignet sich das Pikrat $C_9H_7N \cdot C_6H_3N_3O_7$, welches man nach folgender Vorschrift erhält: 0.8 g salzsaures Allylamin in 5 ccm warmem Wasser werden mit einer warmen Lösung von 1 g Pikrinsäure in 5 ccm *n*-Natron und 15 ccm Wasser vermischt, worauf sich beim Erkalten derbe, citronengelbe Nadeln abscheiden, die unter vorangehender Sinterung bei 140—141° schmelzen. Die Analyse ergab:

Analyse: Ber. für $C_9H_{10}N_4O_7$.

Procente: N 19.2.

Gef. » • 19.5.

¹⁾ Nach C. A. F. Kahlbaum's Preisliste (Oct. 1896) kosten 100 g Senföl 3.30 \mathcal{M} , 100 g Allylamin 35 \mathcal{M} .

²⁾ S. Gabriel und J. Weiner, diese Berichte 21, 2675.