

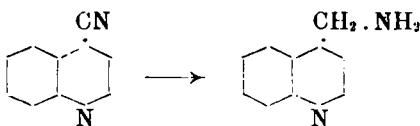
identisch zu sein. Der ein wenig höhere Siedepunkt des Schlotterbeckschen Esters beruht vielleicht auf der Beimischung eines fremden Körpers. Wahrscheinlich konnte Schlotterbeck deshalb seinen Ester auch durch Destillation (sogar bei 0.8 mm Druck) nicht farblos erhalten.

Moskau, 2. März 1913. Höhere Frauenkurse. Laboratorium für quantitative Analyse.

122. Paul Rabe: Über Lepidylamin.

[Aus dem Laborat. f. organ. Chemie d. Deutsch. Techn. Hochschule Prag.]
(Eingegangen am 5. März 1913.)

Die vorliegende Mitteilung schließt sich an die synthetischen Versuche¹⁾ im Gebiet der China-Alkaloide an. Es wurde nämlich gefunden, daß das γ -Cyan-chinolin, das Nitril der Cinchoninsäure²⁾, durch Behandeln mit naszierendem Wasserstoff oder durch Schütteln mit elementarem Wasserstoff bei Gegenwart von Palladiumsol,



in das γ -Aminomethyl-chinolin oder Lepidylamin übergeht.

Die genauere Untersuchung dieser Klasse von Chinolinderivaten behalte ich mir ausdrücklich vor³⁾.

Reduktion des γ -Cyan-chinolins mit Zink und Salzsäure. 3 g Nitril wurden mit 25 ccm konzentrierter Salzsäure und granuliertem Zink auf dem Wasserbade erwärmt. Zur Isolierung des gebildeten Lepidylamins wurde die Reaktionsflüssigkeit mit Alkali übersättigt und ausgeäthert. Der ätherischen Lösung entzog die eben ausreichende Menge verdünnter Salzsäure das Amin. Seine Reinigung geschah über das Dichlorhydrat hinweg.

Reduktion mit Zinkstaub und Eisessig. Eine Auflösung von 15.4 g Nitril in 100 ccm heißem Eisessig wurde allmählich mit 30 g Zinkstaub versetzt und die lebhafte Reaktion durch gelindes Kühlen gemäßigt. Das vom Zink befreite Filtrat gab nach Zugabe überschüssigen Alkalis das Lepidylamin an Äther ab.

¹⁾ B. 45, 2163 [1912].

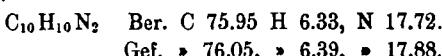
²⁾ H. Meyer, M. 23, 904 [1902]; A. Kaufmann und R. Widmer, B. 44, 2058 [1911].

³⁾ Mit der Überführung der Amine in Alkohole und Aldehyde ist Hr. F. Walter beschäftigt.

Reduktion mit elementarem Wasserstoff. In eine Auflösung von 1 Mol. Nitril in $2\frac{1}{2}$ Mol. 4-prozentiger Salzsäure wurde bei Gegenwart von kolloidalem Palladium und Gummi arabicum das berechnete Volumen Wasserstoff unter einem Überdruck von $\frac{1}{10}$ Atmosphäre auf der Schüttelmaschine eingepreßt. Die vom Palladium befreite und stark eingeengte Reaktionsflüssigkeit lieferte auf Zusatz von Alkohol das Dichlorhydrat des Lepidylamins.

Das Lepidylamin wurde aus seinem Dichlorhydrat mit Natronlauge in Freiheit gesetzt, mittels Äther isoliert und im Wasserstoffstrom unter starkem Minderdruck ausfraktioniert. Es siedet bei 172° (F. g. i. D.) und 8 mm Druck, ist fast farblos, färbt sich aber in Berührung mit Luft rasch violett und löst sich in Wasser, Alkohol und Äther.

0.2062 g Sbst.: 0.5795 g CO₂, 0.1178 g H₂O. — 0.2437 g Sbst.: 36.8 ccm N (15°, 759 mm).



Entsprechend der Natur seiner beiden Stickstoffatome bildet das Lepidylamin ein gegen Lackmus neutral reagierendes Monochlorhydrat und ein sauer reagierendes Dichlorhydrat.

Das Monochlorhydrat, in Äther mit der berechneten Menge Chlorwasserstoff bereitet und aus Alkohol umkrystallisiert, ist ein weißes krystallinisches Pulver, das sich an der Luft bläut, bei $206-208^\circ$ unter Bräunung und Zersetzung schmilzt und sich spielend in Wasser, schwerer in Alkohol und gar nicht in Äther löst.

0.2542 g Sbst.: 0.1847 g AgCl.
 $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2, \text{HCl. Ber. Cl } 18.25. \text{ Gef. Cl } 18.0.$

Das Dichlorhydrat, durch Auflösen des Amins in überschüssiger starker Salzsäure dargestellt und mit Alkohol ausgefällt, erscheint in Form wohlausgebildeter weißer Nadeln, die sich über 250° unter Verkohlung zersetzen. Das Salz ist in Wasser sehr leicht, aber in Alkohol sehr schwer löslich.

0.1402 g Sbst.: 0.1712 g AgCl.
 $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2, 2\text{HCl. Ber. Cl } 30.74. \text{ Gef. Cl } 30.2.$

Bei Ausführung obiger Versuche wurde ich von Hrn. Dr. R. Pasternack auf das Beste unterstützt.