

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

**Beiträge zur Kenntnis einiger Derivate der Chinolin- und
Nicotinsäure**

Bueb, Julius

1890

Ester der Nicotinsäure

[urn:nbn:de:bsz:31-273708](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-273708)

Umkrystallisiren aus Alcohol einen constanten Schmelzpunkt bei 209° C. besitzen und der Analyse nach aus dem Diamid der Chinolinsäure bestehen.

Analyse:

0,3522 g Substanz gaben 0,6558 g CO_2

= 0,17886 g C

= 50,78 % C

0,3522 g Substanz gaben 0,1482 g H_2O

= 0,0164 g H

= 4,67 % H

Stickstoffbestimmung:

0,1888 g Substanz gaben 43.5 cm N

t = 19° C

B = 741 mm

entsprechend 0,048743 g N

= 25,81 % N

Berechnet:

Gefunden:

für $\text{C}_5\text{H}_3\text{N}(\text{CONH}_2)_2$

C = 50,91 %

50,78 %

H = 4,24 „

4,67 „

N = 25,45 „

25,81 „

Das Diamid ist in Alcohol und Wasser leicht löslich. Ueber seinen Schmelzpunkt erhitzt, spaltet es Ammoniak ab. Der neu entstehende Körper ist bis jetzt noch nicht näher untersucht, doch liegt die Vermuthung nahe, dass sich ein dem Phtalimid entsprechender Körper gebildet habe.

Ester der Nicotinsäure.

1. Methylester.

Leitet man in eine Lösung von Nicotinsäure in absolutem Methylalcohol unter gleichzeitigem Erwärmen

Salzsäuregas ein, so scheidet sich zuerst das Chlorhydrat der Nicotinsäure aus. Nach ungefähr zweistündigem Kochen der Flüssigkeit, wobei der Salzsäurestrom ununterbrochen durchgeht, hat sich das ausgeschiedene Chlorhydrat wieder vollständig gelöst. Man unterbricht jetzt den Salzsäurestrom, verjagt den überschüssigen Alcohol, verdünnt mit Wasser, neutralisirt mit Natronlauge und schüttelt mit Aether aus. Nach dem Verdunsten des Aethers bleibt ein dickflüssiges Oel zurück, das bald erstarrt. Es lässt sich unzersetzt destilliren und hat einen constanten Siedepunkt bei 204°C . (uncorr.). In der Vorlage condensirt sich das fast wasserhelle Oel bald zu einem krystallinischen Körper, der aus Alcohol umkrystallisirt einen Schmelzpunkt bei 38°C (uncorr.) zeigt.

Der Analyse nach ist der Körper der Methyl-ester der Nicotinsäure.

$$\begin{aligned} 0,3018 \text{ g Substanz gaben } 0,6805 \text{ g CO}_2 \\ = 0,1855 \text{ g C} \\ = 61,49 \% \text{ C} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 0,3018 \text{ g Substanz gaben } 0,1378 \text{ g H}_2\text{O} \\ = 0,0153 \text{ g H} \\ = 5,07 \% \text{ H} \end{aligned}$$

Stickstoffbestimmung:

$$\begin{aligned} 0,2925 \text{ g Substanz gaben } 25,5 \text{ cm N} \\ t = 13 \quad B = 742 \\ \text{entsprechend } 0,0294 \text{ g N} \\ = 10,05 \% \text{ N} \end{aligned}$$

Berechnet:	Gefunden:
für $\text{C}_8 \text{H}_4 \text{N} - \text{COOCH}_3$	
C = 61,31 %	61,49 %
H = 5,11 „	5,07 „
N = 10,21 „	10,05 „

2*

Der Methylester ist in Wasser, Alcohol und Benzol leicht löslich. Er besitzt einen angenehmen, fruchtartigen Geruch und bildet mit conc. Salzsäure ein gut krystallisirendes Chlorhydrat.

2. Aethylester der Nicotinsäure.

Auf analoge Weise, wie der Methylester kann auch der Aethylester der Nicotinsäure gewonnen werden. Derselbe bildet ein wasserhelles Oel, das bei 218°C . unzersetzt siedet und unter 0°C . zu einer weissen krystallinischen Masse erstarrt. Mit Salzsäure bildet er ein krystallisiertes Chlorhydrat. In Alcohol ist er in allen Verhältnissen löslich. Er besitzt einen angenehmen Geruch.

Analyse:

0,2510 g Substanz gaben 0,5860 g CO_2
= 0,15981 g C
= 63,66 % C
0,2510 g Substanz gaben 0,1370 g H_2O
= 0,0152 g H
= 6,06 % H

Stickstoffbestimmung:

0,3235 g Substanz gab 26,4 cm N
 $t = 17^{\circ}\text{C}$
 $B = 742\text{ mm}$
entsprechend 0,0303 g N
= 9,37 % N

Berechnet:

Gefunden:

für $\text{C}_5\text{H}_4\text{N} - \text{COOC}_2\text{H}_5$

C = 63,57 %	63,66 %
H = 5,96 „	6,06 „
N = 9,27 „	9,37 „