

**Badische Landesbibliothek Karlsruhe**

**Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe**

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

**Bueb, Julius**

**1890**

Einwirkung von Anilin auf Chinolinsäureanhydrid

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

### Darstellung des Chinolinsäureanhydrids.

Chinolinsäure wird mit der vierfachen Menge Essigsäureanhydrid so lange zum Sieden erhitzt, bis die Säure sich vollständig aufgelöst hat. Nach dem Erkalten scheidet sich das Chinolinsäureanhydrid in warzenförmigen Gebilden aus und wird zur vollständigen Reinigung aus Benzol umkrystallisirt. Bei langsamem Erkaltenlassen der Benzollösung kann man das Anhydrid in langen, dem Phtalsäureanhydrid ähnlichen Nadeln erhalten, die bei  $135^{\circ}\text{C}$  (uncorr.) schmelzen. Auf dieses so erhaltene Anhydrid liess ich zuerst verschiedene aromatische Amine einwirken, indem ich dabei erwartete Derivate zu erhalten hoffte, welche mit denjenigen der Phtalsäure analog sein würden.

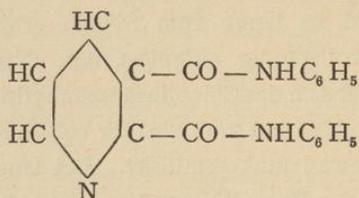
### Einwirkung von Anilin auf Chinolinsäureanhydrid.

Je nach der bei der Einwirkung von Anilin auf Chinolinsäureanhydrid herrschenden Temperatur sind die Reactionsproducte wesentlich verschieden.

1. Uebergiesst man feingepulvertes Anhydrid mit Anilin (auf 1 Mol. Anhydrid 2 Mol. Anilin) und erwärmt das Gemenge im Oelbad auf ca.  $100^{\circ}\text{C}$ , so löst sich das Anhydrid im Anilin zu einer klaren syrupähnlichen Flüssigkeit auf, unter Wasserabspaltung und schwacher

Kohlensäureentwicklung. Die Temperatur des Oelbads wird so lang bei 100° C. gehalten, bis die Reaktionsmasse beginnt fest zu werden. Dieselbe wird sodann aus Alcohol wiederholt umkrystallisirt, wobei sie sich in weissen, seidenglänzenden Nadeln ausscheidet, die einen constanten Schmelzpunkt bei 226° C. zeigen.

Die Analyse stimmt auf das Chinolinsäuredianilid von der Formel:



Analyse:

0,5276 g Substanz gaben 1,3893 g CO<sub>2</sub>  
 = 0,3789 g C  
 = 71,81 % C

0,5276 g Substanz gaben 0,2332 g H<sub>2</sub>O  
 = 0,0259 g H  
 = 4,91 % H

Stickstoffbestimmung:

0,336 g Substanz gaben 38,8 ccm N  
 t = 17° B = 745 mm  
 entsprechend 0,044127 g N  
 = 13,13 % N

Berechnet:                      Gefunden:

für C<sub>8</sub> H<sub>8</sub> N (CO - NHC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>

C = 71,92 %	71,81 %
H = 4,73 „	4,91 „
N = 13,25 „	13,13 „

Durch Verseifen mit mässig concentrirter Salzsäure kann aus dem Anilid die Chinolinsäure wiedergewonnen

und durch ihr charakteristisches Kupfersalz als solche erkannt werden. Das Anilid löst sich schwer in Wasser, leichter in Alcohol und Benzol.

2. Chinolinsäureanhydrid und Anilin werden ca. 6 Stunden auf  $160^{\circ}$  C. im Oelbad erhitzt. Es tritt Wasserabspaltung und starke Kohlensäureentwicklung ein. Der beim Erkalten zu einem krystallinischen Brei erstarrende Körper wird aus Benzol umkrystallisirt, wobei er in prismatischen Krystallen erstarrt, die bei  $115^{\circ}$  C (uncorr.) schmelzen.

Die Analyse ergibt ein Pyridinmonocarbonsäureanilid, und zwar, wie unten nachgewiesen wird, das Anilid der Nicotinsäure.

Analyse:

0,3093 g Substanz gaben 0,8255 g  $\text{CO}_2$

= 0,22514 g C

= 72,79 % C

0,3093 g Substanz gaben 0,1508 g  $\text{H}_2\text{O}$

= 0,01672 g H

= 5,40 % H

Stickstoffbestimmung:

0,2131 g Substanz gaben 27,5 ccm N

t =  $20^{\circ}$  B = 743 mm

entsprechend 0,0307 g N

= 14,42 % N

Berechnet:

Gefunden:

für  $\text{C}_5 \text{H}_4 \text{N} - \text{CONH} \text{C}_6 \text{H}_5$

C = 72,73 %

72,79 %

H = 5,05 „

5,40 „

N = 14,14 „

14,42 „

Durch Erhitzen von Nicotinsäure und Anilin auf ca.  $130^{\circ}$  C gelang es mir, einen Körper zu erhalten, der

mit dem eben erwähnten vollständig identisch ist, wonach das obige Anilid als das Nicotinsäureanilid charakterisirt war. Dasselbe ist in Benzol und Alkohol leicht löslich.

### Einwirkung von o-Toluidin auf Chinolinsäureanhydrid.

Chinolinsäure wurde mit einem Ueberschuss von o-Toluidin so lang im Oelbad auf 100° C. erwärmt, bis die anfängliche klare Lösung zu einem krystallinischen Brei erstarrte. Die Masse, in Alkohol gelöst, scheidet sich beim Verdunsten des Alkohols in glänzenden, mikroskopisch kleinen Prismen aus, die einen Schmelzpunkt bei 192° C. besitzen. Der Analyse nach ist der Körper das Ditoluid der Chinolinsäure.

Analyse:

0,4372 g Substanz ergab 1,1745 g C O<sub>2</sub>  
 = 0,3203 g C  
 = 73,27 % C  
 0,4372 g Substanz ergab 0,2297 g H<sub>2</sub> C  
 = 0,0255 g H  
 = 5,83 % H

Stickstoffbestimmung:

0,3152 g Substanz gaben 33,7 cm N  
 t = 15  
 B = 737  
 entsprechend 0,0382 g N  
 = 12,13 % N

Berechnet:	Gefunden:
für C <sub>8</sub> H <sub>3</sub> N (CO - NHC <sub>7</sub> H <sub>8</sub> ) <sub>2</sub>	
C = 73,04 %	73,27 %
H = 5,50 „	5,83 „
N = 12,17 „	12,13 „