

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

Über einige Derivate der Isonicotinsäure sowie über das gamma-Aminopyridin und das gamma-Methylpyridylketon

Bertelsmann, Heinrich Wilhelm

1895

1. Der Isonicotinsäuremethylester

[urn:nbn:de:bsz:31-273744](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-273744)

100 Teile Cinchonin liefern

	theoretisch:	praktisch:
Pyridintricarbonsäure	67	16
Isonicotinsäure	39	6

Die Ausbeuten sind auch hier nicht besonders, doch hat dieser Prozess den Vorzug der Einfachheit vor den übrigen, ausserdem ist das Rohmaterial nicht so kostspielig wie das der ersten Prozesse und vornehmlich bietet er eine grosse Zeitersparniss, so dass ich ihn den ersterwähnten Verfahren entschieden vorziehe. Die von mir verwandte Isonicotinsäure ist daher nur nach diesem Verfahren bereitet worden.

II. Die Derivate der Isonicotinsäure.

Die zur Darstellung dieser Derivate verwandte Säure war gelblich und mikrokristallinisch. Ihr Schmelzpunkt lag bei 304° (uncorr.) im zugeschmolzenen Rohr, im offenen Rohr erhitzt sublimierte sie, ohne zu schmelzen, in Täfelchen. In Alkohol war sie selbst in der Hitze fast unlöslich.

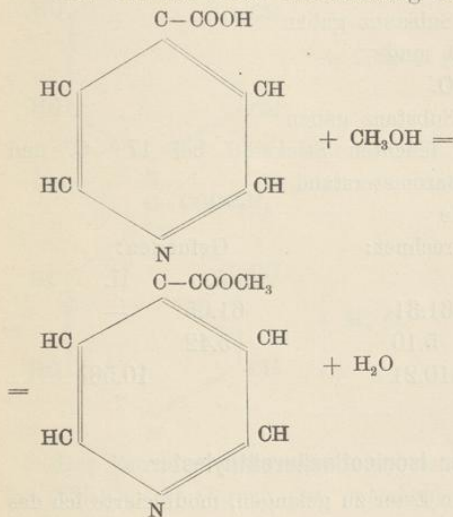
I. Der Isonicotinsäuremethylester.

Die Esterifizierung der Isonicotinsäure wurde nach der allgemeinen Methode durch Einleiten von trockenem Chlorwasserstoff in eine Suspension der Säure in absolutem Alkohol bewirkt.

10 g Isonicotinsäure wurden fein pulverisiert und in 200 g wasserfreien Methylalkohols aufgeschlämmt, darauf wurde trocknes Salzsäuregas eingeleitet und das Gemisch auf dem Wasserbade erwärmt. Nach fünfständigem Einleiten liess ich erkalten, sättigte die jetzt braun gewordene, klare Lösung mit Salzsäuregas, verschloss den Kolben und liess die Lösung über Nacht stehen. Dann

verdampfte ich den Alkohol, nahm den krystallinischen Rückstand mit Wasser auf und neutralisierte mit Soda. Es schied sich eine geringe Menge eines dunklen Oels aus; dieses nahm ich mit Aether auf, trocknete die ätherische Lösung und fraktionierte. Ich erhielt nach öfterer Destillation eine bei 212° (unkorr.) konstant siedende Fraction, welche sich als Ester auswies.

Der Prozess dieser Esterbildung ist folgender:

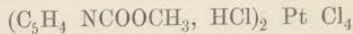


Der Ester bildet eine gelbliche Flüssigkeit von nicht unangenehmem Geruch und brennendem Geschmack; auf die Epidermis gebracht erzeugt er starkes Brennen und hinterlässt rote Flecke. Sein Siedepunkt liegt bei 212° (unkorr.). In Aether, Alkohol, Benzol u. s. w. löst er sich leicht, schwerer wird er vom Wasser aufgenommen, dem er durch Aether fast vollständig entzogen wird. Die Lösungen fluorescieren grün.

Das Chlorhydrat bildet sich beim Sättigen der alkoholischen Lösung des Esters mit Salzsäuregas und Ein-

dampfen im Vacuum. Es bildet weisse, hygroskopische Krystalle von der Formel $C_5H_4NCOOCH_3, HCl$.

Das Chloroplatinat wird dargestellt durch Vermischen der salzsauren Lösung des Esters mit einer konzentrierten Platinchloridsolution. Es sind braugelbe Krystalle von der Formel:



Analyse des Esters.

I. 0.5179 g Substanz gaben

1.1600 CO_2 und

0.2526 H_2O .

II. 0.3855 g Substanz gaben

38.3 ccm feuchten Stickstoff bei $17^{\circ} C$. und
751 mm Barometerstand.

Auf 100 Teile

	Berechnet:	Gefunden:	
		I.	II.
C	61.31	61.05	—
H	5.10	5.42	—
N	10.21	—	10.58

2. Der Isonicotinsäureäthylester.

Um zu diesem Ester zu gelangen, modificierte ich das bei dem Methylester angewandte Verfahren, da letzteres zu schlechte Ausbeuten giebt. Nach vielen Versuchen fand ich folgende Methode für zweckmässig: 200 ccm absoluter Alkohol werden unter Kühlung mit Salzsäuregas gesättigt, darauf giebt man 10 g pulverisierte Isonicotinsäure hinzu, erwärmt auf dem Wasserbade bis zur klaren Lösung und dampft schnell ein unter Durchleiten von Salzsäuregas. Sobald die braune Lösung Syrupdicke hat und Krystalle auszuscheiden beginnt, nimmt man mit Wasser auf und macht die Lösung mit Soda schwach