

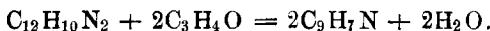
424. Eug. Lellmann und W. Lippert: Ueber eine Bildungsweise der Chinolinbasen.

[Mittheilung aus dem chemischen Institute der Universität Tübingen.]

(Eingegangen am 11. August.)

Bekanntlich geben sowohl Anilin wie Nitrobenzol jedes für sich beim Behandeln mit Glycerin und Schwefelsäure Chinolin, das Nitrobenzol allerdings nur in sehr geringer Menge.

Im ersten Falle muss zur Ermöglichung der Chinolinbildung eine Oxydation, im zweiten eine Reduction stattfinden, sodass die Vermuthung naheliegt, dass auch das zwischen Anilin und Nitrobenzol stehende Azobenzol mit Acrolein sich zu Chinolin umsetzen werde, da in diesem Falle weder Oxydation noch Reduction stattzufinden hat:



Die Reaction wurde zuerst am *p*-Azotoluol geprüft, indem wir 5 g dieses Körpers mit 30 g Glycerin und 30 g Schwefelsäure mischten, vorsichtig anwärmten und nach dem Eintritt der ersten heftigen Reaction die stark schäumende Masse noch 1—2 Stunden lang über kleiner Flamme erhitzten. Sodann wurde mit Alkali übersättigt und im Dampfstrome destillirt. Das Destillat enthielt neben Toluchinolin etwas unverändertes Azotoluol, welches nach dem Ansäuern durch Ausschütteln mit Aether entfernt werden konnte.

Wir haben ferner die Einwirkung von Glycerin und Schwefelsäure auf Amidoazobenzol untersucht und auch hier die Spaltung der Azogruppe wie beim Azotoluol beobachtet. Gleichzeitig reagirte die Amidogruppe des Amidoazobenzols in normaler Weise, sodass neben einander Chinolin und das auch aus Paraphenyldiamin entstehende Phenanthrolin gebildet wurden.

Wir erhitzten 10 g Amidoazobenzol mit 30 g Glycerin und 25 g Schwefelsäure in üblicher Weise, übersättigten sodann mit Alkali und destillirten das Chinolin mit Wasserdampf über. Das mit Salzsäure angesäuerte Destillat wurde zur Trockne gedampft und mit Alkohol behandelt, welcher etwas Salmiak ungelöst zurückliess. Das Chinolin wurde dann in Gestalt seines Platinsalzes erkannt, das sowohl den richtigen Schmelzpunkt 218°, wie auch die verlangte Zusammensetzung zeigte:

0.2115 g verloren bei 100° 0.0115 g Wasser und lieferten 0.0585 g Platin.

Ber. für $(\text{C}_9\text{H}_7\text{NHCl})_2\text{PtCl}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$		Gefunden
H ₂ O	5.13	5.20 pCt.
Pt	27.65	27.66 »

Den Rückstand, welcher durch Destillation vom Chinolin und Ammoniak befreit worden war, haben wir mit Aether ausgeschüttelt und aus diesem dann eine in farblosen Nadeln krystallisirende Base

vom Schmelzpunkt 169° gewonnen, welche ein Platinsalz von der Zusammensetzung $C_{12}H_8N_2(HCl)_3PtCl_4$ gab.

0,2373 g des bei 100° getrockneten Salzes ergaben 0,0780 g Platin.

Berechnet

Gefunden

Pt 32.99

32.98 pCt.

Die aus dem Platinsalz wieder abgeschiedene Base schmolz bei 171°, sodass zweifellos das von Skraup beschriebene Pseudophenanthrolin, $C_{12}H_8N_2$ vorlag.

Die Einwirkung des Acroleins auf das Amidoazobenzol war demnach folgendermaßen verlaufen:



Auch mit dem Azobenzol haben wir den analogen Versuch angestellt und die Bildung von Chinolin mit Sicherheit nachgewiesen. Claus und Stegelitz¹⁾ hatten schon früher die Einwirkung von Glycerin und Schwefelsäure auf Azobenzol studirt und auch Chinolin erhalten; da sie indessen kein chemisch reines Azobenzol in Anwendung gebracht hatten, so blieb die Frage, ob sich hieraus Chinolin bildet oder nicht, auch nach der Ansicht dieser Autoren unentschieden.

Bemerkt sei noch, dass die Ausbeute an Chinolinbasen in allen Fällen klein war; den übrigen Producten der Umsetzung haben wir keine weitere Aufmerksamkeit geschenkt.

425. Otto Seitz: Zur Kenntniß halogenhaltiger Amine der Fettreihe.

[Aus dem I. Berl. Univ.-Laborat. No. DCCCXXXIII.]

(Eingegangen am 12. August.)

Nachdem bromirte Amine in der Aethyl- und Propylreihe vor nicht langer Zeit von Prof. Gabriel²⁾ dargestellt und näher untersucht worden sind, habe ich es zunächst unternommen, die entsprechenden Chlorverbindungen zu bereiten.

Gestützt auf die Erfahrung, dass bei Einwirkung von Reagentien Brom sich bedeutend leichter austauschen lässt als Chlor, wurden zu den Versuchen Chlorobromide angewandt, um nach der Gabriel'schen Methode zur Darstellung primärer Amine mittelst Phthalimidkalium das Brom als Bromkalium abzuspalten, in der Hoffnung, dass Chlor dem Moleküle nicht entzogen werden würde.

¹⁾ Diese Berichte XVII, 2380.

²⁾ Diese Berichte XXI, 566, 1029, 2669.