

148. Krystallisiertes N-Methyl-o-dihydro-nicotinsäure-amidvon **P. Karrer** und **F. Blumer**.

(9. VI. 47.)

N-Methyl-o-dihydro-nicotinsäure-amid war das erste o-Dihydro-derivat des Nicotinsäure-amids, welches seinerzeit bei der Erschliessung dieser Verbindungsgruppe hergestellt worden ist¹⁾. Aus diesem Grunde und weil die Verbindung die erste Modells substanz für die reduzierten Codehydrasen war, hat sie ein gewisses Interesse. Sie konnte früher stets nur als Öl gewonnen werden, während z. B. das N-Propyl-o-dihydro-nicotinsäure-amid leicht krystallisierte²⁾. Nunmehr ist es gelungen, auch N-Methyl-o-dihydro-nicotinsäure-amid krystallisiert darzustellen. Die hellgelben Krystalle schmelzen bei 84°. In evakuierten Ampullen sind sie längere Zeit haltbar. Die übrigen Eigenschaften (Reduktionsvermögen, Säureempfindlichkeit, Absorptionsspektrum usw.) entsprechen den früheren, dem nicht krystallisierten Präparat zukommenden Angaben.

Experimentelles.

1 g Nicotinsäure-amid-jodmethylat wurde in 10 cm³ Wasser gelöst, dazu eine Lösung von 3 g wasserfreier Soda in 10 cm³ Wasser gefügt und unter Einleiten von reinem Stickstoff und Kühlung mit Eiswasser innerhalb 10 Minuten portionenweise 2,8 g Na₂S₂O₄ eingetragen. Man schüttelte bis zur Auflösung des Natriumdithionits, liess die Flüssigkeit hierauf 2 Stunden im Stickstoffstrom stehen, zog sie 10-mal mit je 20 cm³ peroxydfreiem Äther aus und trocknete die vereinigten Ätherextrakte mit Natriumsulfat. Die Lösung begann sich zu trüben; man goss sie vom Natriumsulfat ab und stellte sie in den Eisschrank. Dort schied sich nach einigem Stehen ein rotes Öl aus, dessen Krystallisation nicht gelang. Die von diesem Öl abgegossene ätherische Lösung wurde nochmals kurz mit Natriumsulfat durchgeschüttelt und hierauf im Vakuum auf $\frac{1}{3}$ des Volumens eingeeengt. Schon bei Zimmertemperatur setzte nun Krystallisation ein, die sich nach dem Verbringen der Flüssigkeit in den Eisschrank vermehrte. Die hellgelben Krystalle wurden abgenutscht und im Vakuum getrocknet. Smp. 84°.

C ₇ H ₁₀ ON ₂ (138,08)	Ber. C 60,83	H 7,30	N 20,29%
	Gef. „ 61,01	„ 7,05	„ 20,9 %

Zürich, Chemisches Institut der Universität.

¹⁾ P. Karrer, O. Warburg, Bioch. Z. **285**, 297 (1935). — P. Karrer, G. Schwarzenbach, F. Benz, U. Solmsen, Helv. **19**, 811 (1936).

²⁾ P. Karrer und F. J. Stare, Helv. **20**, 418 (1937).