

Über ein phenolisches Nebenprodukt bei der Darstellung von Chinaldin-N-oxyd.

Bei der Darstellung von Chinaldin-N-oxyd aus Chinaldin durch Einwirkung von Wasserstoffperoxyd in Eisessig-Lösung haben wir ein nadelförmiges phenolisches Nebenprodukt vom Schmp. 263°(u. Zers.) in kleiner Menge isoliert. Es ist im Gegensatz zum Chinaldin-N-oxyd in Chloroform schwer löslich, färbt sich grünlich mit Eisenchlorid-Lösung und zeigt eine deutliche Diazoreaktion. Es besitzt eine Zusammensetzung $C_{10}H_9NO_2$ (Ber.: C, 68.56; H, 5.18; N, 8.00. Gef.: C, 68.48; H, 5.18; N, 8.07) und geht bei der katalytischen Reduktion mit Pd-Kohle in Eisessig-Lösung in das 3-Oxychinaldin über,¹⁾ sodass seine Konstitution als 3-Oxychinaldin-N-oxyd festgestellt wurde. Hierbei betrug die Ausbeute des letzteren nur ca. 3~4% der Theorie, während das Chinaldin-N-oxyd mit 60~65%iger Ausbeute entstand. Ausserdem wurde noch eine sehr kleine Menge 3-Oxychinaldin isoliert, obwohl die Entstehung von 2-Oxymethylchinolin, trotz besonderer Vorsicht und Beachtung, nicht nachweisbar war. Ferner zu bemerken ist die Tatsache, dass man hierbei kein 3-Oxyderivat erhalten konnte, wenn man das Chinaldin-N-oxyd mit Benzoylperoxyd oder mit 30%igem Wasserstoffperoxyd und Eisessig unter verschiedenen Bedingungen in Einwirkung brachte.

3-Oxychinaldin-N-oxyd scheint also nicht über das Chinaldin-N-oxyd, sondern direkt aus Chinaldin oxydativ entstanden zu sein. Diese Versuche wurden mit der Unterstützung des Unterrichtsministeriums zur Förderung der Chemie durchgeführt.

*Pharmazeutisches Institut
Medizinische Fakultät
Universität Tokyo.
Hongo, Tokyo*

Eiji Ochiai (落合英二)
Hiroshi Tanida (谷田 博)
Shogo Uyeda (上田省吾)

20. März 1957

1) Mit dem nach Koenig und Stockhausen hergestellten Präparat identifiziert. Vgl. dazu Ber. 35, 2556(1902).