

Es sei hier auf die Analogie hingewiesen, welche zwischen Indazol und den Körpern der Acridinreihe besteht. Die vierwerthige Gruppe $>CH-N<$ ist bei den Acridinkörpern mit zwei zweiwerthigen Kohlenstoffringen, beim Indazol mit einem solchen und andererseits mit der Imidgruppe verbunden.

Es lag nahe zu untersuchen, ob nicht auch Orthotoluidin durch Kochen seiner Diazoverbindung neben dem wohlbekanntem und oft auf diese Weise bereiteten Orthokresol auch Indazol, wenn auch in geringer Menge erzeuge. Wir haben die Darstellung von Orthokresol speciell unter Berücksichtigung dieser Frage wiederholt, ohne auch nur eine Spur Indazol auffinden zu können.

Andere naheliegende Versuche sind im Gange. Wir bitten darum, dass das neu erschlossene Arbeitsgebiet uns noch für einige Zeit überlassen bleibe.

Berlin und Mülhausen i. E., den 6. December 1890.

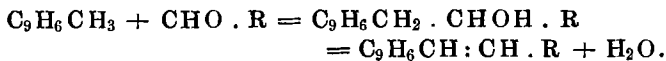
602. W. Wartanian: Condensation von *m*-Nitrobenzaldehyd mit Chinaldin.

[Aus dem Laboratorium der königl. Hochschule zu München].

(Eingegangen am 11. Dezember.)

Die Einwirkung von Phtalsäureanhydrid auf Chinaldin wurde zuerst von Jakobsen und Reimer¹⁾ versucht und dabei das Chinophtalon gewonnen. In der Folge wurden ähnliche Condensationsversuche des Chinaldins mit aromatischen Aldehyden angestellt²⁾.

Wilhelm v. Miller und Spady haben zuerst einen Aldehyd der Fettreihe auf Chinaldin einwirken lassen; dann wurden auch noch die Condensationsproducte anderer Aldehyde³⁾ mit Chinaldin dargestellt und untersucht. Es hat sich dabei gezeigt, dass mit einer Ausnahme immer zuerst das Milchsäureproduct entsteht, welches dann unter Wasserabspaltung die ungesättigte Verbindung liefert nach folgender Gleichung:



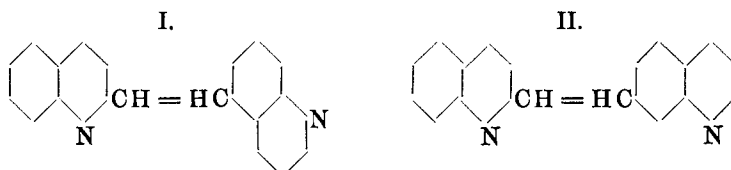
¹⁾ Diese Berichte XVI, 1082 und 2602.

²⁾ Diese Berichte XVI, 2007 und XX, 2047.

³⁾ Diese Berichte XX, 2041, 2043 und 2044.

Ladenburg hat diese Reaction mit den Fettaldehyden in Uebereinstimmung mit W. v. Miller¹⁾ auf das α -Picolin weiter ausgedehnt und ist so zum Coniin gelangt. Dass bei der Einwirkung von Aldehyden auf α -Picolin ebenso wie beim Chinaldin zunächst die milchsäureartige Verbindung entsteht, hat nichts Befremdliches, und wenn Ladenburg in seiner letzten Mittheilung²⁾ hierauf besonders hinweist, so bezieht er dies wohl darauf, dass er eine neue Methode zur Gewinnung gerade dieser aldolartigen Producte gefunden hat, eine Methode, die er aber bisher noch nicht beschrieben hat, und die, wie es scheint, auch auf Chinaldin ausgedehnt werden soll.

Die Arbeit, die hier beschrieben werden soll, bezweckte die Einwirkung des *m*-Nitrobenzaldehyds auf Chinaldin, die zwar schon von Wallach und Wüsten³⁾ bewirkt, aber nicht weiter verfolgt worden ist. Meine Untersuchung lehnte sich an die von Bulach⁴⁾ an, insbesondere interessirte es mich durch Anwendung der Skraup'schen Synthese auf das Amidobenzylidenchinaldin zu einem Aethyldichinolylin zu gelangen. Bei der Skraup'schen Reaction konnten zwei verschiedene Aethyldichinolyline auftreten, je nachdem die Ringschliessung nach der einen oder anderen Seite hin stattfand, wie es nachfolgende Gleichungen versinnbildlichen:



W. v. Miller und Kinkelin⁵⁾ haben auch in der That aus dem *m*-Amidophenylchinaldin die der Theorie nach möglichen zwei isomeren Dichinolyline bekommen, mir ist indess nur der Nachweis eines Körpers gelungen.

Condensation von *m*-Nitrobenzaldehyd mit Chinaldin.

250 g *m*-Nitrobenzaldehyd wurden mit 260 g Chinaldin in einem geräumigen Kolben auf dem Wasserbade erhitzt und allmählich in kleinen Portionen Chlorzink eingetragen. Nach 3—4 stündigem Erhitzen erstarrte der Kolbeninhalt zu einer vollständig festen Masse. Dieselbe wurde behufs Entfernung des Chlorzinks einige Mal mit Wasser ausgekocht und der Rückstand zur Entfernung etwa noch unver-

¹⁾ Diese Berichte XVIII, 3402.

²⁾ Diese Berichte XXII, 2583.

³⁾ Diese Berichte XVI, 2007.

⁴⁾ Diese Berichte XX, 2047.

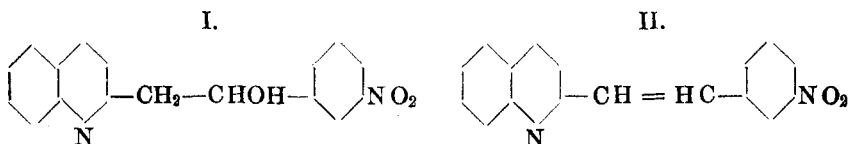
⁵⁾ Diese Berichte XVIII, 1900.

änderten Chinaldins mit kaltem Alkohol ausgezogen. Behufs weiterer Reinigung des Condensationsproductes wird dasselbe durch Lösen in heisser Salzsäure und Erkaltenlassen in das Chlorhydrat verwandelt und dieses dann wieder mit Ammoniak zersetzt. Die Base wird dann abgesaugt, mit Wasser gut ausgewaschen, getrocknet und aus heissem Alkohol umkrystallisirt. Die lufttrockne Base zeigte den Schmelzpunkt 118—121°. Nach wiederholtem Umkrystallisiren aus Alkohol stieg derselbe auf 124—126°. Sie nimmt über Schwefelsäure an Gewicht nicht ab. Die Analyse ergab folgende Werthe:

- I. 0.1865 g Substanz gaben 0.4930 g Kohlensäure und 0.0934 g Wasser, entsprechend 72.06 pCt. Kohlenstoff und 5.57 pCt. Wasserstoff.
- II. 0.1380 g Substanz gaben 0.3655 g Kohlensäure und 0.0710 g Wasser, entsprechend 72.17 pCt. Kohlenstoff und 5.65 pCt. Wasserstoff.
- III. 0.1760 g Substanz gaben bei 21.5° C. und 720 mm Barometerstand 18.2 cem Stickstoff, entsprechend 11.5 pCt. Stickstoff.

	Berechnet für		Gefunden	
	aldolartige Verbindung C ₁₇ H ₁₄ N ₂ O ₃	ungesättigte Verbindung C ₁₇ H ₁₂ N ₂ O ₂	I.	II.
C	69.38	73.91	72.06	72.17 pCt.
H	4.75	4.34	5.57	5.65 »
N	9.52	10.10	11.50	— »

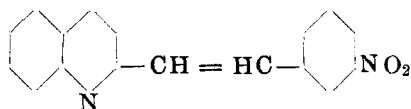
Aus den erhaltenen Zahlen der Analyse geht hervor, dass das bei der Condensation erhaltene Product weder mit der adolartigen, noch mit der ungesättigten Verbindung von den Formeln:



übereinstimmt, sondern ein Gemisch von beiden Körpern vorzuliegen scheint.

Darstellung von *m*-Nitrobenzylidenchinaldin.

Man erhält durch Einwirkung von Essigsäureanhydrid auf das Condensationsproduct die ungesättigte Verbindung: *m*-Nitrobenzylidenchinaldin von der Formel:



15 g Substanz wurden mit der doppelten Menge von Essigsäureanhydrid am Rückflusskühler auf 135° erhitzt. Nach Verlauf von 2 Stunden gießt man die noch warme Masse in Wasser, wobei die

Base sich sofort ausscheidet. Dieselbe wurde abgesaugt, ausgewaschen und einmal aus heissem Alkohol umkrystallisirt; sie zeigte dann den Schmelzpunkt 138—139°. Aus einem Gemisch von Benzol und Ligroin umkrystallisirt erhält man die Base beim Erkalten des Lösungsmittels in schönen gelben, warzenförmigen Krystallen vom Schmelzpunkte 139°. Sie ist ziemlich schwer löslich in Alkohol, sehr schwer in Ligroin, leicht in Benzol. Die über Schwefelsäure getrocknete Substanz ergab folgende procentische Zusammensetzung:

- I. 0.1422 g Substanz lieferten 0.3855 g Kohlensäure und 0.0645 g Wasser, entsprechend 73.83 pCt. Kohlenstoff und 4.99 pCt. Wasserstoff.
 II. 0.1345 g Substanz lieferten 0.3633 g Kohlensäure und 0.0580 g Wasser, entsprechend 73.75 pCt. Kohlenstoff und 4.75 pCt. Wasserstoff.
 III. 0.1684 g Substanz lieferten bei 18,5° C. und 721 mm Barometerstand 15 cem Stickstoff, entsprechend 9.79 pCt. Stickstoff.

	Ber. für $C_{17}H_{12}N_2O_2$	Gefunden	
		I.	II.
C	73.91	73.83	73.75 pCt.
H	4.34	4.99	4.75 »
N	10.10	9.79	— »

Vorstehende Analysen zeigen unzweifelhaft, dass jetzt die *m*-Nitrobenzylidenverbindung vorliegt.

Mit Säuren bildet die Base Salze, von denen folgende dargestellt wurden:

Salzsaures Salz: $C_{17}H_{12}N_2O_2 \cdot HCl$.

Löst man die Base in heisser verdünnter Salzsäure, so scheidet sich beim Erkalten der Lösung das Chlorhydrat aus. Aus salzsäurehaltigem Alkohol krystallisirt das Salz in kurzen rechteckigen Säulen. Dasselbe ist schwer löslich in kaltem Wasser, leicht in heissem. Es ist wasserfrei. Die Analyse ergab:

0.1946 g des über Schwefelsäure getrockneten Salzes lieferten 0.0875 g Chlorsilber, entsprechend 11.09 pCt. Chlor.

	Ber. für $C_{17}H_{12}N_2O_2 \cdot HCl$	Gefunden
Cl	11.35	11.09 pCt.

Salpetersaures Salz: $C_{17}H_{12}N_2O_2 \cdot HNO_3$.

Dasselbe wird erhalten, wenn man die alkoholische Lösung der Base mit verdünnter Salpetersäure in der Kälte zusammenbringt. Nach kurzer Zeit scheidet sich das salpetersaure Salz in schönen seidenglänzenden Nadeln von gelbweisser Farbe aus. Ueber Schwefelsäure nimmt es an Gewicht nicht ab und ist sonach wasserfrei. Bei der Analyse wurde folgendes Resultat erhalten:

0.1370 g Substanz gaben bei 22° C. und 728 mm Barometerstand 15.4 ccm Stickstoff, entsprechend 12.24 pCt. Stickstoff.

Ber. für $C_{17}H_{12}N_2O_2 \cdot HNO_3$	Gefunden
N 12.38	12.24 pCt.

Pikrat: $C_{17}H_{12}N_2O_2 \cdot C_6H_2(NO_2)_3 \cdot OH$.

Versetzt man die heisse alkoholische Lösung der Base mit der berechneten Menge Pikrinsäure in Alkohol gelöst, so fällt sofort das Pikrat in citronengelben, wollig verfilzten Nadelchen aus. Das lufttrockene Salz schmilzt unter Zersetzung bei 240—245°. Es erweist sich wasserfrei. Die Stickstoffbestimmung des Salzes ergab:

0.1140 g Substanz: 14 ccm Stickstoff bei 22.5° C. und 728 mm Barometerstand, entsprechend 13.55 pCt. Stickstoff.

Ber. für $C_{17}H_{12}N_2O_2 \cdot C_6H_2(NO_2)_3OH$	Gefunden
N 13.86	13.55 pCt.

Platinat: $(C_{17}H_{12}N_2O_2 \cdot HCl)_2 \cdot PtCl_4 + 1\frac{1}{2}H_2O$.

Dasselbe wird erhalten, indem man die heisse salzsaure Lösung der Base mit Platinchlorid im Ueberschuss versetzt. Das Doppelsalz fällt sofort als krystallinischer Niederschlag aus. Die Analyse ergab folgende Werthe:

0.1200 g wasserfreie Substanz lieferten 0.0240 g Platin, entsprechend 20 pCt. Platin.

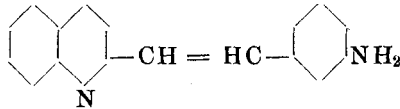
0.1841 g Substanz verloren über Schwefelsäure und bei 100° 0.0053 g Wasser, entsprechend 2.87 pCt.

Ber. für $(C_{17}H_{12}N_2O_2 \cdot HCl)_2PtCl_4 + 1\frac{1}{2}H_2O$	Gefunden
H_2O 2.73	2.87 pCt.

Ber. für $(C_{17}H_{12}N_2O_2 \cdot HCl)_2 \cdot PtCl_4$	Gefunden
Pt 20.21	20.00 pCt.

Reduction der Base mit Zinnchlorür und concentrirter Salzsäure.

m-Amidobenzylidenchinaldin,



200 g des ursprünglichen rohen Condensationsproductes (Gemisch von *m*-Nitrobenzylidenchinaldin mit aldolartigem) werden mit der berechneten Menge concentrirter Salzsäure und überschüssiger alkoholischer Zinnchlorürlösung in einem Kolben auf dem Wasserbade erhitzt, mit der Vorsicht, dass die Nitrobase nur portionsweise in das Reduktionsmittel eingetragen wird. Das allmähliche Eintragen der Base ist zweckmässig, da die Reduction in diesem Falle nicht so stürmisch vor sich geht. Nachdem die ganze Substanz eingetragen

ist, wird noch zwei Stunden erhitzt. Der Kolbeninhalt wurde sodann in eine Schale entleert und mit Wasser so lange erhitzt, bis der Alkohol vollständig vertrieben war. Hierauf giesst man die dickflüssige Masse in heiss gesättigte Natronlauge. Es findet eine sehr lebhaft Reaction statt und wurde der Geruch von Chinaldin wahrnehmbar, was auf eine theilweise Spaltung des Reactionsproductes zurückzuführen ist. Die Masse färbt sich grünlich und die rohe Amidobase scheidet sich zunächst als ein dunkelbrauner harziger Körper aus, der sehr lange Zeit in der Flüssigkeit suspendirt bleibt. Nach vollständigem Absitzen und Entfernung der wässerigen Lösung kocht man den harzigen Körper 5—6mal mit Alkohol aus. Nach dem Abdestilliren desselben bleiben Krystalle der Amidobase, durchtränkt von Chinaldin. Das Chinaldin wurde nun mit Wasserdampf überdestillirt, die im Kolben zurückgebliebene rohe Amidobase vom Wasser getrennt und wiederholt mit Alkohol ausgezogen, der Alkohol abdestillirt und behufs weiterer Reinigung der Base das salzsaure Salz dargestellt. Aus diesem wurde die Base mittelst Ammoniak in Freiheit gesetzt, abgesaugt, gut ausgewaschen und getrocknet. Dieselbe ist in kaltem Wasser so gut wie unlöslich, in kochendem löst sie sich sehr schwer; leicht löslich ist sie in heissem Alkohol, Benzol und Chloroform; ziemlich leicht löslich in Aether, schwer in Ligroin. Aus verdünntem Alkohol krystallisirt sie in gelblich weissen Nadeln. Zweimal aus einem Gemisch von Benzol und Ligroin umkrystallisirt, erhält man sie in glänzenden, orangeroth gefärbten Blättchen vom Schmp. 158—159°. Das m-Amidobenzylidenchinaldin nimmt über Schwefelsäure und bei 100° an Gewicht nicht ab. Die Analyse ergab folgende Zahlen:

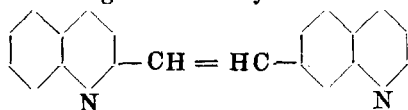
0.2523 g Substanz lieferten 0.7659 g Kohlensäure und 0.1378 g Wasser, entsprechend 82.75 pCt. Kohlenstoff und 6.06 pCt. Wasserstoff.

0.1600 g Substanz gaben bei 16° C. und 727 mm Barometerstand 15.8 ccm Stickstoff, entsprechend 11 pCt. Stickstoff.

	Berechnet für		Gefunden
	ungesättigte Amidobase C ₁₇ H ₁₄ N	gesättigte Amidobase C ₁₇ H ₁₆ N ₂ O	
C	82.92	77.27	82.75 pCt.
H	5.70	6.06	6.06 »
N	11.38	10.61	11.00 »

Vorliegende Analyse beweist, dass der fraglichen Amidobase die Formel der ungesättigten Verbindung zuzuschreiben ist. Die Thatsache, dass von den zwei möglichen Amidobenzylidenchinaldinen (aldolartiges und ungesättigtes) nur das eine ungesättigte entstanden ist, berechtigt zu dem Schlusse, dass bei der Reduction der beiden Nitrobasen das Zinnchlorür auf die aldolartige nicht nur reducirend, sondern auch gleichzeitig wasserentziehend gewirkt hat.

Darstellung von Aethylendichinolin,



20 g der Amidobase wurden mit 70 g Glycerin, 30 g concentrirter Schwefelsäure und 15 g Orthonitrophenol am Rückflusskühler auf dem Sandbade erwärmt. Die Masse färbt sich bald dunkelbraun und fängt an zu sieden. Das Erhitzen setzte ich drei Stunden lang fort. Das Reactionsproduct wurde mit zwei Liter Wasser verdünnt und stehen gelassen, wobei sich eine ziemlich beträchtliche Menge von Harzmasse absetzt. Von demselben filtrirt man ab und übersättigt mit Natronlauge, wobei sich die Rohbase harzig ausscheidet. Die Lösung mit dem harzigen Niederschlage lässt man circa 20 Stunden stehen, wobei die anfangs weiche Masse fest wird und sich dann leicht zerkleinern und auswaschen lässt. Die gewaschene und getrocknete Rohbase wird alsdann 5—6 Mal mit Benzol ausgekocht. Nach dem Abdestilliren des Benzols hinterbleibt ein dunkelbrauner Syrup, anscheinend noch mit harzigen Bestandtheilen verunreinigt. Derselbe wurde mit Ligroïn und Thierkohle anhaltend ausgekocht, filtrirt und das Lösungsmittel abdestillirt. Die Base bleibt nun in honiggelben Oeltropfen zurück. Sie ist leicht löslich in Alkohol, Benzol, Chloroform, schwer löslich in Ligroïn und Aether. Da die Base nicht in fester Form erhalten werden konnte, so versuchte ich die Salze derselben darzustellen:

Salzsaures, salpetersaures und schwefelsaures Salz sind leicht lösliche, gallertartige Niederschläge. Das Pikrat und Platinat sind gelbe bezw. ziegelroth gefärbte, äusserst schwer lösliche, amorphe Körper. Da es mir nun nicht gelang ein krystallinisches Salz zu erhalten, so blieb nur noch übrig zu versuchen, ob nicht das Jodmethylat sich krystallinisch darstellen lässt, da ja die Jodmethylate gewöhnlich gut krystallisirt erhalten werden. In der That bestätigte der Versuch diese Muthmaassung.

Darstellung des Jodmethylats des Aethylendichinolins.

Die Base wurde in Methylalkohol gelöst, mit der berechneten Menge Jodmethyl versetzt und am Rückflusskühler auf dem Wasserbade $1\frac{1}{2}$ —2 Stunden gelinde erhitzt. Es scheidet sich bereits während des Erhitzens das Jodmethylat in sehr feinen, goldgelben Nadelchen aus. Die Krystalle wurden abgesaugt und zweimal aus Methylalkohol umkrystallisirt. Nach wiederholtem Umkrystallisiren schmelzen dieselben bei $225-226^{\circ}$. Das Jodmethylat ist leicht löslich in heissem Wasser, Aethyl- und Methylalkohol, in Chloroform; es ist unlöslich in Benzol, Ligroïn und schwer löslich in Aether. Die Analyse ergab folgendes Resultat:

1.1735 g Substanz verloren über Schwefelsäure 0.0718 g Wasser, entsprechend 6.11 pCt. Wasser.

0.1270 g getrocknete Substanz gaben 0.2768 g Kohlensäure und 0.0520 g Wasser, entsprechend 59.37 pCt. Kohlenstoff und 4.48 pCt. Wasserstoff.

0.1120 g getrocknete Substanz gaben bei 25° C. und 746 mm Barometerstand 7.1 cem Stickstoff, entsprechend 6.97 pCt. Stickstoff.

0.1575 g getrocknete Substanz gaben in Wasser gelöst und mit salpetersaurem Silber gefällt 0.0862 g Jodsilber, entsprechend 29.52 pCt. Jod.

Berechnet		Gefunden
für $C_{20}H_{14}N_2 \cdot CH_3J + 1\frac{1}{2} H_2O$		
H_2O	5.98	6.11 pCt.

Berechnet		Gefunden
für $C_{20}H_{14}N_2 \cdot CH_3J$		
C	59.63	59.37 pCt.
H	4.00	4.48 »
N	6.60	6.97 »
J	29.25	29.52 »

Die Analyse zeigt, dass sich ein Molekül Jodmethyl an die Base angelagert hat. Ein weiterer Versuch ein Dijodmethylat darzustellen blieb erfolglos. Von den Salzen der ursprünglich fraglichen, durch die Analyse des Jodmethylats aber als Aethylendichinolin erwiesenen Base wurde noch das Platinat dargestellt und analysirt. Auch die Analyse des Platindoppelsalzes zeigte, dass das Aethylendichinolin aus dem *m*-Amidobenzylidenchinaldin nach der Skraup'schen Synthese wirklich entstanden ist.

Darstellung des Bromadditionsproductes von Aethylendichinolinjodmethylat.

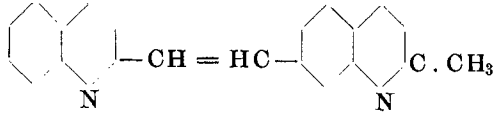
2 g Aethylendichinolinjodmethylat werden in Chloroform suspendirt und hierzu etwas mehr als die berechnete Menge Brom in Chloroform gelöst in kleinen Portionen unter ständigem Umschütteln gegeben. Nachdem alles Brom zugegeben ist, wird abgesaugt, getrocknet und aus Methylalkohol umkrystallisirt. Unter dem Mikroskope beobachtet man feine, spießförmige Krystalle. Die über Schwefelsäure getrocknete Substanz fängt an, sich bei 180—190° zu zersetzen und schmilzt bei 210°.

Eine Stickstoffanalyse ergab folgendes Resultat:

0.1655 g getrocknete Substanz gaben bei 22.5° C. und 722.5 mm Barometerstand 7 cem Stickstoff, entsprechend 4.57 pCt. Stickstoff.

Ber. für $C_{20}H_{14}N_2Br_2 \cdot JCH_3$	Gefunden
N 4.79	4.57 pCt.

Darstellung des Aethylenchinolinchinaldins,



30 g *m*-Amidobenzylidenchinaldin wurden mit 45 g concentrirter Salzsäure in einem Kolben am Rückflusskühler auf 150° erhitzt. Aus einer Kugelhahnbürette lässt man dann 45 g Paraldehyd tropfenweise zufließen. Die Base färbt sich braunroth und fängt zu kochen an. Man kocht 4–5 Stunden lang und die Temperatur wird auf 150° erhalten. Nach Beendigung der Reaction lässt man den Kolbeninhalt erkalten, spült ihn in eine Schale und verdünnt mit Wasser. Nach Filtration der hierbei ausgefallenen Harzmasse wird das Filtrat mit Natronlauge alkalisch gemacht. Dabei scheidet sich die Base harzig aus. Nach 12stündigem Stehen wird abfiltrirt, ausgewaschen und gut getrocknet. Beim Auskochen der zerkleinerten Harzmasse mit Benzol ging ein Theil in Lösung. Die Lösungen hinterliessen nach dem Abdestilliren des Benzols eine dunkelbraun gefärbte, dickflüssige Masse, welche behufs weiterer Reinigung mit Ligroin und Thierkohle ausgekocht wurde. Nach dem Abdestilliren des Ligroins hinterblieb eine wachsgelbe, zähflüssige Masse. Da dieser immerhin noch unveränderte primäre Amidobase beigemischt sein konnte, so musste an eine Entfernung derselben gedacht werden. Wie gewöhnlich, so war auch hier zu erwarten, durch Diazotiren zum Ziele zu gelangen. Man löst die Base in Salzsäure und lässt hierzu die berechnete Menge Natriumnitrit, in Wasser gelöst, portionsweise zufließen. Nach einigem Stehen kocht man es so lange, bis die Stickstoffentwicklung aufhört. Schon während des Kochens scheidet sich eine ziemliche Menge Harz aus, von dem noch kochendheiss abfiltrirt wurde. Nach dem Erkalten des Filtrats setzte sich ein gelbgefärbter Niederschlag zu Boden. Derselbe wurde abgesaugt und so lange ausgewaschen, bis das Filtrat keine Chlorreaction mehr zeigte. Als der fragliche Körper auf Chlor geprüft wurde, erhielt man zwar mit Silbersalz einen Niederschlag, der aber in heissem Wasser löslich war. Es lag also kein salzsaures Salz vor, und die Vermuthung, dass etwa das salpetrigsaure Salz vorhanden sein könnte, fand durch eine vorgenommene Untersuchung ihre volle Bestätigung. Erwärmt man den Körper mit verdünnter Schwefelsäure, so entweicht reichlich Salpetrigsäure und ein mit Jodkaliumstärkekleister getränktes Papier wird sofort blau. Das Salz löst sich leicht in der Wärme in salzsäurehaltigem Wasser, in Alkohol, Chloroform; es ist schwer löslich in reinem Wasser und in Aether. Aus salzsäurehaltigem Wasser krystallisirt es in ausgezeichneten sternförmig gruppirten Nadeln und Büscheln. Das lufttrockne Salz fängt an, bei 125° sich zu zersetzen und schmilzt bei 135–136°. Die Krystalle

verwittern theilweise beim Liegen an der Luft und die röthlich-gelbe Farbe derselben geht in byazinthroth über. Die Analyse ergab unzweifelhaft, dass das salpetrigsaure Salz der gesuchten Chinaldinbase vorlag. Es ergab sich folgendes Resultat:

- I. 0.1347 g getrocknete Substanz gaben 0.3615 g Kohlensäure und 0.0700 g Wasser, entsprechend 73.12 pCt. Kohlenstoff und 5.71 pCt. Wasserstoff.
- II. 0.2020 g getrocknete Substanz gaben 0.5414 g Kohlensäure und 0.0998 g Wasser, entsprechend 73.06 pCt. Kohlenstoff und 5.44 pCt. Wasserstoff.
- III. 0.1108 g getrocknete Substanz gaben bei 23.5° C. und 721 mm Barometerstand 12.2 ccm Stickstoff, entsprechend 11.83 pCt. Stickstoff.
- IV. 0.5340 g Substanz verloren über Schwefelsäure 0.0370 g Wasser, entsprechend 6.92 pCt. Wasser.

Berechnet		Gefunden	
für $C_{21}H_{16}N_2HNO_2 + 1\frac{1}{2}H_2O$			
H_2O	7.29	6.92 pCt.	
Berechnet		Gefunden	
für $C_{21}H_{16}N_2HNO_2$		I.	II.
C	73.46	73.12	73.06 pCt.
H	4.95	5.71	5.44 »
N	12.24	11.83	— »

Die nach der Doebner und v. Miller'schen Synthese aus *m*-Amidobenzylidenchinaldin entstandene Base ist daher thatsächlich Aethylenchinolinchinaldin. Die freie Base stellt eine wachsgelbe, zähflüssige Masse dar. Sie löst sich leicht in Alkohol, Benzol, Aether; sie ist schwer löslich in Ligroïn. Das salzsaure, salpetersaure und schwefelsaure Salz sind leicht lösliche, das Pikrat und Platinat schwer lösliche, unter dem Mikroskop sich nicht krystallinisch erweisende Niederschläge.