

Über 2-Styrylchinolin-N-oxid. I

**Über die Darstellung von 2-Styryl-chinolin-N-oxid
und die Reaktivität der C—C-Doppelbindung
in der Seitenkette**

Von G. BUCHMANN und H.-J. STEINBACH

Mit 4 Abbildungen

Inhaltsübersicht

Es wird über eine Methode zur Darstellung von 2-Styryl-chinolin-N-oxid und seine katalytische Hydrierung über verschiedenen Katalysatoren, wie RANEY-Nickel, Platin und Palladium, zum 2-Phenäthyl-chinolin-N-oxid berichtet.

Die Hydrierungsprodukte werden dünn-schichtchromatographisch untersucht und an Hand der R_f -Werte die Reaktionskomponenten identifiziert.

Reaktivitätsstudien an der C—C-Doppelbindung der Seitenkette zeigen ihre Inaktivität bei elektrophilen Additionsreaktionen.

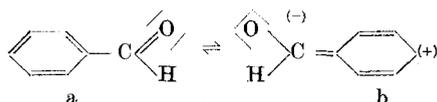
1. Einleitung

Die Kondensation von Chinaldin mit aromatischen Aldehyden führt in guten Ausbeuten zu den entsprechenden 2-Styryl-chinolin¹⁾; in Zusammenhang mit unseren Reaktivitätsstudien war die Kondensationsreaktion mit Chinaldin-N-oxid von Interesse. Bei diesen Versuchen zeigte sich jedoch, daß Kondensationen von Chinaldin-N-oxid in Gegenwart von sauren (Zinkchlorid, Acetanhydrid) und basischen Katalysatoren (Piperidin) nicht zum Ziel führen. In Gegenwart von Piperidinacetat in toluolischer Lösung erfolgen Kondensationen, die aber nur bei Anwesenheit bestimmter Substituenten im Chinolinring oder im aromatischen Ring der Aldehydkomponente gelingen. So kondensierten PARKER und FURST²⁾ das Chinaldin-N-oxid mit p-Dimethyl-amino-benzaldehyd.

¹⁾ C. E. KASLOW u. R. DALE STAYNER, J. Amer. chem. Soc. **67**, 1716 (1945).

²⁾ E. D. PARKER u. A. FURST, J. org. Chem. **23**, 201 (1958).

Die nach KATRITZKY und GARDNER³⁾ auftretende Umlagerung des Benzaldehydes (a) erfolgt im Reaktionsmedium Toluol wahrscheinlich nicht in ausreichender Menge nach Struktur (b), so daß eine



Wasserstoffbrückenbindung, die im Chinaldin-N-oxid vorhanden ist, nicht gespalten werden kann und deshalb das Aminoxid bei Kondensation inaktiv bleibt.

Eine andere Möglichkeit zur Darstellung des Styryl-chinolin-N-oxids besteht in der Oxydation mit Wasserstoffsuperoxid (30proz.) in Eisessig. Bei dieser Umsetzung entsteht jedoch nicht das erwartete 2-Styryl-chinolin-N-oxid, sondern unter Oxydation der Seitenkette wird die Chinolin-2-carbonsäure gebildet, die dann weiter in das Chinolin-2-carbonsäure-N-oxid übergeführt wird, wie BUCHMANN und KIRSTEIN⁴⁾ berichten. Die Darstellung des Aminoxids wird von denselben Autoren durch Reaktion von Natriumalkoholat auf N-Brom-2-styryl-chinolinium-bromid beschrieben; jedoch ist die Ausbeute sehr gering, so daß diese Methode für die präparative Darstellung des Aminoxids wenig Bedeutung hat.

2. Darstellung des 2-Styryl-chinolin-N-oxids

Zur Synthese des Aminoxids wurde eine Methode ausgearbeitet, wonach das 2-Styryl-chinolin-N-oxid durch direkte Kondensation von Chinaldin-N-oxid mit Benzaldehyd zugänglich wird. Als Katalysator dieser Kondensationsreaktion wird eine 10proz. Lösung von Kaliummethylat in Methylalkohol verwendet. Hierzu ist erforderlich, daß der Katalysator vor jeder Kondensation neu hergestellt werden muß, da seine Aktivität anderenfalls sehr stark abnimmt. Beim Vermischen der Kaliummethylat-Lösung mit dem Aminoxid wird eine beträchtliche Abkühlung beobachtet, die die Spaltung der Wasserstoffbrücke im Chinaldin-N-oxid beweist; diese verläuft allgemein endotherm. Nach Hinzufügen der Aldehydlösung erfolgt sofort die exotherme Kondensationsreaktion, die durch Erhitzen unter Rückfluß beendet wird.

Aus dem Reaktionsprodukt wurde ein gelbes, kristallines Aminoxid mit Fp. 123° erhalten. Nach Umkristallisation aus Formamid sank der Schmelz-

³⁾ A. R. KATRITZKY u. J. N. GARDNER, J. chem. Soc. [London] 2192 (1958); ref. Chem. Zbl. 1960, 5767.

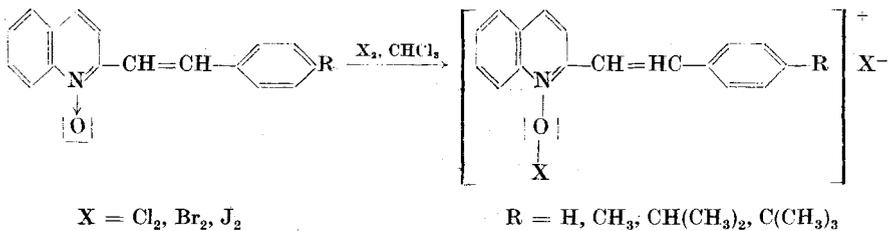
⁴⁾ G. BUCHMANN u. D. KIRSTEIN, J. prakt. Chem. 18, 175 (1962).

punkt auf 92° ab; eine erneute Umkristallisation aus Äthanol ließ den Schmelzpunkt wieder auf 123° ansteigen. Hieraus folgt, daß das 2-Styryl-chinolin-N-oxid mit dem stark polaren Formamid eine lockere Additionsverbindung bildet, nur durch Wasser wieder in die Komponenten zerlegt werden kann. Den Analysenwerten wird entnommen, daß diese 2-Styryl-chinolin-N-oxid-Formamid-Verbindung aus einem Teil 2-Styryl-chinolin-N-oxid und zwei Teilen Formamid gebildet wird.

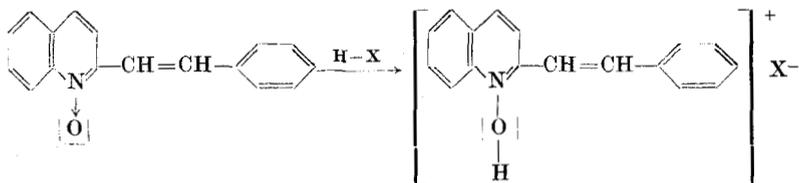
3. Elektrophile Addition von Halogenen an die C—C-Doppelbindung der Seitenkette

Der Einfluß der N—O-Gruppierung auf die Aktivität der C—C-Doppelbindung der Seitenkette wurde überprüft. Bei Versuchen elektrophiler Addition von Halogenen, wie Chlor, Brom und Jod, wurde beobachtet, daß sich molare Mengen 2-Styryl-N-oxid und Halogen umsetzen; der Verlauf der Reaktion und die Ergebnisse der Elementaranalyse bestätigten dies.

Bei der Überprüfung der Konstitution der Reaktionsprodukte mit Alkali wurde unerwartet das 2-Styryl-chinolin-N-oxid zurückerhalten; ein Angriff von Halogenatomen an der C—C-Doppelbindung der Seitenkette fand somit nicht statt. Es wird vermutet, daß die N—O-Gruppierung am Sauerstoff eine erhöhte Elektronendichte im Vergleich zu den aktiven C-Atomen der C—C-Doppelbindung aufweist und somit dort eine Bromaddition bevorzugt wird. Da bei fortgesetzter Bromierung der primär gewonnenen Bromverbindung keine Addition an die Doppelbindung zu erzielen war, kann hieraus geschlossen werden, daß der von der N—O-Gruppe bewirkte Konjugationseffekt eine für die elektrophile Addition erforderliche Polarisierung noch mehr verhindert. Selbst elektronenliefernde Substituenten, wie Methyl, Isopropyl und tert. Butyl, am C_4 -Atom der Phenylgruppe in der Seitenkette konnten die Aktivität der Doppelbindung nicht erhöhen.



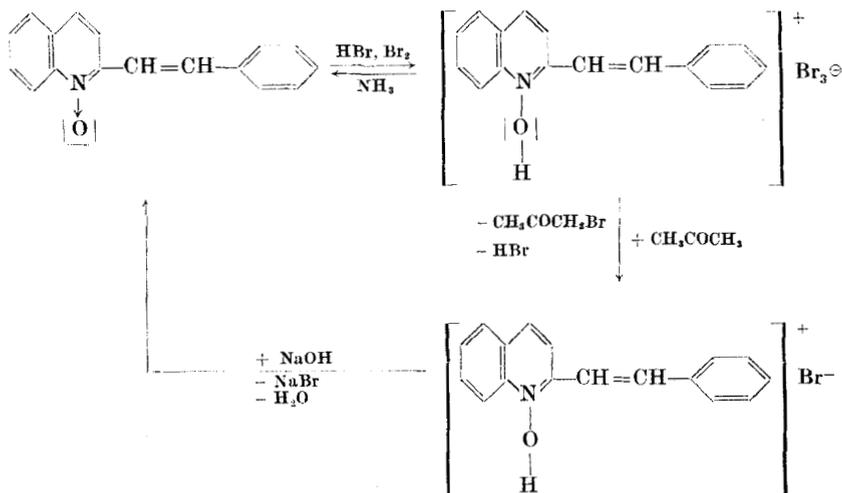
In einer ähnlichen Reaktion entstehen bei der Einwirkung von Halogenwasserstoffsäuren die entsprechenden Hydrohalogenide.



X = Cl, Br, J

Auch in Halogenwasserstoffsäure konnte bei der elektrophilen Addition keine addierende Halogenierung der Doppelbindung in der Seitenkette erzielt werden.

Es entstand bei der Bromierung in Bromwasserstoffsäure ein 2-Styrylchinolin-N-oxid-perbromid. Die Perbromidstruktur wurde durch die Umsetzung mit Aceton, wobei sich Bromaceton bildete, sowie durch Ausscheidung von Jod aus Kaliumjodidlösungen auch ohne Mitwirkung von Säuren nachgewiesen.



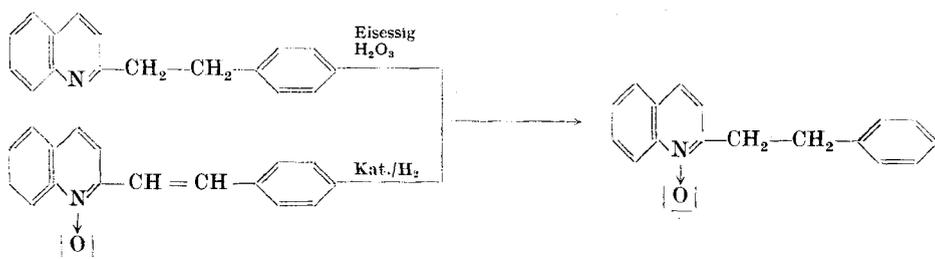
4. Katalytische Hydrierung der C-C-Doppelbindung im 2-Styrylchinolin-N-oxid-molekül

Für die Darstellung des 2-Phen-äthylchinolin-N-oxides sind zwei verschiedene Methoden von Bedeutung:

1. Die Oxydation von 2-Phen-äthylchinolin mit Wasserstoffsuperoxid in Eisessig nach OCHIAI⁵⁾.

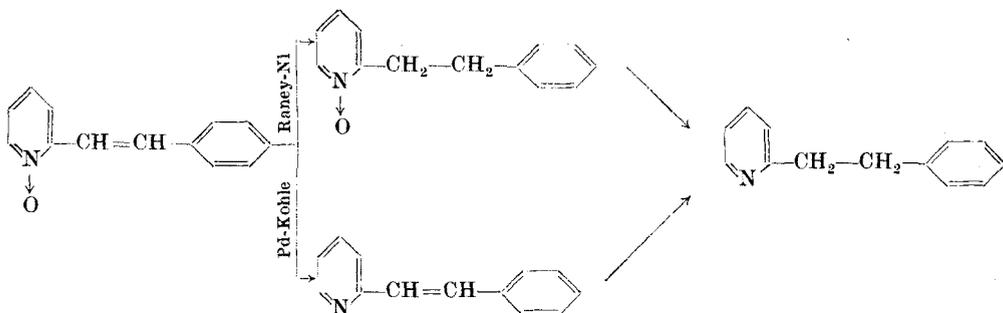
⁵⁾ E. OCHIAI, J. org. Chem. 18, 534 (1953).

2. Die katalytische Hydrierung von 2-Styryl-chinolin-N-oxid.



Bei der Abschätzung der beiden Reaktionswege erscheint die katalytische Hydrierung von 2-Styrylchinolin-N-oxid günstiger und eleganter, da sie schneller zu arbeiten gestattet und auch hinsichtlich der Reinheit der zu erwartenden Substanzen eindeutig der langwierigen Aminooxydation überlegen ist.

Die katalytischen Hydrierungsbedingungen mußten so gewählt werden, daß die Doppelbindung der Seitenkette angegriffen und die N—O-Gruppierung erhalten blieb. HAYASHI, YAMANAKA, IJIMA und MATSUSHITA⁶⁾ berichten, daß in Gegenwart von RANEY-Nickel die Hydrierung von 2-Styrylpyridin-N-oxid über mehrere Stufen verläuft. Zuerst erfolgt eine Desoxydation zum 2-Styrylpyridin und in einer Folgereaktion wird diese Verbindung zum 2-Phenäthylpyridin hydriert. Demgegenüber erfolgt bei Anwendung eines Pd-Kohle-Katalysators primär ein Angriff an der Doppelbindung der Seitenkette und sekundär wird der N-Oxid-Sauerstoff durch Hydrogenolyse eliminiert; die vollständige Aufnahme eines zweiten Wasserstoff-Moleküls findet nicht statt.



Daß bei der katalytischen Hydrierung von 2-Styrylpyridin-N-oxid mit Pd-Kohle der Angriff auf die Doppelbindung der Seitenkette in erster Stufe erfolgt, wird auch von anderen Autoren berichtet, z. B. von KATRITZKY und

⁶⁾ H. HAYASHI u. a., Chem. Pharm. Bull. 8, 649 (1952).

MONRO⁷⁾. Desgleichen wird von verschiedenen Verfassern die Hydrogenolyse aromatisch-heterocyclischer N-Oxide mit RANEY-Nickel und Wasserstoff beschrieben⁸⁻¹⁰⁾.

Die Hydrierungen wurden mit RANEY-Nickel, Platindioxyd und Palladium-Kohle als Katalysatoren durchgeführt. Sämtliche Versuche erfolgten unter Normaldruck und bei Raumtemperatur in einer Schüttelapparatur. Unterschiede in der Hydriergeschwindigkeit ergaben sich durch Vergleich der Aufnahmegeschwindigkeit von Wasserstoff unter denselben Bedingungen.

4.1. Katalytische Hydrierung mit RANEY-Nickel

Die Aufnahme von 2 Molen Wasserstoff führte zu einem Gemisch aus 2 Verbindungen. Ihr Nachweis wurde durch Dünnschichtchromatographie erbracht. Als stationäre Phase in der Dünnschichtchromatographie wurde ein Aluminiumoxid, Sorte S mit Gips, vom VEB Farbenfabrik Wolfen verwendet. Zur Herstellung der Dünnschichtplatten wurden 30 g Silikagel mit 70 ml Wasser angeteigt und der flüssige Brei durch ein Sieb mit 0,5 mm Maschenweite gegossen. Daraufhin wurde mit einem Streichgerät eigener Konstruktion aufgetragen (0,3 mm Schichtdicke). Die vorbereiteten Platten wurden an der Luft getrocknet und vor Gebrauch 1 Stunde bei 110° im Trockenschrank behandelt. Nach dem Abkühlen wurden die 2proz. Lösungen der zu untersuchenden Substanzen 2,5 cm über der Kante in Abständen von 1,5 cm aufgetragen. Es wurde eine Platte von 25 cm Kantenlänge verwendet. Die mit DRAGENDORFF-MUNIER-Reagenz angefärbten Verbindungen zeigen im UV-Licht eine blaugrüne Fluoreszenz. Nach der Aufarbeitung des Reaktionsproduktes wurde eine Substanz als 2-Phen-äthyl-chinolin identifiziert; die zweite Komponente konnte bei der Aufarbeitung nicht abgetrennt werden.

Wird die Hydrierung nach Aufnahme von einem Mol Wasserstoff unterbrochen und die Reaktionslösung mittels der Dünnschichtchromatographie untersucht, so lassen sich zwei Verbindungen nachweisen, deren R_f -Werte mit denen der vorher erwähnten Hydrierung übereinstimmen (Abb. 1).

Bei der Aufarbeitung des Hydrierungsproduktes (1 Mol Wasserstoff) wurde eine kristalline Substanz erhalten, die gemäß Elementaranalyse das 2-Phen-äthyl-chinolin-N-oxid ist. Sein Schmelzpunkt (83—84°C) unterscheidet sich von demjenigen des 2-Styryl-chinolins, des Phen-äthyl-chinolins und des 2-Styryl-chinolin-N-oxids. Im Gegensatz zu den voranstehenden Verbindungen bildet auch diese Substanz ein Pikrat, wobei jedoch etwas erwärmt werden muß. Der Struktur eines N-Oxids scheint zwar die Löslichkeit in Petroläther entgegenzustehen, jedoch ist auch das 2-Styryl-chinolin-N-oxid in Petroläther etwas löslich. Das aus dem Reaktionsgemisch isolierte Produkt wurde durch Dünnschichtchromatographie untersucht. Der R_f -Wert des 2-Phen-äthyl-chinolin-N-oxids beträgt 0,74 während der R_f -Wert des Ausgangsstoffes bei 0,78 liegt. Hieraus geht hervor, daß selbst nach der Aufnahme von 2 Molen Wasserstoff neben viel Phen-äthyl-chinolin etwas 2-Phen-äthyl-chinolin-N-oxid vorliegt.

7) A. R. KATRITZKY u. A. M. MONRO, J. chem. Soc. London 1263 (1958).

8) H. HAYASHI, YAMANAKA u. a., Chem. Pharm. Bull. 7, 141 (1959).

9) H. HAYASHI, YAMANAKA u. a., Chem. Pharm. Bull. 7, 149 (1959).

10) H. HAYASHI, YAMANAKA u. a., Chem. Pharm. Bull. 7, 146 (1959).

Bei der katalytischen Hydrierung mit RANEY-Nickel wird demnach primär die C—C-Doppelbindung angegriffen und erst sekundär erfolgt die Hydrogenolyse der Aminoxid-Funktion (Abb. 2 u. 3).

1 Mol Wasserstoff 2 Mol Wasserstoff

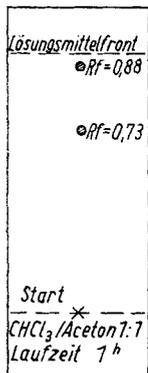


Abb. 1

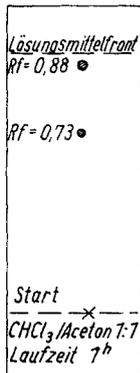


Abb. 2

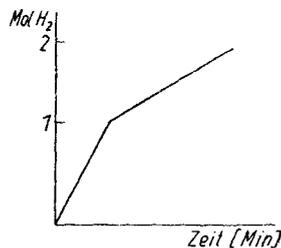
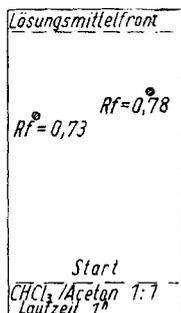


Abb. 3

4.2. Katalytische Hydrierung mit Platin

Bei der Anwendung von Platin als Hydrierungskatalysator kann entweder das Platindioxyd vorher reduziert werden oder man reduziert erst in der Reaktionslösung; für den Verlauf der Reaktion ist dies ohne Bedeutung.

Nach der Aufnahme von einem Mol Wasserstoff entstand fast quantitativ das 2-Phenäthyl-chinolin-N-oxid (Fp. 82—83 °C; Pikrat Fp. 130 °C). Setzt man die Hydrierung fort, so wird zwar noch etwas Wasserstoff aufgenommen, aber es wird nicht die für die Absorption von 2 Molen notwendige Menge verbraucht. Die Hydrierung kommt nach der Aufnahme von etwa 70% der berechneten Menge Wasserstoff zum Stillstand. Mittels der Dünnschichtchromatographie wird festgestellt, daß neben wenig 2-Phen-äthyl-chinolin überwiegend 2-Phen-äthyl-chinolin-N-oxid entstanden war. Es kann angenommen werden, daß das 2-Phenäthyl-chinolin als Katalysatorgift wirkt und somit die vollständige Aufnahme von Wasserstoff unterbleibt; ähnliches wurde auch von KATRITZKY und MONROE⁷⁾ beobachtet (Abb. 4).

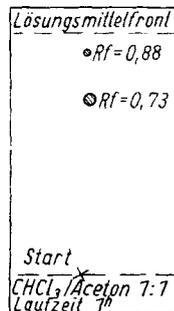


Abb. 4

4.3. Katalytische Hydrierung mit Palladium-Kohle

Bei der Verwendung des Palladium-Aktivkohle-Katalysators entstand nach Aufnahme von einem Mol Wasserstoff das 2-Phen-äthyl-chinolin-N-oxid neben wenig 2-Phen-äthyl-chinolin. Wird die Hydrierung mit der doppelten Menge Wasserstoff fortgesetzt, so wird auch in diesem Falle ein Abbruch der Reaktion nach etwa 76% der berechneten Menge Wasserstoff beobachtet. Auch hier dürfte ein ähnlicher Grund, wie unter 4.2 erwähnt, vorliegen.

5. Beiträge zur IR-Spektroskopie von Kondensationsprodukten des Chinaldin-N-oxids- mit Benzaldehyd

Das IR-Spektrum des Chinaldin-N-oxids enthält die C—H-Schwingungsbanden und diejenigen der N—O-Schwingung; die N—O-Schwingungsbande wurden von COSTA, BLASINA und SARTORI¹¹⁾ für Chinolin-N-oxid in dem Bereich von 1220 und 1370 cm^{-1} gefunden. Im Chinaldin-N-oxid liegt sie bei 1340 cm^{-1} . Ferner liegt eine Bande bei 1660 cm^{-1} vor, die für die N—O-Schwingung in einem Alkylnitrit charakteristisch ist.

Außer der N—O-Struktur erkennt man im IR-Spektrum eine Wasserstoffbrückenbindung, die von der Methylgruppe zum Sauerstoffatom der N—O-Gruppierung verläuft; sie ist durch einen Absorptionsbereich von 3100 bis 3500 cm^{-1} gekennzeichnet.

Das IR-Spektrum von 2-Styryl-chinolin-N-oxid läßt ebenfalls eine Bande bei 1240 cm^{-1} und 1310 cm^{-1} sowie bei 810 cm^{-1} erkennen, die sämtlich für die Aminoxidstruktur charakteristisch sind; ferner erkennt man eine Wasserstoffbrückenbindung vom α -ständigen Kohlenstoffatom der Seitenkette zum Sauerstoff hin, die durch den vorhandenen Absorptionsbereich von 3100 bis 3500 cm^{-1} mit einem Maximum bei 3350 cm^{-1} bewiesen wird. Die C—C-Doppelbindung der Seitenkette ist erkennbar durch eine Bande von 1685 cm^{-1} .

In den IR-Spektren der durch Hydrierung gewonnenen Phen-äthyl-chinolin-N-oxide fehlen die Banden bei 1685 cm^{-1} ; auch ist bei diesen Verbindungen die Wasserstoffbrückenbindung nicht so deutlich ausgeprägt wie bei dem 2-Styryl-chinolin-N-oxid.

Die Banden für die N—O-Funktion sind vorhanden, verschoben sich jedoch nach höheren Wellenzahlen hin.

6. Experimenteller Teil

6.1. 2-Styryl-chinolin-N-oxid

15,9 g (0,1 Mol) Chinaldin-N-oxid-monohydrat wurden mit 25 ml einer 10proz. Lösung von Kaliummethylat versetzt; hierbei kühlte sich die Reaktionslösung auf 6°C ab. Danach wurden 10,6 g (0,1 Mol) Benzaldehyd hinzugefügt und das Reaktionsgemisch 4 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Nach dem Abkühlen des Reaktionsgemisches erstarrte der gesamte Kolbeninhalt. Die Umkristallisation des abgetrennten Kristallisats lieferte eine gelbe Substanz mit Fp. 123—124°C (Äthanol). Ausbeute: 22,9 g (92,5% d. Th.).

$\text{C}_{17}\text{H}_{13}\text{NO}$ (247,3) ber.: C 82,57; H 5,30; N 5,66;
gef.: C 82,55; H 5,21; N 5,84.

¹¹⁾ G. COSTA, P. BLASINA u. G. SARTORI, *Fac. sci. Inst. chim.* **9**, 11 (1955); ref. *Chem. Abstr.* **1956**, 11823e.

6.2. O-Halogen-2-styryl-chinolin-N-oxid-halogenide

10 g 2-Styryl-chinolin-N-oxid (0,04 Mol) wurden in Chloroform gelöst und unter Rühren die berechnete Menge Halogen zugegeben. Nach kurzer Zeit fiel eine kristalline Additionsverbindung aus; nur bei der Umsetzung mit Chlor mußte das in der Reaktionslösung befindliche Chlor entfernt werden.

Tabelle 1

Summenformel	Mol.-Gew.	Fp. °C	Ausbeute %	Analyse %		
				N	H	C
C ₁₇ H ₁₃ Cl ₂ NO	318,2	111 (Essigester)	45	ber. 4,39 gef. 4,21		
C ₁₇ H ₁₃ Br ₂ NO	407,1	200 (Äthanol)	87,3	ber. 3,44 gef. 3,56		
C ₁₇ H ₁₃ I ₂ NO	501,1	165 (Äthanol)	95	ber. 2,79 gef. 2,89	2,61 2,69	40,75 40,94

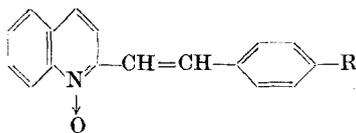
6.3. 2-Styryl-chinolin-N-oxid-hydrohalogenide

Die äthanolische Lösung von 5 g 2-Styryl-chinolin-N-oxid (0,02 Mol) wurde mit einer äthanolischen Lösung der entsprechenden Halogenwasserstoffsäure versetzt. Nach wenigen Minuten schied sich das Hydrohalogenid des 2-Styryl-chinolin-N-oxids ab. Es wurde mit eiskaltem Äthanol gewaschen und getrocknet.

Tabelle 2

Summenformel	Mol.-Gew.	Fp. °C	Analyse %	
			N	
			ber.	gef.
C ₁₇ H ₁₄ ClNO	283,8	169—170 (Äthanol)	4,95	5,05
C ₁₇ H ₁₄ BrNO	328,2	209—210 (Äthanol)	4,26	4,20
C ₁₇ H ₁₄ I ₂ NO	375,2	146—147 (Äthanol)	3,73	3,84

6.4. 4'-Alkyl-2-styryl-chinolin-N-oxide



0,1 Mol Chinaldin-N-oxid-monohydrat wurden mit 25 ml einer 10proz. Lösung von Kaliummethylat in Methanol versetzt. Danach wurden 0,1 Mol p-Alkyl-benzaldehyd zugegeben und die Reaktionsmischung 4 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Die Aufarbeitung erfolgte wie unter 6.1 angegeben.

Tabelle 3

R-	Summenformel	Mol-Gew.	Fp. °C Äthanol	Ausbeute %	Analyse %					
					C		H		N	
					ber.	gef.	ber.	gef.	ber.	gef.
Methyl-	$C_{18}H_{15}NO$	261,3	151	85,7	82,73	82,93	5,79	5,88	5,36	4,58
Isopropyl-	$C_{20}H_{19}NO$	289,3	75	80,7	83,01	83,15	6,62	6,87	4,84	5,04
tert.-Butyl-	$C_{21}H_{21}NO$	303,4	137	77,3	83,13	82,97	6,98	6,78	4,62	4,45

6.5. 2-Phen-äthyl-chinolin-N-oxid

6.51 Katalytische Hydrierung mit RANEY-Nickel

4,94 g (0,02 Mol) 2-Styryl-chinolin-N-oxid wurden in 100 ml 96proz. Äthanol gelöst und mit 0,5 g RANEY-Nickel in einer Schüttelente bei Raumtemperatur mit Wasserstoff hydriert. Nach der Aufnahme von 448 ml Wasserstoff wurde die Hydrierung abgebrochen. Der Katalysator wurde abfiltriert und der Äthanol abdestilliert. Der Destillationsrückstand wurde mit Wasser versetzt; dabei schied sich ein Öl ab, das bald völlig kristallisierte. Dieses Kristallinat wurde von noch anhaftenden öligen Anteilen abgetrennt. Fp. 83–84° (Petroläther). Ausbeute: 2,1 g (42,2% d. Th.).

$C_{17}H_{15}NO$ (249,3) ber.: C 81,90; H 6,06; N 5,62;
gef.: C 81,84; H 5,88; N 5,67.

6.52 Katalytische Hydrierung mit Palladium-Kohle

4,94 g (0,02 Mol) 2-Styryl-chinolin-N-oxid wurden mit 1 g Palladium-Kohle als Katalysator bei Raumtemperatur in 100 ml Äthanol gelöst und mit Wasserstoff in einer Schüttelente hydriert. Nach der Aufarbeitung gemäß 6.51 wurden 3,2 g (72,5% d. Th.) 2-Phen-äthyl-chinolin-N-oxid, Fp. 83–84°, erhalten.

$C_{17}H_{15}NO$ (249,3) ber.: C 81,90; H 6,06; N 5,62;
gef.: C 82,05; H 5,80; N 5,55.

6.53 Katalytische Hydrierung mit Platin

4,94 g (0,02 Mol) 2-Styryl-chinolin-N-oxid wurden in 100 ml Äthanol gelöst und mit 0,25 g Platindioxid in einer Schüttelente bei Raumtemperatur hydriert. Die Aufarbeitung (6.51) ergab 4,4 g 2-Phen-äthyl-chinolin-N-oxid, d. s. 88,3% d. Th., Fp. 83–84° (Petroläther).

$C_{17}H_{15}NO$ (249,3) ber.: C 81,90; H 6,06; N 5,62;
gef.: C 81,94; H 5,93; N 5,61.

6.6. 2-Styryl-chinolin-N-oxid-perbromid

4,94 g (0,02 Mol) 2-Styryl-chinolin-N-oxid wurden in 100 ml 30proz. Bromwasserstoffsäure gelöst und unter Rückfluß und Rühren erhitzt. Danach wurden 6,4 g Brom zuge tropft und die Lösung zwei Stunden unter Rückfluß erhitzt. Nach Abkühlung der Reaktionslösung kristallisiert eine orangefarbene Substanz.

G. BUCHMANN u. H.-J. STEINBACH, Über die Darstellung von 2-Styryl-chinolin-N-oxid 17

Ausbeute: 7,3 g (74,8% d. Th.). Fp. 158—159° (Eisessig).

$C_{17}H_{14}NOBr_3$ (488,1) ber.: C 41,90; H 2,89; N 2,88;
gef.: C 42,04; H 2,79; N 3,04.

Merseburg, Institut für Organische Chemie der Technischen Hochschule für Chemie Leuna-Merseburg

Bei der Redaktion eingegangen am 27. August 1963.