

CHIMIE

 ÜBER KONDENSATIONSPRODUKTE
 VON γ -ACETILPYRIDIN MIT
 OXALESTER

In Anlehnung an unsere früheren Mitteilungen (1, 2) wurde die Synthese von 1,6-Di-(γ -Pyridyl)-1,3,4,6-Hexantetron, von γ -Pyridinoylbrenztraubensäure-Äthylester und von γ -Pyridinoylbrenztraubensäure nach Claisen und Brömme (3,4) versucht.

Die Kondensation von zwei Mol γ -Acetylpyridin (5) und ein Mol Oxalester ist mit Natriumäthylat als Kondensationsmittel durchgeführt worden. Das Tetraketon wurde durch sein Chinoxalinderivat identifiziert.



Die Kondensation von γ -Pyridinoylbrenztraubensäure-Äthylester ist mit einem Mol γ -Acetylpyridin und einem Mol Oxalester ausgeführt worden.



Durch Saponifikation des Esters ist die γ -Pyridinoylbrenztraubensäure erhalten worden.

Beschreibung der Versuche

1,6-Di-(γ -Pyridyl)-1,3,4,6-Hexantetron

1,6-Di-(γ -Pyridyl)-1,3,4,6-Hexantetron wurde durch Kondensation von γ -Acetylpyridin und Oxalester dargestellt. (2) Man erhält 56% der Th. rohen Tetraketon.

Das Tetraketon ist in Säuren, Alkalien und Natriumkarbonatlösung leicht löslich. Eine alkoholische Lösung des Tetraketons gibt mit einem Tropfen Eisenchloridlösung eine braunrote Färbung. Nach dem Umkristallisieren aus Acetessigester erhält man gelbe Nadeln von Schmp. 218° C.

Anal: $C_{16}H_{12}N_2O_4$ (296.28) Ber. C 64.84 H 4.08 N 9.46%
 Gef. C 65.15 H 4.20 N 9.15%

Chinoxalinderivat des 1,6-Di-(γ -Pyridyl)-1,3,4,6-Hexantetrons

Das Chinoxalinderivat ist durch einstündiges Erwärmen von äquimolekularen Mengen 1,6-Di-(γ -Pyridyl)-1,3,4,6-Hexantetron und o-Phenylendiamin im Eisessig dargestellt worden. Nach dem Erkalten erhält man nadelförmige Kristalle. Nach dem Umkristallisieren aus absoluten Alkohol zeigen die orangefarbenen Kristalle einen Schmp. 281-283° C.

Anal: $C_{22}H_{16}N_4O_2$ (368.38) Ber. C 71.72 H 4.38 N 15.21%
 Gef. C 71.96 H 4.35 N 15.16%

 γ -Pyridinoylbrenztraubensäure-Äthylester

Der γ -Pyridinoylbrenztraubensäure-Äthylester ist aus Hexan umkristallisiert worden und schmilzt bei 96° C. Die Kristalle sind farblose Nadeln.

Anal: $C_{11}H_{11}NO_4$ (221.20) Ber. C 59.72 H 5.01 N 6.33%
 Gef. C 59.85 H 4.91 N 6.36%

 γ -Pyridinoylbrenztraubensäure

Die Säure wird durch Verseifung des Esters dargestellt (7). Die Säure kristallisiert aus Wasser in seidenglänzenden Nadeln von Schmp. 64° C.

Anal: $C_9H_7NO_4$ (193.15) Ber. C 55.95 H 3.64 N 7.25%
 Gef. C 55.72 H 3.42 N 7.15%

J. JANČULEV und M. JANČEVSKA

Chemisches Institut
 der Naturwissenschaft.-mathemat. Fakultät
 Skopje, Mazedonien

Eingegangen am 15. XII. 1960.

- ¹ J. Jančulev, Croat. Chem. Acta 31, 127 (1959).
² J. Jančulev u. B. Podolešov, Jahres-Berichte der Naturwissenschaft.-Math.-Fak. Skopje, Tom 11, 47 (1958).
³ C. Beyer und L. Claisen, Ber. 20, 2078 (1887).
⁴ E. Brömme und L. Claisen, Ber. 21, 1134 (1888).
⁵ M. C. Klotzel — J. Am. Chem. Soc. 79, 4227 (1957).
⁶ H. Lund und I. Bjerrum, Ber. 61, 210 (1931).
⁷ J. Jančulev und B. Podolešov, Jahres-Berichte der Naturwissenschaftl. Fak. Skopje, Tom. 11, 40 (1958).