

## **Universitäts- und Landesbibliothek Tirol**

### **Die Chemie des Steinkohlentheers**

mit besonderer Berücksichtigung der künstlichen organischen Farbstoffe

Die Rohmaterialien

**Schultz, Gustav**

**Braunschweig, 1900**

Ammoniumbasen

und salzsaurem Anilin entstehenden Base mit Chlorzink. Die erstere Methode ist für die Herstellung des Chinaldins im Laboratorium die bequemere; die letztere (D. R.-P. Nr. 28217) wird im Grossen angewendet.

**Darstellung.** 1. Aus Salzsäure, Anilin und Acetaldehyd. Man erhitzt in einem mit absteigendem Kühler versehenen Glaskolben, welcher sich im Wasserbade befindet, 300 g Anilin, 600 g rohe Salzsäure und 20 g Chlorzink und leitet innerhalb drei Stunden 250 g Acetaldehyd ein. Die Reaction wird schliesslich durch anderthalbstündiges directes Kochen des Gemisches auf dem Sandbade vollendet. Die Base wird mit Natronlauge abgeschieden, mit Wasserdampf übergetrieben und durch Fractioniren gereinigt. Die Ausbeute an rohem Chinaldin (bei 210 bis 256° siedend) beträgt 318 g.

2. Aus der aus Acetaldehyd und salzsaurem Anilin erhaltenen Base. 500 g der festen Base, welche bei der Einwirkung von 3 Mol. Acetaldehyd auf die wässrige Lösung von 2 Mol. salzsaurem Anilin entsteht, werden in 370 g Salzsäure gelöst und nach Zusatz einer Lösung von 250 g Chlorzink zur Trockne gedampft. Der dabei erhaltene Rückstand wird sodann in einem geschlossenen, mit Rührer versehenen eisernen Topf über freier Flamme verschmolzen. Zunächst entweicht Wasser, alsdann wird die Masse bei 130 bis 140° sehr zahflüssig, so dass nicht mehr gerührt werden kann. Nach weiterer Steigerung der Temperatur wird die Schmelze wieder dünnflüssig, wobei mit Wasser ein schlecht riechendes Oel übergeht. Bei 180 bis 200° tritt starkes Aufschäumen ein, so dass schnell gerührt werden muss, um ein Ueberschäumen zu verhüten. Die Temperatur der Schmelze wird schliesslich bis auf 280° gesteigert und kurze Zeit bei dieser Temperatur gehalten. Nach dem Erkalten wird die Schmelze in Wasser gelöst, alkalisch gemacht und das abgeschiedene Oel mit Wasserdampf übergetrieben. Das Chinolin geht schwer (mit 100 Thln. Wasser) über. Das vom Wasser befreite Oel wird fractionirt, wobei die Hauptmenge (ca. 175 g) bei 238 bis 258° übergeht.

Farbloses, stark lichtbrechendes, bei 243° siedendes Oel, welches beim Erhitzen mit Phtalsäureanhydrid Chinophtalon liefert.

**Salze.** Das Chinaldin ist eine einsäurige Base, welche gut krystallisirende Salze liefert. Von diesen sind Chlorhydrat, Nitrat, Acetat und Sulfat leicht, das Pikrat und Chromat schwer löslich. Sehr schon krystallisirt das Chlorzinkdoppelsalz. Das Pikrat:  $C_{10}H_9N + C_6H_5N_3O_7$ , bildet hellgelbe Krystalle, die schwer in Wasser und kaltem Alkohol, leicht in heissem Alkohol löslich sind. Das saure Chromat:  $(C_{10}H_9N)_2 \cdot Cr_2O_7H_2$ , krystallisirt in zolllangen, gelbrothen Nadeln. Das Platindoppelsalz:  $(C_{10}H_9N \cdot HCl)_2 \cdot PtCl_4$ , krystallisirt ohne Krystallwasser in gelben Nadeln, die bei 226° schmelzen.

### Ammoniumbasen.

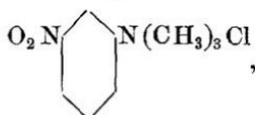
Von derartigen Verbindungen kommen einige Amidoderivate als Ausgangsmaterialien für Azofarbstoffe (Janusfarben) in Betracht. Diese Amidoderivate werden nach dem D. R.-P. Nr. 87997 und

D. R.-P. Nr. 88557 der Farbwerke vorm. Meister, Lucius u. Brüning dargestellt.

Auf Grund dieser Patente geht man entweder von Nitroammoniumbasen aus und reducirt dieselben, oder man alkylirt aromatische Diamine, bei welchen eine Amidogruppe so umgebildet ist, dass sie keine basische Eigenschaften mehr besitzt und dann die dabei erhaltenen Producte spaltet.

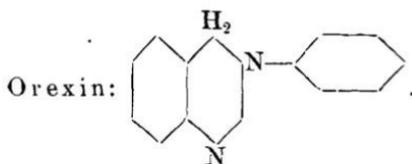
Zur Reduction der Nitroammoniumbasen eignet sich Zink und Salzsäure, wobei die Amidoammoniumbasen in Form von gut krystallisirenden Zinkdoppelsalzen abgeschieden werden.

*m*-Nitrophenyltrimethylammoniumchlorid:



erhalten durch Methylierung von *m*-Nitrodimethylanilin oder Nitrirung von Trimethylphenylammoniumchlorid, liefert mit Zink und Salzsäure das in derben, farblosen Prismen krystallisirende, in Wasser leicht, in absolutem Alkohol fast unlösliche Zinkdoppelsalz der Amidoammoniumbase, woraus nach Abscheidung des Zinks mit Soda das Chlorid der Ammoniumbase in farblosen Prismen erhalten wird.

### Azine.



Diese Base entsteht nach D. R.-P. Nr. 51712 (Kalle u. Co.) bei der Einwirkung von Natriumformanilid auf *o*-Nitrobenzylchlorid, Reduction des dabei entstehenden *o*-Nitrobenzylformanilids mit Zinn und Salzsäure zur Amidoverbindung und Eindampfen des salzsauren Salzes, wobei unter Abspaltung von Wasser das salzsaure Phenyl-dihydrochinazolin erhalten wird.

Die durch Alkalien in Freiheit gesetzte Base (Orexinbase) bildet ein weisses, in Wasser fast unlösliches Pulver, welches als Stomachicum bei Appetitlosigkeit empfohlen wird.

Das mit 2 Mol. H<sub>2</sub>O krystallisirende salzsaure Salz (Orexin hydrochloricum) bildet farblose, bei 80° schmelzende Nadeln, welche sich in 13 bis 15 Thln. Wasser lösen.