

Universitäts- und Landesbibliothek Tirol

Die Chemie des Steinkohlentheers

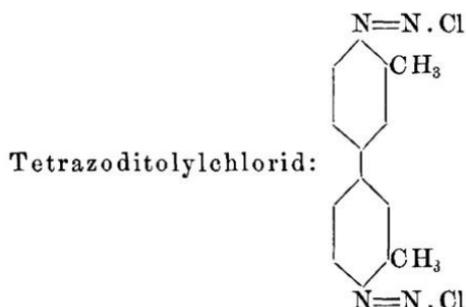
mit besonderer Berücksichtigung der künstlichen organischen Farbstoffe

Die Rohmaterialien

Schultz, Gustav

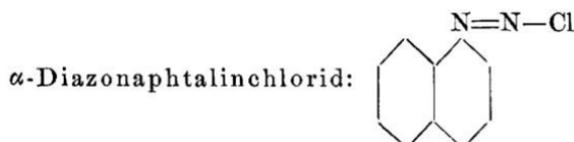
Braunschweig, 1900

Diazomidoverbindungen



Darstellung. 210 g Tolidinbase werden mit 200 ccm Salzsäure (22° B.) und 1000 ccm kochendem Wasser gelöst, dann langsam abgekühlt und mit 2000 g Eis und 340 ccm Salzsäure (22° B.) versetzt; dann fügt man bei 0 bis 5° C. 520 ccm Nitritlösung (290 g im Liter) zu und filtriert event.

Zur Haltbarmachung der Tetrazoverbindungen aus Benzidin (Tolidin, Dianisidin) wird empfohlen die Darstellung von Salzen dieser Tetrazoverbindung mit Naphthalinsulfosäuren (D. R.-P. Nr. 81039, 86367 von P. Becker), mit β -Naphtholtrisulfosäure (D. R.-P. Nr. 92169 der Farnefabriken vorm. Friedr. Bayer u. Co.), mit unterschwefliger Säure (D. R.-P. Nr. 80652 von P. Becker), sowie der Chlorzinkdoppelsalze (D. R.-P. Nr. 89437 der Farbwerke vorm. Meister, Lucius u. Bruning).



Darstellung. Aus α -Naphtylaminbase. 143 g α -Naphtylaminbase werden mit 300 ccm heissem Wasser und 100 ccm Salzsäure (22° B.) in Lösung gebracht, unter sehr gutem Rühren 200 ccm Salzsäure (22° B.) und zum Abkühlen 2000 ccm Eis zugefügt. Nach erfolgter Abkühlung auf circa 0° C. werden unter Rühren 260 ccm Nitritlösung (290 g im Liter) langsam einfließen gelassen und filtriert.

Diazoamidverbindungen.

Diazoamidobenzol: $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{N}=\text{N} \cdot \text{NH} \cdot \text{O}_6\text{H}_5$,
wurde zuerst von Griess durch Einwirkung von Diazobenzolsalzen auf Anilin erhalten.

Darstellung¹⁾. 50 Thle. Anilin werden in 15 Thln. englischer Schwefelsäure und etwa 1500 Thln. Wasser gelöst; wenn diese Lösung eine Temperatur von 27° besitzt, wird sie unter starkem Umrühren allmählich mit einer Lösung von 18 Thln. Natriumnitrit vermischt, wobei man durch Eintragen von Eis Sorge trägt, dass die Temperatur etwa 15 Minuten bei 27°

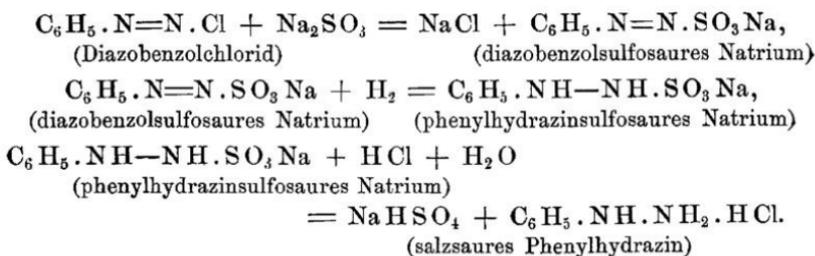
¹⁾ Staedel u. Bauer, Ber. (1886) 19, 1953; nach einer anderen Vorschrift erhält man aus 47 kg Anilin 28 kg Salzsäure von 20° B. und 17 kg Natriumnitrit, 44 bis 45 kg Diazoamidobenzol.

bleibt. Nach ungefähr einer halben Stunde hat sich das Diazoamidobenzol vollständig abgeschieden, wird abfiltrirt, ausgewaschen und bei gewöhnlicher Temperatur getrocknet. Ausbeute 97 bis 98 Proc.

Das Diazoamidobenzol ist unlöslich in Wasser, ziemlich in kaltem, leicht in heissem Alkohol, Benzol und Aether löslich und bildet goldgelbe, glänzende, bei 98° schmelzende Blätter oder platte Prismen. Bei stärkerem Erhitzen zersetzt es sich unter Verpuffung. Lässt man eine Lösung von Diazoamidobenzol in Alkohol oder Anilin mit Anilinsalz bei mässiger Temperatur stehen, so wird das isomere Amidoazobenzol gebildet.

Hydrazine ¹⁾.

Man unterscheidet primäre und secundäre Hydrazine. Die letzteren, denen die allgemeine Formel $RR'.N-NH_2$ zukommt, werden durch Reduction von Nitrosaminen in alkoholischer Lösung mit Zinkstaub und Essigsäure erhalten. Die primären Hydrazine: $R.NH-NH_2$, entstehen durch Reduction von Diazoverbindungen. Die letztere kann direct durch Behandlung der betreffenden Diazoverbindung mit Zinnchlorür ²⁾ oder einer Diazoamidoverbindung mit Zinkstaub und Essigsäure geschehen. Oder es wird die Diazoverbindung zunächst mit saurem schwefligsaurem Alkali in ein hydrazinsulfosaures Salz verwandelt, welches letztere beim Kochen mit concentrirter Salzsäure in das Hydrazin und schweflige Säure übergeht. Oder man lässt auf die Diazoverbindung ein neutrales schwefligsaures Salz einwirken. Dabei entsteht das Salz einer Diazosulfosäure. Durch Reduction der letzteren mit Zinkstaub und Salzsäure wird ein hydrazinsulfosaures Salz erhalten, woraus mit Salzsäure das salzsaure Salz des Hydrazins entsteht. Diese Reactionen, nach welchen das Phenylhydrazin im Grossen dargestellt wird, werden durch folgende Gleichungen ausgedrückt:



¹⁾ E. Fischer, Ann. (1877) 190, 67; (1879) 199, 281; (1882) 212, 316; (1883) 221, 261; (1885) 227, 303; (1885) 232, 236; vergl. Ber. (1875) 8, 1587; (1876) 9, 111; (1878) 11, 2206; (1883) 16, 661, 2597, 2976; (1884) 17, 546, 572, 2032, 3028; (1885) 18, 299, 311. — ²⁾ V. Meyer, Ber. (1883) 16, 2976.