

Zur Darstellung des Chinolins;

von

J. Walter.

Nach der von Skraup gegebenen Vorschrift¹⁾ werden 24 Grm. Nitrobenzol, 38 Grm. Anilin und 120 Grm. Glycerin in einem gegen 2 Liter fassenden Kolben mit 100 Grm. Schwefelsäure vermischt und auf dem Sandbade am langen Rückflusskühler erhitzt, bis die Reaction einzutreten beginnt. Hierbei ist der grosse Kolben des starken Schäumens wegen nöthig; handelt es sich um die Herstellung grösserer Mengen, so ist dieser Umstand unangenehm, in Anbetracht des unverhältnissmässig grossen, säurefesten Reactionsgefässes, der sehr wirksamen Kühlvorrichtung und der Unregelmässigkeit der ganzen Operation.

Erhitzt man zunächst das Nitrobenzol in einem mit Rückflussglasrohr und Tropftrichter versehenen Rundkolben zum Sieden und lässt dann langsam die warme Mischung aus Glycerin, Anilin und Schwefelsäure zutropfen, so umgeht man diese plötzliche heftige Einwirkung und man kann in kleineren Gefässen arbeiten. Für die doppelten obigen Quantitäten genügt ein etwa 800 Ccm. fassender Kolben, das Zutropfen erfordert ungefähr $\frac{3}{4}$ Stunde. War das Sieden im Anfang zu schwach, so kann, nachdem etwa die Hälfte der Mischung darin ist, eine lebhaftere Reaction eintreten, bedingt durch das Vermischen der gebildeten zwei Schichten; im Kleinen schadet dies weiter nichts, man zieht die Flamme unter dem auf einem Drahtnetz stehenden Kolben weg; beim Arbeiten mit grösseren Mengen lässt sich diese Schichtenbildung durch ein Rührwerk verhindern. Die Glycerin- Anilin- Schwefelsäure-Mischung wird, da beim Erkalten dickflüssig, auf dem Wasserbade²⁾ warm gehalten und nach und nach in den

¹⁾ Wien. Mon. 2, 141; Referat hierüber in Ber. 14a, 1002.

²⁾ Wird dieses Gemisch zu stark erhitzt, wie es über freier Flamme leicht, wenn auch nur lokal vorkommen kann, so beginnt bei 150° die Reaction nach Koenigs — Ber. 13, 912 — zu verlaufen; sie ist nicht so stürmisch wie bei Gegenwart von Nitrobenzol, die Masse kocht ruhig

Tropftrichter gegeben oder in diesem durch eine mit Dampf geheizte Bleiröhrschleife warm gehalten. Ist das Zutropfen beendet, so zeigt ein in der Reaktionsmasse befindliches Thermometer 157° — 160° als Siedepunkt, man unterhält dann während etwa 2 Stunden noch ein schwaches Sieden, wobei die Temperatur durch die Wasserbildung auf 138° — 140° Siedepunkt zurückgeht; das wenige noch unverbrauchte Nitrobenzol wird dann ohne vorhergehende Verdünnung durch einen Luftstrom abgetrieben. Bis hierher arbeitet man im Kleinen in Glas, im Grossen im emaillirten Eisenkessel. Das Abtreiben der hierauf verdünnten und alkalisch gemachten Flüssigkeit mit Wasserdampf erfordert ein grösseres Gefäss, das nun aber aus Eisen sein kann; auch im Laboratorium empfiehlt sich hierfür, sowie in ähnlichen Fällen, ein gusseiserner Topf mit durch Bügel festschraubbarem Deckel. Die Ausbeute an auf gewöhnliche Weise weiter gereinigtem Chinolin ist die gleiche, wie bei schnell verlaufender Reaction im Parallelversuche.

Basel, im Mai 1894.

nach Wegnahme des Brenners weiter. Erhitzt man dann nach Beendigung des selbstthätigen Siedens noch etwa $\frac{1}{2}$ Stunde lang, zuletzt ohne Rückflussrohr, sodass die Temperatur bis auf 170° steigt, und arbeitet weiter wie sonst, so werden ungefähr 25 % des angewandten Anilins an Chinolin erhalten.
