

# **Badische Landesbibliothek Karlsruhe**

**Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe**

## **Untersuchungen über Indanthren**

**Berblinger, Hans**

**1904**

4. Kalkdestillation des Indanthrens

[urn:nbn:de:bsz:31-275937](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-275937)

Die Schwierigkeiten sind hier natürlich noch größer als dort, da die dort erörterten Gründe hier ja in erhöhtem Maße zur Geltung kommen, und Anthrazin an und für sich schon schwerer reagiert.

Es gelang daher auch nicht, größere Mengen des Anthrachinonazins auf diesem Wege aus Anthrazin darzustellen, da die in großer Zahl angestellten Versuche stets recht schlechte Ausbeuten an sehr unreinem Produkt lieferten, und auch schließlich der durch die umständliche Gewinnungsart bedingte Substanzmangel den Versuchen eine Grenze setzte. Die Oxydation wurde in wässriger Suspension mit Kaliumbichromat und Schwefelsäure ausgeführt. Salpetersäure ist hier nicht verwendbar, ebensowenig wie Chromsäure in konz. Schwefelsäure. Eine Lösung von 0,5 gr. Anthrazin in 50 ccm konz. Schwefelsäure wurde mit 100 ccm Wasser und 3,7 gr. Kaliumbichromat versetzt und 10 Min. zum Sieden erhitzt, wobei der Übergang der Farbe der violettroten Suspension in Gelb das Ende der Reaktion anzeigte. Nach Zusatz von viel Wasser wurde filtriert, und das Reaktionsprodukt ausgewaschen und getrocknet. Es stellte ein grünlichgelbes Pulver dar, das sich ganz wie Anthrachinonazin verhält und mit Nitrobenzol dieselben spindelförmigen Kryställchen liefert. Beim Auskochen mit Chinolin entsteht eine erst grüne, dann blaue Lösung, aus der sich feine, blaue Nadelchen ausscheiden mit der für Indanthren charakteristischen, wimperförmig gebogenen Gestalt. Auch nach ihrem ganzen übrigen Verhalten, — beim Erhitzen, beim Behandeln mit konzentrierten Säuren usw. — sind sie unzweifelhaft als Indanthren anzusprechen.

#### 4. Kalkdestillation des Indanthrens.

1 gr. Indanthren wurde, mit 5 gr. gebranntem Kalk gemischt, in einer Retorte erhitzt, wobei gelbe und graue Nadelchen in den oberen Teil derselben sublimierten, die zwar in der Krystallform etwas an Anthrazin erinnerten, jedoch frei von Stickstoff waren und auch ein völlig anderes Verhalten speziell gegen konz. Säuren zeigten; vor allem lösten sie sich in Salpeter-

säure nicht mit der für Anthrazin charakteristischen, weinroten Farbe, sondern rein gelb. Der Schmelzpunkt der unreinen Substanz lag unscharf bei 268—270°.

Zu Gewinnung größerer Substanzmengen wurde die Destillation in der angegebenen Weise mehrmals wiederholt, wobei es sich als zweckmäßig erwies, das Substanzgemisch mit einer dünnen Schicht reinen Ätzkalks zu bedecken, um die Verunreinigung des Produktes durch unzersetzt heraussublimierendes Indanthren zu vermeiden. Die Ausbeuten waren allerdings stets sehr kleine (0,5—1 %), jedoch gelang es, ca. 0,5 gr. an Rohprodukt zu erhalten, das durch Umkrystallisieren aus Eisessig gereinigt wurde. Die so gewonnenen, rötlich-gelben, rhombischen Nadelchen erinnerten sowohl durch die Form, wie auch durch ihre leichte Löslichkeit in niedrig siedenden Mitteln, — Eisessig, Benzol, usw. — und ihren Schmelzpunkt (unscharf 280°) an Anthrachinon (Schmp. 285°). Die Vermutung, daß dieses vorläge, wurde durch die Analyse bestätigt:

0,1625 gr. Subst.: 0,4928 gr. CO<sub>2</sub>; 0,0560 gr. H<sub>2</sub>O

0,1173 „ „ : 0,3495 „ „ ; 0,0448 „ „ „

C<sub>14</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> Ber. C: 80,77 H: 3,85

Anthrachinon

Gef. „ 80,72; 81,26 „ 3,74; 4,24

Da das verwendete Rohindanthren tatsächlich geringe Mengen von 2-Amidoanthrachinon enthält, das sich durch siedenden Eisessig extrahieren läßt, könnte das entstandene Anthrachinon z. T. diesem seine Entstehung verdanken. Die Größe der Ausbeute läßt jedoch die Annahme als gerechtfertigt erscheinen, daß auch das Indanthren an der Bildung desselben beteiligt ist, unter Spaltung im Azinkern und Eliminierung des Stickstoffs.

### 5. Acylierung des Indanthrens.

Zum Nachweis der Imidwasserstoffatome im Indanthren versuchte ich, dieselben durch Säurereste zu ersetzen, was aber, soweit sich nach den bisherigen Untersuchungen schließen läßt, nicht zu den gesuchten, an den Stickstoffen acylierten Derivaten