

1-Methyl-2-[(4'-nitro-benzolazo)-methylene]-1,2-dihydro-chinolin (IV).

14g des in 150ccm Pyridin gelösten Additionsproduktes von Dimethylsulfat an Chinaldin wurden unter gutem Umrühren, ähnlich wie beim vorigen Beispiel, gleichzeitig allmählich mit 150ccm 10-proz. Sodalösung und einer aus 7g *p*-Nitranilin und der nötigen Menge Schwefelsäure bereiteten, mit Acetat abgestumpften Diazolösung unter Kühlung reagieren gelassen. Das Gemisch färbte sich rasch intensiv violettblau. Nach $\frac{1}{2}$ -stdg. Rühren wurde soviel verd. Natronlauge hinzugefügt, daß sich der entstandene violettschwarze Niederschlag gut abfiltrieren ließ. Er wurde in wenig Eisessig heiß gelöst und durch Eingießen dieser Lösung in überschüssige salzsäure-haltige Chlornatrium-Lösung in einen rotbraunen Brei des Chlorids übergeführt, das nach dem Absaugen längere Zeit mit 1l Wasser ausgekocht wurde, wobei ein dunkler Rückstand verblieb. Aus dem Filtrat wurde das Farbsalz durch NaCl wieder ausgeschieden und danach mehrmals aus Eisessig-Chlorwasserstoff umkrystallisiert, wobei orangefarbene Nadeln erhalten wurden, die sich rein rot in konz. Schwefelsäure lösen und nach vorausgegangener Schwarzfärbung nicht ganz scharf bei 240° schmelzen. Im übrigen zeigte die Verbindung die bereits früher geschilderten Eigenschaften.

3.946 mg Sbst.: 8.565 mg CO₂, 1.578 mg H₂O.

C₁₇H₁₅O₂N₄Cl. Ber. C 59.53, H 4.41. Gef. C 59.20, H 4.48.

Die aus dem ganz reinen Chlorid in alkohol. Lösung durch Ammoniak abgetrennte und aus verd. Alkohol umkrystallisierte Base bildet bronzeglänzende, violettschwarze Nadelchen, deren Schmp. bei 190° gefunden wurde, also wesentlich höher als bei dem früher dargestellten Kupplungsprodukt (171°), mit dem die Substanz im übrigen nach ihren Farbenreaktionen identisch ist.

Beim Auskochen des rohen Chlorids mit Wasser (s.o.) war ein dunkelbrauner Anteil ungelöst zurückgeblieben. Dieser wurde noch mehrfach mit Wasser extrahiert und dann aus wenig Eisessig + HCl umkrystallisiert, wobei undeutlich krystalline Aggregate erhalten wurden, die noch der weiteren Reinigung bedürfen. Diese Substanz löst sich mit rein blauer Farbe in konz. Schwefelsäure und zeigt ebenfalls Basochromie. Die Lösung der Farbbase in Pyridin und Natronlauge ist grünstichiger blau gefärbt als die des oben beschriebenen Monoazofarbstoffs.

Berichtigung.

Jahrg. 57, Heft 4, S. 748, 26 mm v. o. ist nach »Anilin« einzufügen: »Natriumnitrit«.