

Eigentum des
Kaiserlichen Patentamts.
Eingefügt der Sammlung
für Unterklasse
Gruppe 12.

KAISERLICHES



PATENTAMT.

PATENTSCHRIFT

— № 164755 —

KLASSE 12 *q*.

AUSGEBEEN DEN 2. NOVEMBER 1905.

DR. PETER SCHESTAKOW IN ST. PETERSBURG.

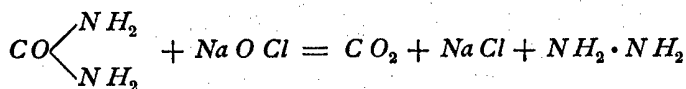
Verfahren zur Darstellung von Hydrazin und seinen Derivaten.

Patentiert im Deutschen Reiche vom 7. Februar 1903 ab.

Durch Einwirkung von Hypochlorit- oder Hypobromitsalzen auf Harnstoff oder seine Derivate (welche sich durch Ersatz der Wasser-

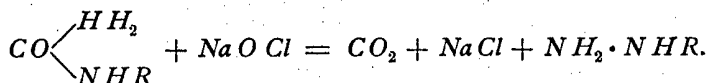
stoffatome in der Amidgruppe bilden) erhält man Hydrazin nach folgender Reaktion:

5



40

10



45

Um eine bessere Ausbeute an Hydrazin und seinen Derivaten zu erhalten, muß man einen zu großen Überschuß von Hypochlorit- und Hypobromitsalzen (mehr als die theoretische Menge derselben beträgt) vermeiden, die Reaktion bei einer niedrigen Temperatur ausführen und, zwecks Verhinderung einer Zersetzung des Hydrazins, die Einwirkung in Gegenwart von Aldehyden oder Ketonen fortsetzen, wobei das Hydrazin in die entsprechenden Aldazine oder Ketazine übergeführt wird.

Man nimmt z. B. 60 g Harnstoff und etwa 100 g Natriumhydroxyd, löst in einer geringen Menge Wasser auf, kühlt die Lösung bis zu einer Temperatur von nicht über +5° C. ab und fügt bis 2500 ccm einer Lösung von Natriumhypochlorit hinzu, welche vorher bis zu dieser Temperatur abgekühlt wurde und 30 g Na O Cl im Liter enthält. Zu dieser Mischung gibt man noch 150 bis 200 g Benzaldehyd hinzu, mischt gut durch und treibt dann den überschüssigen Aldehyd durch Einleiten von Wasserdampf während 10 bis 15 Minuten ab. Darauf neu-

tralisiert man obige Mischung, z. B. mit Schwefelsäure, filtriert nach genügender Abkühlung das gebildete Benzaldazin C₁₄H₁₂N₂ (zusammen mit einer geringen Menge Benzal-semicarbazid C₈H₆N₃O) ab und zerlegt es durch Erwärmen mit Mineralsäuren in Hydrazinsalze und Benzaldehyd.

Zur Darstellung des Hydrazins ist es nicht notwendig, von reinem Harnstoff auszugehen. Zu diesem Zwecke kann man auch den gewöhnlichen Harn von Menschen oder Tieren verwenden. In der benutzten Menge Harn bestimmt man die darin enthaltene Gewichtsmenge an Harnstoff, alsdann wird in ihr eine entsprechende Menge Natriumhydroxyd aufgelöst. Die Lösung wird abgekühlt und mit einer Lösung von unterchlorigsaurem Natron und Benzaldehyd vermischt. Die dabei verwendeten Körper kann man in denselben Gewichtsverhältnissen und die ganze Arbeitsweise unter denselben Bedingungen, wie sie oben für die Verwendung des reinen Harnstoffes als Ausgangsmaterial beschrieben war, ausführen.

Bei der Darstellung der Derivate des Hydra-

12

zins verwendet man die entsprechenden Derivate des Harnstoffes; dabei kann man, wie oben angegeben ist, verfahren, jedoch mit dem Unterschiede, daß der Zusatz der Aldehyde oder Ketone nicht erforderlich ist. So werden z. B. zur Darstellung von Benzoylhydrazin ($C_7H_8N_2O$) 164 g Benzoylharnstoff und 80 g Natriumhydroxyd mit einer geringen Menge Wasser vermischt, man kühlt alsdann bis unter $+5^\circ C.$ ab und gibt 2,5 l einer abgekühlten Lösung von Natriumhypochlorit, welche 30 g dieses Salzes im Liter enthält, hinzu. Nach erfolgter Auflösung des Benzoylharnstoffes erwärmt man diese Lösung einige Zeit bis auf 70 bis $80^\circ C.$ Das Benzoylhydrazin (zusammen mit einer geringen Menge von Dibenzoylhydrazin) fällt aus der Lösung aus.

An Stelle des Natriumhypochlorits kann man Calciumhypochlorit und andere Hypo-

chlorite oder Hypobromite, sowie auch ein Derivat derunter jodigen Säure, z. B. Jodosobenzol (C_6H_5JO) verwenden. Außer Benzaldehyd eignen sich auch Zimmetaldehyd, Acetaldehyd, Anisaldehyd, Glucose, Aceton und andere Aldehyde und Ketone zur Darstellung des Hydrazins und seiner Derivate.

PATENT-ANSPRUCH:

Verfahren zur Darstellung von Hydrazin und seinen Acidyl-, Alkyl- oder Arylderivaten, dadurch gekennzeichnet, daß man auf Harnstoff und dessen Acidyl-, Alkyl- oder Arylderivate Hypochlorit- bzw. Hypobromitsalzlösungen in annähernd molekularem Verhältnis bei niedriger Temperatur, zweckmäßig bei Gegenwart von Aldehyden oder Ketonen, zur Einwirkung bringt.