

## 350. Rob. Mauzelius: Ueber die 1,5-Fluornaphtalinsulfonsäure.

(Eingegangen am 11. Juli.)

Bei Gelegenheit einer Untersuchung über die 1,5-Halogennaphtalinsulfonsäuren habe ich auch die Fluorsulfonsäure dargestellt und will jetzt darüber etwas berichten.

Wird  $\alpha$ -Diazonaphtalinsulfonsäure in erwärmte, wässrige Flußsäure (mit etwa 50 pCt. Fluorwasserstoff) eingetragen, so geht unter lebhafter Stickstoffentwicklung die Umsetzung rasch vor. Nach beendeter Reaction wird mit Kaliumcarbonat neutralisirt und das dabei erhaltene rothgefärbte Kaliumsalz mit Phosphorpentachlorid behandelt. Aus dem Reactionsproducte wird nach Behandeln mit Wasser das Chlorid der Fluorsulfonsäure mit kochendem Ligroïn ausgezogen. Nach Umkrystallisiren aus Eisessig und Chloroform wurde es in fast farblosen rhombischen Prismen vom Schmelzpunkt  $122-123^{\circ}$  erhalten. Das Chlorid löst sich schwer in Ligroïn, leicht in Benzol, heissem Eisessig und Chloroform.

Analyse:

	Gefunden	Ber. für $C_{10}H_6FlSO_2Cl$
C	49.18	49.09 pCt.
H	2.65	2.46 »
S	13.25	13.09 »
Cl	14.38	14.50 »

Das Bromid, nach derselben Methode dargestellt und gereinigt, gleicht dem Chlorid sehr. Schmelzpunkt  $145^{\circ}$ .

Analyse:

	Gefunden	Ber. für $C_{10}H_6FlSO_2Br$
C	41.42	41.52 pCt.
H	2.46	2.08 »
Br	27.38	27.67 »

Das Amid, durch Kochen des Chlorids mit alkoholischem Ammoniak dargestellt, bildet schwach gelbliche, glänzende Schuppen vom Schmelzpunkt  $196-197^{\circ}$ . Schwer löslich in kaltem Alkohol.

Analyse:

	Gefunden	Ber. für $C_{10}H_5FlSO_2NH_2$
C	53.42	53.33 pCt.
H	3.94	3.56 »
N	6.45	6.22 »
S	14.20	14.23 »

Wird das Chlorid mit Wasser in zugeschmolzenem Rohre bis  $140^{\circ}$  erhitzt, so löst es sich leicht und beim Verdunsten der Lösung erhält man die freie Säure in kleinen, glänzenden Blättern. Sie ist eine starke Säure, die jedoch wenig gut krystallisirbare Salze giebt. Das

Silbersalz ist wasserfrei und kann ohne Zersetzung bis  $180^{\circ}$  erhitzt werden.

Der Methylester wurde durch Behandeln des Silbersalzes mit Methyljodid erhalten. Die Reaction geht ohne äusseres Erwärmen leicht von statten. Krystallisirt aus Alkohol in fast farblosen Nadeln. Schmelzpunkt  $118^{\circ}$ .

Die Aethylester, aus dem Silbersalze mit Aethyljodid dargestellt, schmilzt bei  $79^{\circ}$ . Krystallisirt aus Alkohol bei freiwilligem Verdunsten in grossen Prismen.

Analyse:

	Gefunden	Ber. für $C_{10}H_6FISO_3C_2H_5$
C	56.51	56.69 pCt.
H	4.41	4.33 »

Die früher dargestellten Fluorderivate des Benzols zeigen unter den Halogenderivaten desselben die niedrigsten Schmelzpunkte. Eigenthümlich ist daher, dass die von mir dargestellten Fluorderivate mit Ausnahme des Amids den höchsten Schmelzpunkt zeigen, wie folgende Tabelle angiebt:

1, 5-Naphtalinsulfonsäure	Chlor	Brom	Jod	Fluor
Chlorid . . . . .	$95^{\circ}$	$95^{\circ}$	$114^{\circ 1)}$	$123^{\circ}$
Bromid . . . . .	—	$116^{\circ 1)}$	—	$145^{\circ}$
Amid . . . . .	$226^{\circ}$	$232^{\circ}$	$239^{\circ 1)}$	$197^{\circ}$
Aethylester . . . . .	46	51	—	$79^{\circ}$

Um das  $\alpha$ -Fluornaphtalin zu erhalten, habe ich das Chlorid der Fluornaphtalinsulfosäure mit überhitztem Wasserdampfe destillirt. Dabei erhielt ich ein farbloses nach Naphtalin riechendes Oel, welches bei  $216.5^{\circ}$  (Quecksilberfaden ganz im Dampfe, Barometerstand 762 mm) siedete und sich mit der in der folgenden Mittheilung besprochenen Verbindung identisch erwies.

Upsala, Universitätslaboratorium.

<sup>1)</sup> Einer noch nicht vollendeten Arbeit entnommen.