

Verdunsten des überschüssigen Jodäthyls hinterbleibt ein gelbes stickstoffhaltiges Oel, das nicht mehr explosiv und mit Wasserdampf leicht flüchtig ist; ich hoffe hierüber bald näher berichten zu können.

Berlin, II. chem. Institut der Universität.

543. N. Rosenberg: Ueber einige Derivate der bei 216° C. schmelzenden β -Naphtholcarbonsäure.

[Mittheilung aus dem technologischen Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 24. December.)

Behufs genauer Charakterisirung der bei 216° schmelzenden β -Naphtholcarbonsäure habe ich einige Derivate dargestellt, zu deren Veröffentlichung eine Notiz des Herrn Hosaeus¹⁾ mich veranlasst. Seit längerer Zeit nämlich bin ich mit einer Reihe von Versuchen — allerdings nach einer ganz anderen Richtung hin — beschäftigt, bei welchen ich mich als Ausgangsmaterial der genannten Säure bediente.

β -Oxynaphtoësäureester, $C_{10}H_6(OH)CO_2C_2H_5$.

Diese Verbindung erhielt ich nach der für die Darstellung der Ester üblichen Methode durch Einleiten von trockenem Salzsäuregas in die absolut alkoholische Lösung der Säure. Das in Wasser gegossene ölige Reactionsproduct, welches nach Verlauf von 8—10 Stunden krystallinisch erstarrt war, wusch ich mit verdünnter Natronlauge und kohlensaurem Natron aus. Die Ausbeute war eine fast quantitative.

Die neue Verbindung ist selbst in kochendem Wasser und in kohlen-sauren Alkalien nahezu unlöslich; schwierig löslich in verdünntem kalten Alkohol, dagegen sehr leicht in heissem Eisessig und in absolutem heissen Alkohol. Aus Eisessig unter Zusatz von Thierkohle umkrystallisirt erwies sich die Verbindung als ein Aggregat von sternförmig gruppirten Nadelchen. Diese lösten sich leicht auf in Aetzalkalien, in Aceton, Benzol, Chloroform; schwer in Petroläther.

Der β -Oxynaphtoësäureäthyläther lässt sich ohne Zersetzung destilliren; eine Bestimmung des Siedepunktes ergab 290—291° C. bei gewöhnlichem Luftdrucke. Sein Schmelzpunkt liegt bei 85° C. In der alkoholischen Lösung ruft Eisenchlorid eine dunkelgrüne Färbung hervor. Beim Erhitzen mit Alkalien oder Säuren zerfällt er wieder in seine Componenten.

Ber. für $C_{13}H_{12}O_3$	Gefunden
C 72.22	72.08 pCt.
H 5.56	5.53 »

¹⁾ Diese Berichte XXV, 3215.

β -Oxynaphthoësäureamid, $C_{10}H_6(OH)CO \cdot NH_2$.

5.0 des vorher beschriebenen β -Oxynaphthoësäureäthylesters erhitzte ich mit dem fünffachen Volumen gesättigten alkoholischen Ammoniaks sechs Stunden lang im Einschlussrohre bei $170^\circ C$. Das Reaktionsgemisch, welches hellroth gefärbt war und schmutzig grün fluorescirte, goss ich nach dem Verdunsten des überschüssigen Alkohols und Ammoniaks in Wasser. Es schied sich das Amid momentan aus, welches aus wenig verdünntem Alkohol durch Kochen mit Thierkohle umkrystallisirt, bei $185^\circ C$. schmolz.

Der, neue Körper ist kaum löslich in Wasser, leicht dagegen in Alkohol und Eisessig. Aus letzterem fällt er in schönen, wohl ausgebildeten Krystallen wieder heraus. Elementaranalyse:

	Ber. für $C_{11}H_9NO_2$	Gefunden
C	70.59	70.08 pCt.
H	4.81	5.10 »
N	7.49	7.89 »

 β -Oxynaphthoësäuremethylanilid, $C_{10}H_6(OH)CON(CH_3)C_6H_5$.

10.5 g β -Naphtholcarbonsäure schmolz ich mit 6 g Monomethylanilin zusammen und trug Phosphorrichlorid in kleinen Portionen ein. Die Reaction ging schon in der Kälte vor sich. Ich erhitzte nun das Reaktionsproduct auf dem Wasserbade so lange, bis keine Salzsäureentwicklung mehr stattfand. Darauf digerirte ich dasselbe mit alkoholischer Natronlauge und filtrirte. Im Filtrate fiel auf Zusatz von concentrirter Salzsäure das β -Oxynaphthoësäuremethylanilid — allerdings mit β -Oxynaphthoësäure noch verunreinigt — flockig aus. Behufs Entfernung dieser kochte ich den abgesogenen Niederschlag mit kohlsaurem Natron. Den in letzterem unlöslichen getrockneten Rückstand — β -Oxynaphthoësäuremethylanilid — krystallisirte ich aus Eisessig unter Zuhülfenahme von Thierkohle mehrere Male um. Der Schmelzpunkt lag bei 150° .

Von Aceton, Benzol, Chloroform wird das Präparat schon in der Kälte mit Leichtigkeit aufgenommen, etwas schwieriger von Alkohol und Eisessig, so gut wie gar nicht von Petroläther. Die Lösungen zeigen eine schwach grüne Fluorescenz. Während es in kohlsauren Alkalien unlöslich ist, löst es sich in alkoholischer Natronlauge ziemlich leicht. Eisenchlorid färbt die alkoholische Lösung intensiv grün.

	Ber. für $C_{18}H_{15}NO_2$	Gefunden
N	5.05	5.22 pCt.