

Eine frischbereitete wässrige Lösung, die 10.15 pCt. des Lactons enthält und das spec. Gewicht 1.039 hat, dreht bei 17° im Eindecimeterrohr 8.71° nach rechts. Daraus berechnet sich die spec. Drehung

$$[\alpha]_D = +82.6,$$

was mit der von Fischer und Bromberg beobachteten Zahl +82.4 gut übereinstimmt.

#### Phenylhydrazid der Lyxonsäure.

Dasselbe wird nach Vorschrift obengenannter Forscher durch Erwärmen des Lactons mit der gleichen Menge Phenylhydrazin auf dem Wasserbade erhalten. Zur völligen Reinigung wird es 2 Mal aus verdünntem Alkohol umkrystallisirt. Es zeigt, so gereinigt, den constanten Schmp. 162—163°, der mit dem von Fischer und Bromberg beobachteten völlig übereinstimmt, ebenso entsprechen die Lösungsverhältnisse völlig den früheren Betrachtungen. Aus verdünntem Alkohol krystallisirt das Phenylhydrazid mit Krystallwasser<sup>1)</sup>.

#### 545. John Procházka: Oxydation des Naphtalins mittelst Permanganat.

(Eingegangen am 18. November.)

Ein Verfahren mittelst Permanganat Phtalsäure darzustellen ist zuerst von R. Henriques<sup>2)</sup> beschrieben worden. Er gelangt zu derselben durch Oxydation von  $\alpha$ -Naphtol in alkalischer Lösung und des dabei gebildeten Zwischenproductes, der sogenannten Phtalonsäure, in saurer Lösung mittelst Braunstein. Seitdem hat J. Tscherniac sich die Darstellung der Phtalonsäure aus Naphtalin mittelst Permanganat und Manganaten<sup>3)</sup> patentiren lassen. Ueber die genauen Bedingungen, wie diese Oxydation auszuführen ist, sind in dem betreffenden Patente keine Angaben gemacht.

Gelegentlich einer Reihe von Versuchen zur Ermittlung einer technischen Methode Phtalsäure darzustellen, wurde von mir schon im Jahre 1890 die Entdeckung gemacht, dass bei Einhaltung der

<sup>1)</sup> Bertrand, Bull. soc. chim. 1896, 592. Fischer und Bromberg, diese Berichte 29, 2068.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 21, 1608.

<sup>3)</sup> D. R.-P. 79 693 v. 23. März 1894; D. R.-P. 86 914 v. 14. November 1895.

richtigen Bedingungen die Oxydation des Naphtalins mittelst Permanganat zu Phtalonsäure und der letzteren zu Phtalsäure einen fast quantitativen Verlauf nimmt.

Eine Wiederholung von Henriques' Versuchen bestätigte dessen Resultate; die Qualität des Productes liess jedoch viel zu wünschen übrig. Diese Versuche wurden nicht weiter verfolgt, da der Gedanke, dasselbe Verfahren auf Naphtalin anzuwenden, nicht ferne lag. Die Schwerlöslichkeit des Ausgangsproductes schien dem Erfolge im Wege zu stehen. Beim Mischen von feingemahlenem Naphtalin mit kalter Permanganatlösung wird diese letztere theilweise zu Mangansuperoxyd reducirt, jedoch erfolgt der Process langsam und die Reduction ist nicht vollständig. Durch Entfernen des überschüssigen Permanganats mit schwefliger Säure, Filtriren vom Ueberschuss des Naphtalins, Ansäuern und Oxydiren des Products zu Phtalsäure wurde die Bildung von Phtalonsäure nachgewiesen. Die Phtalsäure krystallisirt dabei in grossen Nadeln von vorzüglicher Qualität aus. Die Beobachtung, dass Naphtalin in merklichen Mengen in kochendem Wasser löslich ist, führte zu dem Versuche, die Oxydation bei dem Siedepunkt des Wassers auszuführen. Die Reduction des Permanganats erfolgt hierbei augenblicklich, und so lange man davon absieht, alles Naphtalin zu oxydiren, werden durch die folgende Oxydation der gebildeten Phtalonsäure in saurer Lösung mit Mangansuperoxyd ausgezeichnete Ausbeuten an Phtalsäure erhalten. Mit 100 g commerciellen Permanganats wurden so 17 g *o*-Phtalsäure erhalten. Die theoretische Ausbeute würde 19—20 g betragen, vorausgesetzt, dass bei der alkalischen Oxydation nur Phtalonsäure entsteht.

Das überschüssige Naphtalin, 3—4 Mal so viel als von der Theorie verlangt wird, ist leicht zu trennen, und wie weit die Oxydation desselben zu führen ist, ist jedenfalls abhängig von der Wirksamkeit der Rührvorrichtung, die für eine möglichst feine Vertheilung des geschmolzenen Naphtalins während der Oxydation zu sorgen hat. Einer ökonomischen Ausbeutung dieses Verfahrens steht nur der Preis des Permanganats entgegen.

New-York, November 1897.