

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

Über einige Nitronaphtonitrile, Amide und- Säuren

Spielvogel, Moritz

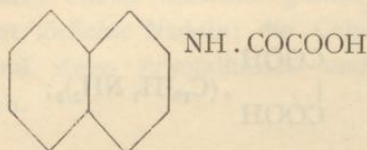
Karlsruhe, 1895

Darstellung und Nitrierung von β -Naphthyloxaminsäure

[urn:nbn:de:bsz:31-275749](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-275749)

Auch ist die von mir angewandte Methode der Acetylierung und Nitrierung bequemer und ergibt bessere Resultate. Eine genau nach den Angaben von C. Liebermann und P. Jacobson ausgeführte Nitrierung des β -Acetnaphthalids ergab ebenfalls die Bildung von 8:2 Nitroacetnaphthalid.

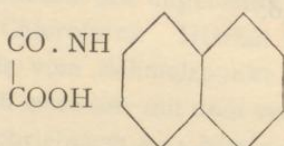
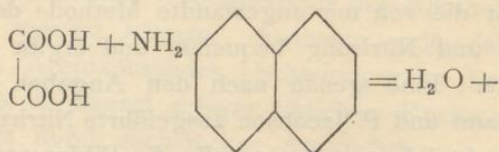
Darstellung und Nitrierung von β -Naphthyl-oxaminsäure.



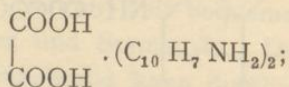
Nach den günstigen Resultaten, welche C. Lange¹ beim Nitriren von α -Naphthylamin in Form der α -Naphthyl-oxaminsäure (M. Ballo)² erzielte, versuchte ich, ob sich nicht durch Nitriren der bisher noch unbekanntenen β -Naphthyl-oxaminsäure die 1:2 Nitronaphthylaminverbindung einheitlich darstellen lassen werde. Obgleich die Versuche zu keinem recht befriedigenden Resultate führten, mögen sie hier dennoch mitgeteilt sein. 200 gr Oxalsäure werden mit 70 gr β -Naphthylamin etwa 1—1½ Stunde bei 140—150° geschmolzen. Unter Wasser-Abspaltung verbindet sich dabei die Oxalsäure mit β -Naphthylamin zu β -Naphthyl-oxaminsäure nach folgendem Schema:

¹ Patentschrift No. 58 227 D. R. P. Darstellung des 1:4 Nitronaphthylamins.

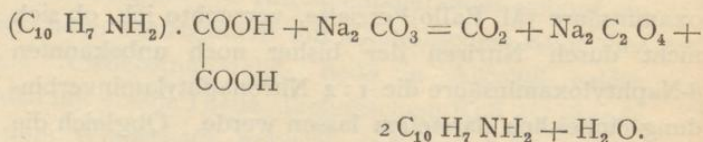
² Ber. 6. 247.



Bei kürzerer Einwirkung bildet sich viel oxalsaures Naphtylamin:



das durch Soda oder Alkalien sich zu oxalsaurem Natrium umsetzt unter Abscheidung von β -Naphtylamin:



Die fein pulverisirte Schmelze wird behufs Entfernung freier Oxalsäure in warmes Wasser eingetragen. Nach einiger Zeit wird filtrirt und der Rückstand mit Soda bis zur alkalischen Reaction in der Wärme versetzt. Es bildet sich dabei das Natriumsalz der β -Naphtyloxaminsäure (das vorhandene oxalsaure Naphtylamin wird in oxalsaures Natrium und Naphtylamin gespalten). Die β -Naphtyloxaminsäure wird durch Krystallisation ihres Natriumsalzes aus heissem Wasser oder Auskochen mit Alkohol gereinigt, bis eine Probe mit con-

centrirter Salpetersäure versetzt, sich schön röthlichgelb färbt (dunkle Färbung deutet auf die Anwesenheit von freiem β -Naphthylamin).

Aus dem Natriumsalz der Naphtyloxaminsäure wird die freie Säure durch gelindes Erwärmen mit verdünnter Salzsäure erhalten. Aus verdünntem Essig umkrystallisirt, bildet sie schöne weisse Blättchen vom Schmelzpunkt 190° , die in Alkohol und Aether leicht, in Wasser dagegen schwer löslich sind. Die Ausbeute beträgt 70 bis 80 gr. Die Salze der Naphtyloxaminsäure sind schön krystallisirbar; die Natrium- und Ammoniumsalze bilden schwach gelblich weisse, in Wasser leicht lösliche Nadeln; die Calcium- und Bariumsalze sind weiss krystallinisch und in Wasser schwer löslich.

Analyse:

Berechnet:	Gefunden:
C = 66,477 %	66,43 %
N = 6,514 „	6,86 „
H = 4,186 „	4,4 „

Nitrirung:

Die Nitrirung geschieht durch Eintragen der trocknen, fein pulverisirten Substanz in den 4—5fachen Ueberschuss concentrirter Salpetersäure (vom spec. Gew. 1,4). Die ersten Portionen lösen sich röthlich gelb auf, zum Schlusse wird die ganze Masse breiartig. Die Temperatur darf $30 - 40^{\circ}$ nicht übersteigen, sonst bilden sich harzige Massen. Es wird einige Zeit stehen gelassen, mit Wasser versetzt und filtrirt. Der Rückstand wird zur Reinigung in verdünntem Ammoniak gelöst und die