

II. Reduktion der Nitroterephthal-*a*-methylestersäure.

2·67 g nicht ganz reiner *a*-Methylestersäure (Schmelzpunkt ungefähr 170° statt 174 bis 175°) wurden mit 4·5 g Zinnspänen und 8 $\frac{1}{3}$ cm³ konzentrierter Salzsäure versetzt. Bei Zimmertemperatur wurde innerhalb anderthalb Stunden keine Einwirkung sichtbar. Daher wurde am Wasserbad angewärmt. Plötzlich geht die organische Substanz unter lebhafter Reaktion in Lösung. Der Kolben wurde sofort vom Wasserbad genommen und geschüttelt. Beim Erkalten erstarrt das ganze zu einem Kristallbrei. Dieser wurde mit Wasser versetzt, mit Ammoniak neutralisiert,¹ dann gelbes Schwefelammonium zugefügt, bis fast völlige Lösung eingetreten war. Dann wurde von unangegriffenem Zinn und wenig Zinnsulfür abfiltriert und mit Salzsäure gefällt. Nach dem Abfiltrieren des entstandenen Niederschlages gab das Filtrat an Äther nur geringe Mengen einer sehr unreinen Substanz ab.

Der aus der organischen Substanz, Zinnsulfid und Schwefel bestehende Niederschlag wurde zuerst auf Fließpapier, dann im Vakuum trocknen gelassen und dann in noch etwas feuchtem Zustand kalt mit Methylalkohol ausgezogen, dann siebenmal mit Methylalkohol ausgekocht. Der kalt bereitete und die ersten zwei heiß bereiteten Auszüge enthielten (neben etwas Schwefel und wenig durch das Filter gegangenen Zinnsulfid) fast reine Estersäure, die folgenden Gemische von Estersäure mit freier Aminoterephthalsäure. Diese unreineren Fraktionen wurden zuerst mit Benzol ausgekocht, wobei freie Säure ungelöst blieb, während Estersäure in Lösung ging.

Die Estersäurefraktionen wurden dann aus Benzol (worin die Estersäure recht schwer löslich ist) und aus Methylalkohol wiederholt umkristallisiert. Das Zinnsulfid blieb beim Auflösen ungelöst. Der beigemischte Schwefel haftet ziemlich hartnäckig an; er bleibt beim Umkristallisieren aus Methylalkohol vorwiegend bei den ersten Fraktionen, aus Benzol bei den letzten.

Im ganzen wurden 1·94 g Estersäure und 0·19 g unreine Aminoterephthalsäure erhalten.

¹ Es dürfte zweckmäßig sein, diese Operation unter Kühlung zu machen.