

Nitrokörper reduziert und direkt oder nach vorhergehender Acetylierung methyliert.

### Terephtalsäuredimethylester.

Er wurde aus Terephtalsäure nach Baeyer<sup>1</sup> dargestellt. Es genügt, für 1 g Terephtalsäure 7.5 cm<sup>3</sup> Methylalkohol zu verwenden (Black). Bei Anwendung von 8.5 cm<sup>3</sup> krystallisierten 0.90 g Ester aus, 0.12 g konnten durch Wasserzusatz gefällt werden. Daß der Ester sublimiert, haben schon Warren de la Rue und Müller beobachtet. Das Sublimieren ist schon bei 60° lebhaft (Huppert).

### Nitrierung der Terephtalsäure (Faltis).

Die Nitrierung der Terephtalsäure wurde nach der Vorschrift von Wegscheider<sup>2</sup> vorgenommen, jedoch mit der Abänderung, daß die Pyroschwefelsäure durch die viel bequemer zu handhabende rauchende Schwefelsäure des Handels (mit 25% SO<sub>3</sub>) ersetzt wurde. Die Ausbeute wurde hierdurch nicht geändert. Die reine Nitroterephtalsäure schmolz im Anschütz'schen Apparat bei 264.5 bis 265° unkor.<sup>3</sup>

### Nitroterephtalsäuredimethylester (Huppert).

Nitroterephtalsäuredimethylester wurde bisher nur durch Veresterung der Nitroterephtalsäure hergestellt.<sup>4</sup> Man kann ihn auch aus Terephtalester durch Nitrierung unter geeigneten Bedingungen in guter Ausbeute erhalten. Rauchende Salpetersäure (sp. G. 1.48), allein oder mit konzentrierter Schwefelsäure gemischt, läßt bei 50° den Terephtalester noch größtenteils unverändert. Gut bewährt hat sich folgendes Verfahren:

20 g reinen Terephtalsäuredimethylesters wurden in ein Gemisch von 80 g Salpetersäure und 120 g rauchender Schwefelsäure (mit 7% SO<sub>3</sub>) innerhalb 10 Minuten eingetragen und mindestens 30 Minuten stehen gelassen, da sonst

<sup>1</sup> Lieb. Ann., 245, 140 (1888). Vgl. Warren de la Rue und Müller, Ann. Chem. Pharm., 121, 89 (1862); Schwanert, ebendort, 132, 268 (1864); Stohmann, Kleber und Langbein, J. pr. Ch. (2), 40, 348 (1889); Ullmann und Schlaepfer, Ber. Dtsch. ch. G., 37, 2002 (1904); Einhorn und Göttler, ebendort, 42, 4841 (1909); Zelinsky und Glinka, ebendort, 44, 2310 (1911). Letztere geben den Schmelzpunkt zu 141 bis 142° an.

<sup>2</sup> Mon. f. Ch., 21, 623 (1900).

<sup>3</sup> Der korrigierte Schmelzpunkt der reinen Nitroterephtalsäure wurde an verschiedenen Proben zu 270° gefunden. Wegscheider.

<sup>4</sup> Ahrens, Ber. Dtsch. ch. G., 19, 1636 (1886); Wegscheider, Mon. f. Ch., 21, 627 (1900); 23, 407 (1902).