

Esters farblos erhalten werden kann, wird im folgenden erwähnt.

### Aminoterephthalsäuredimethylester.

A. Aus Aminoterephthalsäure (Black). Zur Darstellung des Esters eignet sich die von Cahn-Speyer<sup>1</sup> durchgeführte Veresterung mit Methylalkohol und Schwefelsäure. Zweckmäßig ist folgende Abänderung der Cahn-Speyer'schen Vorschrift.

Je 20 g Aminosäure werden in ein Gemisch von 100 cm<sup>3</sup> konzentrierter Schwefelsäure und 200 cm<sup>3</sup> Methylalkohol eingetragen. Nach sechsständigem Erhitzen am Wasserbad wurde unter Kühlung mit Kalilauge alkalisch gemacht und das ausfallende Gemisch von Neutralester und Kaliumsulfat erschöpfend ausgewaschen. Ausbeute 18 g Neutralester.

B. Aus Nitroterephthalsäuredimethylester (Huppert). Die Reduktion dieses Esters ist schon von Warren de la Rue und Müller<sup>2</sup> und Ahrens,<sup>3</sup> die aber keine näheren Angaben machen, ferner von J. B. Cohen und Mc. Candlish<sup>4</sup> (mit Schwefelammon, aber nicht behufs Darstellung des Aminoesters) durchgeführt worden. Zweckmäßig erwies sich folgendes Verfahren:

10 g Nitroterephthalester wurden mit 16 g Zinn und 28 cm<sup>3</sup> 40 prozentiger Salzsäure zusammengebracht. Nach einigen Minuten tritt starke Erwärmung, die bis zum starken Aufkochen der Salzsäure gehen kann, und Verflüssigung ein. Sobald Verflüssigung eingetreten ist, wird gekühlt. Nach einiger Zeit erstarrt die Flüssigkeit zu einem festen Brei. Nun wurde abgesaugt, das Zinndoppelsalz mit Ammoniak und der zur Lösung des Schwefelzinns erforderlichen Menge Schwefelammoniums<sup>5</sup> versetzt. Hierbei blieb die Hauptmenge des Aminoesters farblos, aber noch nicht ganz rein (Smp. ungefähr 126°) ungelöst. Die Schwefelammoniumlösung enthält nur sehr geringe Mengen. Zu ihrer Gewinnung wurde angesäuert, das Zinnsulfid mit Alkohol ausgekocht und die saure Lösung ausgeäthert. Eine etwas größere, aber auch nicht bedeutende Menge konnte bisweilen aus dem Filtrat vom Zinndoppelsalz durch Neutralisieren mit Natriumcarbonat und Versetzen mit Natriumacetat, Auskochen des dabei entstehenden Niederschlages mit Alkohol und Ausäthern des Filtrats gewonnen werden. Zur Reinigung diente Umkrystallisieren aus Benzol. Ausbeute über 60% der Theorie. Die Identität des Aminoterephthalesters wurde durch einen Mischschmelzpunkt

<sup>1</sup> Mon. f. Ch., 28, 808 (1907).

<sup>2</sup> Ann. Ch. Pharm., 121, 92 (1862).

<sup>3</sup> Ber. Dtsch. ch. G., 19, 1636 (1886).

<sup>4</sup> J. chem. soc., 87, 1269 (1905).

<sup>5</sup> Entzinnung nach Wegscheider, Mon. f. Ch., 28, 822 (1907).