

regeln. Die Platte des Schaukeltisches besteht aus einem mit weitmaschigem Drahtgewebe überzogenen Eisenrahmen. Die zu schütteln- den Flaschen etc. lassen sich darauf leicht mit Schnüren oder elastischen Riemen befestigen.

Die Construction der übrigen Theile ist aus der Abbildung leicht ersichtlich.

Es empfiehlt sich natürlich, die Flaschen etc. so auf dem Schaukel- tisch zu vertheilen, dass die beiden Seiten desselben ungefähr gleich belastet sind.

Die Maschine hat sich während längeren Gebrauchs bei starker Inanspruchnahme speciell zum gleichzeitigen Schütteln vieler kleiner Gefässe — Gasabsorptionsversuche — ganz besonders gut bewährt.

Die Schüttelmaschine (Musterschutz No. 63565) wird von C. Desaga in Heidelberg angefertigt.

447. Oscar Blank: Notiz über β -Naphthylessigsäure.

[Aus dem I. Berliner Chemischen Universitäts - Laboratorium.]

(Eingegangen am 13. October.)

2g durch Krystallisation gereinigtes Naphthylmethylchlorid¹⁾ werden in 10 ccm Alkohol gelöst, in ein Kölbchen gebracht, welches eine heisse Lösung von 1 g Kaliumcyanid in 3 ccm Wasser enthält, und dreiviertel Stunden am Rückflusskühler auf dem Wasserbade gekocht. Darauf dampft man die Lösung ab und wäscht das braune Oel mit Wasser, worauf es erstarrt. Das Product ist leicht löslich in kaltem Benzol, Aceton, schwer in kaltem Alkohol, Methylalkohol und Ligroïn, es wird aus Ligroïn unter Zusatz von Thierkohle umkrystallisirt, wobei sich zuerst ein braunes Harz, dann weisse Krystalle in Form von radial- faserigen Kugeln ausscheiden; sie bestehen aus β -Naphtylaceto- nitril, $C_{10}H_7CH_2CN$, und schmelzen bei $79-81^{\circ}$.

Analyse: Ber. für $C_{12}H_9N$.

Procente: C 86.22, H 5.38.

Gef. » » 85.72, » 5.62.

β -Naphthylessigsäure.

1 g Nitril wurde mit 5 ccm Salzsäure im Rohr 4 Stunden auf 100° erhitzt; darnach hatte sich die Säure als braunes Oel ausge- schieden, welches sehr schnell erstarrte. Es wurde abfiltrirt, mit Ammoniak übergossen, die Lösung vom Ungelösten getrennt, und aus dem Filtrat durch Salzsäure Naphtylessigsäure als voluminöser,

¹⁾ Schulze, diese Berichte 17, 1529; Scherler ebend. 24, 3928.

schwach gelblicher Niederschlag abgeschieden, welcher bei 132—135° schmolz, jedoch noch nicht ganz rein war.

Da die Ausbeute an Säure nur sehr gering war, versuchte ich, ob grössere Ausbeuten zu erzielen wären, wenn ich die umständliche Reinigung der Zwischenkörper, welche zwischen dem Kohlenwasserstoff und der Säure liegen, vermied.

Ich verfuhr daher wie folgt: 30 g β -Methylnaphtalin wurden bei 240° bis zur Zunahme von 7 g chlorirt. Das Product, eine schwarze Masse, übergoss ich in einem Kolben mit 200 ccm Alkohol, fügte 35 g Cyankalium in 60 ccm Wasser hinzu und kochte einige Stunden am Rückflusskühler. Darnach wurde die Reaktionsmasse ausgeäthert, mit Wasser durchgeschüttelt, die Aetherschicht abgehoben, und der Aether abdestillirt. Es blieb das unreine Nitril als ein schwarzes, dickes Oel zurück, das mit der dreifachen Menge Salzsäure im Einschlussrohr 5 Stunden auf 100° erhitzt wurde. Das schwarze Oel, das beim Abkühlen nur sehr schwer erstarrte, wurde mit verdünntem Ammoniak geschüttelt, die Lösung abfiltrirt, und die grau getrübbte Lösung mit Thierkohle entfärbt. Die aus ihr durch Salzsäure abgeschiedene Naphtylelessigsäure wog 7 g, betrug also nur ca. 18 pCt. der auf Methylnaphtalin berechneten theoretischen Ausbeute.

Die β -Naphtylelessigsäure ist in viel warmem Wasser löslich, in kaltem fast unlöslich. Sie krystallisirt aus Wasser in weissen Flocken. Aus Benzol schiesst sie beim Erkalten in perlmutterglänzenden, unregelmässigen Kryställchen vom Schmp. 137.5—139° an. Sie ist in Aether, Essigester, in warmem Alkohol, Chloroform und Ligroin leicht löslich, schwerer in kaltem Alkohol, Chloroform und Ligroin.

Analyse: Ber. für $C_{12}H_{10}O_2$.

Procente: C 77.42, H 5.37.

Gef. » » 76.90, 77.37, » 5.87, 5.40.

Da die Substanz sehr schwer verbrannte, wurde sie bei der zweiten Analyse nicht für sich im Schiffchen, sondern mit Kupferoxyd gemischt, verbrannt.

Die Säure zerfällt beim Destilliren in Kohlensäure und Methylnaphtalin.

Eine neutrale Lösung der Säure in Ammoniak gab mit Silbernitrat versetzt das Silbersalz, welches aus viel kochendem Wasser in weissen, glänzenden Blättchen anschoss.

Analyse: Ber. für $C_{12}H_9AgO_2$.

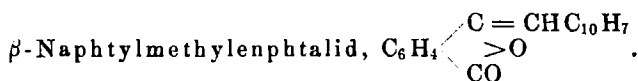
Procente: Ag 36.86.

Gef. » » 36.52.

Die Lösung des Ammoniaksalzes giebt mit einer Lösung von Baryumchlorid keine, mit Kupfersulfat eine grüne Fällung, die aus viel heissem Wasser in grünen unregelmässigen Plättchen anschiesst.

Der Methylester bildet ein hellgelbes, dickes Oel, das aromatisch riecht, unter 0° erstarrt und bei Handwärme wieder schmilzt

Die Neigung der Säure zur Esterbildung ist übrigens sehr gross: Kocht man nämlich trockene Naphtylelessigsäure längere Zeit mit absolutem Alkohol und verdampft einen Theil des letzteren, so krystallisirt die Säure nicht heraus, auch wenn man stark einengt. Setzt man jetzt wenig Wasser hinzu, so scheidet sich ein Gemisch des Esters und der Säure aus, das man durch Ammoniak trennen kann; dass in der That Ester vorlag, liess sich durch Spaltung des ammoniakunlöslichen Oels mit Salzsäure nachweisen.



3 g getrocknete Naphtylelessigsäure werden mit 3 g Phtalsäureanhydrid und 0.1 g Natriumacetat in einem weiten Reagenzrohr zusammengeschmolzen und eine Stunde auf 225° im Oelbade erhitzt, wobei sich eine gleichmässige Entwicklung von Kohlensäure und Wasser bemerkbar macht. Auf Zusatz von Alkohol scheidet sich das β -Naphtylmethylenphtalid als gelber Niederschlag ab. Er wird abfiltrirt, mit wenig kaltem Alkohol gewaschen und getrocknet und schmilzt dann noch unscharf zwischen 138—155°. Durch mehrmaliges Umkrystallisiren aus viel absolutem Alkohol verwandelt er sich in goldgelbe Nadeln vom Schmp. 170—171°. Er ist in kaltem Alkohol sehr schwer, in warmem leichter, noch leichter in Benzol und Eisessig löslich.

Analyse: Ber. für $\text{C}_{19}\text{H}_{12}\text{O}_2$.

Procente: C 83.80, H 4.41.

Gef. » » 83.30, » 4.52.

Eine holzgeistige Lösung des Körpers färbt sich nach Zusatz von Natriummethylat intensiv roth, indem sich offenbar eine Umlagerung des Phtalidderivats in das isomere Diketohydrindenderivat, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CO})_2\text{CH} \cdot \text{C}_{10}\text{H}_7$, vollzieht.