

Préparation de la naphtylamine.

L'opération se décompose en deux phases : 1° préparation de la nitronaphtaline ; 2° réduction de la nitronaphtaline en naphtylamine.

1° On introduit dans une grande marmite en fonte émaillée, munie d'un agitateur, 1 partie de naphthaline et un mélange de 1 partie d'acide sulfurique avec 5 à 6 parties d'acide nitrique. On laisse les matières en contact pendant deux à trois jours, à la température ordinaire, en agitant, surtout au commencement de l'opération, pour empêcher la naphthaline de s'agglomérer. La nitronaphtaline formée se trouve à l'état insoluble. On la sépare par décantation de l'excès d'acide, et on la lave d'abord à l'eau alcaline, puis à l'eau chaude, puis à l'eau froide. L'emploi, pour le premier lavage, d'une solution faible de soude caustique ou d'eau de chaux, a pour but d'éviter l'attaque des vases en fonte par les acides faibles. Après lavage, on comprime fortement à la presse. Ainsi obtenue, la nitronaphtaline est une matière solide, cristalline, d'un jaune citron.

2° Pour la réduction de la nitronaphtaline, on se sert de grandes cornues en fonte disposées sur voûte au-dessus d'un foyer, munies d'un agitateur et se trouvant en communication avec un cohobateur. On y introduit 2 parties de nitronaphtaline, que l'on chauffe légèrement, de manière à la fondre. On y incorpore ensuite, en agitant continuellement, 2 parties de limaille de fer; enfin on ajoute peu à peu 2 parties d'acide acétique du commerce. Aussitôt il s'établit une vive réaction; la masse s'échauffe et la réduction s'accomplit.

Lorsqu'elle est terminée et que la température s'est abaissée de nouveau vers 100 degrés, on ajoute 2 parties de chaux vive et l'on distille.

La naphtylamine passe au-dessus de 300 degrés et se rassemble dans le récipient, en même temps qu'une petite quantité d'eau et d'acide acétique. Comme elle se solidifie au-dessous de 50 degrés, il faut avoir soin de maintenir à cette température l'eau des bâches que traversent les serpentins. Pour purifier le produit¹, on le lave, on le presse et on le distille de nouveau.

Cette distillation peut se faire par entraînement à l'aide de la vapeur d'eau. On évite ainsi une décomposition partielle due à la haute température à laquelle passe la naphtylamine, sous la pression ordinaire. On peut aussi purifier la naphtylamine brute en la convertissant en chlorhydrate.

¹ D'après MM. Schützenberger et Willm, la naphtylamine brute, qui est formée par réduction de la nitronaphtaline au moyen du fer et de l'acide acétique, renferme une autre base, la phthalamine $C^8H^9AzO^2$.