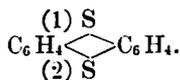


Wir können hier also auf das Benzol-*o*-disulfchlorid von Drebes<sup>1)</sup> schließen. Das *m*-Isomere hat einen Schmelzpunkt von 63°, während das *p*-Derivat bei 131—139° schmilzt. Diese Spaltung spricht also deutlich für die *o*-Stellung der Schwefelatome, die richtige Formel des Thianthrens ist mithin:



### 394. Hans Schmidt: Über Anisalchlorid.

[Aus dem Chemischen Institut der Universität Straßburg.]

(Eingegangen am 25. Juni 1908.)

Die Notiz von Höring und Baum im letzten Heft der Berichte<sup>2)</sup> veranlaßt mich, über Darstellung und Eigenschaften des Anisalchlorids, das ich für die Zwecke einer Arbeit brauchte, schon jetzt einige Angaben zu veröffentlichen.

#### Einwirkung von Phosphorpentachlorid auf Anisaldehyd<sup>3)</sup>.

Nachdem bei mehreren Versuchen Verschmierung eingetreten war, gelang es, durch folgendes Verfahren das Dichlorid zu erhalten:

In die Mischung von 1 Mol. frisch destilliertem Anisaldehyd mit ca. 1 Vol. absolutem Äther wird etwas mehr als 1 Mol. Phosphorpentachlorid eingetragen und die Lösung unter Feuchtigkeitsausschluß einige Stunden auf dem Wasserbad digeriert. Nach dem Abdampfen des Äthers wird durch etwa 12-stündiges Evakuieren auf einem Bade von 50° das gebildete Phosphoroxychlorid entfernt<sup>4)</sup>. Die Hauptmenge der zurückbleibenden Flüssigkeit geht bei ca. 130° (14 mm) über und zeigt die Reaktionen eines Dichlorids.

<sup>1)</sup> Drebes, diese Berichte **9**, 553 [1876].

<sup>2)</sup> S. 1918, ältere Angaben Ann. d. Chem. **70**, 48, diese Berichte **2**, 666 [1869].

<sup>3)</sup> Da nach Arbeiten von Henry, diese Berichte **2**, 711 [1869], sowie von Autenrieth und Mühlinghaus, diese Berichte **39**, 4098 [1906] und diese Berichte **40**, 744 [1907], es fraglich erschien, ob nicht auch im Kern Chlorierung eintrat, wurde nach phosphoriger Säure gesucht, die sich aus dem in diesem Falle entstehenden Phosphortrichlorid bilden würde, aber mit negativem Resultat.

<sup>4)</sup> Versuche, dies durch Einturbिनieren in kaltes Wasser zu erreichen, führten zur teilweisen Rückbildung des Aldehyds.

## Einwirkung von Thionylchlorid auf Anisaldehyd.

(Zur präparativen Darstellung geeignet.)

1 Mol. Anisaldehyd wird mit etwas mehr als 1 Mol. Thionylchlorid und etwa dem gleichem Vol. Benzol mehrere Stunden unter Feuchtigkeitsausschluß am Rückflußkühler erhitzt. Die dunkelgefärbte Flüssigkeit wird bei langsam ansteigender Badtemperatur im Vakuum fraktioniert<sup>1)</sup>. Siedepunkt s. oben. (Der Geruch des Thionylchlorids verschwindet erst nach mehrmaliger Destillation.) Ausbeute bis 75 % der Theorie.

Das erhaltene Dichlorid ist ein wasserhelles Öl von aromatischem Geruch, das in Kältemischung zu einer weißen Krystallmasse erstarrt, die bei ca. 20° schmilzt. Schon nach kurzem Stehen entwickelt die Flüssigkeit Salzsäurenebel. Bei längerem Aufbewahren färbt sie sich dunkel unter völliger Zersetzung. Zur Chlorbestimmung wurde mehrere Male destilliert, Sdp. bei 13 mm 130—132°, bei 14 mm 134° (unkorr.). Durch Aufstreichen der gefrorenen Masse auf einen gekühlten Tonscherben konnte hinreichende Analysenreinheit erzielt werden.

0.2962 g Sbst. Gef. 0.4382 g AgCl.

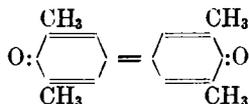
C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>OCl<sub>2</sub>. Ber. Cl 37.17. Gef. Cl 36.58.

Das Chlorid ist wenig haltbar, durch Wasser wird es leicht schon in der Kälte verseift, ebenso wirkt alkoholisches Kali unter heftiger Reaktion und Rückbildung von Anisaldehyd ein.

**395. K. Auwers und Th. Markovits: Zur Kenntnis des**  
*vic. m*-Xylenols.

(Eingegangen am 25. Juni 1908.)

Vor etwa 3 Jahren teilten wir mit<sup>2)</sup>, daß das *vic. m*-Xylenol durch Oxydationsmittel mit bemerkenswerter Leichtigkeit zu dem Tetramethyl-diphenochinon von der Formel



oxydiert wird. Über einige Versuche, die im Anschluß an diese Beobachtung angestellt wurden, soll im Folgenden kurz berichtet werden.

Zunächst haben wir festgestellt, daß Ersatz eines der beiden *m*-ständigen Wasserstoffatome im *vic. m*-Xylenol durch Chlor, Brom

<sup>1)</sup> Die erste Destillation wird durch starkes Schäumen erschwert.

<sup>2)</sup> Diese Berichte **38**, 226 [1905].