

Benzol lösen und bei 89—90° schmelzen. Konz. Schwefelsäure löst mit roter Farbe. Ausb. 60% d. Th.

4.479 mg Sbst. (über Natronkalk im Vak. getrockn.): 12.620 mg CO<sub>2</sub>, 2.120 mg H<sub>2</sub>O.  
C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>. Ber. C 76.84, H 5.30. Gef. C 76.89, H 5.30.

#### 7) [3-Methoxy-benzyl]-chromanon.

Man löst 1 g [3-Methoxy-benzal]-chromanon in 25—30 ccm Eisessig und schüttelt die Lösung nach Zusatz von 0.2 g Pd + BaSO<sub>4</sub> mit Wasserstoff. Nach 3—4 Stdn. ist die Hydrierung beendet (bei einem Versuch waren dann statt 84 ccm 96 ccm Wasserstoff aufgenommen). Man unterbricht die Reaktion, läßt das Ganze noch mindestens 12 Stdn. in der Wasserstoff-Atmosphäre stehen, filtriert den Katalysator ab und neutralisiert mit fester Soda. Es fällt ein gelblich-grünes Öl aus, das bald krystallin erstarrt. Aus wenig Methylalkohol unter Eiskühlung umkrystallisiert: Farblose Krystallspeife vom Schmp. 58—59°, die sich spielend leicht in Benzol, Ligroin und Alkohol lösen. Die Lösung in konz. Schwefelsäure ist schwach citronengelb. Ausb. 75—80% d. Th.

4.943 mg Sbst. (über Chlorcalcium im Vak. getrockn.): 13.830 mg CO<sub>2</sub>, 2.62 mg H<sub>2</sub>O.  
C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>. Ber. C 76.30, H 5.93. Gef. C 76.12, H 5.97.

Alle Versuche, das Methoxybenzyl-chromanon mit Hilfe von Phosphor-pentoxyd in das entsprechende Methoxy-chrominden überzuführen, waren vergeblich. Bei der Temperatur des siedenden Benzols fand nur eine geringe Einwirkung des Phosphor-pentoxyds statt, bei der Temperatur des siedenden Toluols erfolgte weitgehende Verharzung.

Bonn, im Dezember 1937.

### 45. N. Turkiewicz und St. Pilat: Notiz über die Streckersche Reaktion.

[Aus d. Laborat. für Petroleumtechnologie d. Techn. Hochschule Lwów, Polen.]  
(Eingegangen am 20. Dezember 1937.)

Bei der Darstellung von Sulfonsäuren der Naphthenkohlenwasserstoffe nach der sog. Streckerschen Reaktion<sup>1)</sup> wurde die Beobachtung gemacht, daß diese glatt und mit annähernd theoretischer Ausbeute zum Ziele führt, wenn die Naphthenchloride mit überschüssigem Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>·7H<sub>2</sub>O im rotierenden Autoklaven mehrere Stunden auf etwa 200° erhitzt werden. Dieser Befund veranlaßte uns, die gleiche Arbeitsweise auf Monochlor-derivate einiger anderer Kohlenwasserstoffe auszudehnen, wobei festgestellt werden konnte, daß unter den gleichen Reaktionsbedingungen Natriumsalze der Benzyl-, 2<sup>1</sup>-Methylnaphthalin-, der Cetyl- und der Cyclopentansulfonsäure in vorzüglicher Ausbeute und großer Reinheit entstehen. Die Verwendung von Chloriden an Stelle von Bromiden, welche bei derselben Reaktion von R. M. Reed und H. V. Tartar<sup>2)</sup> empfohlen worden sind, hat den Vorteil, daß Chloride im Vergleich zu Bromiden weit schwerer unter Bildung von Alkoholen verseift werden, was auf die Ausbeute an sulfonsaurem Natrium von wesentlichem Einfluß ist.

<sup>1)</sup> Hesse, A. 114, 313 [1860]; Graebe, A. 146, 37 [1868]; Strecker, A. 148, 90 [1868].

<sup>2)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. 57, 570 [1935].

### Beschreibung der Versuche.

#### 1) Natriumbenzylsulfonat<sup>3)</sup>, $C_6H_5 \cdot CH_2SO_3Na$ .

100 g Benzylchlorid wurden mit 400 g  $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$  8 Stdn. auf 190—200° im rotierenden Autoklaven erhitzt. Durch Extraktion des Reaktionsproduktes mit 95-proz. Alkohol wurden 150 g (Ausb. etwa 98% d. Th.) sulfonsaures Salz erhalten. Nach Umkrystallisieren weiße, silberglänzende Schuppen, die bis 310° nicht schmelzen.

0.5659 g Sbst.: 0.2093 g  $Na_2SO_4$ .

$C_6H_5 \cdot CH_2SO_3Na$ . Ber. Na 11.85. Gef. Na 11.97.

#### 2) Natriumsalz der 2<sup>1</sup>-Methyl-naphthalinsulfonsäure, $C_{10}H_7 \cdot CH_2SO_3Na$ .

112 g durch Chlorieren von 2-Methyl-naphthalin im Licht bei 250°<sup>4)</sup> erhaltenen und gereinigten Chlorids (weiße Krystalle, Schmp. 47—49°), welches durch Analyse des in gelben Nadeln erhaltenen Pikrates, Schmp. 73—75°, identifiziert wurde, wurden mit 400 g  $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$  8 Stdn. auf 200° erhitzt. Das in heißem Wasser gelöste Reaktionsprodukt schied beim Erkalten der Lösung das sehr wenig lösliche sulfonsaure Salz ab (154 g etwa 99% Ausb.).

0.3600 g Sbst.: 0.1034 g  $Na_2SO_4$ .

$C_{11}H_9SO_3Na$ . Ber. Na 9.4. Gef. Na 9.3.

Diese Sulfonsäure war bis jetzt unbekannt.

#### 3) Cetylsulfonsaures Natrium, $C_{16}H_{33}SO_3Na$ .

60 g Cetylchlorid, mit 300 g  $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$  in gleicher Weise erhitzt, ergaben 80 g (Ausbeute 98%) aus 50-proz. Alkohol umkrystallisiertes, reines Natriumcetylsulfonat.

0.1810 g Sbst.: 0.1294 g  $BaSO_4$ .

$C_{16}H_{33}SO_3Na$ . Ber. S 9.78. Gef. S 9.82.

Cetylsulfonsäure wurde von Reychler<sup>5)</sup> und von Flaschenträger und Wannschaff<sup>6)</sup> durch Oxydation des Cetylmercaptans mit etwa 44% Ausbeute gewonnen.

#### 4) Cyclopentansulfonsaures Natrium, $C_5H_9SO_3Na$ .

Das Cyclopentylchlorid, Sdp. 114°,  $n_D$  1.4515,  $d_4^{20}$  1.005, wurde durch  $PCl_3$  aus Cyclopentanol erhalten und als krystallinisches Quecksilbercyclopentylchlorid, Schmp. 108.5°, identifiziert.

0.2072 g Sbst.: 0.1601 g  $Hg_2Cl_2$ .

$C_5H_9HgCl$ . Ber. Hg 65.74. Gef. Hg 65.60.

Durch Umsetzung mit  $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$ , anfangs 5 Stdn. bei 110°, dann 3 Stdn. bei 200°, wurden aus 30 g Chlorid 54 g (etwa 90%) Sulfonat in weißen, glänzenden, in Wasser leicht löslichen Schuppen erhalten.

0.0866 g Sbst.: 0.1160 g  $BaSO_4$ .

$C_5H_9SO_3Na$ . Ber. S 18.63. Gef. S 18.40.

<sup>3)</sup> Böhler, A. **154**, 50 [1870]; Fromm u. de Seixas Palma, B. **39**, 3312 [1906].

<sup>4)</sup> K. E. Schulze, B. **17**, 1529 [1884].

<sup>5)</sup> Bull. Soc. chim. Belg. **27**, 110 [1913]. <sup>6)</sup> B. **67**, 1121 [1934].