

5. Friedrich Asinger, Franz Ebeneder und Erich Böck: Zur Kenntnis der Produkte der gemeinsamen Einwirkung von Schwefeldioxyd und Chlor auf aliphatische Kohlenwasserstoffe im ultravioletten Licht, II. Mittel.: Die Produkte der gemeinsamen Einwirkung von Schwefeldioxyd und Chlor auf *n*-Butan in Tetrachlorkohlenstofflösung.

[Aus d. Hauptlaborat. d. Ammoniakwerks Merseburg G. m. b. H., Leuna Werke.]
(Eingegangen am 10. November 1941.)

In der I. Mitteilung¹⁾ wurde über die Produkte der gemeinsamen Einwirkung von Chlor und Schwefeldioxyd auf Propan in Tetrachlorkohlenstofflösung im ultravioletten Licht berichtet. Es bilden sich dabei unter den Bedingungen der Monosubstitution (Kohlenwasserstoffüberschuß) die beiden isomeren Propanmonosulfochloride, die im molaren Verhältnis 1:1 entstehen. Nebenbei bilden sich Mono- und Dichlorpropanmonosulfochloride und ein gut krystallisierendes Propandisulfochlorid, welches bei 48° schmilzt und als Propan-1.3-disulfochlorid (Trimethylendisulfochlorid) erkannt wurde.

In der vorliegenden Arbeit wurden die Einwirkungsprodukte von Schwefeldioxyd und Chlor auf *n*-Butan in Tetrachlorkohlenstofflösung untersucht. Die Sulfochlorierungsreaktion wurde genau so durchgeführt wie in der I. Mitteilung beschrieben wurde²⁾. Bei Anwendung eines Kohlenwasserstoffüberschusses gegenüber Schwefeldioxyd und Chlor kommt es in der Hauptsache zur Bildung der beiden möglichen isomeren Butanmonosulfochloride. In geringen Mengen entstehen dabei Chlorbutanmonosulfochloride und Butandisulfochloride. Bei Kohlenwasserstoffmangel dagegen tritt die Bildung von Disubstitutionsprodukten, wie zu erwarten, in den Vordergrund³⁾. In diesem Falle bilden sich die Disulfochloride in guter Ausbeute.

Aus der nachstehenden Tafel ist die prozentuale Verteilung der einzelnen Reaktionsprodukte, die sich bei wechselnden Arbeitsbedingungen einstellt, zu ersehen³⁾.

Vol.-Verhältnis			Monosulfochloride	Disulfochloride	Chlorsulfochloride
C_4H_{10}	$: SO_2$	$: Cl_2$	%	%	%
2.5	1.1	1	85	10—13	3—5
0.55	1.1	1	10	85—90	3—5

Die Werte sind auf die gebildeten schwefelhaltigen Verbindungen berechnet und schwanken innerhalb gewisser Grenzen.

Die Aufarbeitung des Sulfochlorierungsproduktes geschah wie früher durch Abdestillieren des Tetrachlorkohlenstoffes und Vakuumdestillation des Rückstandes. Die zwischen 58° und 67° bei 1 mm siedende Fraktion wurde nochmals rektifiziert und siedete von 60° bis 64.5° bei 1 mm. Ausbeute etwa 75% des Rückstandes. Sie besteht aus dem Gemisch der isomeren Butanmonosulfochloride.

Die Butanmonosulfochloride.

Wie das Gemisch der isomeren Propanmonosulfochloride¹⁾ lassen sich auch die Butanmonosulfochloride nicht durch Rektifizieren voneinander

¹⁾ B. 75, 34 [1942].

²⁾ Vergl. Amer. Pat. 2174492 (C. 1940 I, 465), Franz; Pat. 842509 (C. 1939 II, 2712).

³⁾ Vergl. Franz. Pat. 842509 (C. 1939 II, 2712).

trennen. Das Verhältnis der Isomeren wurde daher wieder indirekt über das Schmelzdiagramm von Derivaten der einzelnen reinen Butanmonosulfochloride festgestellt.

Im Falle des *n*-Butans wurde ein Schmelzdiagramm gemäß den Schmelzpunkten von bekannten Gemischen aus synthetisch gewonnenem reinen *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid und *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid aufgestellt⁴⁾.

Durch Überführung des Gemisches der isomeren Butansulfochloride in das Gemisch der *N*-Cyclohexyl-butansulfamide und Feststellung der Lage des Schmelzpunktes dieses unbekanntes Gemisches auf der Schmelzpunktskurve des Systems *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid, *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid (rechter oder linker Ast) konnte auch in diesem Falle das Verhältnis der beiden Isomeren ermittelt werden.

In der nachstehenden Tafel sind die Siedepunkte der Butansulfochloride und die Schmelzpunkte der *N*-Cyclohexyl-butansulfamide aufgeführt.

Butan-1-sulfochlorid	Sdp. ₁₅ 93.5°	
Butan-2-sulfochlorid	Sdp. ₁₅ 85°	
Gemisch der Butanmonosulfochloride aus der Sulfochlorierung von <i>n</i> -Butan	Sdp. ₁₅ 83—94°	
<i>N</i> -Cyclohexyl-butan-1-sulfamid	Schmp. 71.5°	} eutektischer Punkt 35.5°
<i>N</i> -Cyclohexyl-butan-2-sulfamid	Schmp. 58.5°	
Gemisch der <i>N</i> -Cyclohexyl-butansulfamide aus dem Butansulfochloridgemisch		39.5°

Das Schmelzdiagramm wurde nach der Methode von Reinboldt aufgenommen⁵⁾ (Abbild. 1).

Der Schmelzpunkt 39.5° des Gemisches der *N*-Cyclohexyl-sulfamide kann nun entweder auf dem linken Ast (Fall I) oder auf dem rechten Ast (Fall II) des Schmelzdiagramms liegen.

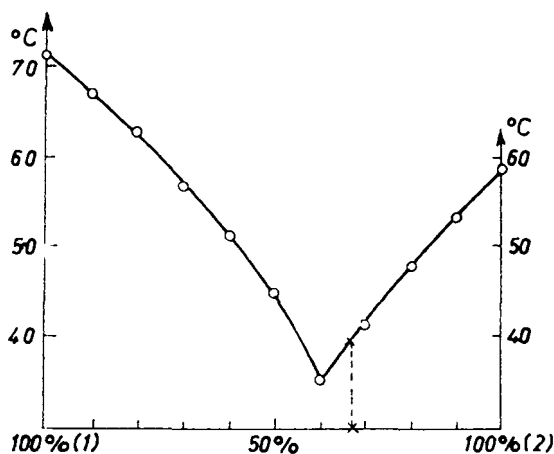
Um festzustellen, welchem Ast der Schmelzpunkt des *N*-Cyclohexyl-butansulfamid-Gemisches zuzuordnen ist, wurden Mischschmelzpunkte bekannter Gemenge aus dem *N*-Cyclohexyl-butansulfamid-Gemisch und den reinen Isomeren bestimmt. So zeigte eine Mischung aus 62% des bei 39.5° schmelzenden Cyclohexyl-butansulfamid-Gemisches und 38% reinem *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid den Schmp. 51.3°, eine Mischung aus 84% des bei 39.5° schmelzenden Gemisches und 16% reinem *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid den Schmp. 42.3°.

Würde Fall I (linker Ast) zutreffen, also das bei 39.5° schmelzende Gemisch aus 44% *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid und 56% *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid bestehen, so würde die oben angegebene Zumischung von reinem *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid bzw. von reinem *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid eine Änderung der Zusammensetzung auf 65% *N*-Cyclo-

⁴⁾ Im Falle des *n*-Butans konnten die Sulfamide nicht zur Aufnahme des Schmelzdiagramms herangezogen werden, da Butan-2-sulfamid bei Zimmertemperatur flüssig ist und auch bei tiefer Temperatur nicht kristallisiert. Das gleiche gilt für die Anilide. Hier ist das Butan-1-sulfamid ein Öl, welches erst bei -35° fest wird. Erst die Umsetzung der Butansulfochloride mit Cyclohexylamin führte zu Produkten, deren Schmelzpunkte zur Aufnahme eines Diagramms geeignet waren.

⁵⁾ Journ. prakt. Chem. [1] 111, 242 [1925].

hexyl-butan-1-sulfamid und 35% *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid bzw. 37% *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid und 63% *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid und entsprechend eine Schmelzpunktsänderung (laut Diagramm) auf 55° bzw. 37° bewirken. Würde der Fall II (rechter Ast) zutreffen, also das bei 39.5° schmelzende Gemisch aus 33% *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid und



Abbild. 1. Schmelzdiagramm des Systems *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid — *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid

% (1)	100	90	80	70	60	50	40	30	20	10	0
% (2)	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Schmp.	71.5	67.0	62.5	57.0	51.5	45.0	35.5	42.0	48.0	53.0	58.5

67% *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid bestehen, dann würde die oben angegebene Zumischung von reinem *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid bzw. reinem *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid eine Änderung der Zusammensetzung auf 59% *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid und 41% *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid bzw. 28% *N*-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid und 72% *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid und entsprechend eine Schmelzpunktsänderung (laut Diagramm) auf 51° bzw. 43° zur Folge haben.

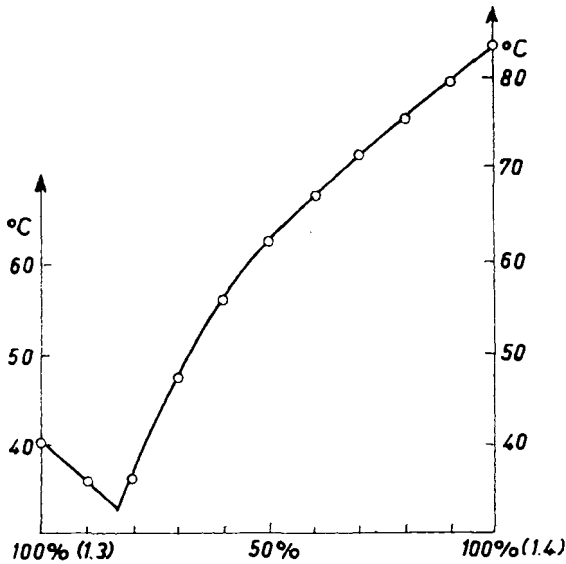
Die gefundenen Schmelzpunkte von 51.3° bzw. 42.3° der hergestellten Mischungen beweisen, daß der Schmelzpunkt von 39.5° des *N*-Cyclohexyl-butansulfamid-Gemisches auf dem rechten Ast des Schmelzdiagrammes liegt und daß das Butansulfochlorid-Gemisch aus der Sulfochlorierung von *n*-Butan daher aus 67% Butan-2-sulfochlorid und 33% Butan-1-sulfochlorid besteht.

Das gleiche Verhältnis der Isomeren stellt sich auch bei der direkten Chlorierung von *n*-Butan ein.

Die Butandisulfochloride.

Der nach dem Abdestillieren des Tetrachlorkohlenstoffes, der Butanmonosulfochloride und Chlorbutanmonosulfochloride aus dem Reaktionsprodukt hinterbliebene dunkelgefärbte Rückstand erstarrte krystallinisch und wurde mit Hilfe von Tierkohle in Benzol-Lösung entfärbt. Er erwies

sich als ein Gemisch zweier bisher unbekannter isomerer Butandisulfochloride, und zwar von Butan-1.4-disulfochlorid (Tetramethyldisulfochlorid) und Butan-1.3-disulfochlorid, welches durch fraktionierte Krystallisation in die einzelnen reinen Isomeren zerlegt werden konnte. Diese sowie ihre Derivate waren mit den synthetisch hergestellten reinen Isomeren völlig identisch⁶⁾. Das Disulfochlorid-Gemisch bildet bei der Behandlung mit Ammoniak oder Anilin kein Schwefeldioxyd und ist daher frei von Butan-1.2- bzw. 2.3-disulfochlorid⁷⁾. Da die Zerlegung des Disulfochlorid-Gemisches in die beiden Isomeren durch verschiedene Lösungsmittel jedoch nicht genau quantitativ durchgeführt werden konnte, wurde wieder ein Schmelzdiagramm aus den reinen, synthetisch hergestellten Disulfochloriden aufgestellt (Abbild. 2).



Abbild. 2. Schmelzdiagramm des Systems Butan-1.3-disulfochlorid — Butan-1.4-disulfochlorid

% (1.3)	100	90	80	70	60	50	40	30	20	10	0
% (1.4)	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Schmp. °	40.5	36.0	36.5	47.5	56.0	62.0	66.5	71.5	75.5	79.5	83.5

Aus der Lage des Schmelzpunktes des bei der Sulfochlorierung von *n*-Butan anfallenden Disulfochlorid-Gemisches konnte ein Mischungsverhältnis von Butan-1.3-disulfochlorid zu Butan-1.4-disulfochlorid von 80:20 abgelesen werden. Die bei Wiederholung der Aufarbeitung erhaltenen Gemische weichen in ihrer Zusammensetzung voneinander ab, da je nach den Bedingungen (Lösungsmittel, Temperatur) sich das Verhältnis der Isomeren

⁶⁾ Nach Abschluß unserer Arbeiten erhielten wir Kenntnis von der auf anderem Wege durchgeführten Darstellung des Butan-1.4-disulfochlorides bzw. dessen Diamides. (Helferich u. Grünert, B. **74**, 1531 [1941]). Die von den beiden Autoren für diese Produkte angegebenen Schmelzpunkte stimmen mit unseren gut überein.

⁷⁾ Vergl. Autenrieth u. Rudolph, B. **34**, 3467 [1901]; s. a. vorangehende Mitteil., S. 34.

dadurch verschiebt, daß von einem derselben mehr oder weniger in der Mutterlauge verbleibt und aus dieser nicht mehr völlig rein isoliert werden kann.

1.2-Disulfochloride konnten auch unter den Sulfochlorierungsprodukten von Propan nicht nachgewiesen werden¹⁾.

Die reinen Butandisulfochloride wurden aus den betreffenden Dithiodaniden durch Behandeln mit Chlor in wäßriger Suspension erstmals hergestellt.

Beschreibung der Versuche.

a) Reaktionsprodukte.

Die Butanmonosulfochloride.

Die Sulfochlorierung von *n*-Butan wurde nach dem Franz. Pat. 842509³⁾ durchgeführt. Durch Einleiten von 2.5 Vol. Butan, 1.1 Vol. Schwefeldioxyd und 1 Vol. Chlor in Tetrachlorkohlenstoff, der sich in einer Quarzröhre befand, und unter Bestrahlung mit einer Quecksilberdampflampe und Kühlung mit Wasser mittels eingebauter Kühlschlange erhält man ein Reaktionsprodukt, welches nach dem Abdestillieren des Tetrachlorkohlenstoffs als dunkelgefärbte, stechend riechende und zu Tränen reizende Flüssigkeit hinterbleibt. Durch Vakuumdestillation werden die destillierbaren Produkte daraus entfernt. Etwa 85% des CCl₄-freien Einsatzproduktes lassen sich bei 1 mm Druck destillieren. Durch anschließende Rektifikation mit einer 75 cm langen Raschig-Kolonnen, bei einem Rücklaufverhältnis von 1:5, lassen sich die Butanmonosulfochloride rein gewinnen. Sdp₁ 60—64.5°, Ausb. 75% des schwefelhaltigen Einsatzproduktes.

C₄H₉O₂ClS (156.5). Ber. Cl 22.66, S 20.49. Gef. Cl 22.7, S 19.88.

Im Vorlauf der Destillation befinden sich höhere Chlorierungsprodukte des Butans, im Rückstand Chlorbutanmonosulfochloride und Butandisulfochloride.

Das Gemisch der *N*-Cyclohexyl-butansulfamide wurde hergestellt durch Einfließenlassen einer Lösung von 15 Tln. Butansulfochlorid-Gemisch in 35 Tln. Äther in eine Lösung von 200 Tln. Cyclohexylamin in 70 Tln. Äther bei Zimmertemperatur. Sodann wurde 2 Stdn. unter Rückfluß gekocht und das überschüssige Cyclohexylamin und Cyclohexylamin-hydrochlorid durch Ausschütteln mit Wasser entfernt.

Der große Überschuß von Cyclohexylamin wurde angewendet, um eine Disulfimidbildung zu vermeiden. Das gelbliche Rohprodukt wurde einer Molekulardestillation unterworfen und in 98-proz. Ausbeute ein *N*-Cyclohexyl-butansulfamid-Gemisch vom Schmp. 39.5° erhalten.

C₁₀H₂₁O₂NS (219.24). Ber. N 6.39, S 14.62. Gef. N 6.3, S 14.72.

Die Butandisulfochloride.

Der Rückstand nach der Destillation der Butanmonosulfochloride und geringer Mengen Chlorbutanmonosulfochloride im Vak. besteht der Hauptsache nach aus Butandisulfochloriden; unter den oben angegebenen Versuchsbedingungen etwa 8—10% der schwefelhaltigen Reaktionsprodukte. Durch Anwendung von 3 Vol. *n*-Butan, 5.7 Vol. Schwefeldioxyd und 5.4 Vol. Chlor kann man die Ausbeute an Disulfochloriden auf etwa 85% der schwefelhaltigen Produkte steigern, da dann infolge des Kohlenwasserstoffunterschusses die Disubstitution in den Vordergrund tritt³⁾.

Das dunkelgefärbte Produkt läßt sich mit Tierkohle entfärben und durch fraktionierte Krystallisation zerlegen. Am besten verfährt man auf folgende Weise: 100 g des Butandisulfochlorid-Gemisches werden in 50 ccm Benzol gelöst und mit 100 ccm CCl₄ versetzt, wobei das Butan-1.4-disulfochlorid vom Schmp. 83.5° ausfällt. Ausb. 15 g. Das Produkt krystallisiert aus Benzol-Petroläther in farblosen Nadeln.

C₄H₈O₄Cl₂S₂ (255.1). Ber. Cl 27.80, S 25.13. Gef. Cl 27.70, S 25.31.

1.4-Butandisulfamid, hergestellt durch Eintragen des Disulfochlorides in ein Gemisch von flüssigem Ammoniak und Äther bei -40° , läßt sich aus heißem Wasser gut krystallisieren. Farblose Blättchen. Schmp. 182° .

$C_4H_{12}O_4N_2S_2$ (216.2). Ber. N 12.95, S 29.65. Gef. N 12.70, S 29.40.

1.4-Butandisulfanilid wurde durch 2-stdg. Kochen einer Benzol-Lösung des Tetramethyldisulfochlorides mit der berechneten Menge Anilin hergestellt. Farblose Krystalle aus verd. Alkohol. Schmp. 188.5° .

$C_{16}H_{20}O_4N_2S_2$ (368.3). Ber. N 7.60, S 17.41. Gef. N 7.3, S 17.50.

Versetzt man das Filtrat vom Butan-1.4-disulfochlorid mit 100 ccm Petroläther ($50-70^{\circ}$), so fallen 75 g Butan-1.3-disulfochlorid vom Schmp. 41° aus.

$C_4H_8O_4Cl_2S_2$ (255.1). Ber. Cl 27.80, S 25.13. Gef. Cl 27.45, S 25.6.

Das Butan-1.3-disulfanilid schmilzt bei 170° .

$C_{16}H_{20}O_4N_2S_2$ (368.3). Ber. N 7.60, S 17.41. Gef. N 7.35, S 17.72.

b) Syntheseprodukte.

Die Butanmonosulfochloride.

Butan-1-sulfochlorid.

200 g Butan-1-rhodanid lieferten bei der Behandlung mit Chlor in einer Suspension in 2.5 l Wasser bei 15° 195 g Butan-1-sulfochlorid vom Sdp.₁₅ 93.5° . Ausb. 75% d. Theorie⁸⁾.

$C_4H_9O_2ClS$ (156.5). Ber. Cl 22.66, S 20.49. Gef. Cl 22.90, S 20.90.

N-Cyclohexyl-butan-1-sulfamid wurde wie oben beschrieben hergestellt. Ausbeute quantitativ; farblose Kryställchen nach Krystallisation aus Methanol bzw. Tetrachlorkohlenstoff-Petroläther; Schmp. 71.8° .

$C_{10}H_{21}O_2NS$ (219.24). Ber. N 6.39, S 14.62. Gef. N 6.25, S 14.70.

Butan-2-sulfochlorid wurde genau wie oben beschrieben aus Butan-2-rhodanid⁹⁾ hergestellt. Ausb. 60% d. Theorie. Sdp.₁₅ 85° .

$C_4H_9O_2ClS$ (156.5). Ber. Cl 22.66, S 20.49. Gef. Cl 22.4, S 20.75.

Das *N*-Cyclohexyl-butan-2-sulfamid schmilzt bei 58° . Farblose Blättchen nach Krystallisation aus Methanol bzw. Petroläther.

$C_{10}H_{21}O_2NS$ (219.24). Ber. N 6.39, S 14.62. Gef. N 6.28, S 14.90.

Butan-1.4-disulfochlorid.

Die Herstellung des reinen isomerenfreien Butan-1.4-disulfochlorides wurde vom 1.4-Chlor-butan ausgehend durchgeführt.

300 g 1.4-Dichlor-butan vom Sdp.₇₆₀ 155° (1 Mol.) und 450 g Kaliumrhodanid (2.2 Mol.) wurden mit 4 l Äthylalkohol, 96-proz., versetzt und 50 Stdn. unter Rückfluß gekocht. Der nach dem Abdestillieren des Alkohols hinterbliebene Rückstand wird mit Wasserdampf einige Zeit geblasen. Im Kolben hinterbleibt ein gelbes Öl. Ausb. 300 g, d. s. 75% d. Theorie. Eine Destillation wurde nicht ausgeführt, um eine etwaige teilweise Umlagerung zum Senföl zu vermeiden.

$C_8H_{16}N_2S_2$ (172.2). Ber. N 16.27, S 37.23. Gef. N 16.15, S 36.6.

50 g 1.4-Dirhodano-butan wurden in 200 ccm Wasser fein verteilt und ein heftiger Chlorstrom eingeleitet. Die Temperatur stieg von selbst auf 70° . Nach 6 Stdn.

⁸⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **61**, 2548 [1939].

⁹⁾ Lichoscherstow u. Butrimow, C. **1937** I, 1924.

war die Reaktion beendet. (Grünfärbung durch freies Chlor.) Beim Abkühlen unter Rühren wird das Öl fest. Ausb. 85% d. Theorie. Das Rohprodukt schmilzt bei 80.5°. Durch Umkrystallisieren aus Benzol-Petroläther-Gemischen bzw. aus Tetrachlorkohlenstoff-Chloroform-Gemischen steigt der Schmp. auf 83.5°.

Der Mischschmelzpunkt mit dem durch Sulfochlorierung von *n*-Butan erhaltenen Disulfochlorid vom Schmp. 83.5° zeigte keine Erniedrigung.

$C_4H_8O_4Cl_2S_2$ (255.1). Ber. Cl 27.80, S 25.13. Gef. Cl 28.00, S 25.1.

Das Butan-1.4-disulfamid schmilzt bei 182°. Der Mischschmelzpunkt mit dem aus der Sulfochlorierung von Butan erhaltenen Disulfamid vom Schmp. 182° gab keine Erniedrigung.

$C_4H_{12}O_4N_2S_2$ (216.2). Ber. N 12.95, S 29.65. Gef. N 12.68, S 29.9.

Das Butan-1.4-disulfanilid schmolz bei 188.5° und gab ebenfalls keine Schmelzpunkt Erniedrigung mit dem Butandisulfanilid aus der Sulfochlorierung von Butan vom Schmp. 188.5°.

$C_{16}H_{20}O_4N_2S_2$ (368.3). Ber. N 7.60, S 17.41. Gef. N 7.31, S 17.40.

Danach ist das bei 83.5° schmelzende Butandisulfochlorid das Butan-1.4-disulfochlorid.

Butan-1.3-disulfochlorid.

1.3-Butylenglykol wurde bei 130—140° mit trockenem Bromwasserstoff behandelt und der Rest an noch vorhandenem Bromhydrin (aus der Analyse des Rohproduktes errechnet) mit Phosphorpentabromid zum Dibromid umgesetzt. Sdp.₇₆₀ 175°¹⁰⁾.

Das 1.3-Dirhodano-butan wurde durch 20-stdg. Kochen einer alkohol. Lösung von 1.3-Dibrom-butan mit Kaliumrhodanid erhalten. Aufarbeitung wie beim 1.4-Dirhodano-butan. Gelbliches Öl.

$C_8H_8N_2S_2$ (172.2). Ber. N 16.27, S 37.23. Gef. N 16.05, S 37.60.

Durch Behandlung des 1.3-Dirhodano-butans mit Chlor in wäbr. Suspension erhält man das Disulfochlorid in schlechterer Ausbeute (60% d. Th.) als beim 1.4-Dirhodano-butan, da wahrscheinlich die sekundär gebundene Sulfochloridgruppe teilweise verseift wird. Man erhält ein Öl, welches nach einiger Zeit erstarrt. Nach der Krystallisation aus Benzol-Petroläther-Tetrachlorkohlenstoff-Gemischen schmilzt das Produkt bei 41°. Der Mischschmelzpunkt mit dem bei 41° schmelzenden Butandisulfochlorid aus der Sulfochlorierung von *n*-Butan ergab keine Erniedrigung.

$C_4H_8O_4Cl_2S_2$ (255.1). Ber. Cl 27.80, S 25.13. Gef. Cl 27.30, S 25.45.

Das Butan-1.3-disulfanilid krystallisiert aus verd. Alkohol in farblosen Nadeln vom Schmp. 170°. Der Mischschmelzpunkt mit dem aus der Sulfochlorierung von *n*-Butan erhaltenen Disulfanilid vom Schmp. 170° zeigte keine Erniedrigung.

$C_{16}H_{20}O_4N_2S_2$ (368.3). Ber. N 7.60, S 17.41. Gef. N 7.43, S 17.75.

Danach ist das bei 41° schmelzende Butandisulfochlorid als das Butan-1.3-disulfochlorid charakterisiert.

Butan-1.3-disulfochlorid wurde von uns außerdem noch aus 1.3-Dibrom-butan über das Butandisulfonat mit Phosphorpentachlorid hergestellt. Es schmolz ebenfalls bei 41°, und seine Derivate erwiesen sich mit den obigen Präparaten identisch.

¹⁰⁾ Vergl. Fargher u. Perkin, Journ. chem. Soc. London **105**, 1356 [1914].