

Notiz über die Einwirkung von Chlorsulfonsäure auf Naphthalin

Von

GEORG WALTER

Aus dem Laboratorium für chemische Technologie der Universität in Wien

(Vorgelegt in der Sitzung am 17. Mai 1934)

Während *Chlorsulfonsäure* bei der Einwirkung auf *Naphthalin* unter den üblichen Bedingungen Sulfochloride liefert — man erhält bekanntlich das *1,5-Disulfochlorid*¹, doch gelang es auch vor kurzem durch Anwendung von Tetrachlorkohlenstoff als Verdünnungsmittel das *Naphthalin-1-monosulfochlorid* darzustellen² — wurde nunmehr festgestellt, daß durch Einwirkung von Chlorsulfonsäure auf Naphthalin unter Druck im Einschmelzrohr bei hoher Temperatur — unter Oxydation und Chlorierung — das technisch interessante *Tetrachlorphthalsäureanhydrid* entsteht. Dagegen konnte unter vielfach variierten Bedingungen in der Wärme ein Trisulfochlorid aus Naphthalin und Chlorsulfonsäure bisher nicht dargestellt werden.

0·6 g Naphthalin und 7·5 cm³ Chlorsulfonsäure werden im Bombenrohr zehn Stunden auf 180° erhitzt. Mit Wasser versetzt, erhält man in guter Ausbeute (0·92 g) einen braunen, kristallisierten, in Wasser, Alkohol und Benzol wenig löslichen Niederschlag. Dieser liefert beim Sublimieren eine rein weiße Verbindung in herrlichen, zentimeterlangen Nadeln vom F. P. 255°.

Die Analysendaten weisen auf ein *Tetrachlorphthalsäureanhydrid* hin

2·792 mg Substanz gaben 0·041 mg H₂O und 3·411 mg CO₂,

2·817 mg „ „ 5·506 mg AgCl.

Ber. für C₈O₃Cl₄: C 33·58, H 0·0, Cl 49·62%.

Gef.: C 33·32, H 0·16, Cl 48·35%.

Das Produkt kann durch Kondensation mit *Glyzerin* in ein härteres *Glyptalharz* übergeführt werden.

¹ H. E. ARMSTRONG, Ber. D. ch. G. 15, 1882, S. 205, sowie J. POLLAK und Mitarbeiter, Monatsh. Chem. 55, 1930, S. 358, bzw. Sitzb. Ak. Wiss. Wien (II b) 139, 1930, S. 250.

² G. WALTER und H. ENGELBERG, Koll. Beih. (im Erscheinen).

1 g Tetrachlorphthalsäureanhydrid wurde mit Glycerin verrührt und im Ölbad erhitzt (Reaktionsgemisch I). Durch einen Parallelversuch mit Phthalsäureanhydrid und Glycerin (Reaktionsgemisch II) unter den gleichen Bedingungen wurden die Verschiedenheiten im Verhalten festgestellt. Das durch 10 Stunden auf 100°, dann durch 20 Stunden auf 170° erhitzte Reaktionsgemisch I wird sofort dunkel, während das Produkt II sich nicht verfärbt. Im Anfang der Kondensation ist das Produkt II stärker fadenziehend; am Ende der angegebenen Erhitzungszeit war das Produkt I auch schon in der Hitze vollkommen erhärtet, während das Glyptalharz II noch plastisch blieb. Nach dem Erkalten und Pulverisieren hatte II einen Erweichungspunkt von 75—80°, I dagegen erweichte erst bei zirka 260°.