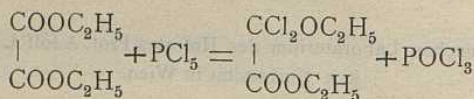


trockenem ätheroxalsaurem Kalium und Phosphoroxychlorid in geringem Überschusse. Das Produkt der energischen Reaktion wird durch fraktionierte Destillation rektifiziert und der bei gewöhnlichem Drucke bei 140° siedende Anteil ist Äthyl-oxalsäurechlorid.

Anschütz¹ stellt denselben durch Einwirkung von Phosphorpentachlorid auf Oxalsäurediäthylester dar, indem er das Reaktionsprodukt bei 15 mm Druck destilliert. Dabei erhält er nach der Gleichung



Dichloglycolsäurediäthyläther, der bei mehrstündigem Erhitzen unter Abspaltung von Chloräthyl das gewünschte Produkt lieferte. Ich stellte das Äthyloxalsäurechlorid nach einer von Peratoner und Strazzeri² veröffentlichten Methode dar, welche im allgemeinen die von Anschütz in etwas modifizierter Form ist. Man erwärmt in einem Kolben am Rückflußkühler 100 g Oxalsäureester mit 150 g Phosphorpentachlorid. Nachdem teilweise Lösung eingetreten ist, fährt man fort, mit freier Flamme zu erhitzen, jedoch langsam, so daß die Lösung nicht ins Sieden kommt. Diese verliert allmählich ihre gelbe Farbe, während Chlor entweicht. Wenn die Flüssigkeit zu sieden beginnt, entwickelt sich Äthylchlorid, welches von der Zersetzung herrührt. Man muß dies vermeiden, weil dann die Trennung der Produkte schwer und langwierig ist.³ Nach sechs Stunden ist die Reaktion des Chlorierens zu Ende. Nach Vorschriften von Anschütz trennt man das Produkt durch Fraktionieren im Vakuum. Bei 20 bis 25 mm Druck geht das Phosphoroxychlorid bei 50°, der meiste Rest der Flüssigkeit bei 90 bis 95° über. Man erwärmt den Kolben am Salzwasserbade. Die über 90° übergehende Flüssigkeit wird im Paraffinbade auf 160 bis 170° drei Stunden lang erhitzt. Nach dieser Zeit ist

¹ Berichte der Deutschen chem. Ges., Anschütz, XIX, 2159.

² Gazzetta chimica italiana, Peratoner und Strazzeri, 21, 301.

³ Siehe Anschütz, ebenda.