

## Trithiomethylphloroglucin.

Die Darstellung dieser Verbindung erfolgt in gleicher Weise, wie dies Pollak und Carniol<sup>1</sup> für das Trithiophloroglucin angegeben haben.

5 g Toluoltrisulfochlorid<sup>2</sup> und 30 g Zinn werden in einem Rundkolben unter allmählichem Hinzufügen von 100 cm<sup>3</sup> konzentrierter Salzsäure erwärmt und hierauf der Wasserdampfdestillation unterworfen. Hierbei geht eine milchige Flüssigkeit über, aus welcher sich das Trithiomethylphloroglucin in Form weißer amorpher Flocken abscheidet, die nach mehrstündigem Stehen abgesaugt und mit Wasser gewaschen wurden. Die Menge des verbleibenden eigenartig riechenden Produktes beträgt zirka 90% der theoretisch berechneten. Der Schmelzpunkt desselben liegt bei 48 bis 51° C. (unkorrigiert). Es erwies sich als in Alkalien und Benzol leicht, in Alkohol, Schwefelkohlenstoff und Chloroform ziemlich leicht, in Äther schwer löslich.

Die ursprünglich weiße Farbe dieser Verbindung geht beim längeren Stehen an der Luft allmählich in eine gelbe bis gelbrote über. Dieselbe Farbe besitzt das primäre Produkt, wenn bei der Darstellung überhitzter Wasserdampf verwendet wurde. Diese Farbenänderung beruht offenbar in allen Fällen auf der Bildung von Oxydationsprodukten (Polysulfiden). Analoge Umwandlungen erfolgen auch beim Aufbewahren der alkalischen Lösungen. Aus diesen erhält man, wenn sie mit Salzsäure zersetzt werden, zunächst noch weiße, aber schwächer riechende, nach längerem Stehen jedoch gelbliche Produkte. Der Schmelzpunkt der ausgefallten Proben steigt allmählich; so zeigt eine erst nach vier Monaten abgeschiedene Substanz einen Zersetzungspunkt von 260 bis 270° C. (unkorrigiert).

Das Umkrystallisieren der bei der Wasserdampfdestillation erhaltenen Verbindung ist mit Schwierigkeiten verbunden. Es gelingt am leichtesten, wenn zunächst in kochendem Benzol gelöst wird, in welchem Lösungsmittel auch die nach nicht zu langer

<sup>1</sup> Berl. Ber., 42, 3252 (1909).

<sup>2</sup> Berl. Ber., 14, 307 (1881).