

Kühlung und tüchtigem Umschwenken in kleinen Partien in die vierfache Menge rauchender Schwefelsäure (zirka 20% Anh.) eingetragen, wobei der Äther in Lösung ging; nach nicht langer Zeit begann sich aus der rotbraunen, öligen Flüssigkeit eine gelbe krystallinische Substanz abzuscheiden, deren Menge zunahm, bis nach einstündigem Stehen das Ganze zu einem gelben Brei erstarrte. Beim Eingießen desselben in Wasser schieden sich geringe Mengen gelblicher Flocken aus, der weitaus größte Teil ging aber in Lösung. Wurde jedoch bei der Sulfurierung der Äther auf einmal der Schwefelsäure zugesetzt, so trat starke Erwärmung ein und beim Eingießen in Wasser blieben beträchtliche Mengen eines Harzes ungelöst. Die im ersten Falle von den Flocken getrennte Lösung der Sulfosäure wurde mit Bariumcarbonat neutralisiert, vom Bariumsulfat abgesaugt und im Filtrat das Bariumsalz durch Fällen mit Natriumcarbonat in das Natriumsalz der Sulfosäure übergeführt, das beim Eindampfen auf dem Wasserbad als Rückstand verblieb. Derselbe wurde mit der eineinhalbfachen Menge Phosphorpentachlorid verrieben, durch 2 Stunden am absteigenden Kühler auf eine Außentemperatur von 140 bis 150° erhitzt, hierauf das Reaktionsgemenge auf Eis gebracht und das entstandene Sulfochlorid abgesaugt. Dasselbe konnte durch oftmaliges Anrühren mit Wasser von den phosphorhaltigen Beimengungen vollkommen getrennt werden. Das Rohchlorid war blaßviolett, die reine Substanz hingegen weiß gefärbt. Der Grad der Verfärbung des Rohproduktes hing mit der Höhe des Erhitzens bei der Chlorierung zusammen. Das Chlorid ist in Äther und Ligroin sehr schwer löslich, in Essigäther, Chloroform und Benzol in der Kälte wenig, in der Wärme leichter löslich; aus Benzol umkrystallisiert fiel das 4,-6-Disulfochlorid des 1,3-Dithioresorcindimethyläthers [Di-(methylmerkpto)-1,3-benzoldisulfochlorid-4,6] in kleinen, weißen, schimmernden Blättchen aus, die einen konst. Zersetzungspunkt von 170 bis 176° zeigten. Die Ausbeute an dieser Verbindung, berechnet auf die angewendete Menge Dithioresorcindimethyläther, betrug zirka 65% der Theorie. Die Analysen der über Schwefelsäure im Vakuum getrockneten Substanz ergaben