

Phosphorpentachlorid nicht zutage trat. Dagegen haben Grün und Corelli¹ beobachtet, daß unsymmetrische Diglyceride höherer Fettsäuren mit Thionylchlorid viel leichter reagieren als symmetrische.

V. Diacetin aus *s*-Dichlorhydrin.

Es schien wünschenswert, die Konstitution der Diacetine auch noch durch synthetische Versuche zu prüfen. Als Ausgangsmaterial schienen die Chlorhydrine geeignet, da sie schon wiederholt mit Erfolg zur Darstellung von Glycerinestern benutzt worden sind.² In der Tat zeigte sich der Erwartung gemäß, daß der als $\alpha\gamma$ -Diacetin angesprochene Körper ohne Schwierigkeit aus symmetrischem Dichlorhydrin entsteht.

20 g Dichlorhydrin wurden mit 25·5 g entwässerten und gut gepulverten Natriumacetats innig gemischt und 8 Stunden im Einschmelzrohr auf 150° erhitzt. Die Luft im Rohr war durch Kohlendioxyd verdrängt worden. Der Röhreninhalt wurde mit Äther aufgenommen, filtriert und der Äherrückstand im Vacuum destilliert. Es wurden zunächst 4 g erhalten, die unter 18 mm Druck bei 86° übergangen (wahrscheinlich unverändertes Dichlorhydrin, wenn auch der Siedepunkt etwas zu hoch gefunden wurde). Dann folgten weitere 4 g bei gleichmäßigem Thermometeranstieg, dann wieder eine ziemlich einheitlich übergehende Substanz, die nach mehrmaligem Fraktionieren 15 g betrug und sich durch den Siedepunkt 149 bis 152° (12 mm) und die Analyse als identisch mit der als $\alpha\gamma$ -Diacetin angesprochenen Substanz erwies.

0·2602 g gaben 0·4534 g CO₂ und 0·1638 g H₂O.

Gef. C 47·52, H 7·05%; ber. f. C₇H₁₂O₅ C 47·71, H 6·87%.

Mit Silberacetat reagiert das *s*-Dichlorhydrin am Wasserbade nur sehr träge.³ Nach fünfständigem Erhitzen wurden 80% des Dichlorhydrins unverändert zurückgewonnen (Siedepunkt 76 bis 80° bei 11 mm; am reinen Dichlorhydrin habe ich bei 11 mm den Siedepunkt 76° beobachtet). Die Menge des gebildeten Chlorsilbers betrug nur 5% der theoretischen.

¹ Chem. Zentr. 1912, II, 69.

² Krafft, Ber., 36, 4341 (1903); Guth, Chem. Zentr. 1903, I, 133.

³ Vgl. Wurtz, Ann. Chem. Pharm., 102, 339 (1857).