



35 ml (476 mmol) Aceton. Hierbei sollte die Temperatur des Reaktionsgemisches anfangs nicht 5°C übersteigen, da sonst eine Schwarzfärbung des Ansatzes eintritt. Nach Zutropfen des Acetons erhitzt man die entstandene Suspension langsam auf 85°C. Sobald keine Gasentwicklung mehr erkennbar ist (ca. nach drei Stunden), gibt man die Reaktionsmischung auf 1000 ml Eiswasser, neutralisiert vorsichtig mit 480–500 g Kaliumhydroxid und füllt mit Wasser auf 2000 ml auf. Nach Abkühlung der Suspension auf Raumtemperatur nutsch man den Niederschlag ab. Die Reinheit des Produktes beträgt nun etwa 50%. Durch Umkristallisation aus Wasser trennt man das verbliebene Kaliumsulfat vom *tri*-Kaliummethantrisulfonat-Monohydrat (**I**) ab.

Ausb.: 180,20 g (464 mmol) oder 49 %

IR (KBr-Preßling) [7]:  $\nu = 3570_{\text{st}}, 3494_{\text{st}}, 1650_{\text{m}}, 1268_{\text{sst}}, 1227_{\text{b-sst}}, 1095_{\text{s}}, 1039_{\text{st}}, 1026_{\text{sst}}, 838_{\text{b-st}}, 824_{\text{st}}, 762_{\text{s}}, 609_{\text{b-sst}}, 547_{\text{m}}, 533_{\text{st}}, 512_{\text{st}}$

$\text{CH}_3\text{K}_3\text{O}_{10}\text{S}_3$	ber.	C 3,09	H 0,78
(388,53)	gef.	C 3,06	H 0,78

## Literatur

- [1] M. Theilkuhl, Liebigs Ann. Chem. **147** (1867) 134
- [2] E. H. Bagnall, J. Chem. Soc. **75** (1899) 278
- [3] H. J. Backer, Rec. Trav. Chim. **49** (1930) 278
- [4] G. Klöter, H. Pritzkow, K. Seppelt, Angew. Chem. **92** (1980) 954
- [5] Yu. L. Yagupol'skii, T. I. Savina, J. Org. Chem. USSR **19** (1983) 71
- [6] Yu. L. Yagupol'skii, T. I. Savina, J. Org. Chem. USSR **21** (1985) 1874; Yu. L. Yagupol'skii, T. I. Gerus, T. I. Savina, J. Org. Chem. USSR **24** (1988) 61; Yu. L. Yagupol'skii, N. V. Palenko, I. I. Yur'ev, S. V. Iksanova, J. Org. Chem. USSR **26** (1990) 584
- [7] J. R. Hall, R. A. Johnson, C. H. L. Kennard, J. Chem. Soc., Dalton Trans. **1980**, 149

Korrespondenzanschrift:

Prof. Dr. P. Sartori

Universität-Gesamthochschule

Duisburg, Fachbereich 6, Biologie, Chemie, Geographie,

Anorganische Chemie

Lotharstraße 65

D-47048 Duisburg