

Aldolaldimethonanhydrid:

Sublimiert bei 85° in kleinen, einzelnen Doppelpyramiden. (Sehr charakteristisch!)

Crotonaldimethonanhydrid:

Sublimiert bei 112° in Tropfen, die beim Erkalten schiefwinkelige Nadeln und Platten bilden. (Daneben auch rechtwinkelige Platten.)

Die Aldimethonanhydride zeigen sich für Trennungen durch fraktionierte Sublimation bestens geeignet. Auch sind sie durch ihre oft charakteristischen Kristallformen (Acet-, Aldol-) leicht und eindeutig zu identifizieren.

### Schmelzpunkte der Aldimethonanhydride.

Formaldimethonanhydrid 171°

Acetaldimethonanhydrid 173°

Propionaldimethonanhydrid 148°

Butylaldimethonanhydrid 141°

Isobutylaldimethonanhydrid 144°

Isovaleraldimethonanhydrid 168°

Oenantholdimethonanhydrid 110°

Akroleinaldimethonanhydrid 170 bis 188°

Glyoxaldimethonanhydrid 170°

Glyoxylsäuredimethonanhydrid 245°

Aldolaldimethonanhydrid 126°

Crotonaldimethonanhydrid 120°.

### Mikrodestillationen der Aldimethone und ihrer Anhydride.

Zur Spaltung, bezw. Reinigung von Aldimethonen und zur Gewinnung der Aldimethone aus ihren Anhydriden wurden diese nach dem Verfahren von KLEIN und WERNER<sup>3)</sup> in Mikrodestillationskolben mit 3 bis 4 Tropfen Phosphorsäure und etwas Wasser versetzt und destilliert. Als Vorlage wurde eine schwach alkalische, 1%ige Lösung von Methon verwendet. Die Temperaturen, bei denen destilliert wurde, lagen zwischen 100 und 200°. Bereits während der Destillation traten in der Vorlage Fällungen von Aldimethon auf, die dann nach längerem Stehen abzentrifugiert werden konnten. Nicht alle Aldimethone ließen sich auf diese Weise gleich gut destillieren.

Glyoxylsäuredimethon ließ keine Glyoxylsäure destillieren, in der Vorlage trat kein Aldimethon auf.

Glyoxylsäuredethonanhydrid, sehr schwach  
 Aldolaldimethon, sehr schwach  
 Formaldimethon, mäßig  
 Formaldimethonanhydrid, leicht  
 Acetaldimethon, leicht  
 Acetaldimethonanhydrid, leicht  
 Propionaldimethon, leicht  
 Propionaldimethonanhydrid, leicht  
 Butylaldimethon, schwach  
 Butylaldimethonanhydrid, schwach  
 Isobutylaldimethon, leicht  
 Isobutylaldimethonanhydrid, schwach  
 Isovaleraldimethon, leicht  
 Akroleinaldimethon, leicht  
 Oenantholdimethon, leicht  
 Oenantholdimethonanhydrid, leicht  
 Glyoxaldimethon, (sehr) leicht  
 Glyoxaldimethonanhydrid, (sehr) leicht.

Die Destillation geht nicht quantitativ; die Rückstände an nichtdestillierter Substanz sind verkohlt und unbrauchbar.

Zum Zweck der Reinigung können also nur Gemische jener Aldimethone ohne große Substanzverluste gespalten und überdestilliert werden, deren Komponenten leicht destillierbar sind. Für den Fall, daß der Aldol- oder der Glyoxylsäuredimethon störend wirken sollte, lassen sich diese, falls man auf sie weiterhin verzichten kann, durch Destillation namentlich dann gut von den anderen als Rückstand abtrennen, wenn man bei nicht allzu hoher Temperatur und ohne Wasser destilliert.

### **Zusammenfassung der Trennungsmöglichkeiten.**

Aus obigen Untersuchungen geht hervor, daß exakte, quantitative Trennungen von Aldimethonen nur in einzelnen Fällen, je nach der Zusammensetzung der Gemische, möglich sind.

An diesem Umstand scheiterte der Versuch, einen allgemeinen Trennungsgang für alle dargestellten Aldimethone zu finden. Es hat sich keine Möglichkeit ergeben, exakte Gruppentrennungen vorzunehmen.

Dagegen ergaben sich Trennungsmethoden für Gemische nur