

Oenantholdimethonanhydrid, löslich  
 Glyoxaldimethonanhydrid, sehr schwer löslich  
 Glyoxylsäuredimethonanhydrid, sehr schwer löslich  
 Dioxyacetonmethonanhydrid, löslich.

### Sublimation der Anhydride.

Formaldimethonanhydrid:

Sublimiert bei  $116^{\circ}$  in Prismen und Kurzstäbchen. Keine Aggregate.

Acetaldimethonanhydrid:

Sublimiert bei  $122^{\circ}$  in großen, flachen Spießen. Aggregate häufig.

Propionaldimethonanhydrid:

Sublimiert um  $120^{\circ}$  in Tropfen, die sich bei etwa  $125^{\circ}$  in flache Platten von 4-, 6- oder 8seitiger Gestalt umlagern, die große Aggregate bilden. Daneben Nadeln.

Butylaldimethonanhydrid:

Sublimiert bei  $117^{\circ}$  in Tropfen. Beim Erkalten Prismenaggregate.

Isobutylaldimethonanhydrid:

Sublimiert bei  $103^{\circ}$  in dendritischen Aggregaten und Nadeln und Stäbchen. Daneben kleinste, spießartige Kriställchen.

Isovaleraldimethonanhydrid:

Sublimiert bei  $113^{\circ}$  in kleinen Nadeln und Stäbchen.

Oenantholmethonanhydrid:

Sublimiert nicht, lagert sich jedoch bei  $100$  bis  $105^{\circ}$  in Büscheln von Spießen und Nadeln mit schiefer Endfläche um.

Akroleinaldimethonanhydrid:

Braune Substanz, die nicht sublimiert und von  $170$  bis  $190^{\circ}$  langsam abschmilzt.

Glyoxaldimethonanhydrid:

Sublimiert bei  $106^{\circ}$  in Tropfen und flachen, langen Prismen. Aggregate.

Glyoxylsäuredimethonanhydrid:

Sublimiert um  $160^{\circ}$ . Längliche Prismen und Platten. Keine Aggregate.

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.