

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

weniger Aldimethone, die mit großer Sicherheit arbeiten. Es war möglich, vielerlei Gemische von je zwei oder drei Aldimethonen qualitativ und manchmal auch quantitativ eindeutig zu bestimmen, ein Ergebnis, das im allgemeinen für die Zwecke der physiologischen Chemie ausreichen dürfte, da ja Gemische von mehr als zwei oder drei Aldehyden nie oder nur selten in einem Aufarbeitungsgang aus einem Versuch vorliegen werden.

Der Gang der Trennungen war folgender: Die zu untersuchende Substanz wurde im Mikroschmelzpunktapparat sublimiert und geschmolzen*), wobei sich bereits Anhaltspunkte über die Zusammensetzung ergaben. Auf Grund der Schmelz- und Sublimationspunkte sowie besonders der Kristallformen der Aldimethone sowohl als auch ihrer Anhydride, die immer parallel dazu hergestellt wurden, ließ sich feststellen, welche Aldimethone überhaupt in Betracht kamen, und für diese wurde dann auf Grund der in dieser Arbeit beobachteten Eigenschaften ein für den besonderen Fall angepaßter Trennungsgang konstruiert.

Beispiele für Trennungen.

a) Trennung von Acet- und Aldolaldimethon.

Die Substanz wurde anhydriert (wobei schon beim Lösen in 40% iger Schwefelsäure viel Acetalaldimethon [Löslichkeitstabelle!] abfiltriert werden konnte) und dann fraktioniert sublimiert. Das charakteristisch sublimierende Aldolaldimethonanhydrid wurde so schön (bei etwa 90°) quantitativ vom Acetalaldimethonanhydrid getrennt.

b) Trennung von Glyoxylsäure-, Croton- und Acetalaldimethon.

Die Substanz wurde mit Phosphorsäure versetzt und wie angegeben mikrodestilliert. Der in der Vorlage entstandene Aldimethonniederschlag wurde abzentrifugiert und langsam sublimiert. Um den beim Schmelzen störenden (weil früher schmelzenden) Acetalaldimethon zu entfernen, wurde das Deckglas mit dem Sublimat kurze Zeit in 75% igen Alkohol getaucht und dann trocken gelassen. Der noch daranhaftende Rückstand war frei von Acetalaldimethon und gab Sublimations- und Schmelzpunkt von Crotonaldimethon.

c) Durch fraktionierte Sublimation konnten folgende Gemische quantitativ getrennt werden:

*) Die Bildung von Mischkristallen wurde dabei durch vorsichtiges Sublimieren bei langsamer Steigerung der Temperatur möglichst zu verhindern versucht.