

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.

Acetaldimethonanhydrid / Aldolaldimethonanhydrid
 Acetaldimethon / Glyoxaldimethon
 Acetaldimethon / Glyoxylsäuredimethon
 Formaldimethon / Glyoxylsäuredimethon
 Formaldimethon / Glyoxaldimethon
 Propionaldimethon / Glyoxaldimethon
 Isovaleraldimethon / Glyoxylsäuredimethon
 Isovaleraldimethon / Aldolaldimethon
 Oenanthalaldimethon / Aldolaldimethon
 Oenanthalaldimethon / Crotonaldimethon.

Bei allen diesen fraktionierten Sublimationen ist darauf zu achten, daß niemals über der Schmelztemperatur der zu sublimierenden Substanz sublimiert wird, da sonst das geschmolzene Produkt die andere Komponente der Mischung in Lösung und zum Mitsublimieren bringen kann, so daß eine Fraktionierung nicht eintreten kann.

d) Auf Grund der verschiedenen Löslichkeiten gelangen folgende Trennungen gut:

Mit Tetrachlorkohlenstoff:

Glyoxaldimethon / Butylaldimethon
 Glyoxaldimethon / Isobutylaldimethon
 Glyoxaldimethon / Oenantholdimethon.

Mit 3% Natriumkarbonat:

Die Anhydride von:

Formaldimethon / Acetaldimethon
 Formaldimethon / Oenanthalaldimethon
 Formaldimethon / Glyoxaldimethon.

Mit 5% Natriumkarbonat:

Oenantholdimethon / Glyoxaldimethon
 Oenantholdimethon / Propionaldimethon.

Mit Butylalkohol:

Isobutylaldimethon / Isovaleraldimethon
 Isobutylaldimethon / Akrolëinaldimethon.

Die Gemische wurden kurz mit dem Lösungsmittel geschüttelt und die Lösung dann abgesaugt. Der Rückstand wurde dann nochmals mit dem Lösungsmittel geschüttelt und dann abermals abfiltriert. Das Produkt der ersten Lösungsfraktion und der letzte Rückstand wurde sublimations- und schmelzpunktmäßig identifiziert und waren beide frei von störenden Verunreinigungen der anderen Fraktion.