

194. Ludwig Knorr: Ueber eine bequeme Methode zur Darstellung des Acetonylacetons.

[Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Universität Jena.]

(Eingegangen am 21. April.)

Bei meinen Studien über die desmotrop-isomeren Diacetbernsteinsäureester machte ich gelegentlich¹⁾ die Beobachtung, dass der β -Diacetbernsteinsäureester durch Kochen mit Soda- oder Pottasche-Lösung leicht in Acetonylaceton verwandelt werden kann.

Dieses Verfahren ist noch bequemer als die früher²⁾ von mir beschriebene Methode zur Darstellung dieses Diketons.

Man kann zweckmässig die folgende Vorschrift benützen:

100 Theile Diacetbernsteinsäureester werden mit 600 Theilen einer 20-procentigen Pottaschelösung eine Stunde an einem gutwirkenden Rückflusskühler gekocht. Es resultirt eine klare, gelbgefärbte Lösung, aus der der grösste Theil des Acetonylacetons durch Zusatz von ca. 130 Theilen Pottasche als Oelschicht abgetrennt wird. Den Rest entzieht man der Pottaschelösung durch Aether. Das mit Pottasche getrocknete Diketon wird durch Destillation gereinigt.

Es verflüchtigt sich reichlich mit Aether- und Alkohol-Dämpfen, wodurch ein kleiner Verlust entsteht.

Die Ausbeute schwankt zwischen 76 und 80 pCt. der Theorie. Das Acetonylaceton siedet

bei 191° und 750 mm,

» 178° » 500 »

» 137° » 150 ».

Es stellt nach der Destillation bei vermindertem Druck eine wasserhelle Flüssigkeit dar, die sich allmählich gelb färbt.

Volumgewicht d_4^{20} 0.973.

Brechungsindex n_D^{20} 1.428.

Molekularrefraction M_{Na} 30.14.

Berechnet für die Ketoformel: $CH_3.CO.CH_2.CH_2.CO.CH_3$. . 30.10.

» » » Enolformel: $CH_3.C(OH).CH.CH.C(OH).CH_3$ 31.98.

In Kältemischung erstarrt das Diketon zu einer Krystallmasse, welche aus Blättchen vom Schmp. — 9° besteht.

Bei der Bestimmung der Constanten des Acetonylacetons erfreute ich mich der Hülfe des Hrn. Thomas Gray, dem ich dafür meinen Dank ausspreche.

Hr. Gray ist damit beschäftigt, das Verhalten des jetzt so leicht zugänglichen γ -Diketons eingehender zu studiren.

¹⁾ Ann. d. Chem. 306, 363, Anmerkung.

²⁾ Diese Berichte 20, 169 und 2100.