

G
Aktenvermerk
Dr. J/Sch.

Anna Klüppel

Tr.W., den 4. Oktober 1943.
2346 A30

Betrifft: Darstellung von Aluminiumazetat und sek. Butylameisensäure-
ester.

Nach Tischtschenko, C. 1901. I. 585., konnte Aluminiumtriazetat durch Umsatz von Aluminiumäthylat mit Essigsäureanhydrid ^{und anschliessend} längerer Zeit kochen ^{im Rückflusskühler} bei 90° dargestellt werden, wobei gleichzeitig der entsprechende Ester entsteht.

gummi

Unter sorgfältigem Ausschluss von Luftfeuchtigkeit wurden 100 g Butal = 0,42 Mol zunächst ohne Lösungsmittel zu 127,5 g Anhydrid = 1,26 Mol ^(n_D²⁰: 1,3) gegeben. Dabei bildete sich bei vorübergehend erschwertem Rühren eine pastenförmige Masse unter starker Wärmeentwicklung (80°). Die äussere Erscheinung ist die gleiche wie bei der Fällung von Butal ^{zu Wasser} im Verhältnis von 1:0,22. Zur Beendigung der Reaktion wurde noch 2 Stunden unter Aufsatz eines Rückflusskühlers und Rühren weiter erhitzt. Dann wurde das Produkt in grosser Oberfläche ^{bei} Vakuum von 40° vom Butylester befreit, der hierbei in einer -78° abgekühlten Falle kondensiert wurde. Dabei wurden 92% der Theorie an Butylazetat wiedergewonnen, ^{OH-Z = 0, VZ = 264,8 (theoretisch 480).}

Die Färbung des Esters war schwach gelblich, was auf Kondensationsreaktion hinweist. 100 cm³ an Wiedmer-Spirale destilliert, ergaben ca. 10% Vorlauf.

- 10% von 85 - 109°
- 70% von 109 - 113°
- 15% bei 115°.

Esterzahl der Hauptfraktion 395! ^(auch hier keine Messung)

Die Literaturdaten für sek. Butylazetat sind Kp. 760 111-113°, $D_4^{25} = 0,8648$, $n_D^{23} = 1,3466$. ^{Kp. 760 111,5-112.}

Das gebildete Triformiat war im Wasser ziemlich löslich, fiel jedoch in der Hitze spontan in Form eines weissen, unlöslichen basischen Azetats aus.

Es ist unerlässlich, die Temperatur längere Zeit auf 90-100° zu halten, um löslichen Produkte zu bekommen. Die Versuche, die bei 40° erhalten wurden, und solche, die im offenen Mörser unter Eiskühlung durch Kneten angesetzt wurden, führten nach anschliessender Trocknung zu praktisch unlöslichen ^{und unbrauchbaren} Produkten.

He - on
ou
o o e. ch

Das Diazetat und das Monoazetat wurden ebenfalls in der oben angeführten Weise dargestellt, wobei sich ergab, dass das Diazetat bedeutend löslicher und hitzebeständiger ist als das Triazetat. Ein lösliches Monoazetat konnte noch nicht erzielt werden. Sämtliche Ansätze waren in Benzin unlöslich. Es konnte eine gelatinierende Wirkung zunächst nicht festgestellt werden.

Das Triazetat löst sich in Wasser zu 45-50 % unter Wärmeentwicklung (37°). Diese erhöhte Temperatur bewirkt bereits schwache Trübung, weshalb die Lösung zweckmässig unter Kühlung erfolgt. Bei 75° bereits verflüssigt sich die hochkonzentrierte Lösung (siehe 2. Reproduktion von Versuch 686, Ansatz 1:3.)

Herstellung der Azetate durch Lösung von Butal im sek. Butylester.

Das Präparat lässt sich ohne vorübergehende ^{Verflüssigung} Verflüssigung in allen 3 Modifikationen herstellen, wobei eine vorübergehend geringe, silberweiss erscheinende ^{Verflüssigung} Verflüssigung doch noch zu beobachten ist. Der Ester wird hierbei ölähnlich verdickt; es genügt eine Verdünnung von Butal in Ester von 1:2. Es ist interessant, dass nur das Diazetat in Butylazetat gelöst, Benzin merklich verdickt, während das Mono- und Triazetat sich nur lösen ohne sichtbare Verdickung. Die eingedickte, gelatinierte Lösung von Diazetat verdickt ebenfalls nicht mehr. Die Isolierung der Salze aus den gelatinierten Esterlösungen durch Verdampfen im Vakuumtrockenschrank bei 40° macht Schwierigkeiten. Die so ermittelten Produkte selbst sind benzin- und wasserunlöslich.

Ergebnis: Das Azetat ist ganz andersartig. Ihre Löslichkeit ist oben beschrieben dargestellt. Man erfuhr einigemal keine Löslichkeit. Produkt muss bestimmt ein 82% der Hevis sein aus Butylazetat ~~ein~~
Es ist aber vorerst im Butylester gelöst dargestellt.
Versuch anzustellen mit dem Azetat bz. ? -

22. 11

zu erörtern auf dem Klatsch!

John