

das Entweichen des Chloräthyls beendet und man trennt den Ester durch fraktionierte Destillation (Siedepunkt 128 bis 132°) von unverändertem Oxalester. Die Ausbeute ist nicht groß. Aus 100 g Ester erhält man ungefähr 20 g Äthyloxalsäurechlorid, aber diese Methode ist wegen ihrer Einfachheit der bereits früher von Anschütz publizierten vorzuziehen.

Darstellung des Natriummalonsäureesters.

Zu Malonsäureester, der sich in einem Kolben mit Rückflußkühler in benzolischer Lösung befand, wurde die berechnete Menge Natrium in kleinen Stückchen langsam hinzugefügt, wobei sich ein voluminöser Brei von Natriummalonsäureester abschied.

Einwirkung.

Zu dem eben erwähnten Gemisch ließ ich langsam durch einen Tropftrichter Äthyloxalsäurechlorid in geringem Überschuß zutropfen. (Der Kolben war selbstverständlich wieder mit Rückflußkühler versehen.) Unter starker Erwärmung geht der Natriummalonester teilweise in Lösung. Die anfangs heftige Reaktion wird allmählich schwächer, schließlich erhitzt man, bis der gesamte Ester gelöst ist. Das Reaktionsgemisch wurde hierauf zwei Tage lang auf dem Wasserbade unter Rückflußkühler erhitzt, bis sich die gesamte Menge Kochsalz, welche von der Reaktion herrührt, fest abgeschieden hatte. Die Lösung wurde davon durch Filtration befreit, hierauf das Benzol abdestilliert und der Rest im Vakuum fraktioniert. Nach mehrmaligem Fraktionieren wurde die Hauptmenge als farblose Flüssigkeit bei 86° unter 12 mm Druck aufgefangen.

Die vorgenommene Analyse der Flüssigkeit ergab folgendes Resultat:

0·2251 g Substanz ergaben 0·4180 g CO₂ und 0·1272 g H₂O.

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für C ₁₁ H ₁₆ O ₇
C	50·64	50·77
H	6·27	6·15