

Ausbeute von 70·0% entspricht. Als der Hagemann'sche Extraktionsapparat für Flüssigkeiten in Anwendung gebracht wurde, erhielt man unter sonst gleichen Bedingungen bei 14 Versuchen 288 g Lacton oder 82·4%. Als der absolute Alkohol durch 94% ersetzt wurde, sank die Ausbeute auf nur 66·8%.

Reines Valerolacton $Kp_{749} = 206\cdot0$ bis $206\cdot3^\circ$ (korr.); $Kp_{16} = 91^\circ$ (korr.). Die für vorliegende Versuche erforderliche Lävulinsäure wurde mit leichter Modifikation nach dem Conrad'schen Verfahren dargestellt.¹ Er erhielt aus 500 g Rohrzucker gegen 70 g Lävulinsäure, die zwischen 230 und 250° siedete; nach der zu beschreibenden Arbeitsweise gewinnt man die Säure, welche innerhalb weniger Grade destilliert, in 30 bis 35% höherer Ausbeute.²

500 g Rohrzucker, in einem Liter Wasser gelöst und mit 200 cm^3 rauchender Salzsäure versetzt, werden in einem, in einem Bade mit siedendem Wasser sich befindenden Kolben unter zeitweiligem Umschütteln zehn Stunden lang erhitzt, wobei der allergrößte Teil der Huminsubstanzen zur Abscheidung gelangt. Dieselben werden scharf abgesaugt, mit Wasser nachgewaschen, das Filtrat in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade auf 400 bis 500 cm^3 eingedampft, abermals abfiltriert, mit Wasser ausgewaschen und in einem Extraktionsapparat für Flüssigkeiten mit Äther behandelt. Zum Erzielen einer Ausbeute von 135 bis 140 g an Rohprodukt ist eine durchgreifende Extraktion erforderlich, die 3 bis 4 Tage dauert; in den ersten zwölf Stunden bekommt man etwa 80 g und in den vierten nur 5 g Rohsäure. Bei der Destillation im Vakuum geht zunächst wässrige Salzsäure, dann unter 15 mm zwischen 140 und 150° die Säure selbst über. Solche Lävulinsäure ist etwas salzsäurehaltig, bräunt sich stark beim Stehen und geht bei der zweiten Destillation unter 14 mm Quecksilberdruck ohne nennenswerten Vorlauf zum größten Teil von 143 bis 147° über. Es ist vorteilhaft, das Abdestillieren des Vorlaufs

¹ Berl. Ber., 11, 2178.

² Neugebauer erhält nach seiner Abänderung des Conrad'schen Verfahrens in 21 Versuchen nur 35 bis 45 g Lävulinsäure (Liebig's Ann., 227, 99).