

201. Notiz über die Darstellung von Formyl-essigsäure-äthylester

von Werner Deuschel.

(10. VI. 52.)

Die Darstellung von Formyl-essigsäure-äthylester



ist in neueren Patentschriften mehrfach erwähnt¹⁾²⁾. Dabei wird im allgemeinen Ameisensäureester (I) und Essigsäureester (II) mit Natriummethylat zum Natriumsalz von III kondensiert, wobei die Ausbeute durch Anwendung von Kohlenoxyddruck günstig beeinflusst wird. *E. H. Northey*²⁾ gibt sogar an, dass bei Einhalten bestimmter Bedingungen I vollkommen durch CO ersetzt werden kann.

Nach folgender Vorschrift konnte das Natriumsalz von III auch ohne Anwendung von Kohlenoxyddruck aus I und II in Ausbeuten von über 65 % erhalten werden:

Natriumsalz des Formyl-essigsäure-äthylesters: Die folgenden Operationen werden unter ständigem Rühren ausgeführt.

Zu 11,5 g (0,5 Mol) pulverisiertem Natrium unter 100 cm³ abs. Äther werden 23 g (0,5 Mol) abs. Äthanol in 50 cm³ abs. Äther zugetropft. Nach Erhitzen am Rückfluss über Nacht kühlte man auf – 15° Innentemperatur und tropft dazu langsam eine Mischung von 37 g (0,5 Mol) Ameisensäure-äthylester und 44 g (0,5 Mol) Essigsäure-äthylester, ohne die Temperatur über – 10° steigen zu lassen. Man hält noch 2 Std. bei dieser Temperatur, wonach der Kolbeninhalt breiig geworden ist. Nach Zusatz von 100 cm³ abs. Äther lässt man innerhalb 4 Std. langsam auftauen, wobei sich allmählich Wasserstoff entwickelt. Durch Stehenlassen bei Zimmertemperatur über Nacht wird die Reaktion vervollständigt; dann wird das Gemisch 4 Std. in eine Eis-Kochsalz-Mischung gestellt. Man saugt den gelben Niederschlag ab, wäscht ihn mit abs. Äther nach und trocknet ihn im Vakuumexsikkator über Nacht. Ausbeute 46 g (66,5%) Natriumsalz des Formyl-essigsäure-äthylesters.

Chemisches Institut der Universität Freiburg (Schweiz).

¹⁾ *L. Beer & P. Halbig*, D.R.P. 708513 (1938).

²⁾ *E. H. Northey*, Brit. P. 568512 (1945) und U.S. P. 2394255 (1946).