

Lecoq bei ihrem Abbauersuch erhaltene, von ihnen als Norlupinan aufgefaßte Base kann also mit dem bisher nur in einer Form isolierten oftmals synthetisch dargestellten Norlupinan nicht identisch sein. Damit fällt der von ihnen angestrebte Beweis. Natürlich wird die Konstitutionsformel des Cytisins durch diese Versuche nicht berührt. Die historische Darstellung der Entwicklung der Struktur des Cytisins, die H. Lecoq gibt, wird in einigen Punkten den tatsächlichen Verhältnissen nicht gerecht.

149. Ernst Späth und Imre v. Szilágyi: Über das Formisobutyraldol (X. Mitteil. über Derivate des Aldols und des Crotonaldehyds).

[Aus d. II. Chem. Laborat. d. Universität Wien.]

(Eingegangen am 28. Juli 1943.)

Das Formisobutyraldol wurde im obigen Institut vor mehr als 40 Jahren von L. Wessely¹⁾ durch Kondensation von Formaldehyd mit Isobutyraldehyd in Gegenwart einer gesättigten wäßr. K_2CO_3 -Lösung zuerst erhalten. Es wurde seit dieser Zeit mehrfach untersucht und für Synthesen verwendet. So wurde es für die Herstellung von Riechstoffen, als Ausgangsmaterial für die Gewinnung von Lokalanästhetika und für die Darstellung der Pantothenensäure benutzt. Das Formisobutyraldol ist eine gut krystallisierende Verbindung, die bei 89–90° schmilzt. Dieser Stoff besteht aber nicht aus der monomeren Form des Formisobutyraldols (α . α -Dimethyl- β -oxy-propionaldehyd) (I), sondern stellt die dimere Verbindung, $C_{10}H_{20}O_4$, vor, wie durch Dampfdruckbestimmungen und kryoskopische Untersuchungen festgestellt werden konnte. Bei höherer Temperatur tritt ein Zerfall des dimeren Produktes in das monomere Formisobutyraldol ein. Demgemäß erfolgt bei der Destillation dieses dimeren Aldols bei 14 Torr Entpolymerisation zur monomeren Verbindung, die sich aber leicht wieder dimerisiert. Wessely berichtet, daß das Formisobutyraldol bei gewöhnlicher oder nicht stark erhöhter Temperatur unbedingt dimolekular vorhanden ist, daß aber alle Derivate, in welche er diesen Oxyaldehyd überführte, sich vom monomolekularen Aldol ableiten. Durch Reduktion des dimeren Formisobutyraldols entstand das bei 129° schmelzende α . γ -Dioxy- β . β -dimethyl-propan. Bei der Oxydation mit $KMnO_4$ wurde zunächst die α . α -Dimethyl- β -oxy-propionsäure und sodann die Dimethylmalonsäure gebildet. Einwirkung von Essigsäureanhydrid und Schwefelsäure bei höherer Temperatur gab das Triacetat des monomeren Oxyaldehyds.

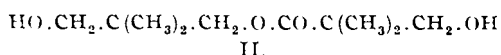
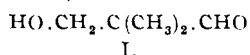
Während somit die Konstitution des an und für sich unbeständigen monomeren Formisobutyraldols ausreichend gesichert war, bestand hinsichtlich der Struktur des dimeren völlige Unklarheit. Zwar hat Th. Iliesco im Laboratorium von V. Grignard²⁾ eine Untersuchung über das dimere Formisobutyraldol durchgeführt und diesen Stoff als einen Ester von der Formel II aufgefaßt. Derselbe sollte durch eine Umsetzung nach Art der Reaktion von Cannizzaro-Titschenko entstanden sein. S. Sabetay und J. Bléger³⁾ lehnten diese Formel des dimeren Formisobutyraldols

¹⁾ Monatsh. Chem. **21**, 216 [1901].

²⁾ Th. Iliesco, Thèse de Doctorat, Lyon, 1929.

³⁾ Bull. Soc. chim. France [4] **47**, 885 [1930].

mit Recht ab und wiesen darauf hin, daß es identisch sein müßte mit einer Verbindung, die von A. Franke und M. Kohn⁴⁾ dargestellt worden ist und der unzweifelhaft die Konstitution II zukommt. Indes sind aber beide Stoffe durchaus verschieden.

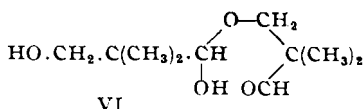
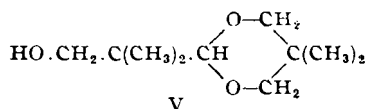
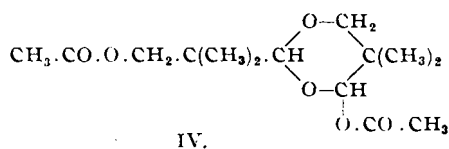
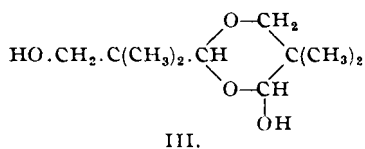


Im Zusammenhang mit unseren Arbeiten über die Konstitution der dimeren Oxyaldehyde und anderer aldolanartiger Verbindungen haben wir das dimere Formisobutyraldol näher untersucht. Wir nahmen an, daß dieser Verbindung eine analoge Struktur zukommt wie dem Paraldol⁵⁾.

Zunächst gelang es unschwer, in gewissem Gegensatz zu den Ergebnissen von L. Wessely, Derivate des dimolekularen Formisobutyraldols herzustellen. So ließ sich dieses dimere Aldol durch Behandeln mit Essigsäureanhydrid und wasserfreiem Pyridin leicht in das Diacetat der dimeren Form überführen. In ähnlicher Weise wurde auch das bei 90—90.5° schmelzende Dibenzoylprodukt des dimeren Formisobutyraldols erhalten. Das Diacetat, das eine Flüssigkeit vorstellte, destillierte zum Unterschied vom Ausgangsmaterial im Vakuum ohne Zersetzung und war gegen die thermische Spaltung sehr widerstandsfähig. Dieses Verhalten hängt wohl damit zusammen, daß bei dieser Reaktion keine Abspaltung eines ungesättigten Aldehyds erfolgen kann.

Läßt man Phenylhydrazin, *p*-Nitro-phenylhydrazin oder 2,4-Dinitrophenylhydrazin auf eine Lösung des Formisobutyraldols einwirken, so entstehen die entsprechenden Derivate des monomeren Formisobutyraldols. Dies wurde durch Analysen und durch Bestimmung der Mol.-Gewichte nach der Gefriermethode in Dioxan bewiesen. Demnach liegen hier die Verhältnisse ähnlich wie beim Paraldol.

Aus diesem Grunde war es wahrscheinlich, daß dem dimeren Formisobutyraldol die Konstitution III zukommt. Wir haben sie durch die folgenden Versuchsergebnisse strenger bewiesen.



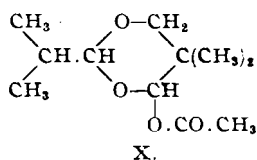
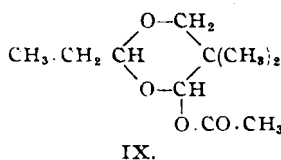
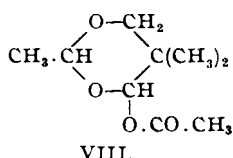
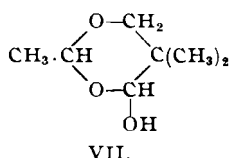
Für diese Struktur sprechen zunächst die Eigenschaften des Diacetats der dimeren Form. In dieser Verbindung sind die beiden Acetylreste durchaus verschiedenen Charakters. Der eine sitzt gemäß der Formel IV in der acetylierten alkoholischen Hydroxylgruppe, der zweite im acetylierten Acetalhydroxyl. War die Formel IV richtig, so mußten ähnlich wie beim

⁴⁾ Monatsh. Chem. **25**, 865 [1904].

⁵⁾ E. Späth u. H. Schmid, B. **74**, 859 [1941].

Diacetat des Paralaldols die beiden Acetylreste verschieden schnell verseifbar sein. Wir haben nun die Verseifung dieses Stoffes in wäßrig-alkoholischer Lösung mit $n/_{20}$ -Salzsäure bei 70° untersucht und gefunden, daß die eine Acetylgruppe sehr viel schneller abgespalten wird als die zweite, was mit unserer Formel in bester Weise übereinstimmt.

Schon dieser Befund macht verständlich, daß die Dimerisierung des Formisobutyraldols in der gleichen Weise vor sich geht wie die Bildung des Paralaldols aus dem Acetaldol. Es lagert sich nämlich die alkoholische Hydroxylgruppe der einen Molekel des monomeren Formisobutyraldols an die Carbonylgruppe einer zweiten Aldolmolekel unter Bildung eines Halbacetals von der Formel VI an, das dann unter Entstehen eines neuen Halbacetals Ringschluß zum dimeren Formisobutyraldol gemäß der Formel III erleidet. War diese Annahme richtig, so war zu erwarten, daß sich an eine Molekel des monomeren Formisobutyraldols nicht allein eine zweite Molekel desselben Oxyaldehyds addieren kann, sondern daß auch einfache Aldehyde mit monomerem Formisobutyraldol in der gleichen Weise zu aldoxanartigen Verbindungen⁶⁾ zusammentreten werden. In der Tat wurde beim Erhitzen von Formisobutyraldol mit Acetaldehyd und längeren Stehenlassen ein Additionsprodukt der beiden Komponenten erhalten, das im 1-Torr-Vakuum allerdings nur z. Tl. ohne Spaltung destillierbar war. Wir kamen besser zum Ziele, indem wir die nicht weiter gereinigte Anlagerungsverbindung mit Essigsäureanhydrid und wasserfreiem Pyridin acetylierten, wobei eine bei 1 Torr und 40—42° ohne Zersetzung siedende Flüssigkeit erhalten wurde. Nach den Analysen und der vorgenommenen Umsetzung konnte dieser Verbindung nur die Formel VIII zukommen. Im nicht acetylierten Rohprodukt war demnach das Aldoxan VII vorhanden. In gleicher Weise wurden auch Propionaldehyd und Isobutyraldehyd an Formisobutyraldol angelagert und die Additionsverbindungen in Form der beständigeren Acetylprodukte IX bzw. X isoliert.



Diese Ergebnisse lassen erkennen, daß dem dimeren Formisobutyraldol die Konstitution III zukommt, daß es demnach als [2-(α - α -Dimethyl- β -oxy)-äthyl]-5.5-dimethyl-6-oxy-1.3-dioxan aufzufassen ist. Ebenso wie Paralaldol steht es in wäßriger Lösung im Gleichgewicht mit dem monomeren Oxyaldehyd und gibt daher mit Carbonylreagenzien Derivate des monomeren Formisobutyraldols.

⁶⁾ E. Späth, R. Lorenz u. E. Freund, B. 76, 57 [1943].

Wir haben nun bisher 2 krystallisierende, gut definierte dimere Formen von Aldolen, das Paraldol und das dimere Formisobutyraldol, hinsichtlich ihrer Konstitution genauer untersucht und in beiden Fällen den gleichen aldolanartigen Aufbau ermitteln können. Im Hinblick auf die klar erkennbaren treibenden Kräfte, die zur Dimerisierung der monomeren Aldole führen, nehmen wir an, daß auch andere dimere Aldole einen analogen Aufbau besitzen werden.

Beschreibung der Versuche.

Dimeres Formisobutyraldol, [2-(α,α -Dimethyl- β -oxy)-äthyl]-5.5-dimethyl-6-oxy-1.3-dioxan.

Die Darstellung dieses Stoffes erfolgte im wesentlichen nach den Angaben von L. Wessely. Das Umlösen des Rohproduktes aus Wasser haben wir nicht sehr zweckmäßig gefunden, da die Ausscheidung aus diesem Lösungsmittel, wahrscheinlich infolge teilweiser Entpolymerisierung, nur langsam erfolgt. Ähnlich wie A. Franke kamen wir zu einem besseren Ergebnis, indem wir das unreine Aldol, das bei 72—76° schmolz, in Äther lösten, diese Lösung mehrmals mit Wasser ausschüttelten, mit NaCl trockneten, einengten und im Eiskasten krystallisieren ließen. Die hierbei erhaltenen Krystalle rochen nicht mehr nach Formaldehyd und stellten bereits recht reines dimeres Formisobutyraldol vom Schmp. 87—89° vor. Die vereinigten Mutterlaugen wurden im 14-Torr-Vak. destilliert, wobei der übergehende Dampf ohne Verwendung eines normalen Kühlers durch einen auf die Vorlage fließenden Wasserstrahl kondensiert wurde. So erhielten wir eine farblose, leicht bewegliche Flüssigkeit von monomeren Formisobutyraldol, die beim Abkühlen Krystalle ausschied. Beim Erwärmen auf 23—24° erfolgte wieder Schmelzen, wobei diese Temperatur noch nicht als Schmelzpunkt des reinen monomeren Formisobutyraldols angesehen werden darf. Die auf 24° erwärmte Flüssigkeit zeigte nunmehr infolge Dimerisation eine Temperatursteigerung auf 30°, die etwa 2 Stdn. bestehen blieb. Die Flüssigkeit wurde zähe und schied allmählich weiße Krystalle des dimeren Formisobutyraldols aus. Nach 24 Stdn. wurde aus wenig Äther umgelöst und bei 0° krystallisieren gelassen. Die ausgeschiedene Verbindung schmolz sogleich bei 88—89.5°. Ausb. an reinem dimeren Formisobutyraldol aus 50 g Isobutyraldehyd 48 g.

$C_{10}H_{20}O_4$. Ber. C 58.80, H 9.87. Gef. C 58.94, H 9.73.

0.2171 g Subst. in 15.49 g Dioxan: $\Delta = 0.310^\circ$. Gef. Mol.-Gew. 218. Ber. Mol.-Gew. 204.

Bei der Entpolymerisation des reinen, dimeren Formisobutyraldols entstand flüssiges monomeres Formisobutyraldol, das bei der Kühlung durch fließendes Wasser krystallisierte und beim vorsichtigen Anwärmen bei 30—33° durchschmolz. Der Schmelzpunkt des völlig reinen monomeren Aldols dürfte noch etwas höher liegen.

Während Th. Iliesco²⁾ beim dimeren Formisobutyraldol keinen Silber Spiegel erhielt, reduzierte das von uns erhaltene Produkt ammoniakalische $AgNO_3$ -Lösung bei 20° langsam, im Wasserbad hingegen rasch, was mit dem Befund von L. Wessely übereinstimmt. Das dimere Aldol steht eben in wäbr. Lösung im Gleichgewicht mit dem monomeren, das die Reduktionswirkung ausübt.

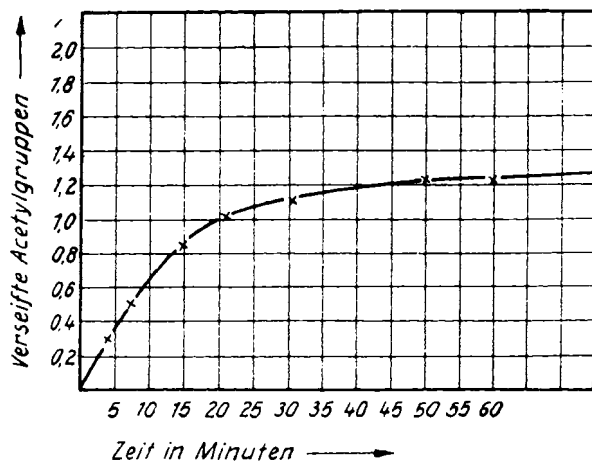
Diacetat des dimeren Formisobutyraldols, [2-(α,α -Dimethyl- β -acetoxy)-äthyl]-5.5-dimethyl-6-acetoxy-1.3-dioxan: 10 g di-

meres Formisobutyraldol wurden unter Kühlung in ein Gemisch von 12 g Essigsäureanhydrid und 11 g wasserfreiem Pyridin eingetragen, dann wurde 6 Stdn. bei 18° stengelassen. Das Reaktionsprodukt wurde mit 150 ccm Äther aufgenommen und hierauf nacheinander mit wäbr. 2-proz. Salzsäure, 2-proz. K_2CO_3 -Lösung und schließlich mit gesättigter wäbr. NaCl-Lösung ausgeschüttelt. Die getrocknete äther. Lösung wurde vom Äther befreit und der Rückstand im 1-Torr-Vak. destilliert. Das Diacetat ging bei 108—109° in einer Ausbeute von 10.7 g über. Farbloses, zähflüssiges, bitter schmeckendes Öl, das nach Senf riecht. Es ist in Wasser unlöslich, löst sich aber leicht in organischen Lösungsmitteln.

$C_{14}H_{24}O_6$. Ber. C 58.31, H 8.39. Gef. C 58.44, H 8.30.

0.2231 g Sbst. in 20.66 g Dioxan: $\Delta = 0.178^\circ$. Ber. Mol.-Gew. 288. Gef. Mol.-Gew. 293.

Bei der Verseifung des Diacetats mit verd. Salzsäure bei 70° wurde eine Acetylgruppe rasch, die zweite hingegen langsam abgespalten. 0.586 g Diacetat des dimeren Formisobutyraldols wurden in 20 ccm Äthanol gelöst und 30 ccm Wasser + 50 ccm n_{10} -HCl hinzugefügt. Das Gemisch wurde im Ultrathermostat nach Höppler auf 70° erhitzt. Nach bestimmten Zeitabständen wurden je 10 ccm der Lösung herausgenommen, sofort mit 10 ccm Wasser von 0° versetzt und titriert.



Abbild. Verseifung des Diacetates des dimeren Formisobutyraldols.

Zeit in Min.	Verseifte Acetylgruppen	Zeit in Min.	Verseifte Acetylgruppen
4	0.29	50	1.23
7.5	0.49	60	1.23
15	0.84	120	1.38
21.5	1.03	240	1.47
31	1.13		

[2-(α,α -Dimethyl- β -oxy)-äthyl]-5.5-dimethyl-1.3-dioxan (V): Zur Darstellung dieses Acetals wurden in einem offenen Bombenröhrchen 0.3 g β,β -Dimethyl- α,γ -dioxy-propan mit 0.29 g dimerem Form-

isobutyraldol auf 90—95° erhitzt, wobei klare Schmelze eintrat. Nun wurden 3—4 Blasen trocknen HCl-Gases eingeleitet, das mit dem Gemisch benetzte Rohr abgeschnitten und im Bombenröhrchen belassen. Nun wurde das Einschlußröhrchen zugeschmolzen und 14 Stdn. auf 100° erhitzt. Das Auftreten einer wäbr. Schicht zeigte, daß Reaktion eingetreten war. Das ölige Produkt wurde mit Äther aufgenommen und sodann im 1-Torr-Vak. destilliert. Bei 80—90° (Luftbad) gingen 0.298 g eines bald krystallisierenden Öles über. Aus Petroläther Krystalle vom Schmp. 65—66°.

$C_{10}H_{20}O_3$. Ber. C 63.79, H 10.71. Gef. C 63.27, H 10.64.

Dibenzoyl-Derivat des dimeren Formisobutyraldols, [2-(α -Dimethyl- β -benzoyloxy)-äthyl]-5.5-dimethyl-6-benzoyloxy-1.3-dioxan: 2 g Formisobutyraldol wurden in 6 ccm wasserfreiem Pyridin gelöst und unter Kühlung mit 2.5 ccm Benzoylchlorid tropfenweise versetzt. Nach 6-stdg. Stehenlassen bei 20° wurde ähnlich wie bei der Darstellung der Acetylverbindung aufgearbeitet. Der nach dem Abdestillieren des Äthers verbliebene amorphe Rückstand löste sich in niedrig siedendem Petroläther leicht auf. Beim Kratzen und längerem Stehenlassen bei 0°, namentlich aber beim Impfen mit einer Spur des krystallisierten Dibenzoats, schieden sich reichlich farblose Krystalle aus, die nach dem Umlösen aus Petroläther bei 90—90.5° schmolzen. Ausb. 2.48 g.

$C_{24}H_{28}O_6$. Ber. C 69.88, H 6.84. Gef. C 69.90, H 6.83.

0.385 g Sbst. in 15.49 g Dioxan: $\Delta = 0.306^\circ$ (kryoskop.). Ber. Mol.-Gew. 412. Gef. Mol.-Gew. 392.

Dieses Dibenzoat ist wegen der weitgehenden Substitution durch Methylgruppen sehr widerstandsfähig gegen thermische Einwirkung. So läßt es sich im Röhrchen bei 12 Torr und 290—300° (Luftbad) unzersetzt destillieren. Das übergelassene Harz krystallisierte aus Petroläther und schmolz bei 90°. Keine Erniedrigung mit dem Dibenzoat des dimeren Formisobutyraldols.

Derivate des monomeren Formisobutyraldols.

Formisobutyraldol-phenylhydrazon: 0.2 g dimeres Formisobutyraldol wurden in 5 ccm warmem Wasser gelöst und eine Lösung von 0.31 g Phenylhydrazin-hydrochlorid in wenig Wasser hinzugefügt. Zunächst schied sich ein Öl aus, das beim Kratzen bald zu einem farblosen Krystallbrei erstarrte. Der Schmelzpunkt lag im Vak.-Röhrchen bei 67—68°.

$C_{11}H_{16}ON_2$. Ber. C 68.71, H 8.39. Gef. C 68.47, H 8.19.

Formisobutyraldol-*p*-nitro-phenylhydrazon: 0.303 g *p*-Nitrophenylhydrazin wurden in 15 ccm 1-proz. Salzsäure gelöst, filtriert und in eine Lösung von 0.182 g Formisobutyraldol in 10 ccm Wasser eingetragen. Bald schieden sich gelbe Nadeln aus, die nach dem Umlösen aus Methylalkohol-Wasser im Vak.-Röhrchen bei 187.5° schmolzen.

$C_{11}H_{15}O_3N_3$. Ber. C 55.68, H 6.37. Gef. C 55.60, H 6.39.

0.2815 g Sbst. in 20.66 g Dioxan: $\Delta = 0.258^\circ$ (kryoskop.). Ber. Mol.-Gew. 237. Gef. Mol.-Gew. 255.

Formisobutyraldol-2.4-dinitro-phenylhydrazon: Das durch Einwirkung von 2.4-Dinitrophenylhydrazin-hydrochlorid auf das dimere Formisobutyraldol in warmer, wäbr.-alkohol. Lösung gebildete

Reaktionsprodukt stellt orangefarbene Nadeln vor, die im Vak.-Röhrchen bei 191—192° schmelzen.

$C_{11}H_{14}O_5N_4$. Ber. C 46.80, H 5.00. Gef. C 46.91, H 5.10.

Additionsverbindungen des monomeren Formisobutyraldols mit einfachen aliphatischen Aldehyden.

2-Methyl-5.5-dimethyl-6-oxy-1.3-dioxan: 5 g des dimeren Formisobutyraldols wurden mit 10 ccm frisch destilliertem Acetaldehyd 2 Stdn. im Einschlußrohr auf 70° erhitzt und dann 24 Stdn. bei 20° stehengelassen. Bei der Destillation bei 1 Torr gingen 2.3 g bei 50° über, die das erwartete Reaktionsprodukt enthielten. In reinem Zustand konnte aber das Aldoxan nicht gewonnen werden, da es bereits bei der Destillation teilweise Zersetzung erlitt. Wenn man diese Fraktion der Acetaldehydbestimmung mit vorgelegtem *p*-Nitro-phenylhydrazin-hydrochlorid unterwirft, so erhält man beträchtliche Mengen von Acetaldehyd-*p*-nitro-phenylhydrazon; die für das Additionsprodukt berechnete Menge wird aber nicht erhalten. Beim Stehenlassen des Destillats an der Luft tritt nach einiger Zeit deutlicher Acetaldehydgeruch auf und im Laufe von 1—2 Wochen bilden sich reichliche Mengen von dimerem Formisobutyraldol.

Beständiger erwies sich die Acetylverbindung dieses Dioxans: 1.24 g des destillierten Dioxans wurden mit 1 ccm wasserfreiem Pyridin und 1 ccm Essigsäureanhydrid vermischt und 48 Stdn. bei 20° stehengelassen. Nach Abtrennung der Begleitstoffe in der gewohnten Weise wurde im Röhrchen bei 1 Torr und 60—70° (Luftbad) destilliert, wobei 0.824 g einer farblosen Flüssigkeit, die das [2-Methyl-5.5-dimethyl-6-acetoxy]-1.3-dioxan vorstellten, übergingen.

$C_9H_{16}O_4$. Ber. C 57.43, H 8.57. Gef. C 57.51, H 8.56.

Besser kommt man zum Ziel, wenn man das rohe Additionsprodukt nicht destilliert, sondern sogleich acetyliert: 5 g dimeres Formisobutyraldol wurden mit 13.8 ccm frisch destilliertem Acetaldehyd 2 Stdn. im Einschlußrohr auf 70° erhitzt und hierauf bei 23° 2½ Tage stehengelassen. Nun wurde bei 20° Badtemperatur so lange evakuiert, bis das Reaktionsgemisch 7.7 g wog. Nach dem Hinzufügen von 5.6 ccm Essigsäureanhydrid und 5.6 ccm wasserfreiem Pyridin unter guter Kühlung blieb das Gemenge 6 Stdn. stehen. Bei der gewohnten Aufarbeitung wurde eine Flüssigkeit erhalten, von der 4 g bei 1 Torr und 40—42° übergingen. Nach der Analyse liegt das Acetylprodukt des 2-Methyl-5.5-dimethyl-6-oxy-1.3-dioxans vor.

$C_9H_{16}O_4$. Ber. C 57.43, H 8.57. Gef. C 57.22, H 8.61.

2-Äthyl-5.5-dimethyl-6-acetoxy-1.3-dioxan: 5 g dimeres Formisobutyraldol wurden mit 17.6 ccm frisch destilliertem Propionaldehyd 2 Stdn. im Bombenrohr im siedenden Wasserbad erhitzt und sodann 3 Tage bei 23° stehengelassen. Nachdem durch Evakuieren bei einer Badtemp. von 20° der Hauptteil des überschüss. Propionaldehyds entfernt war und der Rückstand 8.9 g wog, wurde mit 5.6 ccm Essigsäureanhydrid bei Anwesenheit von wasserfreiem Pyridin acetyliert. Bei der Aufarbeitung nach 12-stdg. Einwirkung wurden 6 g einer bei 1 Torr und 50—52° siedenden Flüssigkeit erhalten, die das gesuchte Reaktionsprodukt vorstellte.

$C_{10}H_{18}O_4$. Ber. C 59.38, H 8.97. Gef. C 59.20, H 9.08.

2-Isopropyl-5.5-dimethyl-6-acetoxy-1.3-dioxan: 5 g Formisobutyraldol wurden ähnlich wie vorher mit 22 ccm Isobutyraldehyd umgesetzt und hierauf nach dem Vertreiben des überschüss. Aldehyds bei 30° im Vak. acetyliert. Nach einem Vorlauf ging das Reaktionsprodukt bei 1 Torr und 65–66° in einer Ausbeute von 4.7 g über.

$C_{11}H_{20}O_4$. Ber. C 61.09, H 9.32. Gef. C 61.21, H 9.40.