

Methylalkohol und Salzsäure an der Luftpumpe grösstentheils verjagt, mit Wasser aufgenommen, vom γ -Isatropasäuremethyläther abfiltrirt, die wässrige salzsaure Lösung mit Aether ausgeschüttelt, von dessen letzten Antheilen man sie durch Durchleiten von Luft befreit, und mit Sodalösung gefällt, welche das weisse kreibige γ -Isatropylcocain frei macht.

γ -Isatropylcocain ist in allen äusseren Eigenschaften, Löslichkeitsverhältnissen und Reactionen mit der gleichnamigen natürlichen Base identisch. Es schmeckt stark bitter. Mit Mineralsäure gespalten giebt es reine γ -Säure vom Schmelzpunkt 274° .

Bei der Analyse ergab das synthetische γ -Isatropylcocain:

	Gefunden	Ber. für $C_{19}H_{23}NO_4$
C	69.33	69.30 pCt.
H	7.03	6.99 »

Organisches Labor. der Technischen Hochschule zu Berlin.

145. August Schoeller: Einige Hystazarinderivate.

(Eingegangen am 13. März.)

Zur besseren Charakterisirung des von Liebermann und mir entdeckten Hystazarins¹⁾ habe ich noch einige Abkömmlinge desselben untersucht.

Hystazarinbaryum, $C_{14}H_6O_4Ba$.

Eine alkoholische Lösung von Hystazarin wurde nach Zusatz weniger Tropfen Ammoniak mit Wasser verdünnt und mit Barytwasser gefällt. Es entstand ein dunkelblauer Niederschlag, welcher schnell abfiltrirt wurde, um das Mitfallen von kohlen-saurem Baryt zu vermeiden. Die Mutterlauge läuft stets etwas blau gefärbt ab. Das Salz wurde erst über Schwefelsäure, dann bei 130° bis zur Gewichtsconstanz getrocknet.

	Gefunden	Berechnet
Ba	36.32	36.53 pCt.

Hystazarincalcium, $C_{14}H_6O_4Ca$.

Ebenso dargestellt ist ein dunkelvioletter Niederschlag.

	Gefunden	Berechnet
Ca	14.26	14.38 pCt.

¹⁾ Diese Berichte XXI, 2501 ff.

Hystazarinäther. Gleiche Gewichtsmengen Stangenkali und Hystazarin wurden mit wenig Wasser übergossen, zur schnelleren Lösung gelinde erwärmt und mit dem fünffachen Gewicht vom Hystazarin an Jodäthyl 3 Stunden am Rückflusskühler gekocht. Die Masse wurde dann nach Abdestilliren des überschüssigen Jodäthyls filtrirt. Auf dem Filter bleibt ein gelber, krystallinischer Niederschlag, während das noch alkalische Filtrat rothviolett gefärbt abläuft.

Hystazarindiäthyläther, $C_{14}H_6O_2(O \cdot C_2H_5)_2$.

Der auf dem Filter gebliebene Rückstand besteht hauptsächlich aus dieser Verbindung und ist nach zweimaligem Umkrystallisiren aus Alkohol, woraus er in schönen, hellgelben Nadeln vom Schmelzpunkt $160-163^\circ$ erhalten wird, vollkommen rein.

	Gefunden	Berechnet für $C_{14}H_6O_2$
C	72.94	72.97 pCt.
H	5.22	5.40 »

In Alkali ist die Verbindung auch beim Kochen ganz unlöslich.

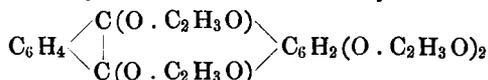
Hystazarinmonoäthyläther, $C_{14}H_6O_2(O \cdot C_2H_5) \cdot OH$.

Aus dem alkalischen Filtrat mit Säure gefällt, wird er beim Umkrystallisiren aus Alkohol in undeutlichen, wenig scharf zwischen $234-240^\circ$ schmelzenden, gelben Nadelchen erhalten.

	Gefunden	Berechnet für $C_{14}H_{12}O_4$
C	71.50	71.64 pCt.
H	4.56	4.47 »

Alkali und Ammoniak lösen den Monoäthyläther mit carmoisinrother Farbe, Baryt- und Kalkwasser geben schon in der Kälte, besser beim Kochen, rothe Lösungen, während Hystazarin unter denselben Bedingungen unlösliche Niederschläge giebt. In den Löslichkeitsverhältnissen dieser Salze des Monoäthers im Vergleiche mit dem ihm zu Grunde liegenden Dioxyanthrachinon spiegelt sich also das Löslichkeitsverhältniss der Alizarin- gegen die Monoxyanthrachinonsalze wieder.

Tetracetyloxanthranol des Hystazarins,



wurde bei dreistündigem Kochen von 1 Theil Hystazarin mit 1.5 Theilen entwässertem Natriumacetat, 12 Theilen Essigsäureanhydrid und 3 Theilen Zinkstaub erhalten. Die gelbliche, blau fluorescirende Lösung bleibt, mit etwas Eisessig versetzt, bis zur Zerstörung des Essigsäureanhydrids stehen und wird dann mit Wasser gefällt. Der Niederschlag aus Alkohol umkrystallisirt bildet schöne, lange, farblose Nadeln vom Schmelzpunkt $217-219^\circ$.

	Gefunden	Berechnet für $C_{22}H_{18}O_8$
C	64.33	64.39 pCt.
H	4.38	4.39 »

Zur genaueren Feststellung der Zahl der vorhandenen Acetylgruppen wurde eine quantitative Spaltung der Substanz nach der von Liebermann angegebenen Methode mittelst nitrosfreier concentrirter Schwefelsäure vorgenommen. Die Menge des entacetylierten Products ergab sich zu:

Gefunden		Berechnet
I.	II.	für $C_{14}H_8O_4 + C_{14}H_{10}O_4$
57.86	57.80	58.77 pCt.

Das abgeschiedene Product krystallisirte aus Alkohol in dunkelgelben Blättchen, welche bei der Analyse ergaben:

Gefunden		Berechnet	
		für $C_{14}H_{10}O_4$ oder $C_{28}H_{18}O_8$	
C	69.43	69.42	69.70 pCt.
H	3.61	4.13	3.73 »

Das Spaltproduct ist ein Reductionsproduct des Hystazarins, wie aus seiner Lösungsfarbe in Alkali hervorgeht, die grün ist, während Hystazarin sich mit kornblumenblauer Farbe löst. Der Analyse nach enthält es aber etwas weniger Wasserstoff, als sich für das Oxanthranol berechnet, was sich bei der grossen Oxydationsfähigkeit der Verbindungen dieser Gruppe an der Luft leicht erklärt. Es war danach nicht mit Sicherheit zu entscheiden, ob in dem Spaltungsproduct ein schon theilweise zu Hystazarin oxydirtes Oxanthranol oder eine besondere Verbindungsstufe $C_{28}H_{18}O_8$ vorlag.

Organ. Laborat. der technischen Hochschule zu Berlin.

146. A. Pinner und A. Spilker: Ueber Hydantoine.

(Eingegangen am 13. März.)

Vor einiger Zeit hat der Eine von uns gezeigt¹⁾, dass die von ihm in Gemeinschaft mit Hrn. J. Lifschütz in diesen Berichten²⁾ unter dem Namen »Metapyrazolone« beschriebenen Producte, welche bei der Verseifung der Harnstoffverbindungen der Cyanhydrine ($R \cdot CH < \begin{matrix} CN \\ NH \end{matrix} \cdot CO \cdot NH_2$) mit Salzsäure entstehen und der allgemeinen

¹⁾ Diese Berichte XXI, 2320.

²⁾ Diese Berichte XX, 2351.