

Analyse: Ber. für $C_8H_{11}N_4O_{10}$.

Procente: C 29.7, H 3.4, N 17.3.

Gef. » » 29.3, » 3.3, » 17.55.

Die aus den Analysendaten berechnete Formel löst sich, da ein Pikrat vorlag, auf in $C_2H_8NO_3 \cdot C_6H_5(NO_2)_3OH$.

Ueber die Natur der Spaltungsproducte fehlt vorderhand noch jeder Anhalt. Doch weisen auch sie, wie schon frühere Ergebnisse¹⁾, darauf hin, dass nur ein Stickstoffatom im Ringe, das zweite dagegen in offener Kette zu suchen ist.

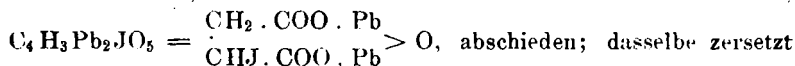
Die Aufklärung der Constitution dieser Spaltungsproducte ist zweifellos ein Weg, der für die Erkenntniss der Constitution der Sparteinmolekel von Bedeutung ist; aber er ist keineswegs bequem, da die Ausbeuten bei 12wöchentlicher Reactionszeit noch recht schlechte sind. Es sind daher Versuche im Gange, den Weg zu verkürzen und dasselbe oder ein ähnliches Resultat nach abgeänderter Methode zu erreichen und so schneller zum Ziele zu kommen. Hoffentlich kann ich der Gesellschaft darüber bald Mittheilung machen.

Breslau, im Januar 1897.

35. Heinrich Brunner und Ernest Chuard: Ueber Monojodbernsteinsäure.

(Eingegangen am 25. Januar.)

Gelegentlich unserer Studien über die Absorption des Jodes durch Frucht- und Pflanzen-Säfte¹⁾ theilten wir mit, dass sich Monojodbernsteinsäure bildet, die wir in der Form eines basischen Bleisalzes,



sich in concentrirter wässriger Lösung, ebenso wie beim Erhitzen, unter Abscheidung von Jodblei und giebt beim Behandeln mit molekularem Silber und Wasser Aepfelsäure.

Da nun bisher die Monojodbernsteinsäure nicht untersucht wurde, so war es für uns von Interesse, dieselbe darzustellen und speciell zu prüfen, ob die synthetisch gewonnene Säure dasselbe Bleisalz wie die aus Pflanzensäften erhaltene giebt. Es gelang uns, geringe Mengen der Säure durch Erhitzen von Bernsteinsäure mit Jod und Quecksilberoxyd im geschlossenen Rohr darzustellen, leichter jedoch durch Einwirkung von Jodkalium auf Monobrombernsteinsäure, und zeigt die

¹⁾ Diese Berichte 26, 3402.

²⁾ Diese Berichte 19, 598.

so gewonnene Säure genau dasselbe Verhalten wie die aus Pflanzensäften gewonnene.

Ein Molekül Monobrombernsteinsäure (3.9 g), in absolutem Alkohol gelöst, wurde mit einem Molekül Kaliumjodid (3.3 g) bei gewöhnlicher Temperatur 24 Stunden lang, unter öfterem Umschwenken und bis der in Alkohol unlösliche Rückstand keine Jodreaction mehr zeigte, stehen gelassen; dann wurde abfiltrirt und das Filtrat mit so viel Wasser verdünnt, bis basisches Bleiacetat nicht mehr einen gelben, sondern einen weissen Niederschlag erzeugte; nun wurde die Fällung des Bleisalzes, wie bei den Fruchtsäften, durch Zusatz von Alkohol vollendet. Das nach dem Auswaschen und Trocknen bei 100° analysirte Bleisalz liefert dieselben Zahlen wie das aus Pflanzen erhaltene basische Bleimonojodsuccinat. $C_4H_3Pb_2JO_5$, wie die Bleibestimmung es beweist:

Analyse: Ber. Procente: Pb 61.4 pCt.
 Gef. » » 62.04 »

Ferner zeigte es dasselbe qualitative Verhalten: Für sich oder in concentrirter wässriger Lösung erhitzt, schied es Jodblei ab; auch wurde es auf folgende Weise, wie das früher beschriebene Salz, in Aepfelsäure übergeführt. Das in Wasser suspendirte Bleisalz wurde mit Schwefelwasserstoff behandelt, filtrirt, und die filtrirte Lösung nach dem Verjagen des Schwefelwasserstoffes mit wässrigem Silberoxyd digerirt, bis in der Lösung kein Jod mehr nachzuweisen war; da nach dieser Behandlung die Lösung noch etwas Silber enthielt, so wurde mit Salzsäure versetzt, abfiltrirt und zur Krystallisation eingedampft; es bildeten sich weisse, zerfliessliche, büschelförmige Nadeln, bei 100° schmelzbar, welche alle Reactionen der Aepfelsäure gaben.

Die Monojodbernsteinsäure zu isoliren gelang nicht. Schon bei gewöhnlicher Temperatur zersetzt sie sich beim Verdampfen ihrer alkoholischen Lösung — wie zu erwarten war — unter Abscheidung von Jod in Fumarsäure. Wir erkannten letztere an folgenden Reactionen: sie stellte kleine, weisse, prismatische Krystalle dar, schwer in Wasser löslich, und schied sich, nach dem Auflösen in Natriumhydrat, auf Zusatz von Salzsäure als weisser Niederschlag wieder ab; sie bildete ein unlösliches Silbersalz und sublimirte gegen 200°.

Lausanne, Laboratorium der Universität, im Januar 1897.