

neutrale Kaliumsalz in hübschen Warzen aus langen Nadeln krystallisiert, aber erst aus syrupdicker Lösung.

Endlich sei noch hervorgehoben, dass die mässig verdünnte Lösung des sauren Kaliumsalzes nach Zusatz von essigsauerm Baryum, beim vorsichtigen Sättigen seiner Lösung mit Aceton eine Abscheidung von opaken charakteristischen Körnern (an der Glaswand haftend) liefert, eine Thatsache, welche vielleicht bei weiteren Versuchen zur Auffindung einer besseren Abscheidungsmethode dienlich sein kann.

Die oben erwähnte schlechte Ausbeute an der werthvollen Substanz gab schliesslich Veranlassung, zu versuchen, ob nicht durch erneute Oxydation der Mutterlaugen noch weitere Mengen der gleichen Säure gewinnbar wären. Die betreffenden Versuche zeigten, dass dem wirklich so ist; sie sind aber noch nicht reif zur Publication.

Die Untersuchung wird überhaupt nach verschiedenen Richtungen fortgesetzt.

531. H. Kiliiani und O. Mayer: Ueber die Identität von Digitoflavin und Luteolin.

[Mittheilung aus der medicinischen Abtheilung des Universitäts-Laboratoriums Freiburg i. B.]

(Eingegangen am 15. October 1901.)

Bei Verarbeitung von Digitalisblättern auf Digitoxin wurde als regelmässiger Begleiter des Letzteren ein Körper aufgefunden¹⁾, welchen später Fleischer unter Mitwirkung von Fromm als ein Flavon erkannte²⁾, weshalb die Substanz den Namen Digitoflavin erhielt. Dasselbe zeigte wohl grosse Aehnlichkeit mit dem Luteolin; Fleischer vermochte aber mittels Essigsäureanhydrid, Benzoylchlorid und Benzolsulfochlorid nur drei Hydroxylgruppen in seinem Flavon nachzuweisen, während das Luteolin nach A. G. Perkin³⁾ deren vier enthält. Wir waren eben mit einer Revision und Ergänzung der Arbeit von Fleischer beschäftigt, als Diller und von Kostanecki die Vermuthung äusserten⁴⁾, dass das Digitoflavin vielleicht doch mit dem Luteolin identisch sein dürfte. Wir können jetzt die Richtigkeit dieser Auffassung bestätigen auf Grund folgender Beobachtungen.

Das sogenannte Digitoflavin liefert beim Schmelzen mit Alkali neben Phloroglucin, welches schon Fleischer nachgewiesen hatte,

¹⁾ Kiliiani, Arch. d. Pharm. 233, 313.

²⁾ Diese Berichte 32, 1184 [1899].

³⁾ Journ. Chem. Soc. 69, 206.

⁴⁾ Diese Berichte 34, 1453 [1901].

thatsächlich auch Protocatechusäure, deren Identität jetzt durch Schmp. 196°, Reactionen und Analyse festgestellt wurde.

$C_7H_6O_4 + H_2O$. Ber. C 48.81, H 4.69.

Gef. » 48.79, » 4.93.

Durch Benzoylirung des Digitoflavons nach der Vorschrift Fleischer's und nach der von Perkin wurde nur ein Tribenzoat erhalten.

0.2339 g Sbst.: 0.6174 g CO_2 , 0.0908 g H_2O .

$C_{15}H_7O_6(C_7H_5O)_3$. Ber. C 72.21, H 3.71.

Gef. » 71.98, » 4.31.

Molekulargewichts-Bestimmungen in 10 g Naphtalin:

Sbst.: 0.242 g, E 0.28°. — Mol.-Gew.: Ber. 598, Gef. 601.

» 0.1654 g, » 0.19°, » » 598, » 606.

Der Schmelzpunkt dieses Productes war auffälliger Weise 200—201°, also zusammenfallend mit jenem, welchen Perkin für sein Tetrabenzoat angiebt, während Fleischer's Tribenzoat bei 219° geschmolzen sein soll.

Ein zweifelloses Tetrabenzoat wurde dagegen erhalten nach der Methode von Deninger¹⁾, und zwar sowohl direct aus dem Digitoflavon, als auch aus obigem Tribenzoat.

1 g Digitoflavon + 15 g Pyridin + 10 g Benzoylchlorid, einige Zeit geschüttelt und dann 12 Stunden stehen gelassen, lieferten nach entsprechender Verarbeitung reichlich Krystalle vom Schmp. 200.5°.

0.2658 g Sbst.: 0.7118 g CO_2 , 0.0964 g H_2O .

$C_{15}H_6O_8(C_7H_5O)_4$. Ber. C 73.48, H 3.74.

Gef. » 73.03, » 4.03.

1 g Tribenzoat + 20 g Pyridin + 2 g Benzoylchlorid, bei niedriger Temperatur reagirend, ergaben leicht das nämliche Product.

0.1504 g Sbst.: 0.4046 g CO_2 , 0.0545 g H_2O , entspr. C 73.36, H 4.02.

Molekulargewichts-Bestimmungen in 10 g Naphtalin:

Sbst.: 0.127 g, E 0.125°. — Mol.-Gew.: Ber. 702, Gef. 707.

Endlich wurde noch das Färbevermögen des sogenannten Digitoflavons untersucht mit Hilfe von Beizstreifen²⁾, welche wir Hrn. Dr. Feuerstein verdanken. 0.1 g Flavon, in 100 g kochenden Wassers vertheilt bezw. gelöst, veranlassten tadellose Ausfärbung der Streifen, ohne oder auch nach Zusatz einiger Tropfen Essigsäure.

Die Digitalisblätter enthalten demnach Luteolin und der Name Digitoflavon erscheint jetzt überflüssig.

¹⁾ Diese Berichte 28, 1322 [1895].

²⁾ A. Scheurer und Brylinski, Bull. Soc. ind. Mulhouse 1897.