

393. St. v. Kostanecki und R. G. Krembs:
Zur Kenntniss des Catechins.

(Eingegangen am 24. Juni 1902.)

Der von Kostanecki und Tambor beschriebene Catechintetramethyläther, $C_{15}H_9O(OH)(OCH_3)_4$, ergab bei der näheren Untersuchung folgende Resultate:

Molekulargewichtsbestimmung nach der Gefriermethode:

Bei 23.3 g Benzol, 0.1048 g Sbst.: Depr. 0.065°.

Mol.-Gew. Ber. 346. Gef. 346.

Molekulargewichtsbestimmung nach der Siedemethode:

0.1580 g Sbst. erhöhten den Siedepunkt von 17 g Benzol um 0.07°.

Mol.-Gew. Ber. 346. Gef. 346.5.

Bestimmung der Zahl der Methoxygruppen:

0.2046 g Sbst. ergaben 0.5508 g Jodsilber.

$C_{15}H_9O(OH)(OCH_3)_4$. Ber. CH_3O 35.83. Gef. CH_3O 35.53

Die Richtigkeit der für den Catechintetramethyläther aufgestellten Formel wird ferner durch die Analyse des Monobrom-Catechintetramethyläthers auf's Beste bestätigt.

Monobrom-Catechintetramethyläther,

$C_{15}H_8BrO(OH)(OCH_3)_4$.

Zu einer Lösung von Catechintetramethyläther (1 Mol.-Gew.) in Chloroform setzt man 1 Mol.-Gew. Brom, ebenfalls in Chloroform gelöst, langsam hinzu.

Es tritt alsbald Bromwasserstoff-Entwicklung ein, und nach dem Verdunsten des Chloroforms erhält man bei richtiger Operation eine weisse, krystallinische Masse. Hat man zu wenig Lösungsmittel genommen, so ist der Rückstand bläulich gefärbt und schmierig, liefert aber nach mehrmaligem Umkrystallisiren ein vollständig weisses Product.

Nadeln, die sich bei 170° unter Anschäumen zersetzen.

$C_{15}H_8BrO_6$. Ber. C 53.64, H 4.94, Br 18.82.

Gef. » 53.74, » 5.21, » 18.80.

Von reiner concentrirter Schwefelsäure wird diese Substanz mit gelber Farbe aufgenommen; diese Lösung erscheint nach einigem Stehen schwach roth gefärbt. Lösungsfarbe in roher Schwefelsäure grün, beim Stehen schmutzig violett.

Leichter lässt sich dieses Bromproduct darstellen, wenn man den Catechintetramethyläther in Eisessiglösung bromirt. Das gebildete Bromproduct scheidet sich aus der Lösung in weissen Nadelchen aus und wird behufs Reinigung zuerst aus Benzol, dann aus Alkohol bis zum constanten Schmelzpunkt umkrystallisirt.

$C_{15}H_8BrO_6$. Ber. C 53.64, H 4.94, Br 18.82.

Gef. » 53.52, » 5.22, » 18.98.

Monobrom-Monoacetyl-Catechintetramethyläther,
 $C_{15}H_9BrO(O.CO.CH_3)(OCH_3)_4$.

Der Monobrom-Catechintetramethyläther lässt sich durch kurzes Kochen mit Essigsäureanhydrid und entwässertem Natriumacetat acetylire. Das entstandene Acetylproduct krystallisirt aus ziemlich viel Alkohol in prachtvollen, seideglänzenden, weissen Nadeln, die fast denselben Schmp. (172^0) besitzen wie die nicht acetylrte Verbindung, jedoch ohne Aufschäumen zu einer klaren Flüssigkeit schmelzen.

$C_{21}H_{23}BrO_7$. Ber. C 58.96, H 4.92, Br 17.13.

Gef. » 58.84, » 5.13, » 17.39.

Bestimmung der Zahl der Acetylgruppen nach Wenzel:

0.1630 g Sbst. lieferten ein Destillat, welches 3.8 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Kalilauge neutralisirte.

$C_{15}H_9BrO(OCO.CH_3)(OCH_3)_4$. Ber. $CH_3.CO$ 9.2. Gef. $CH_3.CO$ 10.0.

Wir glauben nun für das wasserfreie Catechin die Formel $C_{15}H_9O(OH)_5$ bewiesen zu haben. Die Untersuchung des Catechins wird fortgesetzt.

Bern. Universitätslaboratorium.

394. C. N. Riiber: Die Synthese der α -Truxillsäure.

(Vorgetragen in der Sitzung von Hrn. C. Liebermann.)

Seit einiger Zeit bin ich auf Veranlassung des Hrn. Prof. C. Liebermann damit beschäftigt, verschiedene Derivate der gelben Cinnamylidenmalonsäure, der Cinnamylidenessigsäure und des daraus dargestellten Phenylbutadiens¹⁾, besonders ihre Additionsproducte zu untersuchen. Bei diesen Arbeiten sollte auch auf ein zweites, isomeres Phenylbutadien gefahndet werden, von dem erwartet wurde, dass es bei der Sublimation der von C. Liebermann entdeckten weissen, belichteten Cinnamylidenmalonsäure²⁾ entstehen würde. Bei dem letzteren Versuch erhielt ich aber nicht den gesuchten Kohlenwasserstoff, sondern statt dessen eine durch nur theilweise Kohlensäureabspaltung entstandene neue, mit den beiden bekannten Cinnamylidenessigsäuren isomere Säure, die sich besonders bei der Oxydation mit Kaliumpermanganat von diesen ganz verschieden verhält.

Mit freundlicher Zustimmung des Hrn. Prof. Liebermann habe ich die Untersuchung über die belichtete Cinnamylidenmalonsäure im hiesigen Universitätslaboratorium fortgesetzt.

¹⁾ Diese Berichte 33, 2401 [1900]. ²⁾ Diese Berichte 28, 1440 [1895].