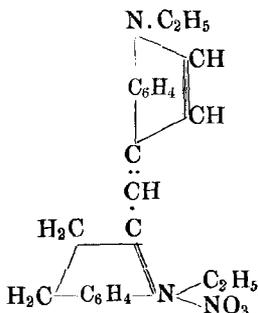


Aus der Analyse wie aus der Darstellung geht hervor, dass die Verbindung das salpetersaure Salz der Diäthylisocyaninbase ist und folgende Constitution besitzt:



Besonders das Nitrat des Aethylroths und seine Homologen sind praktisch werthvolle Sensibilisatoren, da sie gegenüber den Jodverbindungen selbst sich durch besonders grosse Wasserlöslichkeit und durch die vortheilhafte Eigenschaft auszeichnen, die Bromsilbergelatineplatte viel weniger zu verschleiern als die jodhaltigen Farbstoffe, aus denen sie entstanden sind. Die Sensibilisierungscurven sind durchgehends gleich hoch, vielfach höher als bei den Jodverbindungen und reichen zum Theil mit steilem Abfall etwas weiter in's Roth.

Ueber die Constitution der Lepidinfarbstoffe wird demnächst näher Bericht erstattet werden.

Photochemisches Laboratorium der Königlichen Technischen Hochschule zu Berlin.

300. Emil Abderhalden und Peter Bergell: Zur Kenntniss des Epinephrins (Adrenalins).

[Aus dem I. Chem. Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 9. Mai 1904.)

Das blutdrucksteigernde Princip der Nebenniere ist bekanntlich als krystallisirte Verbindung isolirt worden. Bezüglich der empirischen Formel besteht eine verschiedenartige Auffassung zwischen Abel¹⁾ und Pauly²⁾. Zur Discussion stehen die Formeln $C_{10}H_{13}NO_3$, $\frac{1}{2}H_2O$ und $C_9H_{13}NO_3$. Beide Autoren bedienen sich der gleichen Darstellungsmethode der rohen, aber bereits krystallisirten Substanz. Die angewandten Reinigungsverfahren differiren unwesentlich. Ein ausreichender, analytischer Beweis wurde bisher für keine der beiden Formeln erbracht.

Wir haben nun gefunden, dass bei der zur Herstellung benutzten Methode von Abel stets eine geringe Zersetzung der Substanz stattfindet. Vermeidet man bei der Darstellung eine Oxydation der freien Base, so ergibt die Analyse einen höheren Kohlenstoffgehalt als bei

¹⁾ Diese Berichte 36, 1839 [1903]; 37, 368 [1904].

²⁾ Diese Berichte 36, 2944 [1903]; 37, 1388 [1904].

den nach Abel und Pauly hergestellten Präparaten. Die reine Verbindung ist weiss und einheitlich krystallisirt. Ihr Zersetzungspunkt liegt höher als in der Literatur angegeben ist, und die Lösung ihres Hydrochlorates zeigt eine erhöhte Haltbarkeit gegenüber den bisher in der Medicin angewandten Präparaten.

Die Herstellung der Substanz geschah zunächst nach den Vorschriften von Abel durch Extraction der Drüsen mit trichloressigsäurehaltigem Alkohol. Die Reinigung der noch aschehaltigen Präparate führten wir gleichfalls vermittels der Löslichkeit des Oxalates in Alkohol aus. Die Substanz wurde in oxalsäurehaltigem Alkohol gelöst, filtrirt, zum Filtrat Wasser hinzugefügt, und der Alkohol unter stark vermindertem Druck schnell verdampft. Aus der wässrigen Lösung wurde die freie Base mit Ammoniak gefällt und ausgewaschen. Die erhaltenen Präparate waren aschefrei und chlorfrei und zeigten sofort den Zersetzungspunkt 212° (corr. 216°). Sie waren jedoch niemals rein weiss und gaben in der Analyse einen um ca. 0.5 pCt. geringeren Kohlenstoffgehalt als die Formel $C_9H_{13}NO_3$ verlangt. Nach dem Umlösen und Fällen erhält man dieselben analytischen Werthe. Bei der Ausfällung durch Ammoniak färbt sich die Flüssigkeit rosa.

Zur Analyse wurde im Vacuumexsiccator über Schwefelsäure bis zur Gewichtsconstanz getrocknet. Mit Bleichromat gemischt verbrannt, gab die Substanz folgende Zahlen:

0.1925 g Sbst.: 0.4125 g CO_2 , 0.1246 g H_2O = 58.44 pCt. C und 7.18 pCt. H.

Die Theorie verlangt für die zur Discussion stehenden Formeln:

$C_{10}H_{13}NO_3 \cdot \frac{1}{2}H_2O$. Ber. C 58.82, H 6.82, N 6.86.

$C_9H_{13}NO_3$. » » 59.01, » 7.10, » 7.65.

Die Substanz wurde zwei Mal als Hydrochlorat gelöst, mit Ammoniak wieder ausgefällt und nach gleicher Vorbereitung analysirt.

0.1623 g Sbst.: 0.3479 g CO_2 , 0.1043 g H_2O = 58.46 pCt. C und 7.14 pCt. H.
— 0.1123 g Sbst.: 7.2 ccm N (14° , 762 mm) = 7.56 pCt. N.

Wurde die Substanz in der berechneten Menge Normalsalzsäure gelöst, mit Wasser verdünnt und mit $\frac{9}{10}$ der berechneten Menge Normalalkali gefällt, so war dieselbe undeutlicher krystallinisch und die Lösung etwas mehr roth gefärbt.

0.1694 g Sbst.: 0.3625 g CO_2 , 0.1032 g H_2O = 58.36 pCt. C und 6.77 pCt. H.

Fällt man die Verbindung aus der alkoholischen Lösung des Hydrochlorats durch die berechnete Menge Normalalkali, so ist die krystallinische Form deutlicher. Der Kohlenstoffgehalt war nicht verändert.

0.1532 g Sbst.: 0.3283 g CO_2 , 0.0984 g H_2O = 58.44 pCt. C und 7.13 pCt. H.

Löst man die Substanz als Acetat, entfärbt nochmals mit Thierkohle und fällt unter Einleiten von Wasserstoff mit verdünntem Ammoniak, so erscheint die Substanz wesentlich reiner an Krystallform und Farbe. Mikroskopisch spitze Blättchen, zu Sternen gruppiert. Der Schmelzpunkt bleibt constant.

0.1566 g Sbst.: 0.3373 g CO₂, 0.1026 g H₂O = 58.74 pCt. C und 7.28 pCt. H.

Beim Erhitzen im Vacuum auf 80° verliert die Substanz 0.4—0.5 pCt. an Gewicht, nimmt jedoch an der Luft schnell wieder zu bis zum ursprünglichen Gewicht.

Es wurde nochmals in der erwähnten Weise umgelöst.

0.1688 g Sbst.: 0.3636 g CO₂, 0.1098 g H₂O = 58.75 pCt. C und 7.23 pCt. H.

Nach diesen Erfahrungen haben wir die Verbindung nach einem Verfahren dargestellt, das von Anfang an eine Oxydation vermeidet.

Die Drüsen wurden mit essigsaurem Alkohol unter Einleiten von Wasserstoff bei gewöhnlicher Temperatur extrahirt, das Filtrat im Vacuum eingeeengt und mit Ammoniak, wie beschrieben, gefällt. Zur Reinigung wurde hierauf der Niederschlag zwei Mal als Oxalat umgelöst und gefällt.

Diese Präparate waren stets rein weiss. Zersetzungspunkt 212° (216° corr.). Der Kohlenstoffgehalt war ein höherer als der der bisherigen Präparate.

0.1373 g Sbst.: 0.2988 g CO₂, 0.0894 g H₂O = 59.35 pCt. C und 7.23 pCt. H.

Hiernach schliessen wir uns zwar der Ansicht Pauly's an, der die Formel C₉H₁₃NO₃ vertheidigt, machen aber auf die Oxydirbarkeit der Substanz bezüglich der Bewerthung der Analysenzahlen aufmerksam. Wir theilen diese Daten mit, weil die pharmakologische Wirkung in ihrer Intensität und ihrem Verlauf von dem Reinheitsgrad beeinflusst wird.

301. Otto Hauser: Ueber basisches Zirkonsulfat.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 5. Mai 1904.)

Bekanntlich sind bis zur Zeit in Wasser schwer lösliche, krystallisirte Zirkonverbindungen nicht hergestellt worden. Die zahlreichen amorphen Niederschläge der Zirkonerde sind wenig charakteristisch, und für viele Zwecke sehr störend ist ihre besonders stark ausgeprägte Eigenschaft, Salze und andere Verunreinigungen aus der Mutterlauge mit niederzureissen. Von Venable (Am. Soc. 20, 119) ist daher zur Reinigung der Zirkonerde ihr Oxychlorid herangezogen worden. Dasselbe ist jedoch leicht löslich und besitzt nur geringe Krystallisationsfähigkeit.