

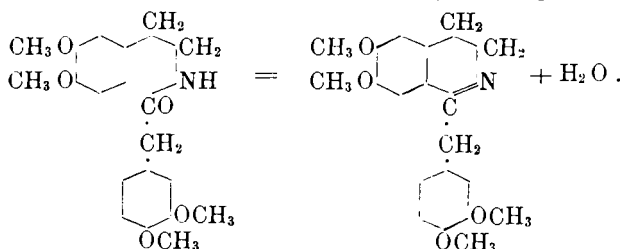
arbeiten¹⁾ der bei der Darstellung dieses Esters verbleibenden Mutterlaugen konnte das dimolekulare Sulfid nachgewiesen werden, das an seinen in charakteristischer Weise an einander gelagerten Krystallnadeln, seiner geringen Löslichkeit und seinem Schmelzpunkt leicht erkannt werden kann. Es entsteht aus dem ursprünglichen Dithiol durch die Einwirkung des Luftsauerstoffs, langsam schon im Dunkeln, schneller im direkten Sonnenlicht. Das trimolekulare Sulfid wurde hierbei nicht angetroffen, während unter denselben Bedingungen aus α, α_1 -Disulfhydryl- β, β_1 -diphenyl-thio- γ -pyron²⁾ nur das entsprechende trimolekulare Sulfid gebildet zu werden scheint.

Es sei erwähnt, daß der Disulfhydrylthiopyrondicarbonsäureester in Benzollösung durch Phosphorpentachlorid schon in der Kälte, je nach der Menge des Chlorids und der Dauer der Einwirkung, zu di- bzw. trimolekularem Sulfid oxydiert wird.

436. Amé Pictet und Alfons Gams: Synthese des Papaverins.

(Eingegangen am 22. Juli 1909; mitgeteilt i. d. Sitzung v. Hrn. R. Pschorr.)

Wie der eine von uns in Gemeinschaft mit Fräulein M. Finkelstein kürzlich gezeigt hat³⁾, geht das Homoveratroyl-homoveratrylamin, wenn man es in kochender Xylollösung mit Phosphorpentoxyd behandelt, nach folgender Gleichung in Dihydro-papaverin über:

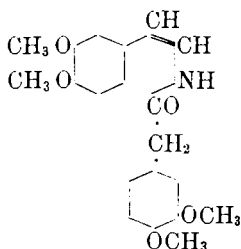


Diese Reaktion wurde ursprünglich in der Absicht ausgeführt, durch gemäßigte Oxydation des entstandenen Produkts zum Papaverin zu gelangen. Es stellte sich aber heraus, daß diese Oxydation schwer zu bewerkstelligen ist, und zwar konnte bis jetzt auf diesem Wege das Papaverin nicht erhalten werden. Obgleich weitere Versuche in dieser Richtung noch im Gange sind, suchten wir unter-

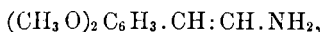
¹⁾ Diese Berichte **41**, 4032 [1908]. ²⁾ Diese Berichte **38**, 2890 [1905].

³⁾ Diese Berichte **42**, 1979 [1909].

dessen vermittelt des gleichen, von Pictet und Kay¹⁾ verbesserten Bischler-Napieralskischen Verfahrens, das Papaverin direkt zu erhalten. Der nächstliegende Gedanke war, dazu einen Körper zu verwenden, welcher 2 Wasserstoffatome weniger enthalten sollte als das Homoveratroyl-homoveratrylamin. Die Darstellung eines solchen, nach folgender Formel konstituierten Körpers:

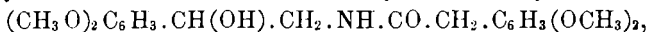


gelang uns aber nicht, und zwar infolge der Unbeständigkeit des ungesättigten primären Amins,

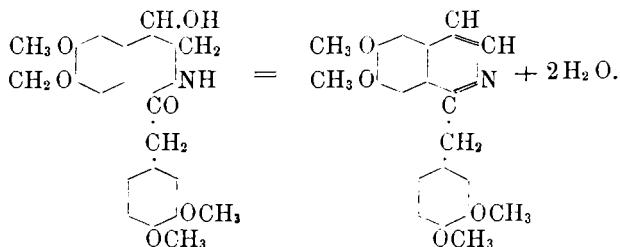


welches durch nachherige Kondensation mit Homoveratrumsäurechlorid das gesuchte Produkt geliefert hätte.

Wir schlugen dann einen anderen Weg ein und stellten das hydroxylierte Derivat des Homoveratroyl-homoveratrylamins dar,



in der Hoffnung, daß es bei der Behandlung mit Phosphorpentoxyd zwei Moleküle Wasser verlieren und nach folgender Gleichung in Papaverin übergehen würde:

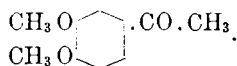


Unsere Voraussetzung wurde durch den Versuch bestätigt. Wir fanden, daß das Homoveratroyl-oxy-homoveratrylamin (so dürfte der Körper am kürzesten bezeichnet werden) mit Phosphorpentoxyd unter den von Pictet und Kay festgestellten Bedingungen mit der größten Leichtigkeit reagiert und mit befriedigender Ausbeute eine kristallisierte Base liefert, die, wie weiter unten gezeigt werden soll, mit dem Opium-Papaverin identisch ist.

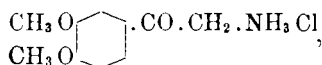
¹⁾ Diese Berichte **42**, 1973 [1909].

Zur Darstellung des Homoveratroyl-oxy-homoveratryl-amins sind wir folgendermaßen verfahren.

Vom Veratrol ausgehend, stellten wir zuerst mittels Acetylchlorid und Aluminiumchlorid das bereits von Neitzel¹⁾ und von Bouveault²⁾ beschriebene Acetoveratron dar:

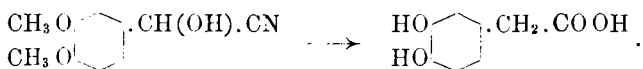


Dieses wurde durch Amylnitrit und Natriumäthylat in sein ω -Isotri-nitrosoderivat übergeführt, welches durch Zinnchlorür und Salzsäure zum Chlorhydrat des ω -Amino-acetoveratrons,



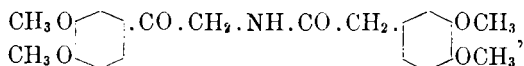
reduziert wurde. Die entsprechende Base ist unbeständig, braucht aber nicht isoliert zu werden, indem das Chlorhydrat direkt zur weiteren Kondensation mit Homoveratrumssäure verwendet werden kann.

Letztere Säure stellten wir diesmal nicht, wie dies bei der Synthese des Laudanosins der Fall war, durch Oxydation des Eugenols dar, sondern bereiteten sie aus Vanillin nach der vortrefflichen Vorschrift, welche Czaplicki, v. Kostanecki und Lampe³⁾ für die Darstellung von *o*-Oxyphenylessigsäure aus Methylsalicylaldehyd kürzlich gegeben haben. Vanillin wurde durch Methylierung und Behandlung mit Cyanwasserstoffsäure in Dimethoxy-mandelsäurenitril übergeführt und dieses mit Jodwasserstoffsäure gekocht. Es findet dann zu gleicher Zeit Reduktion, Verseifung und Entmethylierung statt, und man erhält mit guter Ausbeute Homoprotocatechusäure,



Durch Methylierung mittels Jodmethyl oder Dimethylsulfat wird alsdann die Homoprotocatechusäure in Homoveratrumssäure, $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{C}_6\text{H}_3 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{COOH}$, und diese durch Phosphorpentachlorid in ihr Chlorid verwandelt.

Das so gewonnene Homoveratroylchlorid wurde mit der wäßrigen Lösung des salzsauren Amino-acetoveratrons in Gegenwart von Kalilauge geschüttelt, wobei Homoveratroyl- ω -amino-acetoveratron,

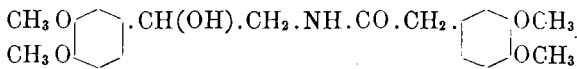


¹⁾ Diese Berichte **24**, 2864 [1891].

²⁾ Bull. soc. chim. [3] **17**, 1021 [1897].

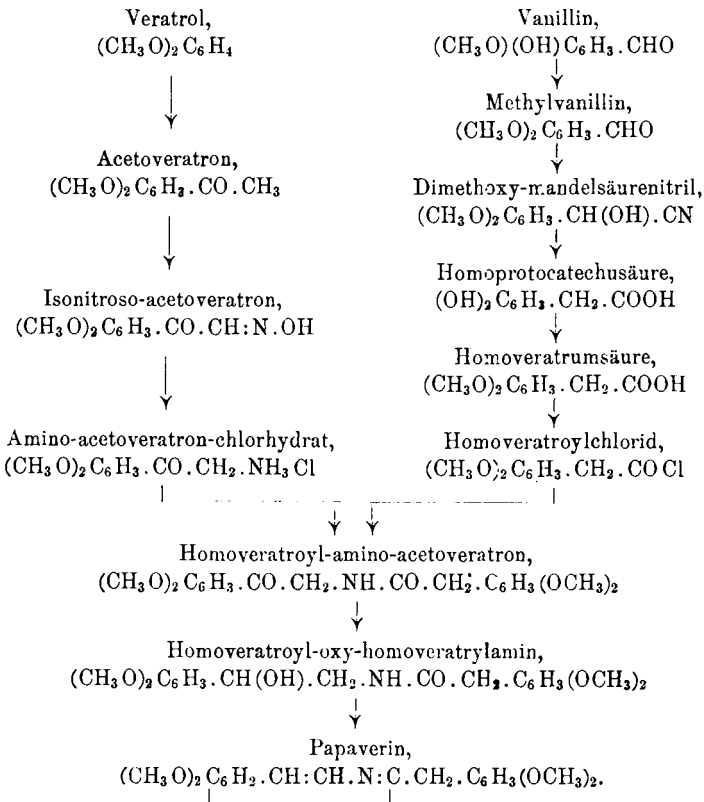
³⁾ Diese Berichte **42**, 828 [1909].

entstand. Letzteres wurde durch Natriumamalgam bei 40—50° in neutral gehaltener, alkoholischer Lösung reduziert. Von den beiden Carbonylgruppen, die im Molekül vorhanden sind, wird unter diesen Bedingungen nur die eine, nämlich die Keton-Charakter tragende, angegriffen und in eine sekundäre Carbinolgruppe verwandelt. Dabei findet keine Abspaltung der Homoveratroylgruppe statt, und das einzige Produkt der Operation ist das gesuchte Homoveratroyl-oxy-homoveratrylamin,



Durch kurze Behandlung mit Phosphorpentoxyd in kochender Xylollösung wird diese Verbindung zuletzt nach der oben angeführten Gleichung in Papaverin verwandelt.

Zur besseren Übersicht stellen wir die Reihenfolge der bei dieser Synthese ausgeführten Reaktionen tabellarisch zusammen:



Experimentelles.

Acetoveratron, $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{C}_6\text{H}_3\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_3$.

50 g Veratrol werden in 200 g Schwefelkohlenstoff gelöst und hierauf 30 g Acetylchlorid zugesetzt. Man fügt dann in kleinen Portionen 30 g gepulvertes Aluminiumchlorid zu, worauf sich die Lösung rot färbt und lebhaft Chlorwasserstoff entwickelt. Nach beendigtem Eintragen des Aluminiumchlorids erhitzt man noch kurze Zeit gelinde auf dem Wasserbade, fügt Wasser zu, trennt die beiden Schichten und destilliert den Schwefelkohlenstoff ab. Der Rückstand wird mit verdünnter Natronlauge und Äther geschüttelt. Erstere nimmt ein Phenol auf, welches sich durch Methylabspaltung gebildet hat und nicht näher untersucht wurde. Durch Abdestillieren des Äthers bleibt das Acetoveratron zurück, welches durch Destillation unter vermindertem Druck (Sdp. 206° unter 12 mm) und Umkrystallisieren aus Alkohol gereinigt wird. Große, wohlausgebildete, durchsichtige Rhomboeder. Schmp. $49-50^\circ$. Leicht löslich in heißem Wasser, Alkohol, Äther, Chloroform und Benzol.

Isonitroso-acetoveratron, $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{C}_6\text{H}_3\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}\cdot\text{N}\cdot\text{OH}$.

Es wurde nach dem von Claisen¹⁾ zur Gewinnung des ω -Isonitroso-acetophenons angegebenen Verfahren dargestellt. In die Lösung von 1.5 g Natrium in 30 g absolutem Alkohol trägt man 10 g fein gepulvertes Acetoveratron und 8 g Amylnitrit ein. Dieses Gemisch läßt man in gut verschlossenen Gefäßen bei niedriger Temperatur 1—2 Tage lang stehen. Der Inhalt erstarrt zu einem hellgelben Brei des Natriumsalzes, den man absaugt, mit Äther wäscht und an der Luft trocknet. Aus Äther umkrystallisiert, bildet das Salz schöne, gelbe Blättchen. Es wird in wenig Eiswasser gelöst und mit der theoretischen Menge Eisessig zersetzt, worauf das freie Nitrosoderivat in feinen, hellgelben Nadelchen ausfällt. Aus Chloroform oder Essigäther umkrystallisiert, zeigen sie den Schmp. 131° . Ausbeute 75 % der Theorie. Der Körper ist in kaltem Wasser unlöslich, in heißem wenig löslich. In Alkalien, Alkalicarbonaten und Ammoniak löst er sich mit hellgelber Farbe auf. Zur Analyse wurde er im Vakuum getrocknet.

0.1682 g Subst.: 0.3546 g CO_2 , 0.0799 g H_2O .

$\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{NO}_4$. Ber. C 57.42, H 5.26.

Gef. » 57.49, » 5.28.

Salzsaures Amino-acetoveratron,

$(\text{CH}_3\text{O})_2\text{C}_6\text{H}_3\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{NH}_3\text{Cl}$.

Die Reduktion des Nitroso-acetoveratrons vollführten wir nach der Vorschrift von Rupe²⁾ zur Darstellung des salzsauren ω -Amino-

¹⁾ Diese Berichte **20**, 656 [1887].

²⁾ Diese Berichte **28**, 254 [1895].

acetophenons. Zu 30 g Zinnchlorür fügt man unter guter Kühlung 50 ccm rauchende Salzsäure. Hierzu gibt man portionsweise eine konzentrierte, alkoholische Lösung von 10 g Isonitroso-acetoveratron. Alsbald trübt sich die Flüssigkeit, und das Zinndoppelsalz der Amino-Verbindung scheidet sich krystallinisch aus. Nach Konzentration des Filtrats erhält man eine weitere Menge des Salzes. Es bildet ein gelbliches, in Wasser leicht lösliches Krystallmehl.

10 g dieses Salzes werden in 1 l Wasser aufgelöst und durch Schwefelwasserstoff entzintt. Nach Eindampfen der filtrierten Lösung erhält man das Amino-acetoveratron-chlorhydrat als ein gelbliches Krystallmehl, das in Wasser leicht löslich ist. Aus wäßrigem Alkohol bildet es gelbe, glänzende Krystalle, die bei 185° unter Rotwerden schmelzen. Ausbeute 6 g.

0.1616 g Sbst.: 0.3065 g CO₂, 0.0892 g H₂O. — 0.1602 g Sbst.: 9.2 ccm N (21°, 728 mm).

C₁₀H₁₄NO₃Cl. Ber. C 51.84, H 6.05, N 6.05.

Gef. » 51.73, » 6.13, » 6.16.

Die wäßrige Lösung des Chlorhydrats gibt mit Natronlauge einen weißen Niederschlag, der momentan rot wird. Das freie ω-Amino-acetoveratron ist demnach eine höchst unbeständige Base.

Aus der Lösung des Chlorhydrats fällt auf Zusatz von wäßriger Pikrinsäure das Pikrat als gelber Niederschlag aus. Durch Umkrystallisieren aus wenig heißem Alkohol erhält man gelbe, verfilzte Nadeln, die bei 177° schmelzen.

Das Chlorplatinat wird bei Fällen einer Lösung des Chlorhydrats mit Platinchloridlösung erhalten und bildet, aus Alkohol umkrystallisiert, kleine, bräunlichgelbe Krystalle, die oberhalb 200° unter Zersetzung schmelzen.

Das Benzoylderivat, (CH₃O)₂C₆H₃.CO.CH₂.NH.CO.C₆H₅, haben wir durch Schütteln der Lösung des Chlorhydrats mit Benzoylchlorid und Kalilauge und Umkrystallisieren aus wäßrigem Alkohol in Form schöner, farbloser, bei 156° schmelzender Nadeln erhalten. In kaltem Wasser ist der Körper nicht, in heißem nur mäßig löslich; in Benzol löst er sich leicht und wird daraus durch Zusatz von Petroleumäther wieder gefällt.

0.1751 g Sbst.: 0.4375 g CO₂, 0.0922 g H₂O.

C₁₇H₁₇NO₄. Ber. C 68.23, H 5.69.

Gef. » 68.14, » 5.85.

Dieselbe Verbindung ist bereits von den Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co.¹⁾ auf einem anderen Wege hergestellt worden, nämlich durch Kondensation von Veratrol mit Hippursäurechlorid unter Zusatz von Aluminiumchlorid.

¹⁾ D. R.-P. 185598. Friedländer 8, 1184.

Homoprotocatechusäure, $(\text{OH})_2\text{C}_6\text{H}_3\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COOH}$.

Die Homoprotocatechusäure ist bisher nur aus Eugenol durch Oxydation und Entmethylierung erhalten worden¹⁾. Auf synthetischem Wege haben wir sie leicht folgenderweise dargestellt²⁾: 20 g Methylvanillin werden in 80 ccm kalte, gesättigte Natriumbisulfitlösung eingetragen und so lange umgerührt, bis vollständige Auflösung eintritt. Im Laufe einiger Stunden erstarrt die Flüssigkeit zu einem Brei der Natriumbisulfit-Verbindung. Diese wird abgesaugt, mit wenig Wasser ausgewaschen und mit einer Lösung von 12 g Cyankalium in 25 ccm Wasser übergossen. Beim Umrühren scheidet sich bald das Dimethoxy-mandelsäurenitril, $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{C}_6\text{H}_3\cdot\text{CH}(\text{OH})\cdot\text{CN}$, als dickes Öl ab, welches nach kurzer Zeit zu einem krystallinischen Kuchen erstarrt. Dieser wird gepulvert und mit der 5-fachen Menge Jodwasserstoffsäure (1.5 spez. Gew.) anderthalb Stunden am Rückflußkühler gekocht. Nach dem Erkalten wird konzentrierte Natriumbisulfitlösung bis zur Entfärbung zugegeben und mit Äther ausgeschüttelt. Nach kurzem Trocknen über Chlorcalcium wird die ätherische Lösung eingedampft. Der Rückstand besteht aus einem braun gefärbten, dicken Öl, welches im Exsiccator langsam erstarrt. Die fest gewordene Substanz wird aus einem Gemische von Benzol und Petroleumäther umkrystallisiert. Sie bildet kleine, weiße Nadeln und erweist sich durch ihre Eigenschaften (Schmp. 127—128°, leichte Löslichkeit in Wasser, Alkohol und Äther, grüne Färbung mit Eisenchlorid, die nach Zusatz von Natriumcarbonat in rot übergeht) als Homoprotocatechusäure.

Homoveratrumsäure, $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{C}_6\text{H}_3\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COOH}$.

1 Mol.-Gew. Homoprotocatechusäure wird in Methylalkohol gelöst und mit 3 Mol.-Gew. Methyljodid und 3 Mol.-Gew. Kaliumhydrat (in wenig Methylalkohol gelöst) versetzt. Das Gemisch wird 1 Stunde am Rückflußkühler gekocht. Dann wird etwas mehr als 1 Mol.-Gew. festes Kali zugegeben und noch 1 Stunde zur Verseifung des gebildeten Homoveratrumsäuremethylesters erwärmt. Die alkalische Lösung wird alsdann fast zur Trockne eingedampft und mit verdünnter Salzsäure versetzt. Die Homoveratrumsäure scheidet sich als Öl aus, welches bald erstarrt. Sie wird durch Umkrystallisieren aus wenig warmem Wasser oder aus einem Gemisch von Benzol und Petroleumäther gereinigt. Im ersteren Falle bekommt man sie kry-

¹⁾ Tiemann und Nagai, diese Berichte **10**, 207 [1877].

²⁾ Vergl. Czapllicki, v. Kostanecki und Lampe, diese Berichte **42**, 828 [1909].

stallwasserhaltig mit dem Schmp. 82°, im zweiten wasserfrei mit dem Schmp. 98—99°, entsprechend den Angaben von Tiemann und Matsmoto¹⁾).

0.1901 g wasserfreie Sbst.: 0.4264 g CO₂, 0.1066 g H₂O.

C₁₀H₁₂O₄. Ber. C 61.23, H 6.12.

Gef. » 61.17, » 6.23.

Durch Behandlung mit Phosphorpentachlorid wird die Homoveratrumsäure in ihr Chlorid verwandelt²⁾).

Homoveratroyl- ω -amino-acetoveratron,
(CH₃O)₂C₆H₃.CO.CH₂.NH.CO.CH₂.C₆H₃(OCH₃)₂.

3 g Amino-acetoveratron-chlorhydrat, in wenig Wasser gelöst, werden mit 4 g Homoveratrumsäurechlorid und mit einem Überschuß von Kalilauge während 1—2 Stunden kräftig geschüttelt. Es scheidet sich alsbald eine gelbliche, gummiartige Masse aus, die allmählich fest wird. Die Flüssigkeit wird abgossen und das Reaktionsprodukt einige Male mit Wasser geschüttelt und abfiltriert. Man löst es dann in wenig Alkohol und fällt mit Wasser unter Zusatz einiger Tropfen Natronlauge. Die so erhaltene gelbliche Krystallmasse liefert, aus Benzol umkrystallisiert, weiße, kleine Blättchen, die bei 142° schmelzen. Ausbeute 3.2 g.

0.1160 g Sbst.: 0.2744 g CO₂, 0.0657 g H₂O.

C₂₀H₂₃NO₆. Ber. C 64.34, H 6.17.

Gef. » 64.51, » 6.29.

Die Verbindung ist in kaltem Wasser nicht, in heißem sehr wenig löslich. Von Benzol und Chloroform wird sie leicht aufgenommen und kann daraus durch Zusatz von Petroleumäther gefällt werden. Aus Eisessig krystallisiert sie durch Zusatz von Wasser und Natronlauge. Sie löst sich farblos in konzentrierter Schwefelsäure; beim Erwärmen wird die Lösung zuerst gelbgrün, dann schmutziggelblich.

Homoveratroyl-oxy-homoveratrylamin,
(CH₃O)₂C₆H₃.CH(OH).CH₂.NH.CO.CH₂.C₆H₃(OCH₃)₂.

Die Überführung des Ketons in den zugehörigen, sekundären Alkohol bot uns große Schwierigkeiten. Von allen den vielen Versuchen, die wir angestellt haben, führte nur einer zum gewünschten Ziele, nämlich die Reduktion mit Natriumamalgam in neutral gehal-

¹⁾ Diese Berichte **11**, 144 [1878].

²⁾ Vergl. Pictet und Finkelstein, diese Berichte **42**, 1985 [1909].

tener Lösung bei 40—50°. Arbeitet man unter anderen Bedingungen, so tritt Verseifung sowie Kondensationen ein.

2 g Keton werden in 20 ccm Alkohol gelöst und 12 g 3-prozentiges Natriumamalgam portionenweise zugegeben. Die Lösung hält man durch Zusatz von Eisessig fortwährend neutral und bei einer Temperatur von 40—50°. Nach vollendeter Reaktion versetzt man in der Kälte mit verdünnter Natronlauge, worauf sich der gebildete sekundäre Alkohol in weißen Flocken ausscheidet, die abfiltriert und getrocknet werden. Aus Benzol umkrystallisiert, bilden sie weiße, verfilzte Nadeln, die bei 124° schmelzen. Ausbeute 1 g.

0.1945 g Sbst.: 0.4569 g CO₂, 0.1203 g H₂O.

C₂₀H₂₅NO₆. Ber. C 64.00, H 6.67.

Gef. » 64.07, » 6.87.

In kaltem Wasser ist der Körper mäßig, in heißem leichter löslich. Er wird von Chloroform, Essigäther und Aceton leicht aufgenommen. In Petroleumäther ist er wenig löslich. Mit kalter Schwefelsäure gibt er eine rosarote Färbung, die beim Erwärmen schön blau, dann violett und zuletzt weinrot wird.

P a p a v e r i n.

1 Teil Homoveratroyl-oxy-homoveratrylamin wird in warmem Xylol gelöst und die Lösung mit 5 Teilen Phosphorpentoxyd 5 Minuten lang am Rückflußkühler gekocht. Das Phosphorpentoxyd bläht sich auf und verwandelt sich in eine halbflüssige, hellgelbe Masse. Diese wird nach Abgießen des überstehenden Xylols in wenig Wasser aufgenommen, die saure Lösung zur Entfernung noch beigemischten Xylols durch ein nasses Filter filtriert und mit überschüssiger, konzentrierter Natronlauge versetzt. Es entsteht eine milchige Trübung, welche sich nach einigen Stunden in einen Brei fast weißer, kleiner Nadeln verwandelt. Diese werden abfiltriert und durch Umkrystallisieren aus wäßrigem Alkohol oder besser aus einem Gemisch von Chloroform und Petroleumäther gereinigt. Man erhält so glänzende, lange, sternförmig gruppierte Nadeln. Die Ausbeute ist eine mäßige; aus 2.6 g Homoveratroyl-oxy-homoveratrylamin erhielten wir 0.8 g Base, was 30 % der theoretischen Menge entspricht.

0.1701 g Sbst.: 0.4405 g CO₂, 0.0952 g H₂O.

C₂₀H₂₁NO₄. Ber. C 70.80, H 6.19.

Gef. » 70.63, » 6.22.

Die Eigenschaften der so erhaltenen Base stimmen mit denen des Opium-Papaverins vollständig überein.

Der Schmelzpunkt liegt, wie beim natürlichen Alkaloid, bei 147°. Mischprobe 147°.

Die synthetische Base ist, wie die natürliche, unlöslich in Wasser und Petroleumäther, wenig löslich in Benzol und Äther, ziemlich leicht in kaltem Alkohol, sehr leicht in Chloroform. Ihre übersättigte Lösung in wäßrigem Alkohol wird durch einen Krystall des Opium-Papaverins sofort zum Krystallisieren gebracht.

Die Reaktion mit Schwefelsäure ist bei den beiden Basen genau dieselbe. Sie lösen sich farblos in kalter, reiner, konzentrierter Säure; die Lösung färbt sich beim langsamen Erwärmen zuerst hellrosa (bei 110°), dann immer dunkler. Bei 200° ist sie dunkelviolet. Diese Farbe bleibt beim Abkühlen bestehen, verschwindet aber bei Zusatz von Wasser.

Auch bei den Salzen zeigte sich die beste Übereinstimmung. Zum Vergleich wählten wir das Chlorplatinat, das Pikrat und das Pikrolonat.

Chlorplatinat. Der Schmelzpunkt des Platinsalzes des Opium-Papaverins ist von Goldschmiedt bei 198° angegeben. Wir fanden ihn etwas niedriger, nämlich bei 196° (unkorr.). Das Chlorplatinat der synthetischen Base zeigte ganz dasselbe Aussehen und schmolz bei 194.5°. Mischprobe 195°.

Pikrat. Nach Goldschmiedt bildet das Papaverin-pikrat gelbe Tafeln (aus Alkohol), die bei 179° schmelzen. Wir beobachteten bei dem Pikrat der natürlichen Base eine etwas höhere Zahl, nämlich 183°. Das Pikrat der künstlichen Base krystallisierte in derselben Form und schmolz ebenfalls glatt bei 183°. Mischprobe 183°.

Pikrolonat. Das Pikrolonat des Opiumpapaverins ist unseres Wissens noch nicht beschrieben worden. Wir erhielten es durch Vermischen der verdünnten, alkoholischen Lösungen der beiden Komponenten als einen blaßgelben Niederschlag. Sehr wenig löslich in Alkohol, selbst in kochendem. Scheidet sich daraus in fast weißen, haarfeinen Nadeln ab, die bei 220° schmelzen. Das synthetische Papaverin verhielt sich ebenso. Schmelzpunkt des Salzes 221°. Mischprobe 220°.

Genf, Universitätslaboratorium, 19. Juli 1909.