

477. J. Pollak und J. Carniol: Über Trithiophloroglucin.

[Vorläufige Mitteilung.]

(Eingegangen am 9. August 1909.)

Die im letzten Hefte der Berichte erschienene Arbeit von Th. Zincke und W. Frohneberg über Dithio-hydrochinon¹⁾ veranlaßt uns, in aller Kürze einiges über Versuche, die wir bereits vor längerer Zeit in Angriff genommen haben, zu berichten, um uns die ungestörte Bearbeitung des betreffenden Gebietes zu sichern.

Nach den Angaben von Jackson und Wing²⁾ dargestelltes *symm.* Benzol-trisulfochlorid gibt, mit Zinn und Salzsäure³⁾ reduziert, bei der nachherigen Wasserdampf-Destillation ein Destillat, aus welchem sich das Trithio-phloroglucin in Form weißer Flocken abscheidet. Die Ausbeute an dieser eigenartig riechenden Substanz beträgt 80–90 % der theoretischen Menge. Sie zeigt den Schmp. 56–58°, ist in Alkalien, Äther und Schwefelkohlenstoff leicht löslich, jedoch auch äußerst leicht oxydabel, so daß sie sich schon beim längeren Stehen in alkalischer Lösung in polymere Sulfide verwandelt; ferner gibt sie mit Bleiacetat einen orangefarbenen Niederschlag.

0.1926 g Sbst.: 0.2903 g CO₂, 0.0538 g H₂O. — 0.1581 g Sbst.: 0.6406 g BaSO₄.

C₆H₆S₃. Ber. C 41.32, H 3.47, S 55.21.

Gef. » 41.11, » 3.10, » 55.65.

Triacetylverbindung. Wegen der leichten Oxydierbarkeit wurde zunächst mit Zinkstaub und Eisessig und erst hierauf mit Essigsäureanhydrid und Natriumacetat gekocht. Aus Alkohol umkrySTALLISIERT, wurden weiße, bei 73–74° schmelzende Nadeln erhalten.

0.1839 g Sbst.: 0.3248 g CO₂, 0.0633 g H₂O. — 0.1849 g Sbst.: 0.4397 g BaSO₄.

C₁₂H₁₂S₃O₃. Ber. C 47.95, H 4.03, S 32.07.

Gef. » 48.16, » 3.82, » 32.64.

Trimethyläther des Trithio-phloroglucins. Wurde sowohl bei der Einwirkung von Diazomethan auf die ätherische, als auch von Jodmethyl auf die alkalische Lösung des Trithio-phloroglucins erhalten und liefert beim UmkrySTALLISIEREN aus Alkohol feine Nadeln vom Schmp. 66–68°.

¹⁾ Diese Berichte **42**, 2721 [1909].

²⁾ Amer. Chem. Journ. **9**, 329 [1888].

³⁾ Nach diesem Verfahren erhielten bereits Pazschke, Journ. für prakt. Chem. [2] **2**, 418 [1870], sowie Körner und Monselise, Gazz. chim. Ital. **6**, 141 [1876] das Dithiorescin bzw. Dithiohydrochinon.

0.1790 g Sbst.: 0.3267 g CO₂, 0.0894 g H₂O.
 C₉H₁₂S₃. Ber. C 49.93, H 5.59.
 Gef. » 49.77, » 5.55.

Die Besprechung der weiteren Derivate des Trithio-phloroglucins, sowie derjenigen des bereits ebenfalls dargestellten Trithio-methyl-phloroglucins soll an anderer Stelle erfolgen.

Wien, I. Chem. Universitätslaboratorium.

478. O. Piloty und S. Merzbacher: Über die sogenannte Hämatopyrrolidinsäure.

(2. vorläufige Mitteilung über den Farbstoff des Blutes¹⁾.)

[Aus dem Chem. Laborat. d. k. Bayr. Akademie d. Wissenschaften zu München.]

(Eingegangen am 11. August 1909.)

Die Hämatopyrrolidinsäure wurde von dem einen von uns als die eine der beiden Hälften bezeichnet, in welche das Hämatoporphyrin bei energischer Einwirkung von Zink und Salzsäure zerfällt. Es wurde die Säure in Form einer amorphen Zinkverbindung und eines gleichfalls amorphen Pikrats beschrieben und ihre Spaltung in Hämatinsäure und ein piperidinartig riechendes Öl durchgeführt, wenn auch in mangelhafter Weise. Von diesem Öl konnte damals noch fast gar nichts ausgesagt werden, weil es in sehr geringer Quantität erhalten wurde; das Auftreten von Hämatinsäure dagegen wies darauf hin, daß die Hämatopyrrolidinsäure als eine Hälfte die sogenannte Hämatopyrrolcarbonsäure enthält. Die Hämatopyrrolidinsäure konnten wir zwar auch jetzt noch nicht im reinen oder gar krystallisierten Zustand isolieren, dagegen gelang es uns, durch Schmelzen der Zinkverbindung mit Kali die Hämatopyrrolcarbonsäure in Substanz abzuspalten und dadurch ihren Nachweis direkt zu führen und die andere ölige Hälfte des Moleküls in so guter Ausbeute zu gewinnen, daß wir sie, wenn auch nicht bis zur genauen Feststellung der Natur ihrer Bestandteile, sodoch soweit untersuchen konnten, daß wir ein annäherndes Bild von ihrer Zusammensetzung erhalten haben. Wir nennen dies ölige Spaltungsstück der Hämatopyrrolidinsäure vorläufig Hämatopyrrolin. Es hat diese Mitteilung den Zweck, der Untersuchung über die Aufspaltung des Hämatoporphyrins im Sinne der früheren Mitteilung als Ergänzung zu dienen in dem Punkte, dessen Erledigung dort in baldige Aussicht gestellt war.

¹⁾ Die erste vorläufige Mitteilung befindet sich in Liebigs Annalen 366, 237.