

Bei der Verseifung verbraucht 1 Mol. Ester 2 Mol. Lauge, da durch das überschüssige Alkali sich Zimt-*o*-carbonsäure bildet, die durch Säure aus der Seife gefällt wird.

Berlin, Technologisches Institut der Universität, April 1914.

282. J. Leśkiewicz und L. Marchlewski: Über die Konstitution des Datiscetins.

[Vorläufige Mitteilung. Vorgelegt der Akademie der Wissenschaften zu Krakau.]

(Eingegangen am 29. April 1914.)

Der eine von uns zeigte mit A. Korczyński, daß *Datisca Cannabina* zwei färbende Bestandteile enthält, welche in den Wurzeln in wechselnden Mengen vorkommen. Das eine ist methoxylhaltig und wurde von Schunck und Marchlewski näher untersucht, das andere ist frei von diesen Gruppen und hat die Zusammensetzung $C_{15}H_{10}O_6$. Letztere Substanz wurde zum ersten Male von Stenhouse untersucht und von ihm analysiert. Die von Korczyński und Marchlewski ausgeführten Analysen stimmen mit den Stenhouseschen überein. Vier der sechs im Molekül enthaltenen Sauerstoffatome liegen als Hydroxyl-Sauerstoffe vor. Dies wird dadurch bewiesen, daß Datiscetin ein Tetrabenzosulfonyl- (Schmp. 188°), ein Tetraacetyl- (Schmp. 138°) und ein Tetrabenzoyl-derivat (Schmp. 190—191°) liefert. Danach war das Datiscetin als ein Isomeres des Fisetins und Luteolins aufzufassen.

Für die Konstitutionsbestimmung des Datiscetins war bisher nur die Beobachtung von Wert, daß diese Substanz bei der Alkalisplaltung Salicylsäure liefert. Es gelang uns nun auch, eines zweiten Spaltungsproduktes habhaft zu werden, wodurch die Konstitution des Datiscetins mit großer Wahrscheinlichkeit gefolgert werden kann.

Die Alkalisplaltung des Datiscetins haben wir unter verschiedenen Bedingungen ausgeführt, nämlich durch Erhitzen im Autoklaven mit alkoholischem Kali, durch Kochen einer wäßrigen, alkalischen Datiscetin-Lösung und durch Behandlung einer alkalischen Lösung mit einem Luftstrom. In allen diesen Fällen gelang es, Salicylsäure leicht zu isolieren und zu identifizieren. Dagegen war die Suche nach einem mehrwertigen Phenol nicht sogleich von einem positiven Erfolg. Es gelang allerdings, in kleinen Mengen eine Substanz zu erhalten, die

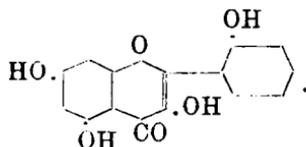
die Phloroglucin-Reaktionen zeigte, aber die gewonnenen Beweise konnten uns nicht genügen.

Dagegen gab die Spaltung des Datiscetins mit Brom ein überzeugendes Resultat. Sie wird unter den folgenden Bedingungen leicht erzielt: Datisctin (2 g) wird in 500 ccm Essigsäure (50-proz.) gelöst und die Lösung kochend mit 2.8 ccm Brom versetzt. Nach dem Erkalten, Versetzen mit 1 l Wasser und längerem Stehen scheiden sich blaßrosa gefärbte Nadeln ab. Das Filtrat davon reagiert mit Ferrichlorid in der Weise, daß darin Salicylsäure bezw. Brom-salicylsäure angenommen werden kann.

Die abgetrennten Krystalle wurden aus siedendem Wasser umkrystallisiert. Man erhält glänzende, blaßrosa gefärbte Krystalle vom Schmp. 150—151°. Ausbeute 1—1.2 g.

Die Analyse ergab 65.91 % Br, während für Tribrom-phloroglucin 66.09 % berechnet wird. Zur Analyse gelangte ein bei 100° getrocknetes Präparat. Beim Trocknen des lufttrocknen Präparates erhielten wir 12.96 % H₂O, während C₆(OH)₂Br₂ + 3H₂O 12.97 % H₂O verlangt. Ein Vergleich dieses Produktes mit künstlich hergestelltem Tribrom-phloroglucin ergab völlige Übereinstimmung.

Als Bruchstücke des Datiscetins sind also Salicylsäure und Phloroglucin erkannt worden, Tatsachen, die mit der folgenden Formel übereinstimmen:



Datisctin wäre danach 1.3.1'-Trihydroxy-flavonol. Am nächsten steht es dem Morin, welches als 1.3.1'.4'-Tetrahydroxy-flavonol anzusehen ist.

Krakau, im April 1914.