

Das Pikrat fällt beim Erkalten mit einander gemischter heißer konz. Alkohol-Lösungen von Amino-alkohol (1 Mol.) und Pikrinsäure (1 Mol.) ziemlich bald in schönen gelben, rhombischen Krystallen vom Schmp. 118° aus.

Das Hydrochlorid wurde durch vorsichtiges Neutralisieren von in Wasser gelöstem Amino-alkohol mit Salzsäure und Eindunsten der Lösung im Exsiccator gewonnen. Bei langem Stehen bildete sich dann ein dicker Sirup, der jedoch keine Neigung zum Krystallisieren erkennen ließ.

119. G. O. Gabel: Über das Anhydrid der 2.3-Hypogäasäure.

[Aus d. Laborat. für Organ. Chemie d. Universität zu Charkow.]

(Eingegangen am 29. Dezember 1924.)

Zur Gewinnung dieses Anhydrids wurde das zuerst von Albitzki¹⁾ benutzte Verfahren angewandt. Bei diesem Verfahren läßt man Acetanhydrid auf Fettsäuren unter Erwärmen in zugeschmolzenen Röhren einwirken; es hat gegenüber der Verwendung von PCl_5 oder POCl_3 den Vorteil, daß eine Verunreinigung der ungesättigten Säure mit HCl -Anlagerungsprodukten nicht zu befürchten ist. Die Arbeiten von Holde und Schmelkus²⁾ über die Gewinnung von Fettsäure-anhydriden haben die Bedeutung dieses Verfahrens noch weiter bestätigt. Diese Autoren halten es sogar für möglich, die Anwendung zugeschmolzener Röhre ganz zu vermeiden und die Reaktion unter Erwärmen am Rückflußkühler durchzuführen.

Zur Gewinnung des Anhydrids der 2.3-Hypogäasäure wurde die Säure mit der gleichen Gewichtsmenge Acetanhydrid 6—7 Stdn. im Rohr auf 160—170° erwärmt. Nach beendeter Reaktion wurde der Rohrinhalt in eine Schale gebracht und das Acetanhydrid durch Eindampfen entfernt. Durch mehrmaliges Umkrystallisieren aus absol. Äther ließen sich farblose, durchsichtige, sich fest anfühlende Krystalle in Form von Blättchen gewinnen. Schmp. 60°.

0.1517 g Sbst.: 0.4349 g CO_2 , 0.1657 g H_2O . — 0.1189 g Sbst.: 0.3400 g CO_2 , 0.1290 g H_2O .

Ber. C 78.40, H 11.84. Gef. C 78.18, 78.20, H 12.13, 12.02.

Bestimmung des Molekular-Gewichts nach Rast. 0.1252 g Sbst. in 0.4397 g Campher: $\Delta = 23^\circ$. — 0.0453 g Sbst. in 0.5537 g Campher: $\Delta = 6.5^\circ$.

Mol.-Gew. Ber. für $(\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{O})_2\text{O}$ 490. Gef. 495.2, 498.

¹⁾ Albitzki: O nekotorych prewraschtscheniach kysloty, S. 104 (russisch).

²⁾ B. 58, 1889 [1920].