

Das durch Kochen mit Acetanhydrid daraus gewonnene Diacetat krystallisiert aus Äthanol in Nadeln oder Blättchen vom Schmp. 83–84⁰ und $[\alpha]_D^{18} = +58.8^0$ (Chloroform; $c = 1.735$).

4.850 mg Sbst.: 9.025 mg CO₂, 2.730 mg H₂O.

C₁₁H₁₆O₇ (260.1). Ber. C 50.73, H 6.20. Gef. C 50.75, H 6.30.

3.6-Anhydro-galaktose.

Die Hydrolyse des 3.6-Anhydro- α -methyl-galaktosids erfolgt am besten mit *n*-Schwefelsäure bei ca. 40⁰ unter optischer Kontrolle. Nach 152 Stdn. ist die Spaltung beendet. Aus dem dann abgelesenen Drehungswinkel ergibt sich für die Gleichgewichts-Drehung der Wert +27.55⁰ in guter Übereinstimmung mit Valentin. Die Abscheidung des Anhydro-zuckers in krystallisierter Form gelang uns ebensowenig wie dem tschechischen Autor.

Das aus diesen Spaltungs-Lösungen bereitete Phenylsazon der 3.6-Anhydro-galaktose krystallisiert aus Methanol in gelben Nadeln vom Schmp. 213–214⁰ unt. Zers. in Übereinstimmung mit Valentin.

4.439 mg Sbst.: 10.310 mg CO₂, 2.350 mg H₂O.

C₁₈H₂₀O₃N₄ (340.2). Ber. C 63.49, H 5.93. Gef. C 63.35, H 5.95.

111. Hermann Leuchs und Hans Wilhelm Sattler: Derivate des Tetra- und Hexahydro-brucins (Über Strychnos- Alkaloide, LXXII. Mitteil.).

[Aus d. Chem. Institut d. Universität Berlin.
(Eingegangen am 8. März 1933.)

Das Tetrahydro-brucin unterscheidet sich in solchen Reaktionen vom Tetrahydro-strychnin, bei denen der empfindliche methoxylierte Benzolkern angegriffen wird. So gab es zwar leicht ein *O,N*-Diacetyl-Derivat¹⁾ und eine *N*-Monacetyl-Verbindung mit (a) N.CO.CH₃:(HO)CH₂— bzw. (a) N.CO.CH₃:CH₃CO₂CH₂—. Aber diese Stoffe wurden durch Chromsäure nicht zur *N*-Acetyl-brucinsäure oxydiert wie die Strychnin-Derivate zur Acetyl-strychninsäure, sondern unbestimmbar weiter abgebaut. Die nicht acylierte Tetrabase lieferte mit dem gleichen Mittel wegen der Besetzung der *p*-Stellung und der leichten Sprengung des Benzolkerns keine der Strychnin-*p*-carbonsäure, C₂₂H₂₂O₄N₂, entsprechende Säure; vielmehr nur die Base C₁₇H₂₀O₄N₂ (13%)²⁾ (neben etwas C₁₇H₁₈O₃N₂), die so auch aus Tetrahydro-strychnin²⁾ in einer zweiten Reaktionsfolge in wesentlich geringerer Menge (5%) entsteht. Als weiteres Produkt gewann man eine Amino-säure C₁₉H₂₂O₅N₂.

Wir erwarteten nun, durch Behandlung des Hexahydro-brucins, das keine alicyclische C:C-Bindung mehr enthält, mit Chromsäure noch mehr von der analogen Base C₁₇H₂₂O₄N₂ zu erhalten, wurden aber enttäuscht, denn es fanden sich nur etwa 2% dieses Stoffes. Er schmolz, wie die nicht hydrierte Base, bei 245–247⁰, gab mit ihr aber eine Depression auf 215–225⁰ und lieferte kein schwer lösliches Perchlorat. Amino-säuren der C₁₉-Reihe ließen sich bisher nicht gewinnen.

¹⁾ B. 64, 2166, 2162 [1931].

²⁾ B. 63, 3188 [1930].

Bei der Säure $C_{19}H_{22}O_5N_2$ ¹⁾, dem Nebenprodukt der nicht hydrierten Base, ist schon festgestellt, daß es 4 H-Atome aufnehmen kann, analog der Hanssen- C_{19} -Säure aus Brucin. Die vermutete Gruppe $CO.N.CH(OH).CH_2$ schien sich in der Anhydrierung des Perchlorats von $C_{19}H_{22}O_5N_2$ bei 100–150° zu gelblichem $C_{19}H_{20}O_4N_2$, $HClO_4$ zu erkennen zu geben. Um die Art der Wasser-Abspaltung, Lactonisierung oder Umwandlung zur Gruppe $-CO.N.CH:CH-$ festzustellen, wurde dieses Salz katalytisch hydriert. Es nahm dabei in der Tat 6 H-Atome auf, und man isolierte das Produkt $C_{19}H_{26}O_4N_2$ als farbloses Perchlorat, das sich nun als identisch erwies mit dem Salz des Tetrahydro-Derivats³⁾ der isomeren, aus Brucidin mit Chromtrioxyd gewonnenen Säuren $C_{19}H_{22}O_4N_2$, deren Dihydro-Derivate aus Dihydro-brucidin entstehen. Man identifizierte die Stoffe durch die übereinstimmende Drehung von +74°. Somit sind wohl die Stelle und Funktion des 5. O-Atoms in $C_{19}H_{24}O_5N_2$ und die Art der Anhydrierung völlig gesichert. Übrigens scheint auch diese C_{19} -Säure in isomeren Formen auftreten zu können. Näheres findet sich bei den Versuchen.

Den bekannten *N*-Mono- und *N, O*-Diacetyl-Derivaten des Tetrahydro-brucins wurde noch die *O*-Mono-Verbindung beigelegt und auch *N*-Mono- und *N, O*-Dibenzoyl-tetrahydro-brucin dargestellt. Von diesem kristallisierten nur das Benzoat und Jodmethylat, nicht die Base selbst. Während das Diacetyl-tetrahydro-brucin mit Permanganat in Aceton keine definierten Stoffe lieferte, gewann man so aus dem Dibenzoyl-Derivat 10–15% einer Säure, die in *n*- $KHCO_3$ leicht, in Wasser schwer löslich ist und der Formel einer Dibenzoyl-tetrahydro-brucinonsäure zu entsprechen scheint, aber noch gründlich untersucht werden muß.

Bei dem bekannten Hexahydro-brucin erwies sich die Isolierung als Perchlorat als bestes Verfahren. Mit einem Molekül erhielt man das Monosalz mit $\alpha = -69.5^{\circ}/d$; mit Überschuß das Disalz: $\alpha = 38^{\circ}/d$.

Das erste diente ohne weiteres zur Bereitung des Dibenzoyl-Derivates, das als Benzoat abgeschieden wurde, das aber auch in freier Form und als Jodmethylat kristallisierte. Durch Verseifung gewann man die *N*-Monobenzoyl-Verbindung, ihr Perchlorat und Jodmethylat. In der gleichen Weise stellte man das Diacetyl- und *N*-Monoacetylhexahydro-brucin dar. Sie und ihre Jodmethylate ließen sich auch unmittelbar durch katalytische Hydrierung (PtO_2) der Tetrahydro-Derivate darstellen. Dabei wurden bisweilen wesentlich mehr als 2 H-Äquivalente zu nicht isolierten Nebenprodukten (mit hydriertem Benzolkern?) aufgenommen.

Beschreibung der Versuche.

Tetrahydro-brucin.

Die aus Aceton umkristallisierte Base reinigte man noch durch Aufnehmen in kaltem *n*- NH_3 und trocknete die abgeschiedenen Nadeln des Hydrats im Exsiccator.

0.8 g gaben in 12 ccm Wasser mit 2 ccm *n*- $HClO_4$ das Monosalz in Prismen.

Verlust 20° (u. 110°), 15 mm: 0.3–0.6%.

$C_{23}H_{30}O_4N_2$, $HClO_4$ (498.5). Ber. C 55.36, H 6.2. Gef. C 55.26, H 6.15.

$[\alpha]_D^{20} = -66.7^{\circ}/d$ I.), $-67.5^{\circ}/d$ II.).

³⁾ B. 63, 2542 [1931].

Mit Überschuß von Säure fiel das früher erwähnte Disalz.

Verlust, 15 mm, bis 110°: 7.2, 7.5%.

$C_{23}H_{30}O_4N_2$, 2HClO₄ (599). Ber. C 46.08, H 5.34. Gef. C 46.22, H 5.44.

$[\alpha]_D^{20} = -45^{\circ}/d$.

O-Acetyl-tetrahydro-brucin: Man löste die Base in 20 Tln. Eisessig mit 10% HCl und erwärmte, worauf man im Exsiccator eindunstete. Das feste, leicht lösliche Salz zerlegte man mit *n*-KHCO₃ und Chloroform. Dessen Rest krystallisierte aus 30 R.-Tln. Aceton in Prismen vom Schmp. 219–221°, die basisch reagierten und grüne FeCl₃-Färbung zeigten; in Wasser sehr schwer, in Alkohol ziemlich leicht löslich.

Verlust 95°, 15 mm: 0.8, 0.9%.

$C_{25}H_{32}O_5N_2$ (440). Ber. C 68.18, H 7.27. Gef. C 68.02, 67.8, H 7.40, 7.57.

Zur Neutralisation bei 0° war 1 Mol. HCl nötig, nach alkalischer Verseifung war dieses Säure-Mol. durch das *O*-Acetyl geliefert.

$[\alpha]_D^{20} = -1.18^{\circ} \times 100/1.49 \times d = -79.2^{\circ}/d$ (absol. Alkohol) I, $-81^{\circ}/d$ II).

Das Perchlorat bildet ziemlich schwer lösliche Nadeln, das Jodmethylat kam aus Methanol in dünnen, neutralen Prismen vom Schmp. 240–242° (unt. Aufschäumen).

$C_{25}H_{32}O_5N_2$, CH₃J (582). Ber. J 21.82. Gef. J 22.0 (Aufschluß).

Bei der Verseifung wurde 1 Mol. Lauge verbraucht.

Di- und *N*-Monobenzoyl-tetrahydro-brucin: 2 g Monoperchlorat der Tetrahydro-base hielt man mit 8 g Benzoesäure-anhydrid je 2 Stdn. bei 100° und 110°; entfernte den Überschuß mit Petroläther, nahm den Rest in Chloroform auf und filtrierte etwa noch vorhandene Nadeln des verwendeten Salzes ($\alpha = -67^{\circ}$) ab. Das Chloroform schüttelte man mit *n*-KHCO₃ durch, verdampfte und löste den Rückstand in viel Äther, woraus beim Einengen 1.8–2 g schwach saure Prismen oder Nadeln fielen. Die Lösung muß benzoesauer sein. Man krystallisierte das Salz aus Aceton oder Aceton-Äther um: Schmp. 166–168°. Es löst sich leicht in Chloroform, Alkohol, schwer in Äther, kaum in Ligroin, Wasser.

Verlust 100°, 15 mm: 2.3–3.6%.

$C_{44}H_{44}O_8N_2$ (728). Ber. C 72.53, H 6.04, N 3.85. Gef. C 72.38, H 6.14, N 3.85.

$[\alpha]_D^{20} = +0.84^{\circ} \times 200/2.64 \times d = +63.7^{\circ}/d$ (absol. Alkohol).

Die freie Base, mit $n/2$ -Lauge und Chloroform bei 0° isoliert, krystallisierte auch nach der Reinigung mit Ligroin nicht.

Das Perchlorat krystallisiert nur allmählich und nicht gut. Das Jodmethylat kam bei der Darstellung in Aceton in Polyedern, aus heißem Methanol in derben, zugespitzten Prismen. Beide Proben schmolzen bei 255–257°.

Man verseifte $1/1000$ Mol. Benzoeat in 7 ccm Methanol mit 2.2 ccm *n*-NaOH in der Wärme. Das Produkt krystallisierte bei Zugabe von Wasser. Man löste es aus reichlich Aceton unter Einengen zu kurzen, derben Prismen um. Sie schmelzen bei 266–268° (unt. Zers.), sind nicht löslich in Ligroin, sehr wenig in heißem Wasser mit alkalischer Reaktion.

Kein Verlust 100°, 15 mm.

$C_{30}H_{34}O_5N_2$ (502). Ber. C 71.70, H 6.76. Gef. C 71.2, 71.54, H 6.66, 6.89.

$[\alpha]_D^{20} = +0.32^{\circ} \times 200/0.894 \times d = +71.5^{\circ}/d$ (absol. Alkohol).

Das Benzoeat davon wird bei 147° schaumig und fließt bei 187° zusammen; das Perchlorat bildet schwer lösliche, häufig quadratische Tafeln, das Jodmethylat Prismen aus Methanol, die bis 300° nicht schmelzen.

O, N-Dibenzoyl-tetrahydro-brucinonsäure: 3.5 g Benzoat (Schmp. 168°) zerlegte man bei 0° mit Alkali und Chloroform und löste dessen Rest in 150 ccm Aceton. Man oxydierte bei -5° bis 0° durch Zugabe von 3 × 0.8 g + 0.54 g Permanganat (II Äquiv.). Nach Verbrauch versetzte man mit Äther, filtrierte den voluminösen Niederschlag auf dem Trichter ab, löste ihn in schwefliger Säure und Chloroform, das stark emulgiert wurde, und wusch einige Male mit Wasser. Dann behandelte man mit *n*-KHCO₃ — wieder Emulsion — und fällte aus der alkalischen Schicht 0.4—0.5 g farbloses, krystallines Pulver. Man löste es in kaltem *n*-KHCO₃ und schied es mit 5-*n*. HCl wieder ab. Die Säure sintert bei 80° und schäumt über 100° auf; bei 105° getrocknet, wird sie von 145—155° harzig, gegen 170° schaumig.

Verlust bei 20° bis 105°, 15 mm: 9.15, 9%.

C₃₇H₃₆O₁₀N₂ + H₂O (686). Ber. C 64.72, H 5.54, N 4.09, H₂O 2.62.
Gef. „ 64.22, „ 5.55, „ 4.11, 4.07, „ 3.0.

Der bei 105° konstante Stoff verlor bei 115—125° > 1 Mol. Wasser: 3.0% unter völligem Sintern und änderte dann bei 130° das Gewicht nicht mehr.

Reduktion der Säure C₁₉H₂₀O₄N₂ zur 2-Oxo-dihydro-nucidin-3-essigsäure⁴⁾.

Die aus Tetrahydro-brucin und Chromsäure neben der Base C₁₇H₂₀O₄N₂ erhaltene Säure C₁₉H₂₂O₅N₂ verwandelte man ins Perchlorat und spaltete daraus durch Trocknen bei 95—150° Wasser ab. Das Produkt löste man nach der alten Vorschrift zu gelblichen, derben Blättchen mit α = 288° um. Man hydrierte 0.43 g Salz in Wasser bei Gegenwart von 35 mg Platinoxid. Es wurden 7 + 66 ccm Wasserstoff statt 7 + 70 ccm aufgenommen, die sich für 6 H berechnen. Man isolierte 0.3 g farbloses Perchlorat in 3 Fraktionen mit α = 70°, 70° und 74.6°. Nach dem Umlösen der 0.3 g zu Prismen mit um 90° verstellten Donnern fand man: [α]_D¹⁵ = 0.58° × 200/1.565 × *d* = +74.1°/*d*.

Verlust: 0.5—1% (95°, 15 mm).

C₁₉H₂₆O₄N₂, HClO₄ (446.5). Ber. C 51.04, H 6.05. Gef. C 50.74, H 5.90.

Für das Salz der 2-Oxo-dihydro-nucidin-3-essigsäure wurde α zu 74.1 und 74.9°/*d* bestimmt und obige Krystallform beobachtet.

Eine andere Probe von C₁₉H₂₂O₅N₂ hatte mit Perchlorsäure neben domatischen Säulen und Polyedern auch Prismen geliefert. Dieses Salz-Präparat verlor bei 95°, 15 mm 4.8% (statt 3.9%) bis 150° weitere 2.8% (wie früher). Das umgelöste Produkt verlor 5% statt 3%, drehte nur +225° und bestand aus derben Blättchen und feinen Nadeln. Bei der Hydrierung nahm es aber auch 6 H-Atome auf und lieferte das +74° drehende Perchlorat. Die Unterschiede werden durch die Beimengung einer isomeren Säure C₁₉H₂₂O₅N₂ im Ausgangsmaterial veranlaßt sein, deren Auftreten nach analogen Fällen zu erwarten ist.

Hexahydro-brucin⁵⁾.

10 g Tetrahydro-brucin in 100 ccm *n*/₄-C₂H₄O₂ nahmen mit 2 × 80 mg Platinoxid in 10 Stdn. bei 20° 600 ccm Wasserstoff auf. Man filtrierte

⁴⁾ B. 64, 2163, 2542 [1931].

⁵⁾ Journ. chem. Soc. London 1930, 1772.

und versetzte mit 25 ccm *n*-HClO₄. Aus 160 ccm Lösung kamen bei 0° 8 g farblose oder etwas grünliche Prismen des Salzes, aus der im Vakuum stark eingeeengten noch 3.5 g. Mehr Perchlorsäure fällte dann 1 g Disalz. Eine Probe der 8 g trocknete man und verrieb sie mit Aceton, wobei nach Lösung derbe, kurze Prismen kamen.

Verlust bei 95°, 15 mm: 10.4 %.

C₂₃H₃₂O₄N₂, HClO₄ (500.5). Ber. C 55.14, H 6.60. Gef. C 55.15, H 6.63.
 $[\alpha]_D^{20} = 0.75^{\circ} \times 100/1.085 \times d = -69.3^{\circ}/d$.

Mit *n*-HClO₄ kamen dünne, meist gelbgrünliche Prismen, die mit Wasser gedeckt 7.8—9.3 % verloren.

C₂₃H₃₂O₄N₂, 2 HClO₄ (601). Ber. C 45.9, H 5.65. Gef. C 45.7, H 5.63.
 $[\alpha]_D^{20} = -38^{\circ}/d$ I.), $-38.5^{\circ}/d$ II.).

Oxydation zur Base C₁₇H₂₂N₂; 3.6 g wasserfreies Monoperchlorat erhitzte man 1½ Stdn. mit 94 ccm Wasser, 7.2 ccm Schwefelsäure und 31 ccm 6-*n*. CrO₃ auf 20—80°. Man isolierte wie sonst mit Ammoniak und Chloroform die nicht sauren Stoffe: 0.6 g. Aceton schied daraus 0.1 g feste Base (Schmp. 210°) ab. Durch Tierkohle in Aceton gereinigt, blieben 0.05 g derbtafelige, farblose Krystalle vom gleichen Schmp. 245—247° wie die Base C₁₇H₂₀O₄N₂²). Die Mischproben gaben aber Erniedrigungen auf 215—225°. Mit HClO₄ kam auch auf Impfen nicht das schwer lösliche Salz von C₁₇H₂₀O₄N₂.

Kaum Verlust bei 100°, 15 mm.

C₁₇H₂₂O₄N₂ (318). Ber. C 64.16, H 6.93. Gef. C 63.95, H 6.74 (M.).

Di- und *N*-Monobenzoyl-hexahydro-brucin: Man hielt 2 g wasser-freies Monoperchlorat von C₂₃H₃₂O₄N₂ mit 6 g Anhydrid 2 Stdn. bei 100° und arbeitete wie zuvor auf. Den Chloroform-Rückstand löste man hier in Aceton und gab Benzoessäure bis zur sauren Reaktion zu. Es fielen 1.9 g farblose Krystalle; das eingeeengte Filtrat gab mit Äther noch 0.6 g (ber. 2.92 g). Man löste aus ziemlich viel Aceton unter Einengen zu derben, zugespitzten Prismen um. Schmp. 223—224°. Reaktion schwach sauer; FeCl₃ färbt nicht.

Verlust 95°, 15 mm: 2.2 %.

C₄₄H₄₆O₈N₂ (730). Ber. C 72.36, H 6.30, N 3.83. Gef. C 72.23, H 6.42, N 3.70.
 $[\alpha]_D^{20} = +0.35^{\circ} \times 200/1.035 \times d = +67.8^{\circ}/d$ (absol. Alkohol).

Die freie Base gewann man mit Chloroform und *n*/₂-Lauge bei 0° als zunächst harzige Masse, die man in warmem Ligroin löste und die dann aus Äther in Nadeln krystallisierte. Sie schmolzen nach Sintern von 120° an gegen 135° unter Aufschäumen, reagierten alkalisch, waren in Wasser und Petroläther schwer löslich.

Bei 95°, 15 mm: Verlust 0.8—2 %.

C₃₇H₄₀O₆N₂ (608). Ber. C 73.03, H 6.58. Gef. C 72.80, 72.63, H 6.67, 6.7.
 $[\alpha]_D^{20} = +0.84^{\circ} \times 200/2.71 \times d = +62^{\circ}/d$ (absol. Alkohol).

Das Perchlorat erstarrte harzig; das Jodmethylat kam aus Alkohol in Prismen, die nach Sintern von 175° bei 190° aufschäumten.

Durch Verseifung des Benzoats in Methanol erhielt man auf Zugabe von Wasser reichlich Krystalle, die man aus 200 Tln. zu kurzen, derben Prismen umlöste: Sintern von 128° an, Aufschäumen bei 135°, Reaktion basisch. FeCl₃ färbt nicht.

Ber. für 2 H₂O 6.67 %, gef. 6.67 (3×)/100°, 15 mm).

C₃₀H₃₆O₂N₂ (504). Ber. C 71.44, H 7.14. Gef. C 71.36, H 7.24.
 $[\alpha]_D^{20} = +83^{\circ}/d$ (absol. Alkohol: 2 %).

Das Jodmethylat schmolz bei 300° (unt. Zers.), die Nadeln des Benzoats bei 233–235°; das Perchlorat kam aus 40 Thn. heißem Wasser mit Säure sofort in feinen Nadeln, die bei 100°, 15 mm 11% verloren.

$C_{30}H_{36}O_5N_2$, $HClO_4$ (604.5). Ber. C 59.55, H 6.13. Gef. C 59.55, H 6.02.

Di- und *N*-Monoacetyl-hexahydro-brucin.

$\frac{5}{1000}$ Mol. Diacetyl-tetrahydro-base nahmen in 100 ccm Wasser und 5 ccm *n*-Essigsäure mit 70 mg PtO_2 , H_2O 133 ccm Wasserstoff statt 120 ccm auf. Das Produkt isolierte man mit *n*- $KHCO_3$ und Chloroform als Harz, das man aus Äther durch Einengen in farblosen, kleinen Prismen gewann. Das gleiche Präparat erhielt man auch aus Hexahydro-brucin-Monoperchlorat, indem man 2 g davon mit 20 ccm Acetanhydrid und 1 g Acetat 1 Stde auf 100° erhitze, das Anhydrid völlig im Vakuum-Kolben entfernte und die freie Base aus Äther krystallisierte: 1.8 g. Sie sintert von 120° an und schmilzt gegen 135°.

Verlust 95°, 15 mm: 5.7, 3.6%; dabei völliges Sintern.

$C_{27}H_{36}O_6N_2$ (484). Ber. C 66.94, H 7.43. Gef. C 67.11, H 7.30.
0.27 g getr. Subst. neutralisierten bei 0° 5 ccm *n*/₁₀-HCl.

$[\alpha]_D^{20} = +66.5^{\circ}/d$ (Wasser), $+39.9^{\circ}/d$ (absol. Alkohol).

Für Diacetyl-tetrahydro-brucin fand man:

$[\alpha]_D^{20} = +50^{\circ}/d$ (Wasser: 0.7%), $+11.7^{\circ}/d$ (absol. Alkohol: 2%).

Das Jodmethylat wurde aus der Base mit Methyljodid und durch Hydrierung von $C_{17}H_{34}O_6N_2$, CH_3J dargestellt. $\frac{1}{1000}$ Mol. davon nahmen in 60 ccm Wasser mit 60 + 30 + 30 mg Platinoxid schnell 40 statt 24 ccm Wasserstoff auf. Der Rest der neutralen, im Exsiccator eingedunsteten Lösung gab aus wenig Methanol 0.36 g farblose Prismen, die nach dem Trocknen bei 176–180° schmolzen, ebenso wie das nach dem anderen Verfahren gewonnene Präparat.

Verlust 100°, 15 mm: 4.2, 4.9%.

$C_{27}H_{36}O_6N_2$, CH_3J (626). Ber. J 20.3. Gef. J 19.8 (Fällung).

$[\alpha]_D^{20} = +64.6^{\circ}/d$ (Wasser: 5.5%).

Die *N*-Monoacetyl-base stellte man durch Hydrierung des Derivats von $C_{23}H_{30}O_4N_2$ mit Platinoxid dar, wobei nur 2 Äquiv. aufgenommen wurden, oder durch Verseifung der Diacetylverbindung in Methanol mit 1.2 Mol. *n*-Na(OH). Man isolierte sie mit Chloroform und löste sie aus wenig Aceton zu farblosen Täfelchen um. Ausbeute 90%. Schmp. 185–186°.

Verlust 100°, 15 mm: 8.8%.

$C_{25}H_{34}O_5N_2$ (442). Ber. C 68.0, H 7.83. Gef. C 67.9, H 7.7.

$[\alpha]_D^{20} = +70^{\circ}/d$ (Wasser: 0.6%), $+44.6^{\circ}/d$ (absol. Alkohol: 2%).

Für Monoacetyl-tetrahydro-brucin fand man:

$+48.8^{\circ}/d$ (Wasser: 2%), $+14.2^{\circ}/d$ (absol. Alkohol: 2.8%).

Das Perchlorat bildete wasserfreie Nadeln.

Ber. C 55.30, H 6.45. Gef. C 55.08, H 6.23.

Das Jodmethylat kam aus Methanol in feinen Nadeln, die über 180° stark sintern und von 200° an schaumig werden.

$C_{25}H_{34}O_5N_2$, CH_3J (584). Ber. C 53.4, H 6.3. Gef. C 53.4, H 6.2.

$[\alpha]_D^{20} = +78.4^{\circ}/d$ (Wasser: 1.3%).

Man gewann das Salz auch durch angeregte Hydrierung von $C_{25}H_{32}O_5N_2$, CH_3J in Wasser. Schnelle Aufnahme von 28, statt 24 ccm Wasserstoff.