

Sophocarpin, das durch Absaugen isoliert werden konnte. Die Mutterlauge davon, sowie die Fraktionen I und VI wurden in die Jodhydrate übergeführt und das schwerlösliche Sophocarpin-Jodhydrat abgetrennt. Die Mutterlauge, sowie die VII. Fraktion wurden, wie oben beschrieben, durch wiederholtes Aufnehmen in Petroläther, Abdestillieren usw. aufgearbeitet, wobei schließlich Matrin neben geringen Mengen Sophoridin und Aloperin isoliert werden konnten.

Die Gesamtausbeute betrug:

| | | |
|-----------------------|------------------|-----------------------|
| Sophoridin | 7 g = 0.0175 % | des Pflanzenmaterials |
| Sophocarpin | 54.4 g = 0.136 % | „ „ |
| Matrin | 42.6 g = 0.106 % | „ „ |
| Aloperin | 1.9 g = 0.005 % | „ „ |

91. A. Orechoff und S. Norkina: Über die Alkaloide von *Arundo Donax* L.

Aus d. Alkaloid-Abteil. d. Staatl. Chemisch-pharmazeutischen Forschungs-Instituts, Moskau.]

(Eingegangen am 29. Januar 1935.)

Arundo Donax L., aus der Familie der Gramineen, ist eine in Mittel-Asien ziemlich verbreitete Schilf-Art. Unser Expeditions-Leiter, Hr. Dr. P. Massagetoff, wurde darauf aufmerksam, daß diese Pflanze von den weidenden Kamelen niemals berührt wird, während sie das daneben wachsende gewöhnliche Schilf — *Arundo Phragmites* — gern verzehren. Diese Beobachtung veranlaßte ihn, die Pflanze in etwas größeren Mengen zu sammeln und auf deren Alkaloid-Gehalt zu prüfen. Diese Prüfung ergab nun die unzweideutige Anwesenheit von Alkaloiden, was ziemlich unerwartet war, da in der Familie der Gramineen bisher kein einziger alkaloid-haltiger Vertreter bekannt geworden ist. Aus dem von Dr. Massagetoff gesammelten Material gelang es uns, ein schön krystallisiertes Alkaloid, wenn auch in spärlicher Menge, zu isolieren. Das neue Alkaloid, für welches wir den Namen Donaxin vorschlagen, krystallisiert aus Aceton in sehr schönen Nadeln vom Schmp. 138—139° und ist optisch inaktiv.

Die Analyse führt unzweideutig zur Formel $C_{11}H_{14}N_2$. Das Donaxin ist eine ziemlich starke Base, die sich einsäurig titriert und 1 Mol. Jodmethyl addiert. Die Zerewitinoff-Bestimmung zeigt das Vorhandensein eines aktiven Wasserstoffs an. Eines von den beiden Stickstoffatomen scheint also sekundärer Natur zu sein. Das Donaxin besitzt ausgesprochen ungesättigten Charakter und entfärbt Permanganat in schwefelsaurer Lösung momentan. Nach Beschaffung von neuem Pflanzenmaterial soll die Arbeit fortgesetzt werden.

Beschreibung der Versuche.

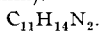
(mitbearbeitet von T. Maximowa).

Extraktion des Alkaloids.

26 kg feingemahlener grüner Teile (Blätter) von *Arundo Donax* wurden mit 10-proz. Ammoniak gut durchfeuchtet und mit Äthylenchlorid erschöpfend perkoliert. Die Auszüge wurden mit 5-proz. Salzsäure mehrmals ausgeschüttelt, die vereinigten sauren Lösungen mit 25-proz. Ammoniak alkalisch ge-

macht und erschöpfend ausgeäthert. Der über Pottasche getrocknete Äther hinterließ 15 g einer festen, dunklen Masse, die, mit Aceton verrieben, ein viel helleres Aussehen annahm. Aus heißem Aceton scheidet sich der Körper in nadelförmigen Krystallen ab. Nach mehrmaligem Umlösen aus Aceton wurden prächtige, farblose, glänzende, flache Nadeln oder Blättchen erhalten. Schmp. 138—139°. Leicht löslich in Alkohol, Äther und Chloroform, schwerer in kaltem Aceton, unlöslich in Petroläther und Wasser. Die wäßrige Lösung reagiert auf Lackmus stark alkalisch. Die schwefelsaure Lösung entfärbt Permanganat momentan. Eine 1.5-proz. alkohol. Lösung erwies sich, im 1-dm-Rohr, als optisch inaktiv.

0.1153, 0.1104 g Sbst.: 0.3207, 0.3080 g CO₂, 0.0858, 0.0780 g H₂O. — 4.214, 2.613 mg Sbst.: 0.589 ccm N (20°, 763 mm), 0.367 ccm N (21°, 763 mm). — 13.124 mg Sbst.: 0.768 ccm n/10-HCl (Methylrot). — 10.7, 9.0 mg Sbst.: 1.63, 1.53 ccm CH₄ (0°, 760 mm).



Ber. C 75.85, H 8.04, N 16.08, Mol.-Gew. = 174, H (aktiv) = 1.
Gef. „ 75.87, 76.08, „ 8.33, 8.09, „ 16.07, 16.09, „ = 171, „ „ = 1.19, 1.24.

Pikrat: Beim Vermischen alkohol. Lösungen von Donaxin und Pikrinsäure fällt das Pikrat erst nach einigem Stehen krystallinisch aus. Aus heißem Alkohol umgelöst, Schmp. 144—145°.

Perchlorat: Die salzsaure Lösung der Base gibt beim Versetzen mit einer gesättigten, wäßrigen Natriumperchlorat-Lösung sofort einen farblosen, krystallinischen Niederschlag. Nach Umlösen aus heißem Wasser schmilzt das Salz bei 150—151°.

Chloroplatinat: Eine Lösung der Base in 5-proz. Salzsäure gibt mit Platinchlorwasserstoffsäure einen orange-roten Niederschlag. Aus heißer 5-proz. Salzsäure krystallisiert das Salz in roten Nadeln vom Schmp. 180—181° (unt. Zers.).

Einwirkung von Jodmethyl: 2 g Donaxin wurden in 5 ccm Alkohol gelöst und mit 1 ccm Jodmethyl versetzt. Nach 2-stdg. Stehen bei 15—20° hat sich ein farbloser, krystallinischer Niederschlag ausgeschieden; nach Umlösen aus heißem Alkohol Schmp. 176—177°.

0.0606 g Sbst.: 0.0451 g Ag.

$\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{N}_2, \text{CH}_3\text{J}$. Ber. J 40.19. Gef. J 40.22.

92. B. Arbusow und O. Schapschinskaja: Versuche zur Darstellung der 1.3-Dimethyl-cyclohexan-tricarbonsäure-(1.2.3).

[Aus d. Laborat. für Organ. Chemie d. Butlerow-Instituts zu Kasan.]

(Eingegangen am 14. Januar 1935.)

Bei der Oxydation von Abietinsäure mit Kaliumpermanganat unter Verwendung von 10 und 24 aktiv. Sauerstoffatomen schieden Ruzicka, Meyer und Pfeiffer¹⁾, neben anderen Oxydationsprodukten, eine Säure C₁₁H₁₆O₆ vom Schmp. 218—219° (Trimethylester: Schmp. 75°) und eine Säure C₁₂H₁₈O₆ ab. Später erhielt P. Levy²⁾ die Säuren C₁₁H₁₆O₆ und C₁₂H₁₈O₆ durch Oxydation von Abietin- und Tetrahydro-abietinsäure mit Salpetersäure. Da es von Wichtigkeit erschien, die Struktur der Säuren C₁₁ und C₁₂ festzustellen, untersuchten Ruzicka, Goldberg, Huyser und Seidel³⁾ ausführlich die Bedingungen der Bildung der genannten Säuren und deren Dehydrierung mit Selen.

¹⁾ Ruzicka, Meyer, Helv. chim. Acta **6**, 1097 [1923]; Ruzicka, Meyer, Pfeiffer, Helv. chim. Acta **8**, 637 [1925].

²⁾ P. Levy, B. **62**, 2497 [1929].

³⁾ Ruzicka, Goldberg, Huyser, Seidel, Helv. chim. Acta **14**, 545 [1931].