

135. A. Heiduschka und F. Philippi: Über Solanin.

[Aus d. Institut für Lebensmittel- u. Gärungs-Chemie d. Techn. Hochschule Dresden.]
(Eingegangen am 14. März 1935.)

Hilger¹⁾ beschreibt ein Hexaacetyl-solanin, das er durch Einwirkung von Essigsäure-anhydrid auf Solanin erhalten hatte. Bei einer Nachprüfung dieses Versuches durch den einen von uns und H. Sieger²⁾ konnte dieses Produkt nicht erhalten werden. Zemplén und Gerecs³⁾ gewannen dagegen ein Acetyl-derivat, das bei 190° sinterte und bei 204—205° ohne Zersetzung schmolz, und das von ihnen als Tridekaacetyl-solanin angesprochen wird. Bei einer erneuten Nachprüfung erhielten auch wir ein Acetyl-solanin, das aber der Formel $C_{74}H_{113}NO_{29}$, also einem Hendekaacetyl-derivat, entspricht. Das Mißlingen im ersten Falle ist zweifellos auf die Verwendung eines anderen Solanin-Präparates zurückzuführen.

Beschreibung der Versuche.

Zu den Versuchen wurde Mercksches Solanin, puriss. cryst. verwendet; der Arbeitsgang war derselbe, wie ihn Zemplén und Gerecs angeben. Aus 50 g Solanin wurden etwa 10 g Acetyl-derivat erhalten. Es schmolz, nachdem es sich bei 182° gelblich, dann immer dunkler bis hellbraun gefärbt hatte und bei 192° gesintert war, endgültig bei 200°. Die einen leichten Stich ins Gelbliche zeigenden Kryställchen lösten sich in Alkohol, Chloroform, Benzol, nicht in Wasser und Äther.

0.1212 g Sbst.: 0.2631 g CO_2 , 0.0829 g H_2O . — 0.1189 g Sbst.: 0.2597 g CO_2 , 0.0861 g H_2O . — 0.1182 g Sbst.: 0.2582 g CO_2 , 0.0849 g H_2O . — 0.9467 g Sbst.: 6.33 ccm n_{10} -HCl (Kjeldahl). — 0.9377 g Sbst.: 7.28 ccm n_{10} -HCl (Kjeldahl). — 0.9671 g Sbst.: 6.52 ccm n_{10} -HCl (Kjeldahl).

Hendekaacetyl-solanin, $C_{74}H_{113}NO_{29}$ (1479).

Ber. C 60.03, H 7.64, N 0.97.

Gef. „ 59.20, 59.57, 59.57, „ 7.65, 8.10, 8.03, „ 0.94, 1.05, 0.99.

Um festzustellen, wieviel Acetylgruppen im acetylierten Solanin vorhanden sind, wurde dasselbe mit alkohol. Kali verseift und der Überschuß an Lauge mit Säure zurücktitriert. Es ergaben sich folgende Werte:

0.3670 g Sbst.: 0.1509 g KOH. — 0.4612 g Sbst.: 0.2020 g KOH. — 0.5160 g Sbst.: 0.2178 g KOH. — 0.4931 g Sbst.: 0.2184 g KOH.

Aus dem Mittelwert 0.4290 g KOH für 1 g Sbst. errechnen sich 11 Acetylgruppen.

Das Acetylprodukt wurde im Ölbade am Rückflußkühler mit 12-proz. Salzsäure erhitzt. Eine völlige Aufspaltung war nach 30 Min. erfolgt, wobei sich ein gelbliches Salz abschied. Es erwies sich als Chlorhydrat des Solanidins. Bei der Aufspaltung wurden auf 1 g Acetyl-solanin 0.330 g Solanidin isoliert.

0.1062 g Sbst.: 0.3085 g CO_2 , 0.0999 g H_2O . — 0.1123 g Sbst.: 0.3271 g CO_2 , 0.1045 g H_2O . — 0.2320 g Sbst.: 4.61 ccm n_{10} -HCl. — 0.1320 g Sbst.: 2.56 ccm n_{10} -HCl.

Solanidin, $C_{34}H_{57}NO_2$. Ber. C 80.23, H 10.94, N 2.68.

Gef. „ 79.21, 79.45, „ 10.53, 10.41, „ 2.78, 2.72.

¹⁾ A. 195, 321. ²⁾ Arch. Pharmaz. 255, 18. ³⁾ B. 61, 2294 [1928].