

β -3-Acetoxy-cholansäure: 50 mg β -3-Oxy-cholansäure wurden mit 1 ccm Essigsäure-anhydrid $\frac{1}{4}$ Stde. gekocht, nach vorsichtigem Zusatz von 1 ccm Wasser zur Zerstörung des überschüssigen Anhydrids noch eine $\frac{1}{4}$ Stde. weiter erhitzt und nach Zugabe von Eisessig bis zur Lösung des ölig ausgeschiedenen Acetylierungsproduktes der Krystallisation überlassen. Die Acetylverbindung wird aus Aceton-Wasser in breiten, rhombischen Stäbchen oder in ovalen, unregelmäßig gekerbten Blättchen vom Schmp. 183—185° erhalten. Die Mischung mit Lithocholsäure (Schmp. 185—186°) schmilzt bei 157—169°, mit β -3-Oxy-cholansäure (Schmp. 176 bis 177°) bei 150—166°.

Schmelzpunkts-Vergleich und Digitonin-Fällbarkeit.

Digitonid	Misch-Schmp.		Digitonid
— Lithocholsäure	185—186°	155—168°	β -3-Oxy-cholansäure 176—177° +
— Methylester	93 bzw. 130°	105—110°	Methylester 113—114.5° +
— Acetylderivat	168—169°	143—150°	Acetylderivat 183—185° —

Zur Prüfung auf Digitonin-Fällbarkeit wurden 5 mg Sbst. in 1 ccm 90-proz. Alkohol gelöst und mit 2 ccm einer 1-proz. alkohol. Digitonin-Lösung versetzt. Während in 95-proz. Alkohol Sterine noch sofort gefällt werden, tritt bei der β -3-Oxy-cholansäure und ihrem Methylester auch nach längerem Stehen keine Ausscheidung mehr ein.

Das Hauptprodukt der katalytischen Reduktion der Dehydrolithocholsäure in alkalischem Medium (Natriumhydroxyd in Alkohol) mittels Platinmohrs erwies sich nach Misch-Schmp. mit Lithocholsäure identisch und zeigte mit β -3-Oxy-cholansäure starke Schmelzpunkts-Depression. Die erhaltene Lithocholsäure krystallisiert aus Aceton-Wasser in feinen Nadeln, die 1 Mol. Krystallwasser enthalten.

27.5 mg Sbst. verlieren bei 100° über P_2O_5 im Vak. 1.1 mg H_2O .

$C_{24}H_{40}O_3 \cdot H_2O$ (394). Ber. 4.57, Gef. 4.00 % Gewichtsverlust.

$[\alpha]_D = +34.22^\circ$ ($\alpha = +0.36^\circ$, $l = 1$ dm, $c = 1.052$, in absol. Alkohol).

Berichtigungen.

Jahrg. 68 [1935], Heft 1, S. 39, 58 mm v. o. lies „Manoyloxyd-Ozonid“ statt „Manoyloxyd“.

Jahrg. 68 [1935] Heft 1, S. 89, 20 mm und 23 mm v. o. lies „Apocamphen-carbonsäure“ statt „Apocamphen-3-carbonsäure“.

Jahrg. 68 [1935], Heft 1, S. 91, 35 mm v. o. lies „0.2022 g“ statt „2.2022 g“.