

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 Dehydro-lithocholsäure 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“.