

# Isoalantolacton-Reindarstellung

VON WERNER WUNDERLICH

Die Arbeit von ASSÉLINEAU u. BORY, C. R. Acad. Sci. Paris **246**, 1874 (1958) gibt den Anlaß zur Veröffentlichung einiger inzwischen abgebrochener Versuche.

Nach Untersuchungen von HANSEN, Ber. dtsch. chem. Ges. **64**, 67, 943 (1931) soll das Lacton aus *Inula helenium* ein Gemisch dreier Bitterstoffe sein, Alanto-, Isoalantolacton und Dihydroisoalantolacton. Die von HANSEN beschriebene Trennung über die Ammoniak-anlagerungsprodukte ist sehr verlustreich [RUZICKA, Helv. chim. Acta **14**, 1090 (1931)]. Dagegen erwies sich die Anlagerung von Dimethylamin als sehr vorteilhaft zur Isolierung von Isoalantolacton. Die Umsetzung des Lactongemisches mit Dimethylamin in Methanol bei Raumtemperatur liefert als einzige kristallisierende Verbindung in 14–20% Ausbeute ein Anlagerungsprodukt von 1 Mol Dimethylamin an 1 Mol Isoalantolacton. Durch einmaliges Umkristallisieren aus Äthanol, Essigester oder Benzol stieg der Schmelzpunkt auf 144–145°. Die Substanz destillierte bei 230–240° Badtemperatur und 12 mm restlos bei 110–122°. Das Dimethylamin ist quantitativ abgespalten. Das sofort kristallin erstarrende Destillat ließ sich aus 10 Teilen Essigester glatt unkristallisieren und erwies sich als reines Isoalantolacton vom Schmp. 109–110°.

In den Ammoniak-anlagerungsmutterlauge(n) wurde kein Dihydroisoalantolacton gefunden. Es wurden allerdings nur 69% kristalline Anlagerungsverbindung erhalten. (Die Mutterlauge enthält auch noch Ammoniak-Addukte; beim Versuch, sie im Vakuum zu destillieren, gibt sie  $\text{NH}_3$  ab.) Die letzten Kristalle mit einem Schmp. von 180–190° lieferten beim Erwärmen mit Essigsäure unter  $\text{NH}_3$ -Abspaltung ein Gemisch von Alantolacton und Isoalantolacton. Als die Isoalantolacton- $\text{NH}_3$ -Verbindung vom Schmp. 240° mit Formaldehyd-Ameisensäure (in Isopropanol) zu methylieren versucht wurde, wurde das Ammoniak ebenfalls abgespalten und 90% Isoalantolacton (Schmp. 102–105° aus Cyclohexan) neben 10% unveränderter  $\text{NH}_3$ -Anlagerungsverbindung gewonnen.

*Berlin-Adlershof, Forschungsabteilung des VEB Berlin-Chemie.*

Bei der Redaktion eingegangen am 23. März 1959.