

## DER NACHWEIS DES ALANTOLAKTONS IN RADIX ENULAE.

Von

R. FISCHER und H. EHRLICH.

Aus dem Pharmakognostischen Institut der Universität Innsbruck.

*(Eingelangt am 2. Oktober 1936.)*

Nach O. TUNMANN<sup>1</sup> liefert die Mikrosublimation bei Radix Enulae unbrauchbare Ergebnisse, bezw. tropfenförmige Sublimat. Da jedoch das in der Droge vorhandene Alantolakton nach Angaben der Literatur unzersetzt sublimierbar ist, stellten wir Versuche an, um das Alantolakton durch die Mikrosublimation in kristallisierter Form zu erhalten.

Zu diesem Zweck stellten wir uns vorerst das Alantolakton nach den Angaben von J. BREDT und W. POSTH<sup>2</sup> her. Das Drogenpulver wurde der Wasserdampfdestillation unterworfen und die in der Vorlage nach einigem Stehen abgeschiedenen weißen Flocken aus verdünntem Alkohol umkristallisiert. Man geht am besten so vor, daß man in 96%igem Alkohol in der Hitze löst und die heiße Flüssigkeit vorsichtig mit Wasser versetzt, bis eine weißliche Trübung aufzutreten beginnt. Man setzt dann noch einige Tropfen 96%igen Alkohol zu, um die Trübung zum Verschwinden zu bringen und stellt zur Kristallisation beiseite. Es fallen nach einigen Stunden lange, weiße Nadeln aus, die nach nochmaligem Umkristallisieren rein sind, und einen Mikroschmelzpunkt von 72 bis 74° zeigen.

Diese Kristalle wurden nun der Mikrosublimation unterworfen, und zwar bei einer Temperatur von 70°, 3 mm Abstand und Atmosphärendruck, ferner bei einer Temperatur von 50 bis 55°, 3 mm Abstand und Vakuum 12 mm Hg. In beiden Fällen wurden nur tropfenweise Sublimat erhalten, die auch durch Kratzen nicht

<sup>1</sup> Pharm. Zentralhalle 53, 1175 (1912).

<sup>2</sup> Ann. Chem. 285, 349 (1895).

zur Kristallisation zu bringen waren. Erst nach längerem Stehen entstanden einzelne, schlecht ausgebildete Kristalle. Durch Lösen eines solchen Tröpfchensublimates in 50%igem Alkohol in der Wärme und langsamem Verdunstenlassen des Tropfens in der feuchten Kammer erhielten wir schöne Kristalle mit einem Mikroschmelzpunkt von 72 bis 74°.

Von vornherein kristallisierte Sublimate entstanden aus der Reinsubstanz erst bei Anwendung der Vakuumsublimation mit Kühlung, und zwar wurde eine Vakuummglocke mit Glaskühler (R. FISCHER<sup>3</sup>) verwendet, und wiederum bei einer Temperatur



Abb. 1.

Vakuumsublimat von Rad. Enulae, bestehend aus Alantolakton,  $F = 72-74^{\circ}$ .

von 55° und 3 mm Abstand sublimiert. Wichtig ist hierbei energische Kühlung mit fließendem Wasser. Die Sublimate stellten lange Nadeln dar. Mikroschmelzpunkt = 72 bis 74°.

Nachdem auf diese Weise das Verhalten der Reinsubstanz bei der Mikrosublimation klargestellt war, wendeten wir dieselbe Methode auch auf Radix Enulae an. Wie zu erwarten, wurde ohne Kühlung nur ein tropfenförmiges Sublimat erhalten, das sich mit Alkohol umkristallisieren ließ. Mikroschmelzpunkt = 71 bis 73°. Bei Anwendung von Vakuum und Kühlung entstanden jedoch bald schöne Kristalle, genau so wie aus der Reinsubstanz. Die Kristalle schmolzen dann bei 71 bis 73°, zeigten also noch eine geringe

<sup>3</sup> Mikrochemie 9, 247 (1934).

Schmelzpunktdepression. Um die Verunreinigungen zu entfernen, behandelten wir die Droge vorher mit Lösungsmitteln, die das Alantolakton verhältnismäßig wenig lösten, die Verunreinigungen jedoch entfernten. Nach kurzer Vorbehandlung des Drogenpulvers mit Pentan sublimierten reine Kristalle von Alantolakton. Schmelzpunkt 72 bis 74°. Die Abbildung zeigt solche Kristalle bei 56facher Vergrößerung.

### Z u s a m m e n f a s s u n g .

Bei der Mikrosublimation von Radix Enulae erhält man im Vakuum und bei Anwendung von Kühlung Kristalle von Alantolakton, Mikroschmelzpunkt 72 bis 74°.