

in Natriumbisulfatlösung entstandene Product wird mit Alkohol aufgenommen und die mit einigen Tropfen Salzsäure versetzte alkoholische Lösung in viel siedendes Wasser eingetragen. Nach dem Wegkochen des grössten Theiles des Alkohols krystallisiert das 3.4.2'-Trioxy-flavonol in schönen, blassgelben Nadeln, welche bei 298° unter Zersetzung schmelzen und in verdünnter Natronlauge mit rothgelber Farbe leicht löslich sind.

$C_{15}H_{10}O_6$ . Ber. C 62.93, H 3.49.  
Gef. » 63.04, » 3.53.

Da diese Verbindung drei tinctogene Gruppen enthält — nämlich 1. zwei Hydroxylgruppen in Orthostellung, 2. die Atomgruppierung  $C:O$  und 3. zwei anchiständige<sup>1)</sup> Hydroxylgruppen —, so war zu erwarten, dass sie sich als ein kräftiger Beizenfarbstoff erweisen würde. Das 3.4.2'-Trioxy-flavonol färbt in der That die Thonerdebeize intensiv orangegelb, die Eisenbeize braun bis schwarz an; aber fast genau dieselben Färbungen werden auch mit dem 3.4.3'-Trioxy-flavonol<sup>2)</sup> erhalten, welches nur die beiden ersten von den eben aufgezählten tinctogenen Gruppen enthält. Ein besonderer Einfluss der dritten tinctogenen Gruppe konnte hier nicht constatirt werden.

Bern, Universitätslaboratorium.

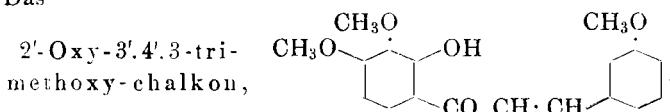
392. St. v. Kostanecki und O. Schleifenbaum: Ueber das 3.4.3'-Trioxy-flavonol.

(Eingegangen am 24. Juni 1904.)

Im Anschluss an die voranstehende Mittheilung haben wir das 3.4.3'-Trioxy-flavonol dargestellt.

Als Ausgangsmaterial diente das 2'-Oxy-3'.4'.3-trimethoxy-chalkon, welches durch Paarung des Gallacetophenondimethyläthers mit *m*-Methoxybenzaldehyd unter den von Cohen und Kostanecki bei der Darstellung des 2'-Oxy-3'.4'.2-Trimethoxy-chalkons angegebenen Bedingungen erhalten wurde.

Das



Krystallisiert aus Alkohol in gelben Nadeln, welche bei 127—128° schmelzen und sich beim Benetzen mit concentrirter Schwefelsäure

<sup>1)</sup> Katschalowsky und Kostanecki, diese Berichte 37, 2347 [1904].

<sup>2)</sup> s. die folgende Mittheilung.

dunkelroth färben, während die Schwefelsäurelösung orangegelb erscheint.

$C_{18}H_{18}O_5$ . Ber. C 68.79, H 5.73.

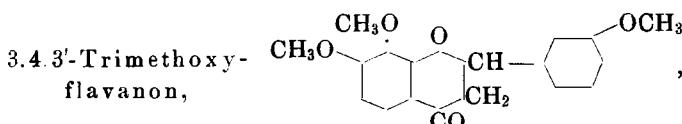
Gef. » 68.92, » 5.60.

Bei kurzem Erhitzen mit Essigsäureanhydrid und entwässertem Natriumacetat liefert es eine aus Alkohol in schwach gelben Nadeln krystallisirende Acetylverbindung, welche bei  $80-81^\circ$  schmilzt.

$C_{20}H_{20}O_6$ . Ber. C 67.42, H 5.62.

Gef. » 67.34, » 5.69.

Die Umwandlung des 2'-Oxy-3',4'-3-trimethoxy-chalkons in das

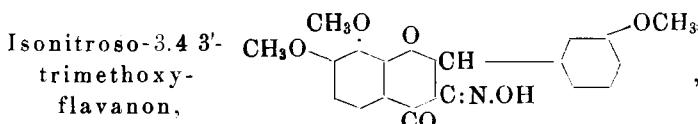


und die Reindarstellung dieser Verbindung geschah ganz in derselben Weise wie die in der voranstehenden Mittheilung beschriebene Umwandlung des 2'-Oxy-3',4'-2-trimethoxy-chalkons in das 3,4,2'-Trimethoxy-flavanon. Das 3,4,3'-Trimethoxy-flavanon krystallisiert aus Alkohol in weissen Nadeln vom Schmp.  $79^\circ$ . Es wird von concentrirter Schwefelsäure mit schwach gelber, von alkoholischer Natronlauge mit orangegelber Farbe aufgenommen.

$C_{18}H_{18}O_5$ . Ber. C 68.79, H 5.73.

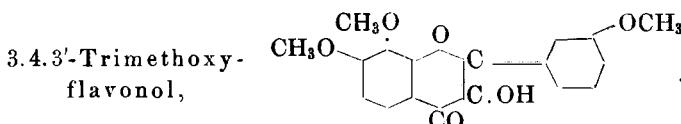
Gef. » 68.51, » 5.73.

Das in üblicher Weise dargestellte



krystallisiert aus Alkohol in blassgelben, breiten Nadeln, welche bei  $168^\circ$  unter Zersetzung schmelzen. Es ist in verdünnter Natronlauge mit schwach gelber Farbe leicht löslich und färbt mit Kobaltbeize gebeizte Baumwolle fast genau so wie das Isonitroso-3,4,2'-trimethoxy-flavanon, nämlich bräunlich gelb an.

$C_{18}H_{17}NO_5$ . Ber. N 4.08. Gef. N 3.99.



Beim Kochen einer essigsauren Lösung des Isonitrosoflavanons mit 10-procentiger Schwefelsäure scheidet sich das 3,4,3'-Trimethoxy-flavonol in schönen Nadelchen aus. Es ist in Alkohol schwer löslich und krystallisiert in blassgelben Nadeln vom Schmp.  $188-189^\circ$ .

$C_{18}H_{16}O_6$ . Ber. C 65.85, H 4.87.

Gef. » 65.70, » 4.86.

Es färbt Thonerdebeize blassgelb an. Von concentrirter Schwefelsäure wird es mit hellgelber Farbe aufgenommen. In kalter Natriumlauge ist es unlöslich, beim Erwärmen entsteht ein gelb gefärbtes Natriumsalz.

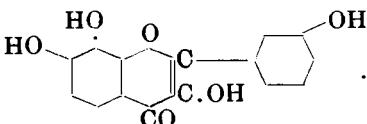
Das

**Acetyl-3.4.3'-trimethoxy-flavonol**,  $C_{18}H_{16}O_2(OCH_3)_3(O.CO.CH_3)$ , krystallisiert aus verdünntem Alkohol in weissen, feinen Nadeln, welche bei  $165^{\circ}$  schmelzen.

$C_{20}H_{18}O_7$ . Ber. C 64.86, H 4.86.

Gef. » 64.90, » 5.11.

3.4.3'-Trioxy-flavonol,



Durch Kochen mit starker Jodwasserstoffsäure lässt sich das 3.4.3'-Trimethoxy-flavonol entmethyliren, das entstandene 3.4.3'Trioxy-flavonol ist jedoch durch eine harzartige Substanz verunreinigt. Durch Auskochen mit viel Wasser lässt sich der Farbstoff in Lösung bringen, während das Harz auf dem Filter zurückbleibt. Der aus der wässriger Lösung in feinen, blassgelben Nadelchen abgeschiedene Niederschlag wird dann aus verdünntem Alkohol umkrystallisiert. Man erhält so blassgelbe Nadeln, welche beim Trocknen Krystallwasser verlieren und beim Erhitzen im Capillarröhrchen bei  $260^{\circ}$  schmelzen.

$C_{15}H_{10}O_6$ . Ber. C 62.93, H 3.49.

Gef. » 62.73, » 4.01.

Das 3.4.3'-Trioxy-flavonol wird von concentrirter Schwefelsäure mit grünlich gelber, von Alkalien mit bräunlich gelber Farbe aufgenommen. Es färbt gebeizte Baumwolle kräftig an, und zwar Thonerdebeize orangegelb, Eisenbeize je nach der Stärke der Beize braun bis schwarz.

Das

**Acetyl-3.4.3'-Triacetoxy-flavonol**,  $C_{15}H_8O_2(O.CO.CH_3)_4$ , krystallisiert aus verdünntem Alkohol in weissen Nadeln, welche bei  $166 - 167^{\circ}$  schmelzen.

$C_{23}H_{18}O_{10}$ . Ber. C 60.79, H 3.96.

Gef. » 60.70, » 4.28.

Bern, Universitätslaboratorium.