

Beschreibung der Versuche.

Ein Stierhodenextrakt wurde wie früher⁴⁾ aus 400 g Gewebe und 1 l Wasser bereitet. 100 ccm des klaren Filtrates (p_H 6.5) wurden mit 200 g Androstendion versetzt und 20 Tage in einer geschlossenen Flasche bei 37° aufbewahrt. Dann wurde filtriert, der Filterrückstand nach Trocknen mit heißem Aceton zerrieben, die Acetonlösung filtriert, eingeengt und im Hochvakuum destilliert. Das Destillat (155 mg) wurde mit 400 mg Girard-Ketonreagens T⁵⁾ in 2 ccm Methanol und 0.2 ccm Eisessig 1 Stde. gekocht. Nach Abkühlen mit Kältemischung wurden 3.3 ccm *n*-NaOH unter Röhren zugefügt, mit eisgekühltem Wasser verdünnt und erschöpfend mit Äther extrahiert. Der so gewonnene ketonfreie Anteil lieferte etwa 15 mg Substanz, die nicht untersucht wurde. Die wäßrige Lösung wurde mit Salzsäure stark angesäuert und nach einigem Stehenlassen mit Äther extrahiert. Der Ätherrückstand (120 mg) wurde 20 Min. mit 2 ccm Essigsäure-anhydrid gekocht und nach Entfernung des Essigsäure-anhydrids aus verd. Methanol und aus verd. Aceton umkristallisiert: 20 mg Androsteron-acetat, Schmp. 161.5—162.5° (unkorr.).

4.607 mg Sbst.: 12.820 mg CO_2 , 3.990 mg H_2O .

$C_{21}H_{32}O_3$. Ber. C 75.85, H 9.70. Gef. C 75.89, H 9.69.

Die gesammelten Mutterlaugen wurden nach Trocknen mit 15 ccm 1.5-*n*. methylalkohol. Kalilauge 30 Min. in der Hitze verseift, nach Erkalten mit Wasser verdünnt und mit Äther extrahiert. Der Ätherrückstand wurde mit überschüss. Hydroxylamin-acetat in alkohol. Lösung 2 Stdn. gekocht, das nach Erkalten gewonnene Oxim aus Alkohol umkristallisiert. Schmp. etwa 210—214°. 20 mg des so gewonnenen Androsteron-oxims wurden mit 8 ccm Alkohol und 2 ccm konz. Salzsäure 2 Stdn. gekocht und mit Wasser gefällt. Die Substanz wurde aus verd. Alkohol umkristallisiert. Schmp. 178—179° (unkorr.). Eine Mischprobe mit Androsteron ergab keine Schmelzpunktdepression.

37. Eduard Zintl und Hubert Roessler: Natriumtrisulfat $Na_2S_3O_{10}$.

[Aus d. Institut für Anorgan. u. Physik. Chemie d. Techn. Hochschule Darmstadt.]
(Eingegangen am 29. Dezember 1938.)

Die Veröffentlichung von P. Baumgarten und E. Thilo¹⁾ im Dezemberheft der „Berichte“ über die Reaktion von Kaliumsulfat und Kaliumdipyrrosulfat mit Schwefeltrioxyd veranlaßt uns, vorläufig mitzuteilen, daß wir bei einer größeren Untersuchung über Additionsreaktionen des Schwefeltrioxyds u. a. Natriumtrisulfat $Na_2S_3O_{10}$ erhalten haben. Das Salz wurde tensimetrisch und röntgenographisch als Verbindung charakterisiert. Es entspricht dem von Baumgarten und Thilo aufgefundenen „Kaliumdipyrrosulfat“ $K_2S_3O_{10}$ und den schon bekannten Trichromaten $Me_3Cr_3O_{10}$.

⁴⁾ A. Ercoli u. L. Mamoli, B. **71**, 156 [1938].

⁵⁾ A. Girard u. G. Sandulesco, Helv. chim. Acta **19**, 1095 [1936].

¹⁾ B. **71**, 2596 [1938].