

Prom. Nr. 2395

**I. Konstitution und Synthese der
Hexan-tetracarbonsäure aus Cevin und Germin**

II. Beitrag zur Kenntnis des Euphorbadienols

Von der
Eidgenössischen Technischen
Hochschule in Zürich

zur Erlangung
der Würde eines Doktors der technischen Wissenschaften
genehmigte

PROMOTIONSARBEIT

vorgelegt von
CHRISTIAN VOGEL
dipl. Ing.-Chem. E. T. H.
von Dachsen (Kt. Zürich)

Referent: Herr Prof. Dr. L. Ruzicka
Korreferent: Herr P.-D. Dr. O. Jeger

Juris-Verlag Zürich
1955

Tetramethylester der 3-Carboxy-4-carboxymethyl-heptandisäure-(1, 7)(CIV). In eine Lösung von 1,49 g 2-Benzyliden- Δ^6 -Octalon (CIII) in 20 cm³ Methylenchlorid wurde bei -70^o bis zum Auftreten einer Blaufärbung ein 3,9-proz. Ozonstrom eingeleitet. Hierauf wurde die Lösung mit 10 cm³ Eisessig verdünnt, das Methylenchlorid am Vakuum bei Zimmertemperatur abgesaugt und der Rückstand mit einer Lösung von 3 g Chrom(VI)-oxyd in 30 cm³ 90-proz. Essigsäure versetzt. Nach 1 Std. Erhitzen auf 90^o wurde die überschüssige Chromsäure mit Methanol zerstört, die Essigsäure am Vakuum abgedampft, der Rückstand mit Wasser verdünnt und kontinuierlich mit Aether extrahiert. Die rohe Tetracarbonsäure wurde mit Diazomethan verestert und der Methylester (1,22 g) durch fraktionierte Destillation gereinigt. Bei 150-153^o (0,15 mm) erhielt man 403 mg eines leicht gelblichen Oeles, das, noch dreimal destilliert, folgende Analysenwerte gab:

3,532 mg Subst. gaben 6,818 mg CO₂ und 2,156 mg H₂O

2,378 mg Subst. verbrauchten bei der Methoxylbestimmung nach

Vieböck & Brecher 8,556 cm³ 0,02-n. Na₂S₂O₃.

C₁₄H₂₂O₈ Ber. C 52,82 H 6,97 40CH₃ 39,00 %

Gef. C 52,67 H 6,83 40CH₃ 37,21 %

Ein Vergleich des IR.-Absorptionsspektrums des so bereiteten Tetramethylesters der 3-Carboxy-4-carboxymethyl-heptandisäure-(1, 7) (CIV) mit demjenigen des natürlichen Hexan-tetracarbonsäure-tetramethylesters, C₁₄H₂₂O₈, liess eindeutig ihre Verschiedenheit erkennen.

Zusammenfassung

Für die Hexan-tetracarbonsäure, C₁₀H₁₄O₈, einem Abbauprodukt der Veratrum-Alkamine Cevin und Germin, konnte auf Grund einer Synthese die Konstitution einer γ -Methyl- β , γ -dicarboxy-pimelinsäure (LXXIII) bewiesen werden.

Frakt.	Lösungsmittel	Eluat	Smp.
1	100 cm ³ Petroläther	74 mg hellgelbe Krist.	126-127 ^o
2	100 cm ³ Petroläther	34 mg hellgelbe Krist.	120-124 ^o
3	100 cm ³ Petroläther	23 mg hellgelbe Krist.	209-211 ^o
4	100 cm ³ Psth. -Bzol (7:3)	61 mg gelbe Krist.	226-228 ^o
5	100 cm ³ Psth. -Bzol (1:1)	20 mg gelbes Oel	

Fraktion 4 wurde aus Methylenchlorid-Methanol umkristallisiert. Die gelben, verfilzten Nadeln schmolzen nach sechsmaligem Umkristallisieren konstant bei 230-231^o. Das Analysenpräparat wurde 46 Std. bei 80^o im Hochvakuum getrocknet.

3,660 mg Subst. gaben 10,136 mg CO₂ und 3,012 mg H₂O

C₃₂H₄₆O₅ Ber. C 75,25 H 9,08 %

C₃₃H₄₈O₅ Ber. C 75,53 H 9,22 %

Gef. C 75,58 H 9,21 %

$$(\alpha)_D = -46^o (c = 0,73)$$

Herrn W. Manser, unter dessen Leitung die Mikroanalysen ausgeführt wurden, danke ich für seine wertvolle Mitarbeit.

Zusammenfassung

Es werden Versuche zur Charakterisierung der funktionellen Gruppen des tetracyclischen sekundären Alkohols Euphorbadienol beschrieben.