

# Über die bei der Isolierung der Monoaminosäuren mit Hilfe der Estermethode entstehenden Verluste.

## III. Mitteilung.

### Infreiheitsetzung der Ester mit Bleihydroxyd.

Von

**Emil Abderhalden und Arthur Weil.**

(Aus dem physiologischen Institute der Universität Halle a. S.)

(Der Redaktion zugegangen am 30. August 1912.)

Vor einiger Zeit teilten Zelinsky, Annenkoff und Kulikoff<sup>1)</sup> ein neues Verfahren mit, um die Ester der Monoaminosäuren aus ihren Chlorhydraten in Freiheit zu setzen. Sie vermischten das trockene Esterchlorhydrat mit einem Überschuß von Bleihydroxyd und destillierten den frei gewordenen Ester von dem Gemisch ab. Beim Alanin fanden sie in einem quantitativen Versuch als Ausbeute an freiem Ester 86,4%.

Wir prüften das Verfahren an Glykokoll und d-Alanin nach. Es gelang uns aber nie, trotz sorgfältiger Einhaltung aller Vorschriften, zu ähnlich hohen Ausbeuten zu gelangen.

Als Ausgangsmaterial diente uns teils Glykokollesterchlorhydrat, teils d-Alanin, das mit der zehnfachen Menge absoluten Alkohols zweimal verestert und dann bei 40° im Vakuum zum Krystallisieren eingeengt wurde. Das Bleihydroxyd wurde in einigen Versuchen mit dem trockenen Esterchlorhydrat vermischt; in anderen wurde das Esterchlorhydrat in wenig Alkohol gelöst und dann mit dem Bleihydroxyd gut durchgeschüttelt (Versuch 2 u. 4). In einem Versuch gingen wir von einem Gemisch von Glykokoll- und Alaninesterchlorhydrat aus. Das verseifte Destillat wog getrocknet 11,2 g. In einer aliquoten

<sup>1)</sup> N. Zelinsky, A. Annenkoff und J. Kulikoff, Über ein einfaches und bequemes Verfahren zur Darstellung der freien Ester der Aminosäuren. Diese Zeitschrift, Bd. 73, S. 459, 1911.

Menge — 5 g — wurde Glykokoll als Esterchlorhydrat abgeschieden und hieraus der Glykokollgehalt berechnet. Es verblieben dann für Alanin 8,4 g. Hierzu ist zu bemerken, daß sicher noch Glykokoll beigemischt war. Ferner haben wir nicht geprüft, ob außer den Aminosäuren Alanin und Glykokoll noch andere Produkte vorhanden waren. Nach unseren Beobachtungen ist die Methode von Zelinsky nicht empfehlenswert.

| Ver-<br>such<br>Nr. | Ausgangsmaterial                    |         |                 | Destillat |                    |      | Verseiftes Destillat |      |
|---------------------|-------------------------------------|---------|-----------------|-----------|--------------------|------|----------------------|------|
|                     |                                     | g       | Stickstoff<br>g | g         | N-Gehalt<br>g    % |      | g                    | %    |
| 1                   | Alanin                              | 11      | 1,730           | 12,5      | 0,528              | 30,5 | 3,2                  | 29,1 |
| 2                   | „                                   | 11      | 1,730           | —         | 0,662              | 38,2 | 4,1                  | 37   |
| 3                   | „                                   | 11      | 1,730           | 13,9      | 0,784              | 45,3 | 4,7                  | 43   |
| 4                   | „                                   | 11      | 1,730           | —         | 0,906              | 52,4 | 5,18                 | 47,1 |
| 5                   | Glykokollester-<br>chlorhydrat      | 20      | 2,056           | 6,5       | 0,489              | 23,8 | 2,5                  | 23,2 |
| 6                   | „                                   | 20      | 2,056           | 7,6       | 0,544              | 27,1 | 2,9                  | 27   |
| 7                   | „                                   | 20      | 2,056           | 8,2       | 0,595              | 29,7 | 3,11                 | 28,9 |
| 8                   | Alanin                              | 12      | 1,888           | 28        | 1,886              | 47,8 | 11,2                 | 68,8 |
|                     | +<br>Glykokollester-<br>chlorhydrat | +<br>20 | +<br>2,056      |           |                    |      |                      |      |