

# Über das Vorkommen einiger organischer Basen im getrockneten Rogen des Herings.

Von

**K. Yoshimura.**

(Aus dem chemischen Laboratorium der landwirtschaftlichen Hochschule  
zu Kagoshima, Japan.)

(Der Redaktion zugegangen am 10. Juni 1913.)

Der getrocknete Rogen des Herings wird von vielen Leuten in Japan als Nahrungsmittel gebraucht.

Das für diese Untersuchung benutzte Material hatte folgende quantitative Zusammensetzung:

Wasser . . . . .	7,907 %
Trockensubstanz . . . . .	92,093 %

In 100 Teilen Trockensubstanz:

Gesamtstickstoff . . . . .	12,063
Rohfett . . . . .	1,253
Gesamtphosphor . . . . .	0,602

Davon	{	Phosphor als Lecithin . . . . .	0,200
		in Wasser löslicher Phosphor . . . . .	0,402

Gesamtstickstoff in wässrigem Extrakt . . . . .	1,443
---	-------

Davon	{	Eiweißstickstoff . . . . .	0,601
		Ammoniakstickstoff (Amin-N eingeschlossen) . . . . .	0,338
		Basenstickstoff . . . . .	0,244
		Stickstoff in anderer Form . . . . .	0,260

Verteilung des Stickstoffs in wässrigem Extrakt:

Eiweißstickstoff . . . . .	41,65 %
Ammoniakstickstoff (Amin-N eingeschlossen) . . . . .	23,42 %
Basenstickstoff . . . . .	16,91 %
Stickstoff in anderer Form . . . . .	18,02 %

100,00 %

1 kg lufttrockener zerkleinerter Rogen wurden mit heißem Wasser dreimal extrahiert, die Auszüge mit Bleiessig gefällt. Das Filtrat davon wurde durch Schwefelsäure entbleit, zum kleinen Volumen (ca. 1,5 l) eingeengt, wieder mit Schwefelsäure stark angesäuert und dann mit Phosphorwolframsäure gefällt.

## I. Trimethylamin.

Der Phosphorwolframsäureniederschlag wurde in Wasser verteilt und mit einem Überschuß von Barythydrat unter vermindertem Druck eingedunstet; das hierbei übergehende Destillat wurde in einer mit Salzsäure versehenen Vorlage gesammelt und dann abgedampft. Der Rückstand wurde mit absolutem Alkohol behandelt, der lösliche Teil nach der Vertreibung des Alkohols in ca. 50 ccm Wasser gelöst und mit einer konzentrierten Natriumpikratlösung versetzt, wobei sich blaßgelbe Prismen ausschieden, die in Wasser schwer löslich waren. Im Kapillarrohr erhitzt, schmolz das Präparat bei  $217^{\circ}$  (unkorr.) unter Zersetzung. Die Ausbeute an Pikrat betrug 0,6 g.

Das Chloraurat. Aus dem Pikrat wurde das Chloraurat dargestellt. Es bestand aus gelben monoklinischen Tafeln, die in Wasser wenig löslich, aber in warmem Alkohol leicht löslich waren. Im Kapillarrohre erhitzt, zersetzte es sich bei  $240^{\circ}$  (unkorr.). Für die Analyse wurde das gereinigte Präparat im Vakuum bei  $100^{\circ}$  getrocknet.

0,1025 g Substanz gaben 0,0507 g Gold.

Für Trimethylaminchloraurat ( $C_3H_9N \cdot HCl \cdot AuCl_3$ ).

Berechnet: 49,40% Au      Gefunden: 49,46% Au.

## II. Tetramethylendiamin (Putrescin) und Cholin.

Der Phosphorwolframsäureniederschlag wurde nach Entfernung der flüchtigen Basen in bekannter Weise mit Barythydrat zersetzt und der Überschuß des Baryts durch Kohlensäure entfernt.

Die erhaltene Basenlösung wurde mit Salpetersäure neutralisiert und dann mit Silbernitrat versetzt, wobei ein dunkelbrauner Niederschlag in kleinen Mengen entstand, der etwa vorhandene Purinbasen enthalten mußte. Das Filtrat vom Silbernitratniederschlag wurde mit Silbernitrat und Barythydrat im Überschuß versetzt, der dabei erhaltene Niederschlag abgesaugt und mit Barytwasser gut gewaschen.

Die Mutterlauge vom Silbernitrat und Barytniederschlag wurde in gewöhnlicher Weise wieder mit Phosphorwolfram-

säure gefällt. Die Basenlösung, die durch Zerlegung des Phosphorwolframats mit Baryhydrat erhalten wurde, wurde mit Salzsäure angesäuert, hierauf in gelinder Wärme zum kleinen Volumen eingengt und im Vakuumexsikkator stehen gelassen, wobei sich farblose Krystalle ausschieden.

Die Krystallmasse wurde nach Austrocknung im Vakuumexsikkator mit absolutem Alkohol behandelt, wobei der Hauptanteil in Lösung ging, während ein Teil ungelöst blieb.

a) Das in absolutem Alkohol unlösliche Chlorid. Das Chlorid wurde in das Chloraurat übergeführt. Es bestand aus in Wasser schwer löslichen orangefelben Plättchen vom Schmelzpunkt  $240^{\circ}$  (unkorr.). Für die Analyse wurde das Präparat im Vakuum bei  $100^{\circ}$  getrocknet.

0,1125 g Substanz gaben 0,0584 g Gold.

Für Tetramethyldiaminchloraurat  $C_4H_{12}N_2 \cdot 2 HCl \cdot 2 AuCl_3$ .

Berechnet: 51,33% Au      Gefunden: 51,91% Au.

Das Pikrat. Das aus dem Chlorhydrat dargestellte Pikrat bestand aus seidenglänzenden gelben Nadeln, die in Wasser fast unlöslich waren. Im Kapillarrohre erhitzt, wurden sie bei  $245-250^{\circ}$  allmählich dunkel und zersetzten sich bei  $258^{\circ}$  (unkorr.).

b) Das in absolutem Alkohol lösliche Chlorid. Zur alkoholischen Lösung wurde alkoholische Quecksilberchloridlösung zugesetzt, der dabei entstandene weiße Niederschlag (Quecksilberdoppelsalze) nach einigen Tagen abfiltriert und mit absolutem Alkohol gewaschen.

Die Quecksilberdoppelsalze wurden durch Schwefelwasserstoff zersetzt, das Filtrat vom Quecksilbersulfid stark eingengt und im Vakuumexsikkator stehen gelassen, wobei sich allmählich hygroskopische Nadeln ausschieden.

Das Chloraurat. Das aus einem Teil des Chlorides dargestellte Chloraurat bestand aus gelben Blättchen vom Schmelzpunkt  $257-260^{\circ}$  (unkorr.).

Für die Analyse wurde das Chloraurat im Vakuum bei  $100^{\circ}$  getrocknet.

1. 0,1551 g Substanz gaben 0,0694 g Gold

2. 0,1231 „ „ „ 0,0548 „ „

