

beim Abkühlen sternartig geordnete, kompakte, citronengelbe, krystallinische Komplexe aus, die abgesaugt, mit Äther gewaschen und unter vermindertem Druck über Natronkalk getrocknet werden. Ausbeute 0,11 g.

Dasselbe Produkt kann direkt aus den gereinigten Flüssigkeiten nach der Gärung der Enzianextrakte erhalten werden. Allerdings ist das so erhaltene Präparat weniger rein.

Zur weiteren Reinigung wird das rohe Osazon in wenig Essigäther gelöst und mit absolutem Äther bis zur Trübung versetzt. Nach einiger Zeit beginnt die Ausscheidung von citronengelben, sternförmig geordneten Nadeln. Diese lassen sich jetzt schon bequem auch aus heißem Wasser umlösen, ohne an der Luft sich bräunende Präparate zu liefern. Aus heißem Wasser krystallisiert das Osazon in schönen, kurzen, zugespitzten Prismen.

Im Kapillarrohr rasch erhitzt, schmilzt das Produkt zwischen 160 und 170° unter Braunfärbung und Zersetzung. Der beobachtete Zersetzungspunkt hängt stark von der Art des Erhitzens ab. Bourquelot und Herissey geben den Schmelzpunkt 142° an. Allerdings habe ich keine gereinigten Präparate des Gentiobiosazons beobachtet, die nach dem vorschriftsmäßigen Verfahren der Schmelzpunktbestimmung der Osazone einen tieferen Schmelzpunkt als 160° gezeigt hätten.

Für die Analyse wurde unter vermindertem Druck über Phosphorpentoxyd bei 80° getrocknet.

0,1763 g Substanz gaben 0,3599 g CO₂ und 0,0979 g H₂O.

0,2012 g gaben 19,8 ccm Stickstoff über 33%ige Kalilauge (b = 712 mm, t = 18°).

Berechnet für Phenylgentiobiosazon C₂₄H₃₂O₉N₄ (520,30):
55,35% C; 6,20% H; 10,77% N.

Gefunden: 55,68% C; 6,21% H; 10,67% N.

Für die optische Bestimmung diente die Lösung in Pyridin und Alkohol, um die erhaltenen Werte mit den von Neuberger¹⁾ vorgeschlagenen Zahlen vergleichen zu können.

¹⁾ C. Neuberger, Über die Reinigung der Osazone und zur Bestimmung ihrer optischen Drehungsrichtung. Ber. d. Deutsch. chem. Ges., Bd. 32, S. 3384—3388 (1899).