

OTTO TH. SCHMIDT, GERTRUD ZINKE-ALLMANG und ULRICH HOLZACH¹⁾

5-METHYL-GLUCOSE

Aus dem Chemischen Institut der Universität Heidelberg

(Eingegangen am 1. April 1957)

Auf zwei Wegen wird 1.2-Aceton-5-methyl-glucose dargestellt und kristallisiert erhalten. 5-Methyl-glucose selbst kristallisiert nicht. Sie wird durch das schön kristallisierte Benzyl-phenylhydrazon, das Phenyllosazon und Osotriazol charakterisiert. Im wesentlichen werden die Angaben L. v. VARGHAS²⁾ über 5-Methyl-glucose bestätigt. Das 5-Methyl-glucose-osazon von E. E. PERCIVAL und E. G. V. PERCIVAL³⁾ erweist sich als Irrtum, die daraus für die Struktur des Glucose-phenyllosazons gezogenen Schlüsse sind unbegründet.

Im Jahre 1936 hat L. v. VARGHA²⁾ die Darstellung der 5-Methyl-glucose auf folgendem Weg beschrieben: 1.2-Aceton-3-tosyl-glucufuranose wurde mit Benzoylchlorid in die 1.2-Aceton-3-tosyl-6-benzoyl-glucufuranose⁴⁾ umgewandelt und mit Methyljodid und Silberoxyd zur 1.2-Aceton-3-tosyl-5-methyl-6-benzoyl-glucufuranose methyliert. Die Tosylgruppe und die Benzoylgruppe wurden mit Alkali abgespalten und mit Pyridin und Acetanhydrid die 1.2-Aceton-3.6-diacetyl-5-methyl-glucufuranose (II) gewonnen. Hieraus wurde durch alkalische Hydrolyse die 1.2-Aceton-5-methyl-glucufuranose (III) dargestellt und durch Hochvakuumdestillation gereinigt. Die saure Hydrolyse führte schließlich unter Abspaltung der Acetongruppe zur 5-Methyl-glucose (IV). Alle erwähnten Verbindungen mit Ausnahme von II waren Sirupe und auch 5-Methyl-glucose selbst zeigte keine Neigung zur Kristallisation. In Wasser drehte sie nicht, und in Äthanol betrug die spezif. Drehung -10.6° . Das aus ihr dargestellte Osazon schmolz unscharf bei 128° und drehte in Äthanol $-72.2^\circ \rightarrow -64.4^\circ$, doch stimmte die Analyse nicht auf die berechnete Formel.

L. v. VARGHA hatte offenbar keine Kenntnis von einer kurz zuvor erschienenen Arbeit von E. E. PERCIVAL und E. G. V. PERCIVAL³⁾, in welcher das 5-Methyl-glucosazon als kristallisierte Verbindung vom Schmp. $116-117^\circ$ und mit einer Drehung von $-49^\circ \rightarrow -12^\circ$ (Äthanol) beschrieben worden war. Percival und Percival hatten dieses Osazon durch einmaliges Methylieren von Glucosazon mit Dimethylsulfat und Alkali dargestellt und wegen seiner Verschiedenheit von 3-Methyl-, 4-Methyl- und 6-Methyl-glucosazon als 5-Methyl-glucosazon angesprochen. Aus ihren Beobachtungen zogen sie den weitreichenden Schluß, daß das gewöhnliche Glucose-phenyllosazon einen 2.6-Ring haben müsse und somit als Derivat der Fructopyranose zu formulieren sei. Dieser Schluß schien noch gestützt durch die Darstellung eines (öligen) Trimethyl-glucosazons, das aus Glucosazon durch wiederholte Methylierung mit Dimethylsulfat und mit Methyljodid erhalten worden, von 3.5.6- und 3.4.6-Trimethyl-osazonen verschieden war und somit 3.4.5-Trimethyl-glucosazon sein mußte.

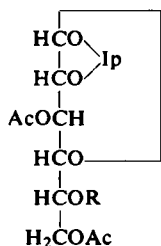
1) Dissertat. Universität Heidelberg 1954. 2) Ber. dtsch. chem. Ges. 69, 2098 [1936].

3) J. chem. Soc. [London] 1935, 1398.

4) H. OHLE und E. DICKHÄUSER, Ber. dtsch. chem. Ges. 58, 2593 [1925].

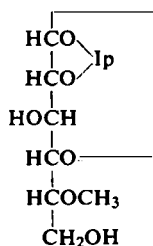
Es stellte sich zwar später heraus⁵⁾, daß es sich hier um ein Tri-*O*-methyl-mono-*N*-methyl-glucosazon gehandelt hatte; aber das Osazon führte über einige Stufen hinweg (Oson, Trimethyl-fructose, Trimethyl-methyl-fructosid, Tetramethyl-methyl-fructosid) zu einer Tetramethyl-fructose, deren kristallisierender Anteil als 1.3.4.5-Tetramethyl-fructopyranose identifiziert wurde.

Angesichts der widersprechenden Angaben über das 5-Methyl-glucosazon von v. Vargha und von Percival, aber auch weil die Darstellung der 5-Methyl-glucose v. Varghas eine gewisse Unsicherheit wegen der vielen amorphen Zwischenstufen und der nicht stimmenden Osazon-Analyse in sich barg, erschien eine neue Synthese der 5-Methyl-glucose notwendig. Wir gingen dazu aus von der 1.2-Aceton-3.6-diacetyl-glucufuranose (I), die aus 1.2-Aceton-3-acetyl-glucose durch die Einwirkung von 1 Mol. Acetylchlorid in Pyridin bei -15° erhalten wird⁶⁾, und deren Konstitution dadurch gesichert wurde⁶⁾, daß sie mit guter Ausbeute in das 5-Benzoat umgewandelt wurde, das von seinen beiden möglichen Isomeren, der 1.2-Aceton-3.5-diacetyl-6-benzoyl-glucufuranose und der 1.2-Aceton-5.6-diacetyl-3-benzoyl-glucufuranose nach Schmelzpunkt und Drehung verschieden war.

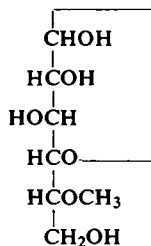


I: R = H

II: R = CH₃



III



IV

Ip = Isopropyliden
Ac = Acetyl

Die Methylierung von I mit Methyljodid und Silberoxyd führte (in schlechter Ausbeute) zur 1.2-Aceton-3.6-diacetyl-5-methyl-glucufuranose (II). Diese Verbindung erwies sich als identisch mit der von v. VARGHA dargestellten²⁾. Die Abspaltung der Acetylgruppen führte zu 1.2-Aceton-5-methyl-glucufuranose (III), die nach der Hochvakuumdestillation kristallisierte. Sie stimmte nach Drehung (-14.7° , Chloroform) und Siedepunkt mit der sirupösen Verbindung v. Varghas überein. Der Schmelzpunkt (71°) ist der gleiche wie der der 1.2-Aceton-6-methyl-glucufuranose⁷⁻⁹⁾, doch zeigt der Misch-Schmelzpunkt eine starke Depression. Auch dreht der 6-Methyläther nur -6.4° (Chloroform)⁷⁾. Die erhaltene 1.2-Aceton-monomethyl-glucose reagiert nicht mit Perjodsäure. Dadurch wird auch die Möglichkeit ausgeschlossen, daß es sich um 1.2-Aceton-3-methyl-glucufuranose¹⁰⁾ handelt, deren Entstehen nach einer

⁵⁾ E. G. V. PERCIVAL, J. chem. Soc. [London] 1936, 1770.

⁶⁾ K. FREUDENBERG und K. v. OERTZEN, Liebigs Ann. Chem. 574, 37 [1951].

⁷⁾ H. OHLE und L. v. VARGHA, Ber. dtsch. chem. Ges. 62, 2435 [1929], (als 1.2-Aceton-5-methyl-glucose beschrieben).

⁸⁾ K. FREUDENBERG und G. HÜLL, Ber. dtsch. chem. Ges. 74, 237 [1941].

⁹⁾ O. TH. SCHMIDT und W. STAAB, Chem. Ber. 87, 388 [1954].

¹⁰⁾ K. FREUDENBERG, W. DÜRR und H. v. HOCHSTETTER, Ber. dtsch. chem. Ges. 61, 1735 [1928].

Wanderung der Acetylgruppe von 3 nach 5 immerhin nicht ganz unmöglich gewesen wäre.

Mit diesen Versuchen ist gezeigt, daß die von v. Vargha angenommene Konstitution der 1.2-Aceton-5-methyl-glucufuranose tatsächlich stimmt, und wir bedienten uns daraufhin zur Gewinnung dieser Verbindung des von v. Vargha beschriebenen²⁾ Weges, der recht gute Ausbeuten liefert.

Zur Darstellung der 5-Methyl-glucose selbst spalteten wir aus der 1.2-Aceton-5-methyl-glucufuranose die Acetongruppe (durch 2½ stdg. Erhitzen mit $n/10$ H₂SO₄) ab und stellten zunächst das schön kristallisierende, in Wasser schwer lösliche Benzylphenylhydrazon her: Schmp. 151–152.5°, $[\alpha]_D^{20}$: –12.7° → –14.2° (Methanol), –51.3° → –54.3° (Pyridin). Das Hydrazon zerlegten wir dann mit Benzaldehyd oder *p*-Nitrobenzaldehyd und erhielten so die 5-Methyl-glucose als farblosen Sirup, der –7.5° (Wasser) dreht und bis jetzt keine Neigung zur Kristallisation zeigte. Das erhöhte Reaktionsvermögen der 5-Methyl-glucose gegen Kaliumpermanganat, Fehling'sche Lösung und Fuchsinschweflige Säure, wie es v. VARGHA beschreibt²⁾, können wir bestätigen. Indessen zeigt die Verbindung weder im UV noch im IR eine Carbonylbande. R. E. REEVES¹¹⁾ hat vor kurzem 2.5-Dimethyl-glucose dargestellt. Dieser sirupöse Zucker reagiert nicht mit Fuchsinschweflicher Säure. Beim längeren Aufbewahren verliert er allmählich seine reduzierenden Eigenschaften, ein Vorgang, der durch Erhitzen mit verdünnten wäßrigen Säuren wieder rückgängig gemacht wird. 5-Methyl-glucose besitzt diese Eigenschaft nicht.

Das Phenylsazon der 5-Methyl-glucose, nach der Fischerschen Methode dargestellt, schmilzt bei 156° und dreht –67.0° → –47.8° (Äthanol). Bei verschiedenen Ansätzen zeigte es einen Zwischenschmelzpunkt bei etwa 130°, auch wenn es aus absol. Benzol umkristallisiert war. Durch 12–16 stdg. Trocknen bei 80° i. Hochvak. verschwand der Zwischenschmelzpunkt, und die Substanz lieferte stimmende Analysen. Aus dem Phenylsazon stellten wir das Osotriazol dar, eine farblose, schön kristallisierende, i. Hochvak. destillierbare Verbindung, die bei 104–105° schmilzt und –56.4° (Äthanol), –74.5° (Pyridin), –31.0° (Chloroform) dreht.

Es ist offensichtlich, daß das von Percival und Percival beschriebene Phenylsazon nicht mit dem unsrigen identisch ist und daher nicht das Osazon der 5-Methyl-glucose gewesen sein kann. Andererseits finden wir die Angaben v. Varghas im wesentlichen bestätigt. Den von den britischen Autoren aus dem vermeintlichen 5-Methyl-glucosazon für die Konstitution des Glucose-phenylsazons selbst gezogenen Schlüssen fehlt mithin die Beweisgrundlage. Wir haben den Versuch der britischen Autoren wiederholt und beobachtet, daß man bei Einhaltung der angegebenen Arbeitsbedingungen der Methylierung in der Tat Präparate vom Schmp. 114–117° erhält, die ca. 9 % Methoxyl enthielten. Wurde ein solches Präparat aus Benzol umkristallisiert, so ließ es sich in mehrere Fraktionen aufteilen, deren Schmelzpunkte von 130° bis 170° lagen und die offensichtlich auch noch Gemische waren. Es interessierte uns nun festzustellen, ob in diesen Gemischen 5-Methyl-glucose-phenylsazon enthalten sei. Das ist nicht der Fall. Papierchromatographisch zeigt sich kein Fleck, der mit mitgelaufenem 5-Methyl- oder 6-Methyl-glucose-phenylsazon übereinstimmte. Aber

¹¹⁾ J. Amer. chem. Soc. 76, 934 [1954].

es zeigte sich, daß das untersuchte Präparat, das mit 7–8 % einen angemessenen Methoxylwert besaß, außerdem noch einige Prozente *N*-Methyl enthielt.

BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

1.2-Aceton-3.6-diacetyl-5-methyl-glucofuranose (II; Holzach): 5g *1.2-Aceton-3.6-diacetyl-glucofuranose*⁶⁾, 5 g Silberoxyd¹²⁾ und 10–15 g getrockneter Gips¹³⁾ werden mit 25 g *Methyljodid* 6 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Nach Erkalten wird filtriert, mit Aceton nachgewaschen und i. Vak. zur Trockene gedampft. Die Filtrerrückstände werden im Soxhlet-Apparat mit Aceton extrahiert und der Extrakt ebenfalls i. Vak. zur Trockene eingengt. Die vereinigten Eindampfrückstände werden ein zweites Mal ebenso methyliert. Meist ist dann ein Methoxylgehalt von 9 % erreicht. Nach Verdünnen mit einigen Tropfen Aceton (und Animpfen) kristallisiert die Substanz im Verlauf mehrerer Tage. Die Kristalle werden abgesaugt und aus Di-*n*-butyläther (½ ccm je g Substanz), dann 2–3 mal aus Ligroin oder Petroläther (1 ccm je g Substanz) umkristallisiert. Schmp. 88°^{14,15)}.

$C_{14}H_{22}O_8$ (318.2) Ber. C 52.82 H 6.97 OCH_3 9.75 Gef. C 52.61 H 7.00 OCH_3 9.57 $[\alpha]_D^{20}$: $-13.4 \pm 1.5^\circ$ (Chloroform, $c = 2.7^{14)$).

Wie im allgemeinen Teil erwähnt, wurde die *1.2-Aceton-3.6-diacetyl-5-methyl-glucofuranose* später nach den Angaben v. VARGHAS durch Methylieren der *1.2-Aceton-3-tosyl-6-benzoyl-glucofuranose*, Abspaltung der Säuregruppen, Destillation der rohen *1.2-Aceton-5-methyl-glucofuranose* und anschließende Acetylierung mit Acetanhydrid und Pyridin dargestellt. Die Ausbeute beträgt hierbei, bezogen auf eingesetzte Aceton-3-tosylverb., ca. 40 % d. Th.

1.2-Aceton-5-methyl-glucofuranose (III, Holzach): 1.6 g II werden in 5 ccm absol. Methanol mit 10 ccm *n*/10 $NaOCH_3$ in absol. Methanol (1/10 Mol $NaOCH_3$ je Acetylgruppe) 15 Min. unter Rückfluß gekocht und nach Erkalten mit *n*/10 HCl gegen Phenolphthalein neutralisiert. Darauf wird zur Trockene gedampft und der Rückstand in Chloroform aufgenommen. Die mit Natriumsulfat getrocknete Chloroformlösung hinterläßt beim Verdampfen einen farblosen Sirup, der noch warm in 12–15 ccm gereinigtem, peroxydfreiem Di-*n*-propyläther gelöst wird. Die auf 70° erwärmte Lösung läßt man in einem geräumigen Wasserbad dieser Temperatur langsam erkalten und setzt vor beginnender Trübung (je nach Konzentration zwischen 55° und 40°) reichlich Impfkristalle zu (diese erhielten wir, als eine Probe der rohen Verbindung destilliert (Sdp._{0.03} 145°) und einige Tage aufbewahrt wurde). Nach weiterem Abkühlen auf 30–20° wird die Kristallisation über Nacht im Kühlschrank vervollständigt. Die Substanz wird noch einmal aus Di-*n*-propyläther umkristallisiert, mit Petroläther gewaschen und über P_2O_5 und Paraffinschnitzeln im Vakuumexsiccator getrocknet. Ausb. 80–85 % d. Th.

1.2-Aceton-5-methyl-glucofuranose bildet farblose, harte Prismen, die bei 71° schmelzen. Sie löst sich leicht in Wasser, Alkohol, Aceton, Essigester, Chloroform und Benzol, schwerer in Cyclohexan, schwer in Petroläther. In Äther löst sie sich gut, in Di-*n*-propyläther schwer und in Di-*n*-butyläther noch schwerer. Die reine Substanz ist nicht hygroskopisch.

0.044 g Substanz, in wenig Wasser gelöst, wurde bei 0° mit 2.00 ccm 0.2 *m* $NaJO_4$ (0.4 mMol) und 6 ccm kaltgesättigter $NaHCO_3$ -Lösung versetzt. Nach 30 Min. wurden 10 ccm *n*/10 Na-

¹²⁾ B. HELFERICH und W. KLEIN, Liebigs Ann. Chem. **450**, 219 [1926].

¹³⁾ W. A. HAMMOND und J. R. WITHROW, Ind. Engng. Chem. **25**, 653, 1112 [1933]; C. 1933 II, 1066, 3895.

¹⁴⁾ In Übereinstimmung mit den Angaben von v. VARGHA innerhalb der Fehlergrenzen.

¹⁵⁾ Alle Schmelzpunkte sind unkorrigiert.

triumarsenit zugefügt und nach weiteren 15 Min. mit $n/10$ Jod das überschüss. Arsenit zurücktitriert. Der Jodverbrauch von 2.02 ccm zeigte, daß von dem zugesetzten Arsenit 8 ccm, d. h. die für 0.4 mMol NaIO_4 berechnete Menge, verbraucht worden waren.

5-Methyl-glucose-benzyl-phenyl-hydrazon (Zinke-Allmang): 6 g *III* werden in 120 ccm $n/10$ H_2SO_4 $2\frac{1}{2}$ Stdn. auf $85-90^\circ$ erhitzt. Nach Erkalten wird die Säure durch Austauscher (Amberlit IR 45) entfernt und die Lösung i. Vak. zum Sirup eingedampft. Die rohe 5-Methyl-glucose wird in 15 ccm Wasser gelöst, mit 6 g frisch dest. *asymm. Benzyl-phenyl-hydrazin* versetzt und 10–15 Min. auf dem Wasserbad erhitzt, wobei tropfenweise soviel Äthanol zugefügt wird, bis eine klare Lösung entsteht. Beim Abkühlen und Stehenlassen über Nacht kristallisiert das Hydrazon aus. Es wird abgesaugt, zweimal mit kaltem Äther gewaschen, über P_2O_5 im Exsiccator gut getrocknet und zweimal aus Benzol umkristallisiert. Ausbeute 7.4 g (77% d. Th.). Durch weiteres Umkristallisieren aus Essigester oder Alkohol/Wasser ändert sich der Schmelzpunkt nicht mehr. Das Hydrazon bildet (aus Benzol) haarfeine, seidenglänzende, schneeweiße Nadeln vom Schmp. $151-152.5^\circ$. Es löst sich leicht in Aceton, Pyridin und Alkohol. In Essigester und Benzol ist es in der Kälte schwer, in Wasser auch in der Hitze nur mäßig löslich. In Äther ist es schwer löslich, in Petroläther unlöslich.

$\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_5\text{N}_2$ (374.4) Ber. C 64.16 H 6.95 N 7.48 OCH_3 8.28

Gef. C 64.13 H 7.23 N 7.60 OCH_3 8.57

$[\alpha]_D^{20}$: $-12.7 \pm 1^\circ$ (nach 15 Min.), $-14.2 \pm 1^\circ$ (nach 24 Stdn.), jeweils in Methanol, $c = 2$

$[\alpha]_D^{20}$: $-51.3 \pm 0.8^\circ$ (nach 10 Min.), $-54.3 \pm 0.8^\circ$ (nach 40 Stdn.), jeweils in Pyridin, $c = 4$

Es ist viel zweckmäßiger, das Hydrazon nach der obigen Vorschrift aus der rohen 1.2-Aceton-5-methyl-glucufuranose herzustellen, die man nach den Angaben v. VARGHAS durch alkalische Hydrolyse der 1.2-Aceton-3-tosyl-5-methyl-6-benzoyl-glucufuranose und einmalige Hochvakuumdestillation gewonnen hat. Die Ausbeute beträgt 50% d. Th.

5-Methyl-glucose (IV, Zinke-Allmang): 3 g *Benzyl-phenyl-hydrazon* werden mit 9 g *p-Nitrobenzaldehyd* in 250 ccm Wasser unter starkem Rühren auf 95° gehalten. Nach 2 Stdn. läßt man erkalten, saugt ab und erhitzt den Filtrerrückstand weitere 2 Stdn. in 100 ccm frischem Wasser. Die wäßr. Lösungen werden auf die Hälfte eingeeengt, mehrfach mit Chloroform, Benzol und Äther ausgeschüttelt und i. Vak. zum Sirup eingedampft.

Der Zucker entfärbt sofort eine verd. Lösung von KMnO_4 , reduziert Fehlingsche Lösung in der Kälte rasch und rötet Fuchsin-schweflige Säure innerhalb von 5 Min. Ein 5 Wochen trocken aufbewahrter Sirup zeigte die gleichen Eigenschaften und unveränderte Reduktionswirkung bei der Hypojodit-Titration.

Zur Analyse und Polarimetrie wurde bei $50^\circ/1$ Torr über P_2O_5 getrocknet.

$\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_6$ (194.1) Ber. C 43.29 H 7.27 OCH_3 15.98 Gef. C 43.33 H 7.12 OCH_3 15.74

$[\alpha]_D^{20}$: $-7.3 \pm 0.5^\circ$ (Wasser, $c = 10$), $-13.2 \pm 1^\circ$ (Äthanol, $c = 2.3$).

5-Methyl-glucose-phenylosazon (Holzach, Zinke-Allmang): 1.1 g *5-Methyl-glucose* werden in 25 ccm Wasser mit 3 g *Phenylhydrazin-hydrochlorid* und 4.5 g Natriumacetat $1\frac{1}{4}$ Stdn. auf dem Wasserbad erhitzt. Schon während dieser Zeit bilden sich gelbe Kristalle; die Hauptmenge scheidet sich als Öl ab, das aber nach Erkalten kristallin erstarrt. Nach $\frac{1}{2}$ Stde. Aufbewahrens in Eiswasser wird die Flüssigkeit dekantiert, das zurückbleibende Produkt mehrfach mit kalter n Essigsäure verrieben, abgesaugt, auf der Nutsche mit kalter $n/2$ Essigsäure und Eiswasser gewaschen und im Exsiccator über P_2O_5 und KOH gut getrocknet. Sodann wird zweimal aus thiophenfreiem Benzol umkristallisiert, Ausb. 1.1 g (52% d. Th.).

Das Osazon bildet feine, gelbe Stäbchen oder große, rhombenförmige, gelbe Blättchen. Es schmilzt bei $153-153.5^\circ$. Bei verschiedenen Ansätzen zeigte es einen Zwischenschmelz-

punkt bei etwa 130°, der dann auch nach dem Umkristallisieren aus Benzol wieder beobachtet wurde. Wird die Substanz aber 12–16 Stdn. bei 80° i. Hochvak. getrocknet, so verschwindet der Zwischenschmelzpunkt. Das Osazon ist leicht löslich in Aceton, Pyridin und Dioxan, löslich in Äthanol; in Essigester, Di-n-propyläther, Benzol, Äther und Wasser ist es schwer löslich, in Cyclohexan und Petroläther nahezu unlöslich. Zur Analyse wurde bei 80°/1 Torr über P₂O₅ und Paraffin getrocknet.

C₁₉H₂₄O₄N₄ (372.4) Ber. C 61.27 H 6.49 N 15.05 OCH₃ 8.30

Gef. C 61.23 H 6.50 N 15.03 OCH₃ 8.33

$[\alpha]_D^{20}$: $-67.0 \pm 4^\circ$ (absol. Äthanol, $c = 1$, nach 20 Min.); $-47.8 \pm 4^\circ$ (absol. Äthanol, $c = 1$, nach 48 Stdn.).

5-Methyl-glucose-phenyl-osotriazol (Zinke-Allmang): Eine Suspension von 2.2 g des Osazons in 75 ccm Wasser wird mit der Lösung von 2.4 g CuSO₄, 5 H₂O in 75 ccm Wasser 1¼ Stdn. unter Rückfluß gekocht. Nach Abfiltrieren des kupferhaltigen Niederschlages wird i. Vak. zur Trockene gedampft und der bräunliche Rückstand mehrfach mit warmem Äther extrahiert. Die vereinigten Ätherlösungen werden mit Aktivkohle behandelt, auf etwa 30 ccm eingengt und mit Petroläther versetzt. Hierbei kristallisiert das Osotriazol aus. Ausbeute des Rohproduktes 1.3 g (79% d. Th.). Schmp. 102–104°. Zur weiteren Reinigung wird das rohe Osotriazol i. Hochvak. am „kalten Finger“ bei einer Badtemp. von 135–145° sublimiert, dann zweimal aus Benzol umkristallisiert.

Das *Osotriazol* bildet feine weiße Nadeln vom Schmp. 104–105°. Es löst sich leicht in Essigester, Äthanol, Dioxan, Äther und Chloroform; in Benzol und Cyclohexan ist es in der Kälte schwer löslich. Zur Analyse wurde bei 70°/12 Torr über P₂O₅ und Paraffin getrocknet.

C₁₃H₁₇O₄N₃ (279.3) Ber. C 55.90 H 6.14 N 15.05 OCH₃ 11.11

Gef. C 55.87 H 6.44 N 15.31 OCH₃ 11.13

$[\alpha]_D^{20}$: $-56.4 \pm 1.5^\circ$ (absol. Äthanol, $c = 1.4$); $-74.5 \pm 2^\circ$ (Pyridin, $c = 1.1$); $-31.0 \pm 1.7^\circ$ (Chloroform, $c = 1.2$).