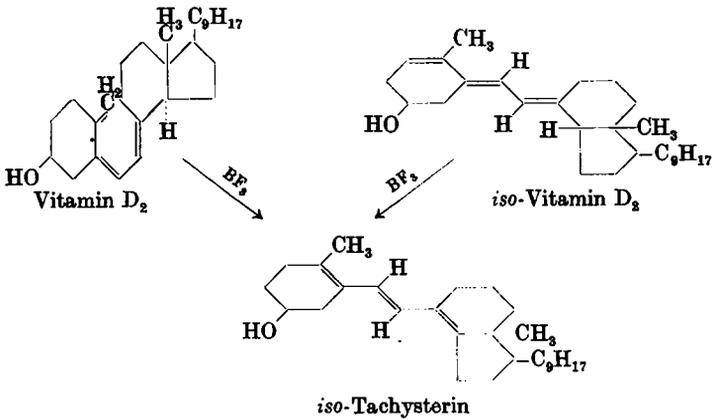


24. Hans Herloff Inhoffen und Klaus Weissermel: Studien in der Vitamin D-Reihe II*): Partialsynthese des *iso*-Tachysterin-methyläthers

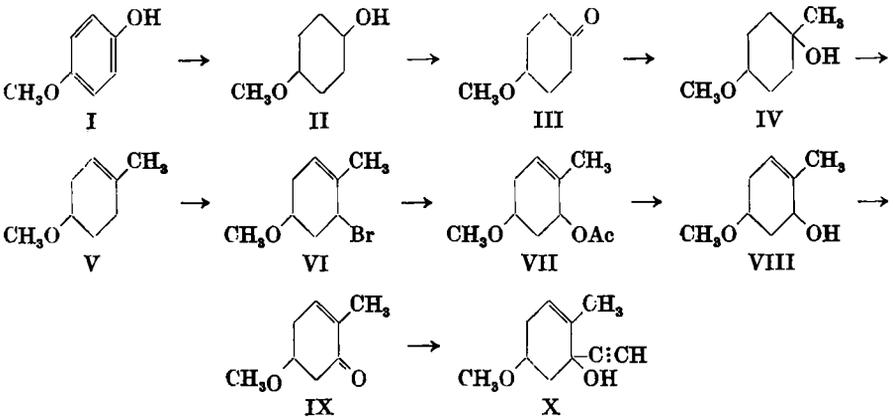
[Aus dem Organisch-Chemischen Institut der Technischen Hochschule Braunschweig] (Eingegangen am 23. November 1953)

Es wird eine Partialsynthese des *iso*-Tachysterin-methyläthers beschrieben.

In unserer ersten Mitteilung*) haben wir über die Umlagerung des Vitamins D₂ in ein *iso*-Tachysterin sowie über die Partialsynthese eines *iso*-Vitamins D₂ berichtet. Wir erhielten das *iso*-Tachysterin, dessen UV-Absorptionsspektrum sich durch drei charakteristische Maxima bei 280, 290 und 302 m μ auszeichnet, durch Bortrifluorid-Behandlung des Vitamins D₂ sowie durch die gleiche Isomerisierung des partialsynthetisch gewonnenen *iso*-Vitamins D₂*).



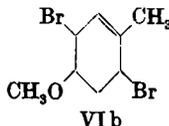
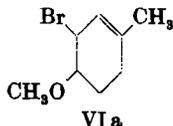
Zum Studium chemischer und physikalischer Eigenschaften Vitamin D-ähnlicher Substanzen waren wir bestrebt, weitere ringoffene Steroide mit konjugiertem Trien-System darzustellen.



*) I. Mittel.: H. H. Inhoffen, K. Brückner u. R. Gründel, Chem. Ber. 87, 1 [1954].

In der vorliegenden Arbeit berichten wir über eine Partialsynthese, die uns wiederum in den Bereich der Vitamin-D-Chemie geführt hat. Wir sind dazu den in den Formeln I–X wiedergegebenen Weg gegangen.

Die Darstellung der Verbindungen I bis III erfolgte im wesentlichen nach den Vorschriften¹⁾ der Literatur. Bei der Grignardierung von III mit Methylmagnesiumbromid erhielten wir das Carbinol IV und aus diesem durch Wasserabspaltung mit Kaliumhydrogensulfat das Cyclohexenderivat V. Die Ziegler-Bromierung von V mit *N*-Brom-succinimid ergab fast ausschließlich die gewünschte Bromverbindung VI. Die noch denkbaren Bromide VIa und VIb konnten erst im Verlauf weiterer Reaktionsstufen nachgewiesen werden.



Die Bromverbindung VI ist recht unbeständig und kann im Vakuum nicht unzersetzt destilliert werden. Wir haben daher auf die Reindarstellung von VI verzichtet und das Rohprodukt mit Kaliumacetat in Eisessig zu VII umgesetzt. Nach Verseifung von VII mit methanolischer Kalilauge erhielten wir das Carbinol VIII und aus diesem durch Oxydation mit Braunstein²⁾ oder *tert.* Butylchromat³⁾ das α - β -ungesättigte Keton IX. Dieses Keton IX ist sowohl gegen Lauge als auch gegen Säure unbeständig und geht unter Methanolabspaltung leicht in *o*-Kresol über.

Da es uns bei der Bromierung von V nicht möglich war, die Bromide VIa und VIb abzutrennen, haben wir nach der doppelten Umsetzung mit Kaliumacetat alle Fraktionen getrennt aufgearbeitet und weiter umgesetzt. Wir erhielten aus den höher siedenden Anteilen der doppelten Umsetzung nach Verseifung, Oxydation und alkalischer Aufarbeitung in Spuren *m*-Kresol und *p*-Methoxy-toluchinon⁴⁾. Die Bildung von *m*-Kresol und *p*-Methoxy-toluchinon im Gang der Synthese deutet auf das Vorhandensein der Bromverbindungen VIa und VIb im Gemisch mit VI hin.

Die Umsetzung des Ketons IX mit Lithiumacetylid in flüssigem Ammoniak führte nur in unbefriedigenden Ausbeuten zu der kristallinen Acetylenverbindung X. Obwohl die Versuchsbedingungen vielfach variiert wurden, entstand bei allen Ansätzen auf Grund der großen Aromatisierungstendenz vorwiegend *o*-Kresol.

Nachdem wir den Ring-A-Baustein X in der vorstehend geschilderten Weise aufgebaut hatten, konnte nun die Kondensation mit dem C_{19} -Abbauketon des Vitamins D₂ von A. Windaus und W. Grundmann⁵⁾ vorgenommen werden.

¹⁾ H. Hlaswitz u. J. Habermann, Liebigs Ann. Chem. 177, 340 [1875]; P. Ruggli, O. Leupin u. A. Businger, Helv. chim. Acta 24, 342 [1941]; L. Helfer, Helv. chim. Acta 7, 953 [1924]; C. S. Marvel u. M. L. Walton, J. org. Chemistry 7, 88 [1942].

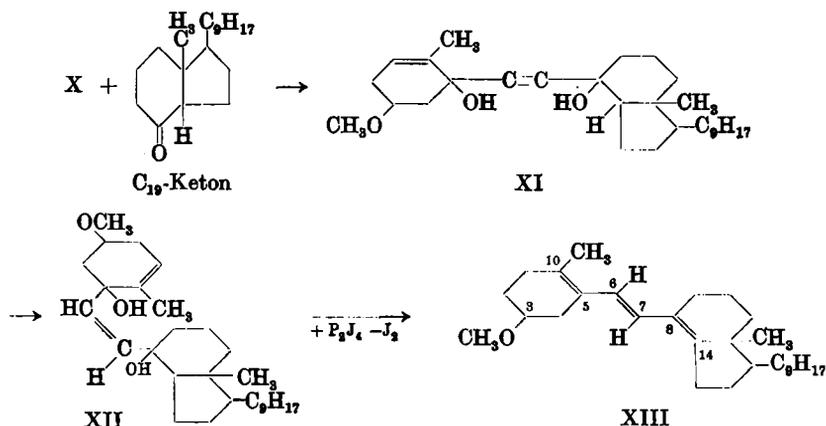
²⁾ S. Ball, T. W. Goodwin u. R. A. Morton, Biochem. J. 42, 510 [1948]; J. Attenburrow, A. F. B. Cameron, J. H. Chapman, R. M. Evans, B. A. Hems, A. B. A. Jansen u. T. Walker, J. chem. Soc. [London] 1952, 1094.

³⁾ R. V. Oppenauer u. H. Oberrauch, Dissertat. Innsbruck, 1949.

⁴⁾ Vergl. R. B. Woodward, F. Sondheimer, D. Taub, K. Heusler u. W. M. McLamore, J. Amer. chem. Soc. 74, 4223 [1952].

⁵⁾ A. Windaus u. W. Grundmann, Liebigs Ann. Chem. 524, 295 [1936].

Die Acetylenverbindung X wurde mit Lithiummethyl⁶⁾ oder Lithiumphenyl⁷⁾ in die reaktionsfähige metallorganische Verbindung übergeführt und dann mit dem C₁₉-Abbauketon umgesetzt. Dabei bildete sich das Reaktionsprodukt XI, das nach Chromatographie als hochviskoses, farbloses Öl rein anfiel, während die nicht umgesetzten Ausgangsprodukte nahezu quantitativ zurückgewonnen wurden.



Für die Erzeugung des Triensystems mußte zunächst noch die partielle Hydrierung der Dreifachbindung durchgeführt werden, die sowohl mit Lindlar-Katalysator⁸⁾ als auch mit 5-proz. Palladiumkohle, die mit Chinolin vergiftet war, gelang (XI → XII).

In der letzten Reaktionsstufe konnte schließlich durch Einwirkung von Diphosphortetrajodid⁹⁾ auf das Hydrierungsprodukt XII das Endprodukt der Partialsynthese, ein ringoffenes Steroid mit konjugiertem Triensystem (XIII) gewonnen werden. Das UV-Spektrum des so erhaltenen Triens XIII zeigte drei charakteristische Maxima bei 280, 290 und 302 m μ .

Das gleiche Trien-Spektrum hatten wir, wie schon eingangs erwähnt, nach der Bortrifluorid-Isomerisierung des Vitamins D₂ und des *iso*-Vitamins D₂ erhalten. Beide Reaktionen führten wie bereits berichtet*), zum *iso*-Tachysterin.

Der *iso*-Tachysterin-methyläther (XIII) fiel im Gang der Synthese als viskoses, farbloses Öl an. Das ohnehin geringe Kristallisationsvermögen dieser Verbindungsklasse dürfte durch das Vorliegen eines Epimerengemisches am C³ noch erschwert sein.

Da die UV-Spektren für *iso*-Tachysterin und für XIII in der Lage der Maxima völlig übereinstimmen, glauben wir in Analogie zum *iso*-Tachysterin dem Syntheseprodukt die Konstitution XIII zuzuordnen zu können.

Zur Deutung des Reaktionsverlaufs wollen wir zunächst nochmals auf die Isomerisierungsreaktion eingehen. Bei der Bortrifluorid-Behandlung des

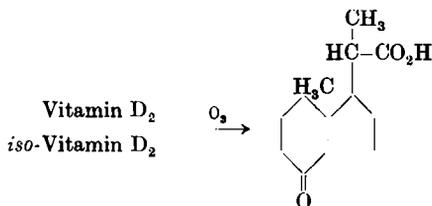
⁶⁾ H. Gilman, E. A. Zöllner u. W. M. Selby, J. Amer. chem. Soc. **55**, 125 [1933].

⁷⁾ Org. Syntheses **28**, 83. ⁸⁾ H. Lindlar, Helv. chim. Acta **35**, 446 [1952].

⁹⁾ R. Kuhn u. A. Winterstein, Helv. chim. Acta **11**, 87 [1928]; R. Kuhn u. K. Wallenfels, Ber. dtsch. Chem. Ges. **71**, 1889, 1510, 783 [1938]; **73**, 1410 [1940].

Vitamins D_2 nehmen wir an, daß die semicyclische Doppelbindung $C^{19}-C^{10}$ in den Ring A nach $C^{10}-C^1$ verlagert wird und gleichzeitig eine Wanderung des π -Elektronensystems erfolgt. Es stabilisiert sich schließlich diejenige Elektronenkonfiguration, die sterisch und energetisch am meisten begünstigt ist. Diese Vorstellung wird erhärtet durch die Tatsache, daß auch das *iso*-Vitamin D_2 im Verlauf der gleichen Umlagerung in eine Verbindung mit *iso*-Tachysterin-Konfiguration umgewandelt wird.

Für die Lage der Doppelbindungen in XIII sprechen zahlreiche Überlegungen, die wir bereits ausführlich behandelt haben und vor allen Dingen der Verlauf des Ozonabbaus. Beide Verbindungen, das *iso*-Tachysterin und das Syntheseprodukt XIII sind nicht nur im UV-Spektrum identisch, sondern liefern nach der Einwirkung von Ozon keine Abbauketosäure, womit eine Trien-Gruppierung analog dem Vitamin D_2 oder dem *iso*-Vitamin D_2 ausgeschlossen ist.



Beim Vitamin D_2 und beim *iso*-Vitamin D_2 wird die Verschiebung des Elektronen-Systems durch Bortrifluorid- oder Protonenkatalyse erreicht, bei dem Syntheseprodukt XIII geht diese Isomerisierung im Verlauf der Einwirkung von Diphosphortetrajodid auf das Diol XII vor sich. In jedem Fall bildet sich das gleiche stabile Triensystem aus, bei dem die drei Doppelbindungen in linearer Verknüpfung entsprechend einer „*all'*-*trans*“-Konfiguration bei langkettigen Polyenen zwischen den Kohlenstoffatomen 10, 5–6, 7–8, 14 liegen.

Der eine von uns, Klaus Weissermel, dankt der Studienstiftung des Deutschen Volkes für ein Stipendium.

Beschreibung der Versuche¹⁰⁾

4-Methoxy-1-methyl-cyclohexanol-(1) (IV): In einem 2-l-Kolben wurden 43.5 g Magnesium als Methylmagnesiumbromid in 800 ccm absol. Äther vorgelegt und tropfenweise mit 154 g Keton III¹⁾, gelöst in 200 ccm absol. Äther, versetzt. Anschließend wurde die Reaktionslösung noch 45 Min. unter Rückfluß erwärmt und dann wie üblich aufgearbeitet. Nach dem Abdestillieren des Äthers ging das Carbinol IV als farbloses Öl bei 19 Torr und 106–107° über; es erstarrte in der gekühlten Vorlage. Schmp. 21.5°; Ausb. 145 g (84% d.Th.).

4-Methoxy-1-methyl-cyclohexen-(1.6) (V): 72 g IV wurden mit 50 g entwässertem Kaliumhydrogensulfat 2 Stdn. auf 140° erhitzt. Das Destillat und der Rückstand wurden in Äther aufgenommen und der Ätherauszug wie üblich aufgearbeitet. Bei der Vakuumdestillation ging V als farblose, klare Flüssigkeit bei 80 Torr und 91–92° über. Ausb. 52 g (82.5% d.Th.).

$C_8H_{14}O$ (126.2) Ber. C 76.14 H 11.18 Gef. C 76.09 H 11.08

¹⁰⁾ Alle Schmelzpunkte sind unkorrigiert. Die Elementaranalysen wurden von Hrn. Dr. Ing. A. Schoeller, Kronach, ausgeführt.

2-Brom-4-methoxy-1-methyl-cyclohexen-(1.6) (VI): 20 g V wurden in 80 ccm absol. Kohlenstofftetrachlorid gelöst und mit 28.2 g *N*-Brom-succinimid versetzt. Bei 60–70° Wasserbadtemp. setzte die Reaktion zwischen *N*-Brom-succinimid und V ein und war in wenigen Min. beendet. Nach Zusatz von 10–20 ccm absol. Petroläther (Sdp. 45–55°) wurde die Reaktionslösung 3 Stdn. im Eisschrank sich selbst überlassen, dann durch Filtration vom ausgefallenen Succinimid befreit und bei 30–35° im Wasserstrahlvakuum weitestgehend eingeeengt. Es blieb eine orangerote Flüssigkeit zurück, die bei 60–65°/0.03 Torr farblos übergang unter Zurücklassung beträchtlicher Mengen von Verharzungsprodukten. Außerdem wurde bei der Destillation zum Teil Bromwasserstoff abgespalten, der sich in den Kühlfallen niederschlug. Das farblose Destillat verfärbte sich an der Luft sehr rasch und mußte sofort weiter umgesetzt werden. Ausb. 18 g (55% d.Th.).

$C_8H_{13}OBr$ (205.1) Ber. C 46.84 H 6.38 Br 38.96 Gef. C 45.46 H 6.18 Br 40.35

2-Acetoxy-4-methoxy-1-methyl-cyclohexen-(1.6) (VII): 105 g Rohprodukt VI wurden in 100 ccm Eisessig gelöst und mit 80 g wasserfreiem Kaliumacetat versetzt. Unter starker Wärmetönung setzte die doppelte Umsetzung z.Tl. bereits bei Zimmertemp. ein. Zu ihrer Vervollständigung wurde die Reaktionsmischung (ein ganz steifer Brei) noch 2 Stdn. auf 130–150° erhitzt. Nach dem Abkühlen wurde das überschüss. Kaliumacetat und das entstandene Kaliumbromid mit Wasser in Lösung gebracht und die wäbr. Lösung mit 350 ccm Äther ausgeschüttelt. Der Ätherauszug wurde wie üblich aufgearbeitet. Bei der Destillation unter 2 Torr wurden folgende Fraktionen aufgefangen: 1. Fraktion bis 50° (25 g), 2. Fraktion 73–83° (47 g), 3. Fraktion 83–120° (23 g). Die 1. Fraktion enthielt vorwiegend V und Toluol, die 2. Fraktion das Hauptprodukt VII.

$C_{10}H_{16}O_3$ (184.2) Ber. C 65.19 H 8.75 Gef. C 64.43 H 8.59

Die 3. Fraktion bestand aus Ausgangsprodukt und höheren Bromiden. Sie wurde mit Kaliumacetat erneut umgesetzt und getrennt aufgearbeitet.

2-Oxy-4-methoxy-1-methyl-cyclohexen-(1.6) (VIII): 92 g VII wurden in 300 ccm 50-proz. Alkohol gelöst, auf 60° erwärmt und unter Rühren langsam mit einer Lösung von 31 g Kaliumhydroxyd in 500 ccm 50-proz. Alkohol versetzt. Nach 3 Stdn. wurde das Verseifungsprodukt in 900 ccm Methylenchlorid aufgenommen und wie üblich aufgearbeitet. Bei der Vakuumdestillation ging VIII als farblose Flüssigkeit bei 4 Torr und 82–84° über. Ausb. 60 g (84.5% d.Th.).

$C_8H_{14}O_2$ (142.2) Ber. C 67.57 H 9.92 Gef. C 67.04 H 9.76

β -Anthrachinon-carbonsäureester, Schmp. 170° (aus Methanol-Aceton).

$C_{23}H_{20}O_5$ (376.4) Ber. C 73.38 H 5.35 Gef. C 73.37 H 5.31

2-Keto-4-methoxy-1-methyl-cyclohexen-(1.6) (IX). a) Durch Oxydation von VIII mit *tert.* Butylchromat³⁾: 50 g VIII wurden in der Kälte langsam mit einer Lösung von 160 g *tert.* Butylchromat in 360 ccm absol. Benzol versetzt. Die Oxydationslösung, die in einen zähen, dunkelroten Brei übergang, wurde 3 Tage bei Zimmertemp. stehen gelassen. Dann wurden 400 ccm Benzol zugesetzt und das Reaktionsgemisch in der Kälte mit einer gesättigten Oxalsäurelösung zerlegt. Die Zugabe von Oxalsäure wurde so lange fortgesetzt, bis keine Kohlendioxyd-Entwicklung mehr beobachtet wurde. Anschließend wurde die wäßrige Lösung noch mit 300 ccm Methylenchlorid ausgeschüttelt und die Auszüge wie üblich aufgearbeitet. Bei der Destillation unter 10 Torr ging IX als farblose Flüssigkeit bei 90–92° über, die sich nach längerem Stehenlassen etwas verfärbte. Ausb. 34 g (69% d.Th.).

UV-Absorpt.: λ_{max} 233 m μ , ϵ = 7800 (in Methanol)

$C_8H_{12}O_2$ (140.2) Ber. C 68.54 H 8.63 Gef. C 67.70 H 8.63

Semicarbazon, Schmp. 179.5–180° (aus Äthanol).

UV-Absorpt.: λ_{max} 263–264 m μ , ϵ = 22180 (in Methanol)

$C_8H_{15}O_2N_3$ (197.2) Ber. C 54.81 H 7.66 N 21.30 Gef. C 54.98 H 7.75 N 20.55

2,4-Dinitro-phenylhydrazon: rote Nadeln aus Chloroform vom Schmp. 172° bis 173°.

$C_{14}H_{16}O_6N_4$ (320.3) Ber. C 52.50 H 5.03 N 17.49 Gef. C 53.09 H 5.05 N 17.06

b) Durch Oxydation von VIII mit Braunstein²⁾: 13 g VIII wurden in 800 ccm absol. Petroläther gelöst und nach Zusatz von 130 g Braunstein 70 Min. bei Zimmertemp. geschüttelt. Die Lösung wurde anschließend filtriert, der Rückstand im Soxhlet mit Äther extrahiert und die organischen Lösungen wie üblich aufgearbeitet. Ausb. 70–74% d. Theorie.

UV-Absorpt.: λ_{\max} 233 m μ , ϵ = 9300 (in Methanol).

Phenylsemicarbazon: Schmp. 163° (aus Äthanol).

$C_{15}H_{19}O_2N_3$ (273.3) Ber. C 65.91 H 7.00 N 15.38 Gef. C 65.93 H 6.98 N 15.55

p-Methoxy-toluchinon⁴⁾ fiel bei der getrennten Weiterverarbeitung der 3. Fraktion (s. Darst. VII) nach Verseifung und Oxydation mit *tert.* Butylchromat in geringen Mengen an; gelbe, sublimierbare Blättchen vom Schmp. 170.5° (aus Aceton).

UV-Absorpt.: λ_{\max} 262 m μ ; ϵ = 17000 (in Methanol).

$C_8H_8O_3$ (152.1) Ber. C 63.15 H 5.29 Gef. C 63.08 H 5.29

2-Oxy-4-methoxy-1-methyl-2-äthynyl-cyclohexen-(1.6) (X): 800 ccm flüssiges Ammoniak wurden zunächst über Natrium destilliert, die Ammoniakdämpfe über zwei mit Kaliumhydroxyd gefüllte Trockentürme geleitet und in einer Vorlage wieder kondensiert. In dieser Vorlage befanden sich 4 g Lithium und 60 ccm absol. Äther. Nachdem 500 ccm Ammoniak kondensiert waren, wurde sorgfältig getrocknetes Acetylen bis zur Entfärbung in raschem Strom eingeleitet. Zur farblosen Lösung wurden 17 g IX in 50 ccm absol. Äther tropfenweise hinzugesetzt (ohne die Acetylenzufuhr zu unterbrechen). Dann wurde die Reaktionslösung 3 Stdn. sich selbst überlassen und nach Zugabe von 200 ccm absol. Äther mit der ber. Menge festem Ammoniumchlorid zerlegt. Nach üblicher Aufarbeitung fiel ein dunkelrotes Öl an, das im Stickstoffstrom bei 2 Torr fraktioniert destilliert wurde: 1. Fraktion 65° (6.5 g) vorwiegend *o*-Kresol, 2. Fraktion 65–75° (3.6 g) *o*-Kresol und Spuren X, 3. Fraktion 75–88° (2.3 g) *o*-Kresol und X, Rückstand 4.4 g. Die reine Acetylenverbindung X ging nach wiederholter Destillation bei 84–85.5°/1.5 Torr als farbloses Öl über und erstarrte in der Vorlage; Schmp. 54.5–55°, aus Petroläther in büschelförmigen Nadeln. Ausb. 1.97 g (9.8% d.Th.).

$C_{10}H_{14}O_2$ (166.2) Ber. C 72.25 H 8.49 Gef. C 72.41 H 8.57

Umsetzung von X mit C_{19} -Abbauketon⁵⁾: 622 mg X wurden in 7.5 ccm absol. Äther gelöst und in einem 100 ccm fassenden Kolben vorgelegt. Dann wurde unter Stickstoff tropfenweise eine ätherische Lithiummethyl-Lösung zugesetzt. Diese enthielt in 9.45 ccm Lösung 52 mg reaktionsfähiges Lithium (Molverhältnis 1:2). Unter heftiger Methanentwicklung fiel sofort ein weißer Niederschlag aus, der mit fortschreitender Umsetzung wieder in Lösung ging. Nach dem Zutropfen der Lithiummethyl-Lösung wurde die Reaktionslösung noch 40 Min. unter Rückfluß gekocht und dann 1.03 g C_{19} -Abbauketon⁶⁾, gelöst in 7.5 ccm absol. Äther, zugesetzt. Anschließend wurde die gelbgefärbte Reaktionslösung noch 3 Stdn. unter Rückfluß erwärmt und nach Abkühlung mit einer gesättigten Ammoniumchlorid-Lösung zerlegt. Nach üblicher Aufarbeitung konnten 1.65 g Rohprodukt an Aluminiumoxyd chromatographiert werden. Das hochviskose Öl wurde mit Petroläther aufgezogen und wie folgt eluiert.

Benzolfraktion	451 mg	} vorwiegend C_{19} -Keton
Benzol : Äther 1:1	13 mg	
Benzol : Äther 1:3	264 mg	} vorwiegend X
Äther	17 mg	
Äther : Methanol 25:1	854 mg	} Reaktionsprodukt XI
Methanol	17 mg	
	<u>1.616 mg</u>	

Das Reaktionsprodukt XI fiel nach der Chromatographie als hoch viskoses farbloses Öl an und konnte direkt weiter verarbeitet werden. Unter Berücksichtigung des zurückgewonnenen C_{19} -Abbauketons und der zurückgewonnenen Acetylenverbindung X ergab sich eine Rohausbeute von 94% d.Theorie.

$C_{29}H_{46}O_3$ (442.7) Ber. C 78.68 H 10.47 Gef. C 78.26 H 10.43

Partialhydrierung von XI zu XII: 2578 mg XI wurden in 15 ccm absol. Methanol gelöst und über Nacht mit 2.3 g Palladiumkohle stehengelassen. Dann wurde der Kata-

lysator abfiltriert und so lange mit absol. Methanol nachgewaschen, bis das Volumen des Filtrates 40 ccm betrug. Nach Zugabe von 400 mg 5-proz. Palladiumkohle (desaktiviert mit 1 Tropfen Chinolin) wurde unter Wasserstoff geschüttelt. Die Hydrierung verlief zunächst sehr rasch und kam nach Aufnahme von 24 ccm Wasserstoff nahezu zum Stillstand. Erst nach Zugabe von weiteren 400 mg vergifteter Palladiumkohle kam die Hydrierung wieder in Gang und wurde nach Aufnahme von 139 ccm Wasserstoff abgebrochen. Die Hydriereschwindigkeit sank gegen Ende der berechneten Wasserstoffaufnahme beträchtlich ab; Hydrierdauer 275 Minuten.

Darstellung von XIII: 220 mg XII wurden in 1.5 ccm absol. Äther gelöst und unter Stickstoff tropfenweise mit 128 mg Diphosphortetrajodid⁹) in 1.22 ccm absol. Schwefelkohlenstoff versetzt (Mol-Verhältnis 1:1). Die Jodausscheidung setzte bereits nach 1–2 Min. ein. Nach 10 Min. wurde die tiefrote Lösung nach Verdünnung mit absol. Äther mit 2 *n* Natronlauge und einer gesättigten Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung geschüttelt. Die Aufarbeitung erfolgte unter Stickstoff. Nach dem Abdampfen des Lösungsmittels blieb ein nahezu farbloses Öl zurück, das spektral untersucht wurde.

UV-Absorption (in Äther): Haltepunkt	280 m μ	17750
Hauptmaximum	290 m μ	20600
Haltepunkt	302 m μ	15030

Nach chromatographischer Reinigung, bei der XIII mit Petroläther eluiert wurde, (34 mg) ergab sich folgendes Spektrum:

1. Nebenmaximum	280 m μ	22450
Hauptmaximum	290 m μ	26950
2. Nebenmaximum	302 m μ	20450

Die Petrolätherfraktion wurde im Kugelrohr destilliert. Das Trien ging bei 160–180°/0.001 Torr als nahezu farbloses Öl unter Zurücklassung eines hochviskosen Rückstandes über.

UV-Absorption (in Äther): 1. Nebenmaximum	280 m μ	22400
Hauptmaximum	290 m μ	27200
2. Nebenmaximum	302 m μ	20500

C₂₉H₄₆O (410.7) Ber. C 84.81 H 11.29 Gef. C 84.43 H 10.93

iso-Tachysterin weist bei 290 m μ eine Extinktion von $\epsilon = 41000$ auf.