

Darstellung von 5-aminoalkyl-substituierten Derivaten des 3-Amino-1,2,4-triazols sowie des 5-(4-Pyridyl)-3-amino- 1,2,4-triazols

Von

K. Biemann* und H. Bretschneider

Aus dem Institut für Organische und Pharmazeutische Chemie der Universität
Innsbruck

(Eingegangen am 11. August 1958)

Es wird die Darstellung von drei verschiedenen 5-aminoalkyl-substituierten 3-Amino-1,2,4-triazolen sowie des 5-(4-Pyridyl)-3-amino-1,2,4-triazols beschrieben. Die Ergebnisse pharmakologischer und bakteriologischer Untersuchungen von einigen Verbindungen werden mitgeteilt.

Eine Reihe von Arbeiten der letzten Jahre beschäftigte sich mit der Synthese und pharmakologischen Untersuchung von Homologen bzw. Analogenen des Histamins. Als gemeinsames konstitutionelles Merkmal der in diesen Versuchen dargestellten Verbindungsklassen ist die Anwesenheit eines β -Aminoäthylrestes an verschiedenen 5-gliedrigen Heterocyclen mit einem oder mehreren Heteroatomen (N bzw. S oder beide im Ring) zu nennen, z. B. 2-aminoäthylierte Imidazole¹, Thiazole², Pyrazole³, Pyrrole⁴ und Triazole⁵.

* K. Biemann, dzt. Massachusetts Institute of Technology, Cambridge (Mass.), USA.

^{1a} R. G. Jones, J. Amer. Chem. Soc. **71**, 383 (1949); ^b H. M. Lee und R. G. Jones, J. Pharmacol. Exper. Pharm. **95**, 71 (1949).

^{2a} R. G. Jones, E. C. Kornfeld und K. C. McLaughlin, J. Amer. Chem. Soc. **72**, 4526 (1950); ^b siehe ^{1b}.

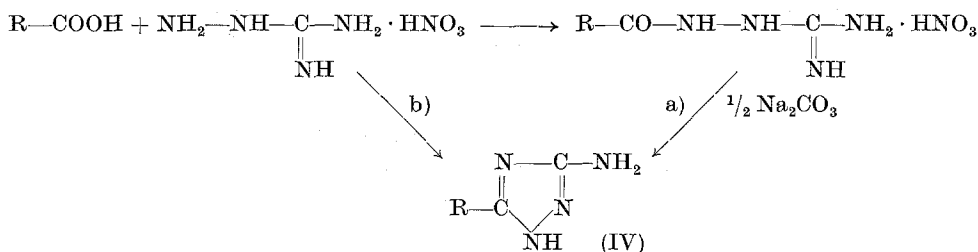
³ R. G. Jones, M. J. Mann und K. C. McLaughlin, J. Org. Chem. **19**, 1428 (1954).

^{4a} W. Kutscher und O. Klammerth, Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **286**, 190 (1950); ^b W. Kutscher und O. Klammerth, Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **289**, 229 (1952); ^c O. Klammerth und W. Kutscher, Ber. dtsch. Chem. Ges. **85**, 444 (1952).

^{5a} J. C. Sheehan und Ch. A. Robinson, J. Amer. Chem. Soc. **71**, 1436

In der vorliegenden Arbeit wird die Darstellung von 5-aminoalkyl-substituierten Derivaten des 3-Amino-1,2,4-triazols (I b—III b) beschrieben sowie die Darstellung des 5-(4-Pyridyl)-3-amino-1,2,4-triazols (V).

3-Amino-1,2,4-triazol-Verbindungen wurden bisher auf folgenden Wegen erhalten: a) Die durch Umsatz von Carbonsäuren (z. B. Ameisensäure, Essigsäure) mit Aminoguanidinnitrat erhaltlichen Acylaminoguanidinnitrate können nach Zugabe der berechneten Menge Soda durch Erhitzen auf dem Wasserbad cyclisiert werden^{6, 7}. b) Rückflußerhitzen von Aminoguanidinnitrat in höheren Fettsäuren (Propion-, Buttersäure) führt ebenfalls zum Ringschluß^{8, 9}:



Die hier gesuchten Verbindungen (I b—III b) bzw. zunächst ihre N-acylierten Vorstufen (I a—III a) konnten nun nicht nach Methode a) oder b) gewonnen werden.

Wie wir fanden, zeigt Aminoguanidinnitrat, nach a) mit Glycin bzw. Hippursäure behandelt, keine Reaktionstendenz, und im Falle der Hippursäure konnte diese zur Gänze rückerhalten werden. Werden die genannten Komponenten nach b) über 140° erhitzt, tritt Zersetzung ein.

Im Laufe dieser Arbeit gelangte uns eine Mitteilung von *Atkinson* zur Kenntnis¹⁰. Die Arbeit zeigt, daß nach Methode a) oder b) wohl nur Alkylderivate, wie das 5-Hexyl-aminotriazol (von Oenanthsäure aus), in befriedigender Ausbeute erhalten werden können, während das Phenyl-derivat (mit Benzoesäure) nur in 14%iger Ausbeute zugänglich war (bzgl. dieses Unterschiedes in der Reaktionsweise von aliphatischen und aromatischen Carbonsäuren s. u.). *Atkinson* gelang nun bemerkenswerterweise eine Ausbeutesteigerung auf ca. 40% auch bei aromatischen Säuren durch Rückflußerhitzen der Carbonsäuren (Benzoesäure, Pyridin-2- bzw. -3-carbonsäure) mit Aminoguanidinsulfat in 40%iger Bromwasserstoff-

(1949); **73**, 1207 (1951); ^b *C. Ainsworth* und *R. G. Jones*, *J. Amer. Chem. Soc.* **75**, 4915 (1953); **76**, 5651 (1954); **77**, 621 (1955).

⁶ *J. Thiele* und *W. Manchot*, *Ann. Chem.* **303**, 33 (1898).

⁷ *W. Manchot* und *R. Noll*, *Ann. Chem.* **343**, 1 (1905).

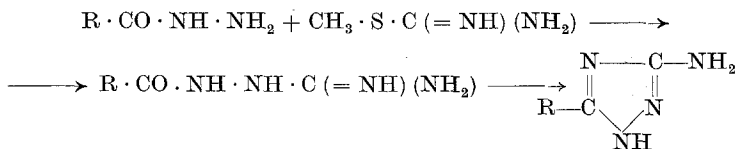
⁸ *J. Reilly* und *P. J. Drumm*, *J. Chem. Soc. [London]* **1926**, 1729.

⁹ *J. Reilly* und *D. Madden*, *J. Chem. Soc. [London]* **1929**, 815.

¹⁰ *M. R. Atkinson*, *A. A. Komzak*, *E. A. Parkes* und *J. B. Polya*, *J. Chem. Soc. [London]* **1954**, 4508.

säure und anschließende Verdampfung des mit Na_2CO_3 neutralisierten Ansatzes.

Für die Darstellung der hier angestrebten, komplizierten Amino-triazolderivate erwies sich jedoch schließlich die Methode von *Hoggarth*¹¹ gut geeignet, der die Darstellung von 5-Phenyl-3-amino-triazol-(1,2,4) durch Umsetzung von Benzoesäurehydrazid mit S-Methyl-isothioharnstoff zum Benzamidoguanidin und dessen thermische Cyclisierung (s. die folgende Formelreihe, $\text{R} = \text{C}_6\text{H}_5$) beschreibt:



Es wurden von uns die Hydrazide von Hippursäure, N-Benzoyl- β -alanin, Phenylalanin und Isonicotinsäure mit S-Methyl-iso-thioharnstoff umgesetzt. Im Gegensatz zu dem von *Hoggarth* verwendeten Benzoesäurehydrazid lieferten die *aliphatischen* Säurehydrazide nun nicht die Acylaminoguanidine, sondern direkt die bereits cyclisierten Aminotriazole (I a—III a). Daß diese und nicht Acylaminoguanidine vorliegen, ergibt sich neben den Analysenwerten auch aus den Eigenschaften: Die Verbindungen sind in Ammoniak und Lauge löslich, ammoniakal. Silbernitrat fällt ein hitzebeständiges Silbersalz, während die Acylaminoguanidine in Alkali nicht besser löslich sind als in Wasser und ammoniakal. Silbernitrat in der Hitze reduzieren.

Durch Abspaltung der Acylreste (3- bzw. 9-stdg. Rückflußkochen mit 6 n Salzsäure) werden die Bishydrochloride der 5-Aminoalkyl-3-amino-(1,2,4)-triazole in quantitativer Ausbeute erhalten, ohne daß dabei Ammonsalz entsteht, wie es bei der gleichen Behandlung von Acylaminoguanidinen teilweise der Fall ist. Diese Bishydrochloride sind in Wasser sehr gut — mit saurer Reaktion (pH-Werte der 1%igen Lösung liegen zwischen 2,15 und 2,48) — löslich. Ein Äquivalent Säure kann *in Wasser* mit Alkali titriert werden (Potentialsprung bei pH 6,2), das zweite jedoch nicht. Im 5-(1-Amino-2-phenyläthyl)-3-amino-triazol-(1,2,4)-bishydrochlorid (III b) ist 1 Mol Salzsäure thermisch relativ leicht abspaltbar (bei 150°/3 mm), wobei das Mono-hydrochlorid zurückbleibt, dessen 1%ige wäßrige Lösung ein pH von 4,85 zeigt.

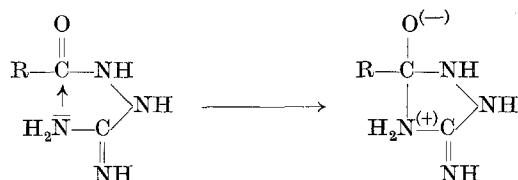
Beim Umsatz des Isonicotinsäurehydrazids mit S-Methyl-isothioharnstoff kann jedoch, wie beim Benzoesäurehydrazid¹¹, das Acylaminoguanidinderivat (IV) in 87% Ausbeute isoliert werden, welches durch thermische Cyclisierung in das 5-(4-Pyridyl)-3-amino-triazol-(1,2,4) (V) übergeführt werden kann. Beide Verbindungen sind in Wasser wenig löslich, (V) zu

¹¹ *E. Hoggarth*, J. Chem. Soc. [London] 1950, 612.

0,13%. (V) wurde potentiometrisch titriert und zeigte nach Zugabe von 1 Mol Salzsäure einen deutlichen Potentialsprung bei pH 3,17. Das Zwischenprodukt (IV) zeigt die qualitativen Reaktionen der Acylaminoguanidine und gibt die verlangten Analysenwerte.

Die Feststellung, daß in (IV) das Acylaminoguanidin und in (V) das Aminotriazol vorliege und nicht ein Hydratationsprodukt des Aminotriazols, konnte nicht durch die Analyse allein und infolge des Umstandes, daß beide Verbindungen denselben Schmelzpunkt zeigten, auch nicht durch den Mischschmelzpunkt gefällt werden; (IV) wird nämlich unter den Bedingungen der Schmelzpunktsbestimmung zu (V) cyclisiert. Die Verschiedenheit der beiden Verbindungen konnte aber durch ihre chemischen Reaktionen (s. o.) und die UV-Spektren einwandfrei bewiesen werden.

Die auf den ersten Blick erstaunliche Verschiedenheit des Reaktionsablaufes im Falle der aromatischen Carbonsäurehydrazide, des Benzoyl- und Isonicotinoyl-hydrazides, verglichen mit den aliphatischen Säurehydraziden, dürfte in der ersten Stufe der Reaktion, dem nucleophilen Angriff der Aminogruppe an das Carbonylkohlenstoffatom liegen,



dessen *Akzeptorfähigkeit* im Falle der aromatischen Carbonsäurederivate relativ stark geschwächt ist (Mesomeriebeteiligung des Arylkerns).

Die Cyclisierungsreaktion ist der Amid-bildung aus Carbonsäureestern ähnlich (Aminolyse). Alkylester aromatischer Säuren werden — in Übereinstimmung mit der relativen Leichtigkeit der Cyclisierungsreaktion — langsamer aminolysiert als aliphatische¹²; die Acylierung von Sulfonamiden mit Carbonsäureestern an der N₁-Aminogruppe gelingt unter vergleichbaren Bedingungen nur mit Alkylestern aliphatischer, nicht aber aromatischer Carbonsäuren¹³. Alkylester aromatischer Säuren sind relativ zu solchen aliphatischer Säuren schwerer alkalisch hydrolysiert¹⁴, 2-Phenylloxazoline — als cyclische Ammonologe von aromatischen Carbonestern auffaßbar — sind hydrolytisch wesentlich stabiler als die von Fettsäuren ableitbaren 2-Methylloxazoline¹⁵.

¹² H. Meyer, Mh. Chem. **27**, 31 (1906).

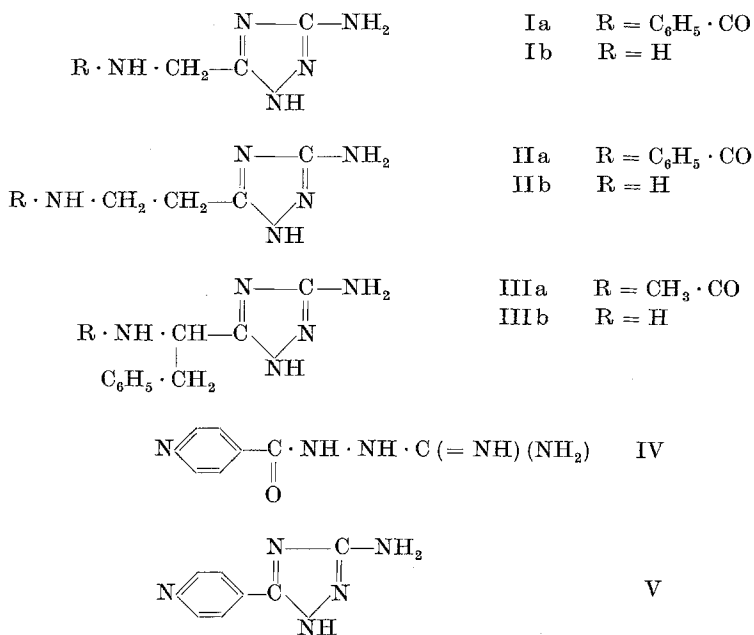
¹³ H. Bretschneider und W. Klötzer, Mh. Chem. **87**, 47 (1956).

¹⁴ Ch. K. Ingold, Structure and Mechanism, Cornell Univ. Press, **1953**, S. 758.

¹⁵ H. Bretschneider, G. Piekariski und K. Biemann, Mh. Chem. **85**, 882 (1954); H. Bretschneider und G. Piekariski, Mh. Chem. **85**, 1110 (1954).

Schließlich sei noch auf die eigenartigen Löslichkeitsverhältnisse der beiden Pyridylverbindungen hingewiesen, von denen man auf Grund des Pyridylrestes eine gute Wasserlöslichkeit erwarten sollte. (V) erwies sich aber als schwerer löslich als z. B. Phenylaminotriazol. Hieraus zeigt sich wieder, daß der Schluß von der Anzahl der polaren Gruppen auf die Wasserlöslichkeit nicht immer zulässig ist.

Formelübersicht



Pharmakologisch-bakteriologische Ergebnisse

Einige der dargestellten Verbindungen wurden auf ihre pharmakologischen bzw. chemotherapeutischen Eigenschaften geprüft, wozu ihre entfernte Verwandtschaft zum Histamin bzw. zu Aminoguanidinderivaten und Isonicotinsäurehydrazid den Anlaß bot. Wir verdanken der Firma Hoffmann-La Roche A. G., Basel, die Mitteilung der Ergebnisse dieser Prüfungen, die sich wie folgt zusammenfassen lassen.

Von den alkylaminoalkylierten Verbindungen erwies sich das 5-Amino-äthyl-triazol (II b) als halb so toxisch wie Histamin; die spasmogene Wirksamkeit ist $\frac{1}{10}$, die bronchokonstriktorische $\frac{1}{3}$ der Wirksamkeit des Histamins, hinsichtlich der erzielbaren Blutdrucksenkung an der Katze ist seine Wirksamkeit nur $\frac{1}{25}$ der des Histamins. Es bewirkt hingegen eine viel stärkere und länger (mehrere Stunden) anhaltende Magensaftsekretion als Histamin, welche ein Maximum in der zweiten Stunde erreicht.

Das 5-(1-Amino-2-phenyläthyl)-3-amino-triazol-(1,2,4) (III b) ist hingegen fast gleich toxisch wie Histamin und weist keine adrenolytischen oder Antihistamineigenschaften auf. Gegenüber (II b) weist es nur noch angedeutete histaminartige Wirkung auf; die Wirksamkeit hinsichtlich der Blutdrucksenkung beträgt nur $\frac{1}{1000}$ der des Histamins. Dem 5-(4-Pyridyl)-3-amino-triazol (V) und dem Isonicotinoylguanidin (IV) kommt in vivo keine tuberkulostatische Wirkung zu. (IV) zeigt auch keine antibakterielle, amoebicide oder trypanocide Wirkung.

Der Hoffmann-La Roche A. G., Wien und Basel, sei für die Mitteilung dieser Befunde sowie für das fördernde Interesse an dieser Arbeit verbindlichst gedankt.

Experimenteller Teil

Versuch 1: Umsetzung der Säurehydrazide mit S-Methyl-isothioharnstoffsulfat (S-Sulfat) nach Formelreihe S. 605:

Die beiden Komponenten wurden in wenig Wasser suspendiert, mit der äquivalenten Menge Natronlauge versetzt und 4 Tage bei Zimmertemp. unter häufigem Rühren stengelassen, wobei Methylmercaptan entweicht und die Suspension anfangs dünn, später wieder dicker wird. Darauf wurde ca. 5 Stdn. auf 50—60° erwärmt, nach dem Erkalten unter Schütteln bis zur Sättigung CO₂ eingeleitet, das Rohprodukt abgesogen, mit wenig kaltem Wasser gewaschen und hierauf aus siedendem Wasser umkristallisiert.

Versuch 2: 5-(Benzamido-methyl)-3-amino-triazol-(1,2,4) (I a):

Beim Umsatz von 17,0 g Hippursäurehydrazid¹⁶ (= 83 mMol) mit 12,7 g S-Sulfat (= 45 mMol) und 3,8 g NaOH (= 95 mMol) in 100 ml Wasser wurden 11,0 g (57,5%) umkristallisiertes 5-(Benzamido-methyl)-3-amino-triazol-(1,2,4) (I a), Schmp. 228—233°, erhalten.

Zur Analyse wurde nochmals aus Wasser und dann aus Äthanol umkristallisiert und bei 100°/1 mm getrocknet. Schmp. 230—233°.

(I a) C₁₀H₁₁N₅O (217,2). Ber.: C 55,29, H 5,10, N 32,23.
Gef.: C 55,47, H 4,85, N 31,97, 32,03.

Versuch 3: 5-(Amino-methyl)-3-amino-triazol-(1,2,4)-bis-hydrochlorid (I b):

10,5 g (I a) wurden in 250 ml 6 n Salzsäure 9 Stdn. rückflußerhitzt. Nach dem Abkühlen wurde die Benzoesäure mit Äther extrahiert (5,7 g = 95% d. Th.). Die wäßrige Phase ergab nach dem Eindampfen im Vak. rohes 5-(Amino-methyl)-3-aminotriazol-(1,2,4)-bishydrochlorid (I b). Zur Reinigung wurde in 11 ml Wasser unter mäßigem Erwärmen gelöst und mit 75 ml Äthanol versetzt, worauf das Bishydrochlorid wieder auskristallisierte (6,5 g). Aus der Mutterlauge wurden mit Äther noch 1,81 g gefällt (Gesamtausbeute 92,5% d. Th.), Schmp. 269—272° (nach vorhergehender Umwandlung bei 250—255°). Zur Analyse wurde nochmals aus Wasser-Äthanol umgefällt und bei 85°/3 mm getrocknet. Schmp. unverändert.

C₃H₇N₅ · 2 HCl (186,1). Ber.: C 19,36, H 4,88, N 37,65, Cl 38,12.
Gef.: C 19,73, H 5,09, N 38,03, Cl 37,90.

Der pH einer 1-proz. wäßrigen Lösung beträgt 2,15.

¹⁶ Th. Curtius, J. prakt. Chem. [2] 52, 243 (1895).

Versuch 4: 5-(2-Benzamido-äthyl)-3-amino-triazol-(1,2,4) (II a):

Beim Umsatz von 20,0 g Benzoyl- β -alanin-hydrazid¹⁷ (= 96 mMol) mit 13,7 g (S-Sulfat) (= 49 mMol) und 4,0 g NaOH (= 0,1 Mol) in 45 ml Wasser wurden 12,0 g (= 54% d. Th.) an zweimal aus Wasser umkristallisiertem 5-(2-Benzamido-äthyl)-3-amino-triazol-(1,2,4) (II a) erhalten. Zur Analyse wurde nochmals aus Äthanol umkristallisiert und bei 90°/3 mm getrocknet. Schmp. 201—203°.

(II a) C₁₁H₁₃N₅O (231,3). Ber.: C 57,14, H 5,67, N 30,30.
Gef.: C 57,26, H 5,70, N 30,52.

Versuch 5: 5-(2-Amino-äthyl)-3-amino-triazol-(1,2,4)-bishydrochlorid (IIb):

11,4 g (II a) wurden in 250 ml 6 n Salzsäure 9 Stdn. rückflußerhitzt. Mit Äther wurden 5,80 g (96,3%) Benzoesäure extrahiert und durch Eindampfen im Vak. rohes Bishydrochlorid erhalten. Zur Reinigung wurde in 10 ml Wasser aufgenommen und mit 100 ml absol. Äthanol und wenig absol. Äther versetzt; 6,8 g. Aus der Mutterlauge wurden nach weiterem Ätherzusatz noch 2,23 g erhalten. Gesamtausbeute 91,5% 5-(2-Amino-äthyl)-3-amino-triazol-(1,2,4)-bishydrochlorid (II b). Zur Analyse wurde nochmals aus absol. Äthanol umkristallisiert und bei 80°/3 mm getrocknet. Schmp. 195—202° (Zers.).

C₄H₉N₅ · 2 HCl (200,1). Ber.: C 24,01, H 5,54, N 35,00, Cl 35,44.
Gef.: C 24,09, H 5,86, N 34,87, Cl 35,61.

Der pH einer 1-proz. wäßrigen Lösung beträgt 2,48.

Pikrat: 100 mg des Bishydrochlorides in Wasser wurden mit überschüssiger Natriumpikratlösung versetzt. Das in der Kälte erhaltene Kristallisat wurde noch zweimal aus Wasser-Äthanol (5:1) umkristallisiert und bei 80°/3 mm getrocknet. Schmp. 241—244° (Zers.).

(II b)-Dipikrat: C₁₆H₁₅N₁₁O₁₄ (585,4). Ber. N 26,32. Gef. N 26,55.

Versuch 6: 5-(1-Acetyl-amino-2-phenyläthyl)-3-amino-triazol-(1,2,4) (IIIa):

Beim Umsatz von 8,4 g N-Acetyl-phenylalanin-hydrazid¹⁸ (= 38 mMol) mit 5,3 g (S-Sulfat) (= 19 mMol) und 1,52 g NaOH (= 38 mMol) in 40 ml Wasser wurden 6,1 g (65,5% d. Th.) an umkristallisiertem Triazol (III a) erhalten. Die Verbindung sintert bei 128°, schmilzt bei ca. 160° und erstarrt sofort wieder, um bei 220—224° wieder zu schmelzen.

Zur Analyse wurde noch zweimal aus Wasser umkristallisiert und 6 Stdn. bei 90°/3 mm getrocknet. Schmp.: 159—161° geschmolzen, bei 180° wieder völlig erstarrt und bei 235—238° klare Schmelze. Durch 6stdg. Erhitzen auf 165°/3 mm (unter langsamem Anheizen) wurde die Verbindung umgewandelt und in der höherschmelzenden Form analysiert.

C₁₂H₁₅N₅O (245,3). Ber. C 58,75, H 6,16, N 28,55.
Gef. C 58,84, H 6,31, N 28,49.

Versuch 6: 5-(1-Amino-2-phenyläthyl)-3-amino-triazol-(1,2,4)-hydrochlorid (IIIb):

3,7 g (III a) wurden in 100 ml 6 n Salzsäure 3 Stdn. rückflußerhitzt und hierauf im Vak. zur Trockene verdampft. Zur Reinigung wurde in 50 ml sie-

¹⁷ T. Kametani und S. Kano, J. pharmac. Soc. Japan **71**, 1007 (1951); Chem. Abstr. **46**, 8121 d (1952).

¹⁸ V. Goldenberg, H. Goldenberg und A. D. McLaren, J. Amer. Chem. Soc. **72**, 5317 (1950).

dendem, absol. Äthanol gelöst und die erkaltete Lösung langsam mit Äther versetzt: 3,38 g. Nach Aufarbeiten der Mutterlauge wurden noch 0,35 g erhalten. Gesamtausbeute 89%, Schmp. 277—280° (Zers.). Zur Analyse nochmals aus absol. Äthanol/Äther umgefällt und bei 150°/3 mm bis zur Gewichtskonstanz getrocknet (Gewichtsverlust der lufttrockenen Substanz 17,3%). Schmp. unverändert.

$C_{10}H_{13}N_5 \cdot HCl$ (239,71). Ber. C 50,06, H 5,89, Cl 14,80.

Gef. C 49,54, H 5,86, Cl 14,84.

Der pH einer 1%igen Lösung der lufttrockenen Substanz beträgt 2,15, der einer gleichkonzentrierten Lösung der bei 150° getrockneten Substanz 4,85.

Versuch 7: Isonicotinoyl-aminoguanidin (IV):

Beim Umsatz von 20,0 g Isonicotinsäurehydrazid¹⁹ (= 146 mMol) mit 20,5 g (S-Sulfat) (= 74 mMol) und 6,0 g NaOH (= 150 mMol) in 40 ml Wasser wurden 28,0 g (= 87%, ber. als Dihydrat) an umkristallisiertem Isonicotinoyl-aminoguanidin erhalten. Zur Analyse wurde nochmals aus Wasser umkristallisiert und bei 100°/3 mm bis zur Gewichtskonstanz getrocknet (Gewichtsverlust von 16,4%, entspricht 2 H₂O). Schmp. 276—277° (sublimiert ab 230° stark).

(IV) $C_7H_9N_5O$ (179,2). Ber. C 46,92, H 5,06. Gef. C 46,79, H 5,07.

UV-Spektrum: $\lambda_{max} = 273 m\mu$, $\epsilon = 5,700$ (in Wasser), $\lambda_{max} = 267 m\mu$, $\epsilon = 5,300$ (in 5 n Salzsäure).

Versuch 8: Thermische Cyclisierung zum 5-(4-Pyridyl)-3-aminotriazol-(1,2,4) (V):

12,5 (IV)-Dihydrat wurden in einem kleinen Rundkolben in ein auf 255° vorgeheiztes Ölbad gebracht. Nach 10 Min. hatte die Temperatur der Substanz 245° erreicht, auf der sie 15 Min. gehalten wurde. Nach dem Umkristallisieren aus siedendem Wasser lagen 10,0 g (= 96%, ber. auf Monohydrat) 5-(4-Pyridyl)-3-aminotriazol-(1,2,4) (V) vor; Schmp. 276—278° [verhält sich wie (IV)]. Zur Analyse wurde nochmals aus Wasser umkristallisiert und bei 100°/3 mm bis zur Gewichtskonstanz getrocknet (Gewichtsverlust 10%, entsprechend 1 Mol H₂O). Schmp. unverändert.

$C_7H_7N_5$ (161,2). Ber. C 52,17, H 4,38, N 43,46.

Gef. C 52,22, H 4,47, N 43,50.

UV-Spektrum: $\lambda_{max} = 271 m\mu$, $\epsilon = 7,850$ (in Wasser), $\lambda_{max} = 284 m\mu$ und 298 $m\mu$, $\epsilon = 10,200$ bzw. 10,100 (in 5 n HCl). (V) ist in Wasser wenig löslich (0,13%). Die potentiometrische Titration zeigte nach Zugabe von 1 Mol Salzsäure einen deutlichen Potentialsprung bei pH 3,17.

¹⁹ H. Meyer und J. Mally, Mh. Chem. 33, 400 (1912).