

CHEMISCHE BERICHTE

Fortsetzung der

BERICHTE DER DEUTSCHEN CHEMISCHEN
GESELLSCHAFT

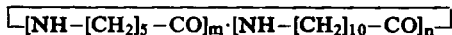
95. Jahrg. Nr. 5

S. 1069—1314

HELMUT ZAHN und WOLFGANG PIEPER¹⁾Cyclische Co-Oligomere aus ϵ -Amino-capronsäure und
 ω -Amino-undecansäure²⁾

Aus dem Deutschen Wollforschungsinstitut an der Technischen Hochschule Aachen

(Eingegangen am 20. Oktober 1961)

Cyclische Co-Oligomere aus ϵ -Amino-capronsäure und ω -Amino-undecansäure

(m = 1, 2, 3 und n = 1; m = 1 und n = 2) wurden nach der Azidmethode synthetisiert.

1. SYNTHESE UND EIGENSCHAFTEN

Die beschriebenen cyclischen Co-Oligomeren enthalten im Gegensatz zu den bisher in unserem Arbeitskreis synthetisierten Cycloamiden aus ω -Aminosäuren^{3,4)} die Reste der ϵ -Amino-capronsäure und der ω -Amino-undecansäure in einem Molekül. Entsprechend den in den zitierten Arbeiten beschriebenen Synthesen wurden die cyclischen Co-Oligomeren nach der Curtiuschen Azidmethode unter Verdünnungsbedingungen synthetisiert⁵⁾. Die linearen Carbobenzoxy-oligo-aminosäuren und deren Methylester als Vorstufen zur Ringsynthese wurden nach der Methode des gemischten Anhydrids⁶⁾ mit Chlorameisensäure-äthylester aufgebaut. Zum Schutz der Amino-

¹⁾ Auszug aus der Dissertat. W. PIEPER, Techn. Hochschule Aachen 1960.

²⁾ XXVIII. Mitteil. über Oligomere vom Polyamid- und Polyestertyp; XXVII. Mitteil.: H. ZAHN und W. PIEPER, Kolloid-Z. 180, 97 [1962].

³⁾ H. ZAHN und H. DETERMANN, Chem. Ber. 90, 2176 [1957]; H. ZAHN und J. KUNDE, Angew. Chem. 69, 713 [1957]; Liebigs Ann. Chem. 618, 158 [1958]; H. ZAHN, J. KUNDE und G. HEIDEMANN, Makromolekulare Chem. 43, 220 [1961].

⁴⁾ H. ZAHN und J. KUNDE, Chem. Ber. 94, 2470 [1961].

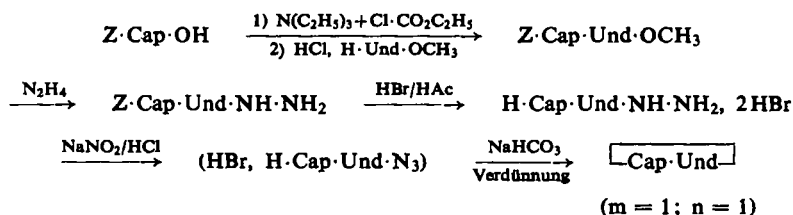
⁵⁾ J. C. SHEEHAN und W. L. RICHARDSON, J. Amer. chem. Soc. 76, 6329 [1954].

⁶⁾ R. A. BOISSONNAS, Helv. chim. Acta 34, 874 [1951]; TH. WIELAND und H. BERNHARD, Liebigs Ann. Chem. 572, 190 [1951]; J. R. VAUGHAN und R. L. OSATO, J. Amer. chem. Soc. 74, 676 [1952].

gruppe diente der Carbobenzyloxyrest⁷⁾. Die Carbobenzyloxy-oligo-aminosäure-hydrazide wurden durch Hydrazinolyse aus den Estern erhalten und durch Abspalten der Schutzgruppe mit Bromwasserstoff in Eisessig⁸⁾ in die Oligo-aminosäure-hydrazid-hydrobromide übergeführt. Diese fielen unter Kühlen als stark hygroskopische Kristalle aus und wurden nach dem Umfällen aus Alkohol/Äther bei 0° in saurer Lösung mit einer berechneten Menge NaNO₂ selektiv azidiert. Die Azid-hydrobromide fielen als flockig weiße Niederschläge an. Zur Cyclisierung nach dem Ruggli-Ziegler'schen Verdünnungsprinzip wurden ε-Aminocaproyl-ω-aminoundecansäure-azid-hydrobromid und Bis-ε-aminocaproyl-ω-aminoundecansäure-azid-hydrobromid in Wasser, Tris-ε-aminocaproyl-ω-aminoundecansäure-azid-hydrobromid und ε-Aminocaproyl-bis-ω-aminoundecansäure-azid-hydrobromid in Dimethylformamid gelöst.

Zum Ringschluß wurden die stark verdünnten Lösungen mit NaHCO₃ bzw. Triäthylamin auf pH 8 eingestellt und zwei Tage bei 4–5° aufbewahrt. Aus den auf wenige Kubikzentimeter eingegangenen Verdünnungsansätzen wurden die Cycloamide isoliert.

Das folgende Schema gibt den Verlauf der Synthese von c*-ε-Aminocaproyl-ω-aminoundecansäureamid wieder:



Abkürzungen: -Cap- = -NH-[CH₂]₅-CO-, -Und- = -NH-[CH₂]₁₀-CO-, Z- = C₆H₅·CH₂·O·CO-

Die cyclischen Co-Oligomeren $\boxed{\text{Cap}_2 \cdot \text{Und}}$, $\boxed{\text{Cap}_3 \cdot \text{Und}}$ und $\boxed{\text{Cap} \cdot \text{Und}_2}$ wurden in gleicher Weise synthetisiert. Sie stellen einen Übergang zwischen den Cycloamiden aus ε-Amino-capronsäure bzw. ω-Amino-undecansäure dar.

Gegenüber der Möglichkeit, c-Oligo-ε-amino-capronsäureamide bis zu einem Polymerisationsgrad von n = 9 nach der Azidmethode in sehr verdünnter, wäßriger Lösung zu synthetisieren³⁾, mußte $\boxed{\text{Cap}_3 \cdot \text{Und}}$ in Dimethylformamid cyclisiert werden. $\boxed{\text{Cap} \cdot \text{Und}_2}$ konnte wie $\boxed{\text{Und}_2}$ ⁴⁾ nach der Azidmethode in DMF dargestellt werden, während $\boxed{\text{Und}_3}$ ⁴⁾ über den Thiophenylester aufgebaut werden mußte, da sich das entsprechende Azid bei den für Azidsynthese nötigen tiefen Temperaturen nicht mehr löste.

Beim Vergleich der cyclischen Co-Oligomeren mit den Cycloamiden aus ε-Amino-capronsäure³⁾ bzw. ω-Amino-undecansäure⁴⁾ ergibt sich eine interessante Gegenüberstellung. Während c-Bis-ε-aminocapronsäureamid bei 348° schmilzt, liegt der Schmelz-

c* = cyclo

7) M. BERGMANN und L. ZERVAS, Ber. dtsh. chem. Ges. 65, 1192 [1932].

8) D. BEN-ISHAI und A. BERGER, J. org. Chemistry 17, 1564 [1952].

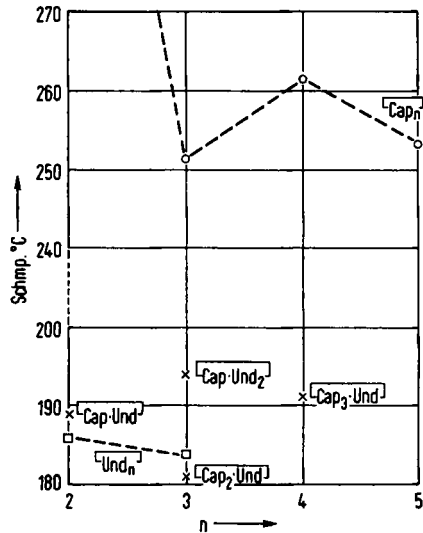
Tab. 1. Eigenschaften der cyclischen Co-Oligomeren $\text{[Cap}_m\cdot\text{Und}_n\text{]}$

m	n	Mol.-Gew. (ber.)	Schmp.	R_F -Werte		Kristallform	Löslichkeit in Methanol
				SBA *)	R-Gem. **)		
1	1	296.4	187–189°	0.9	0.9	Nadeln aus Wasser	sehr leicht löslich
2	1	409.5	181°	0.9	0.7	Nadeln aus Wasser	leicht löslich
3	1	522.7	191°	0.9	0.6	Nadeln aus Wasser	leicht löslich
1	2	479.7	193–195°	0.9	0.9	Blättchen aus DMF	löslich

*) SBA: 75 Tle. sek. Butanol, 15 Tle. 90-proz. Ameisensäure, 10 Tle. Wasser.

**) R-Gem.: 186 Tle. Tetrahydrofuran, 14 Tle. Petroläther, 10 Tle. Wasser⁹⁾.

punkt des um 5 Methylengruppen größeren c- ϵ -Aminocaproyl- ω -aminoundecansäureamids bei 187–189°. c-Bis- ω -aminoundecansäureamid schmilzt vergleichsweise bei 186°.



Graphischer Vergleich der Schmelzpunkte der cyclischen Co-Oligomeren und der Cycloamide aus ϵ -Amino-capronsäure bzw. ω -Amino-undecansäure

Chromatographiert man die hier beschriebenen cyclischen Co-Oligomeren in einem Gemisch aus Tetrahydrofuran/Petroläther/Wasser⁹⁾, so zeigen sie R_F -Werte (vgl. Tab. 1), die im Vergleich zu den R_F -Werten von c-Bis- ϵ -aminocapronsäureamid (0.5), c-Tris- ϵ -aminocapronsäureamid (0.4), c-Bis- ω -aminoundecansäureamid (1.0) und c-Tris- ω -aminoundecansäureamid (1.0) eine Mittelstellung einnehmen. Mit steigendem Gehalt an ω -Amino-undecansäure wird der R_F -Wert größer.

2. RÖNTGENUNTERSUCHUNGEN

Die synthetisierten cyclischen Co-Oligomeren wurden nach der Debye-Scherrer- und der Kratky-Methode röntgenographisch charakterisiert. In Tab. 2 sind die gefundenen Netzebenenabstände zusammengefaßt.

⁹⁾ M. ROTHE, J. Polymer Sci. 30, 227 [1958].

Tab. 2. Röntgenreflexe (Netzebenenabstände in Å)

Cap·Und		Cap ₂ ·Und		Cap ₃ ·Und		Cap·Und ₂	
Å	Intensität	Å	Intensität	Å	Intensität	Å	Intensität
14.10	m	15.20	s			16.0	m
8.20	m						
6.12	m					6.16	s
5.22	m	5.65	m	5.76	m	5.32	s
4.75	sst	4.88	st	4.51	st	4.78	st
4.40	m	4.25	st	4.14	m	4.12	st
3.97	st	3.73	s	3.76	m	3.76	ss
3.62	m	3.34	s	3.48	ss	3.37	ss
3.10	m	2.93	m	3.13	ss		
2.66	s	2.64	m	2.64	ss		
		2.38	s	2.39	s		
2.17	ss	2.13	ss	2.23	ss		
		1.99	ss				
		1.87	ss	1.70	s		

ss = sehr schwach, s = schwach, m = mittel, st = stark, sst = sehr stark

Im Gegensatz zu den linearen Co-Oligomeren kristallisieren die cyclischen Co-Oligomeren nicht im Nylongitter, sie weisen individuelle Molekülgitter auf. Interessant ist das Auftreten von intensiven Doppelringen, die durch die Annahme zu erklären sind, daß die Ringe in Form langgestreckter Doppelketten auftreten.

3. INFRAROTSPEKTROSKOPISCHE UNTERSUCHUNGEN

Die cyclischen Co-Oligomeren liefern IR-Spektren, die denen der früher beschriebenen cyclischen Oligomeren aus ϵ -Amino-capronsäure³⁾ und ω -Amino-undecansäure⁴⁾ entsprechen. Die IR-Spektren der cyclischen Co-Oligomeren zeigen wie die der anderen Cycloamide^{3,4)} auf Grund der enthaltenen *trans*-Amidgruppen mit gewissen Intensitätsunterschieden die Absorptionsbanden der Polyamide Nylon 6 und Nylon 11¹⁰⁾.

Wir danken dem BUNDESWIRTSCHAFTSMINISTERIUM (Vorhaben J. 272), der A. I. F. und dem FORSCHUNGSKURATORIUM GESAMTTEXTIL sowie dem VERBAND DER CHEMISCHEN INDUSTRIE für die Unterstützung der vorliegenden Arbeit, ferner der ORGANICO, S. A., Serquigny/Eure, Frankreich, für die Überlassung von Aminoundecansäure.

BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

1. c - ϵ -Aminocaproyl- ω -aminoundecansäureamid ($m = 1$; $n = 1$)

a) Z*)- ω -Aminoundecyl- ϵ -aminocapronsäure-methylester: 10 g Z- ω -Amino-undecansäure⁴⁾ wurden in 250 ccm Dimethylformamid gelöst und bei -5° mit 6.5 g Triäthylamin und 3.3 g Chlorameisensäure-äthylester in das gemischte Anhydrid übergeführt. Nach 30 Min. ließ man die Lösung von 5.4 g ϵ -Amino-capronsäure-methylester-hydrochlorid in 30 ccm Dimethylformamid zutropfen, rührte 2 Stdn. bei -5° und 3 Stdn. bei Raumtemperatur. Das Reaktions-

¹⁰⁾ DMS-Kartei, Spektrum Nr. 2537 und Nr. 6269. Die anderen Spektren sollen ebenfalls in diese Kartei (Dokumentation der Molekülspektroskopie, Verlag Chemie, Weinheim/Bergstr., Butterworths Sci. Publ., London), aufgenommen werden.

*) Z = Carbobenzoxy

produkt wurde abgesaugt, mit Wasser gewaschen und zweimal aus 150 ccm Methanol umkristallisiert. Ausb. 9 g (65% d. Th.), Schmp. 96–97°.

$C_{26}H_{42}N_2O_5$ (462.6) Ber. C 67.50 H 9.15 N 6.05 Gef. C 67.32 H 8.94 N 6.03

b) *Z-ω-Aminoundecyl-ε-aminocaprinsäure-hydrazid*: Die Lösung von 5 g des Methylresters von 1a) in 500 ccm Methanol wurde mit 10 ccm 96-proz. *Hydrazinhydrat* 35 Stdn. unter Rückfluß gekocht. Die beim Kühlen ausfallenden Kristalle wurden abgesaugt und zweimal aus 300 ccm Methanol umkristallisiert. Ausb. 3.8 g (76% d. Th.), Schmp. 141–143°.

$C_{25}H_{42}N_4O_4$ (462.6) Ber. N 12.11 Gef. N 11.87

c) *c-ε-Aminocaproyl-ω-aminoundecansäureamid* ($m = 1$; $n = 1$): 2 g des Hydrazids von 1b) wurden mit 15 ccm 30-proz. *Bromwasserstoff* in Eisessig in 15 Min. decarbobenzoxyliert. In der Kälte schied sich unter Feuchtigkeitsausschluß das *ω-Aminoundecyl-ε-aminocaprinsäure-hydrazid-dihydrobromid* kristallin aus.

Die Fällung wurde durch Zusatz von 350 ccm absol. Äther vervollständigt. Das Hydrazid-dihydrobromid wurde aus Methanol/Äther umgefällt und in 44 ccm n_{10} HCl bei 0° gelöst. Unter Rühren wurde mit einer kalten wäßrigen Lösung von 0.3 g $NaNO_2$ azidiert. Das feinflockige *Azid* wurde bei 5° in 20 l Wasser gelöst und die Lösung mit $NaHCO_3$ auf pH 8 eingestellt. Nach 2-tägigem Aufbewahren bei 3–6° wurde i. Vak. auf 200 ccm eingengt. Das Cycloamid fiel in Nadeln aus, die zweimal aus heißem Wasser umkristallisiert wurden. Ausb. 0.93 g (73% d. Th.), Schmp. 187–189°.

$C_{17}H_{32}N_2O_2$ (296.4) Ber. C 68.88 H 10.88 N 9.45 Gef. C 68.95 H 10.82 N 9.65

2. *c-Bis-ε-aminocaproyl-ω-aminoundecansäureamid* ($m = 2$, $n = 1$)

a) *Z-Bis-ε-aminocaproyl-ω-aminoundecansäure-methylester*: 10 g *Z-Bis-ε-aminocaprinsäure*¹¹⁾ wurden mit 5.4 g Triäthylamin und 2.8 g *Chlorameisensäure-äthylester* in 400 ccm Dimethylformamid in das gemischte Anhydrid übergeführt und mit 6.6 g *ω-Aminoundecansäure-methylester-hydrochlorid* 2 Stdn. bei –5° und 3 Stdn. bei Raumtemperatur gerührt. Der gebildete Ester wurde abgesaugt und zweimal aus Methanol umkristallisiert. Ausb. 11.4 g (74% d. Th.), Schmp. 128–130°.

$C_{32}H_{53}N_3O_6$ (575.7) Ber. C 66.75 H 9.28 N 7.30 Gef. C 66.42 H 9.26 N 7.56

b) *Z-Bis-ε-aminocaproyl-ω-aminoundecansäure-hydrazid*: 5 g des Methylresters von 2a) wurden in 1 l siedendem Methanol mit 25 ccm 96-proz. *Hydrazinhydrat* in 45 Stdn. umgesetzt. Das beim Erkalten des Ansatzes ausgeschiedene *Hydrazid* wurde zweimal aus Methanol umkristallisiert. Ausb. 3.4 g (68% d. Th.), Schmp. 148–150°.

$C_{31}H_{53}N_5O_5$ (575.7) Ber. C 64.66 H 9.28 N 12.16 Gef. C 64.93 H 9.60 N 12.14

c) *c-Bis-ε-aminocaproyl-ω-aminoundecansäureamid* ($m = 2$, $n = 1$): 0.9 g des Hydrazids von 2b) wurden durch gelindes Erwärmen in 15 ccm 30-proz. *Bromwasserstoff*/Eisessig gelöst und decarbobenzoxyliert. Nach 15 Min. wurde das *Bis-ε-aminocaproyl-ω-aminoundecansäure-hydrazid-dihydrobromid* mit 200 ccm absol. Äther ölig ausgefällt. Das Öl wurde durch zweimaliges Umfällen aus Äthanol/Äther rein weiß und wurde in 15.7 ccm n_{10} HCl kalt gelöst. Durch Zusatz einer kalten wäßrigen Lösung von 0.109 g $NaNO_2$ wurde bei 0° das *Azid-hydrobromid* als weiße Fällung erhalten, die nach 15 Min. in 5 l Wasser von 4° aufgelöst wurde. Mit $NaHCO_3$ wurde auf pH 8 eingestellt, der Verdünnungsansatz 2 Tage bei 4–5° aufbewahrt und dann i. Vak. eingengt. Die ausgeschiedenen anorganischen Salze wurden vorsichtig mit kaltem Wasser gelöst. Dabei blieb das Cycloamid ungelöst, es wurde abfiltriert und zweimal aus Wasser umkristallisiert. Ausb. 0.36 g (56% d. Th.), Schmp. 181°.

$C_{23}H_{43}N_3O_3$ (409.5) Ber. N 10.26 Gef. N 10.32

¹¹⁾ H. ZAHN und D. HILDEBRAND, Chem. Ber. 90, 320 [1957].

3. *c*-Tris- ϵ -aminocaproyl- ω -aminoundecansäureamid ($m = 3, n = 1$)

a) *Z*-Tris- ϵ -aminocaproyl- ω -aminoundecansäure-methylester: 10 g *Z*-Tris- ϵ -aminocapronsäure¹¹⁾ wurden in 700 ccm Dimethylformamid gelöst und mit 4.3 g Triäthylamin und 2.2 g Chlorameisensäure-äthylester bei -5° in das gemischte Anhydrid übergeführt. Nach 30 Min. ließ man eine Lösung von 5.1 g ω -Aminoundecansäure-methylester-hydrochlorid in Dimethylformamid zutropfen, rührte 2 Stdn. bei -5° und 3 Stdn. bei Raumtemperatur. Der gebildete Ester wurde abfiltriert und zweimal aus Methanol umkristallisiert. Ausb. 8.4 g (60% d. Th.). Schmp. 151–153°.

$C_{38}H_{64}N_4O_7$ (688.9) Ber. C 66.25 H 9.36 N 8.13 Gef. C 66.43 H 9.44 N 8.46

b) *Z*-Tris- ϵ -aminocaproyl- ω -aminoundecansäure-hydrazid: 7 g des Methylesters von 3a) wurden in 1.2 l siedendem Methanol in 45 Stdn. mit 20 ccm 96-proz. Hydrazinhydrat umgesetzt. Das Hydrazid fiel beim Abkühlen aus und wurde zweimal aus Methanol umkristallisiert. Ausb. 4.5 g (64% d. Th.), Schmp. 170°.

$C_{37}H_{64}N_6O_6$ (688.9) Ber. C 64.50 H 9.36 N 12.20 Gef. C 64.14 H (8.04) N 11.81

c) *c*-Tris- ϵ -aminocaproyl- ω -aminoundecansäureamid ($m = 3, n = 1$): 1.14 g des Hydrazids von 3b) wurden mit 30-proz. Bromwasserstoff/Eisessig decarbobenzoxyliert. Das Hydrazid-hydrobromid wurde mit absol. Äther ausgefällt und zweimal aus Äthanol/Äther umgefällt. Das ölige Hydrazid-hydrobromid wurde in 15 ccm n_{10} HCl gelöst und bei 0° mit einer kalten wäßrigen Lösung von 0.114 g $NaNO_2$ azidiert. Das weiße, flockig ausfallende Azid wurde bei 4° in 5 l Dimethylformamid gelöst und mit Triäthylamin auf pH 8 eingestellt. Der Verdünnungsansatz ($3.3 \cdot 10^{-4}$ Mol/l) wurde i. Vak. auf 100 ccm eingengt. Das Cycloamid schied sich aus der leicht gelb gefärbten Mutterlauge kristallin aus. Es wurde aus Wasser umkristallisiert. Ausb. 0.45 g (52% d. Th.), Schmp. 191°.

$C_{29}H_{54}N_4O_4$ (522.7) Ber. C 66.63 H 10.41 N 10.72 Gef. C 66.73 H 10.43 N 10.74

4. *c*- ϵ -Aminocaproyl-bis- ω -aminoundecansäureamid ($m = 1; n = 2$)

a) *Z*- ω -Aminoundecyl- ϵ -aminocapronsäure: 10 g *Z*- ω -Amino-undecansäure⁴⁾ wurden kalt in 300 ccm absol. Dimethylformamid gelöst und nach Zugabe von 3.1 g Triäthylamin mit 3.2 g Chlorameisensäure-äthylester bei -5° in das gemischte Anhydrid übergeführt. Nach 30 Min. ließ man die Lösung von 3.9 g ϵ -Amino-capronsäure in der äquivalenten Menge verd. Kalilauge zutropfen und rührte 3 Stdn. bei -5° und weitere 3 Stdn. bei Raumtemperatur. Dann wurde das Kaliumsalz abfiltriert, in warmem Wasser aufgeschlämmt und durch Ansäuern mit konz. Salzsäure in die freie Säure übergeführt. Das nach dem Erkalten abfiltrierte Reaktionsprodukt wurde zweimal aus Essigester/Äthanol umkristallisiert. Ausb. 12.4 g (93% d. Th.), Schmp. 96–97°.

$C_{25}H_{40}N_2O_5$ (448.5) Ber. C 66.92 H 8.99 N 6.24 Gef. C 67.22 H 9.01 N 6.18

b) *Z*- ω -Aminoundecyl- ϵ -aminocaproyl- ω -aminoundecansäure-methylester: 7 g *Z*- ω -Amino-undecyl- ϵ -aminocapronsäure wurden in 400 ccm Dimethylformamid kalt gelöst und mit 3.5 g Triäthylamin und 1.7 g Chlorameisensäure-äthylester bei -5° in das gemischte Anhydrid übergeführt. Nach 30 Min. ließ man eine Lösung von 3.9 g ω -Amino-undecansäure-methylester-hydrochlorid in 75 ccm Dimethylformamid zutropfen, rührte 2 Stdn. bei -5° und 3 Stdn. bei Raumtemperatur, filtrierte den gebildeten Ester ab und kristallisierte zweimal aus je 200 ccm Methanol um. Ausb. 6.5 g (64% d. Th.), Schmp. 125–127°.

$C_{37}H_{63}N_3O_6$ (645.8) Ber. C 68.73 H 9.83 N 6.50 Gef. C 68.83 H 9.79 N 6.51

c) *Z*- ω -Aminoundecyl- ϵ -aminocaproyl- ω -aminoundecansäure-hydrazid: 5 g des Methylesters von 4b) wurden in 1.2 l Methanol gelöst und mit 15 ccm 96-proz. Hydrazinhydrat 40 Stdn.

unter Rückfluß gekocht. Das gebildete Hydrazid wurde zweimal aus Methanol umkristallisiert. Ausb. 3.3 g (66% d. Th.), Schmp. 151–152°.

$C_{36}H_{63}N_5O_5$ (645.9) Ber. N 10.84 Gef. N 10.59

d) *c-e-Aminocaproyl-bis- ω -aminoundecansäureamid* ($m = 1$; $n = 2$): 2.5 g des Hydrazids von 4c) wurden mit 15 ccm 30-proz. Bromwasserstoff in Eisessig decarbobenzoxylirt. Nach Zugabe von absol. Äther kristallisierte das Hydrazid-hydrobromid in 1 Stde. quantitativ aus. Es wurde zweimal aus Äthanol/Äther umgefällt und in 9 ccm 90-proz. Ameisensäure unter Zusatz von 3.9 ccm 1*n* HCl aufgelöst. Bei -5° ließ man eine kalte wäßrige Lösung von 0.27 g $NaNO_2$ zutropfen. Das Azid schied sich unter Temperaturanstieg auf 0° aus und wurde nach 15 Min. in 5 l Dimethylformamid eingerührt. Durch sofortige Zugabe von Triäthylamin wurde auf pH 8 eingestellt. Der Ansatz stand 2 Tage bei $4-5^\circ$ und wurde dann i. Vak. auf 100 ccm eingeengt, das ausgeschiedene Cycloamid abfiltriert und aus Dimethylformamid umkristallisiert. Ausb. 1.02 g (55% d. Th.), Schmp. 193–195°.

$C_{28}H_{53}N_3O_3$ (479.7) Ber. N 8.76 Gef. N 8.74