

Günther Drefahl, Kurt Ponsold, Bruno Schönecker und Ursel Rott

Stickstoffhaltige Steroide, XIII¹⁾

16 α -Alkoxyamine der Pregnanreihe

Aus dem Institut für Organische Chemie und Biochemie der Universität Jena

(Eingegangen am 17. Juli 1965)

Durch Anlagerung von Alkoxyaminen an Δ^{16-20} -Keto-pregnane entstehen 16 α -Alkoxyamino-20-keto-pregnane; Eigenschaften und chemisches Verhalten der Verbindungen werden untersucht.

Für die Darstellung von 16.17-Aziridinen der Pregnanreihe²⁾ benötigten wir 16-Alkoxyamino-20-ketone. Diese Verbindungen besitzen auch Interesse als Steroidhydroxylamin-Derivate. Anlagerungen von Aminen an das Δ^{16-20} -Keto-System sind bereits in der Literatur beschrieben³⁾. Die Anlagerung von Methoxyamin an Chalkone wurde 1939 von Blatt durchgeführt⁴⁾.

Wir übertrugen diese Reaktion zunächst auf 3 β -Acetoxy- $\Delta^{5,16}$ -pregnadienon-(20) (1a). Bei Einwirkung von Methoxyamin-hydrochlorid/Pyridin in Äthanol erfolgte Bildung des 20-Methoxims von 3 β -Acetoxy- $\Delta^{5,16}$ -pregnadienon-(20), während beim Einsetzen des freien Methoxyamins nur Anlagerung stattfand. Diese Reaktionen stehen in Übereinstimmung mit den Blatt'schen Angaben⁴⁾. Bei der Anlagerung erwies sich eine Verlängerung der Reaktionszeit auf 24 Stdn. notwendig. Die Ausbeute an 16 α -Methoxyamino-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (2a), isoliert als Hydrochlorid, betrug 85%. Das IR-Spektrum von 2a zeigte die erwarteten Banden bei 1711 (20-Keton), 1739 (β -Acetat) und 3239/cm (NH).

In gleicher Weise wurde Äthoxyamin zu 16 α -Äthoxyamino-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (2b) angelagert.

Für die 16 α -Konfiguration der stickstoffhaltigen Produkte spricht die Tatsache, daß Anlagerungen an das Δ^{16-20} -Keto-System fast ausnahmslos zu dieser Konfiguration führen. Damit im Einklang stehen auch die negativen Drehwertinkremente³⁾:

¹⁾ XII. Mitteil.: G. Drefahl, K. Ponsold und B. Schönecker, Z. Chem. **5**, 268 (1965).

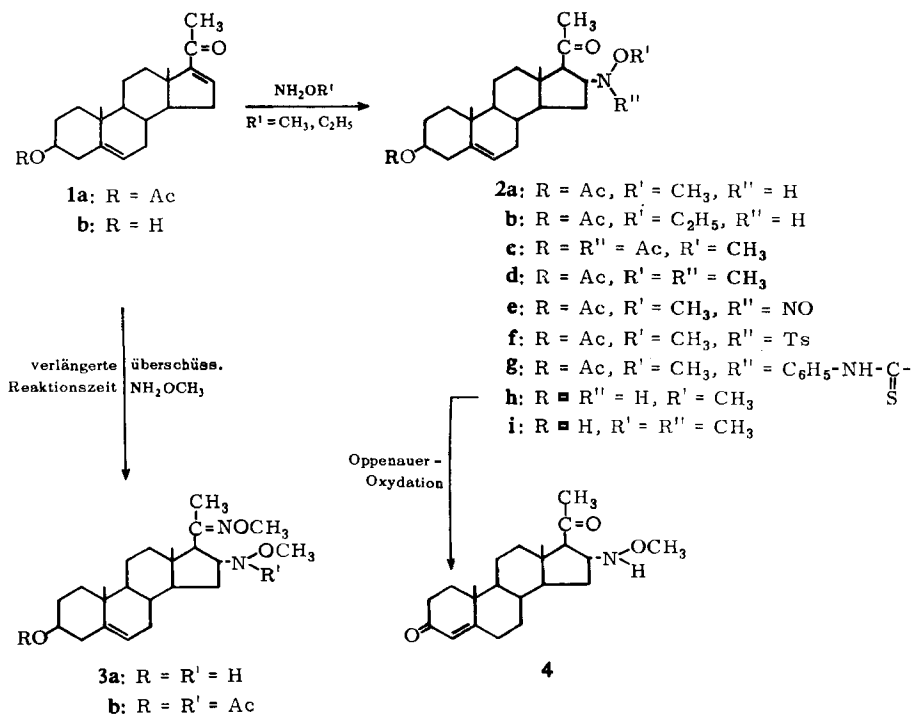
²⁾ G. Drefahl, K. Ponsold und B. Schönecker, Chem. Ber. **98**, 186 (1965).

³⁾ D. Gould, E. L. Shapiro und E. B. Hershberg, J. Amer. chem. Soc. **76**, 5567 (1954); D. Gould und Mitarbb., J. Amer. chem. Soc. **78**, 3158 (1956); Schering Corp., Brit. Pat. 735568 (1955), C. A. **50**, 7872 (1956); C. R. Swaine und D. R. Waud, J. Pharmacol. exp. Therapeut. **128**, 259 (1960); C. A. **54**, 11265 (1960); Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc, Amer. Pat. 2945026 (1960), C. A. **54**, 22727 (1960); Soc. des Usines Chimiques Rhône-Poulenc, Franz. Zusatzpat. 73297 (1960), C. A. **58**, 5764 (1963); A. M. Hoffmann und Mitarbb., J. med. pharmac. Chem. **5**, 962 (1962); C. A. **58**, 14044 (1963); Societa Farmaceutici Italia, Franz. Pat. 1335310 (1963); C. A. **60**, 3071 (1964).

⁴⁾ A. H. Blatt, J. Amer. chem. Soc. **61**, 3494 (1939).

	$[\alpha]_D$	$[M]_D$	$\Delta[M]_D$
3 β -Acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20)	+17°	+61°	
16 α -Methoxyamino-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (2a)	-14°	-56°	-117°
16 α -Äthoxyamino-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (2b)	-17°	-71°	-132°

Zur Untersuchung der chemischen Eigenschaften wurden verschiedene Derivate der 16 α -Methoxyamino-Verbindung hergestellt. Acetanhydrid bei Raumtemperatur lieferte die *N*-Acetyl-Verbindung **2c**, Methylierung nach *Eschweiler-Clarke* die *N*-Methyl-Verbindung **2d**. Nitrosierung mit Natriumnitrit in Eisessig führte zur gelben *N*-Nitroso-Verbindung **2e**. Umsetzung mit Tosylchlorid in Pyridin ergab die sehr gut kristallisierende *N*-Tosyl-Verbindung **2f**. Anlagerung von Phenylsenföf lieferte in glatter Reaktion das Thioharnstoffderivat **2g**.



Die 16 α -Methoxyamino-Verbindungen erwiesen sich Säuren gegenüber stabil. So konnte die *N*-Acetyl-Verbindung **2c** 3 Stdn. mit 90-proz. Essigsäure auf dem siedenden Wasserbad erhitzt werden, ohne daß nennenswerte Abspaltung des stickstoffhaltigen Restes unter Bildung der Δ^{16-20} -Keto-Verbindung eintrat. Im Gegensatz dazu werden die früher dargestellten 16 α -Amine als säureempfindlich beschrieben³⁾.

Interessante Ergebnisse wurden bei der Einwirkung von Alkalien auf oben genannte Verbindungen erzielt. Mit Natriummethylat wurde sowohl aus der 16 α -Methoxyamino- als auch aus der 16 α -Äthoxyamino-Verbindung das 16 α ,17 α -Aziridin er-

halten²⁾, während aus der 16 α -*N*-Acetyl-Verbindung **2c** als Hauptprodukt 3 β -Hydroxy- $\Delta^{5.16}$ -pregnadienon-(20) (**1b**) entstand. Bei der *N*-Methyl-Verbindung **2d** fand lediglich Verseifung in 3-Stellung statt. Diese Ergebnisse legen den Schluß nahe, daß für den Ringschluß zum Aziridin ein Wasserstoffatom am Stickstoff notwendig ist^{*)}. Der Alkoxyrest übt wie erwartet keinen entscheidenden Einfluß auf den Reaktionsverlauf aus.

Bei der Einwirkung 3-proz. methanolischer Kalilauge auf die 16 α -Methoxyamino-Verbindung **2a** wurde neben der Verseifung des 3 β -Acetats zum Teil Eliminierung unter Ausbildung des Δ^{16-20} -Keto-Systems beobachtet.

Die Einwirkung 3-proz. methanolischer Kalilauge auf die *N*-Acetyl-Verbindung **2c** ergab ebenfalls zum Teil Eliminierung. 16 α -[Methoxy-methyl-amino]-3 β -hydroxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2i**), das bei der Behandlung des 3 β -Acetats **2d** mit Natriummethylat entstand, wurde auch bei der Verseifung von **2d** mit methanolischer Kalilauge erhalten.

16 α -Methoxyamino-3 β -hydroxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2h**) wurde durch direkte Anlagerung von Methoxyamin an 3 β -Hydroxy- $\Delta^{5.16}$ -pregnadienon-(20) (**1b**) dargestellt, da die Verseifung des 3 β -Acetats **2a** wie oben beschrieben, zu einem Substanzgemisch führte. Zur Erhöhung der Ausbeute war ein Zusatz von Kaliumcarbonat notwendig. Ohne diesen Zusatz, jedoch mit einem größeren Überschuß an Methoxyamin und verlängerter Reaktionszeit, wurde das 20-Methoxim des 16 α -Methoxyamino-3 β -hydroxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**3a**) erhalten, charakterisiert durch Umsetzung mit Acetanhydrid und Pyridin, die zum 20-Methoxim des 16 α -[Methoxy-acetyl-amino]-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**3b**) führte.

3 β -Hydroxy- $\Delta^{5.16}$ -pregnadienon-(20) (**1b**) war durch Verseifung des 3 β -Acetats **1a** mit methanolischer-wäßriger Kaliumhydrogencarbonatlösung rein erhältlich.

Aus 16 α -Methoxyamino-3 β -hydroxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2h**) konnte durch Op-penauer-Oxydation 16 α -Methoxyamino-progesteron (**4**) gewonnen werden.

Beschreibung der Versuche

Alle Schmelzpunkte sind unkorrigiert. Die IR-Spektren wurden mit einem UR 10 des VEB Carl Zeiss, Jena, in Nujol aufgenommen. Alle Drehwerte wurden in 1-proz. Chloroformlösung gemessen. Einige Stickstoffwerte fielen zu hoch aus²⁾.

Methoxim des 3 β -Acetoxy- $\Delta^{5.16}$ -pregnadienon-(20): 500 mg 3 β -Acetoxy- $\Delta^{5.16}$ -pregnadienon-(20) (**1a**), 200 mg *Methoxyamin-hydrochlorid*⁵⁾, 2 ccm Äthanol und 0.6 ccm Pyridin werden 1 Stde. auf dem Wasserbad erhitzt. Nach Eiskühlung wird das kristalline Produkt abgesaugt und mit wenig Methanol gewaschen. Ausb. 480 mg (89 %), Schmp. 153–154°. Aus Methanol Schmp. 154–155°, $[\alpha]_D$: –40°.

IR: 1582 (schwach, C=C), 1676 (schwach, C=N), 1746/cm (stark, O–C=O).

UV: λ_{max} 243 m μ (log ϵ = 5.17), in Methanol.

C₂₄H₃₅NO₃ (385.5) Ber. C 74.77 H 9.15 N 3.63 Gef. C 74.80 H 9.21 N 3.35

^{*)} Hier ergäbe sich eine formale Analogie zum Hofmannschen Säureamidabbau. *N*-Brom-*N*-alkyl-amide lassen sich nicht umlagern.

⁵⁾ W. Traube, H. Ohlendorf und H. Zander, Ber. dtsh. chem. Ges. **53**, 1477 (1920); L. N. Jones und R. T. Major, J. Amer. chem. Soc. **49**, 1527 (1927).

16 α -Methoxyamino-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2a**): 10.0 g **1a**, 70 ccm Äthanol und 2 ccm *Methoxyamin*⁵⁾ werden 12 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Nach Abkühlen und nochmaligem Zusatz von 1.75 ccm *Methoxyamin* wird weitere 12 Stdn. erhitzt, das Lösungsmittel sodann i. Vak. abdestilliert und der Rückstand in Äther gelöst. Beim Einleiten von *Chlorwasserstoff* fällt das *Hydrochlorid des 16 α -Methoxyamins* feinkristallin aus. Das Produkt wird abgesaugt und mit Äther gewaschen. Ausb. 10.4 g (85%), Schmp. 228–229° (Zers.). Aus Methanol/Aceton Schmp. 235–237° (Zers.).

IR: 1596 (mittelstark, N–H), 1712 (stark, C=O), 1745/cm (stark, O–C=O).

$C_{24}H_{38}NO_4$]Cl (440.0) Ber. C 65.51 H 8.70 Cl 8.06 N 3.18

Gef. C 65.35 H 8.72 Cl 7.77 N 3.46

14 g *Hydrochlorid* werden mit 110 ccm Methanol versetzt. In der Siedehitze werden 110 ccm halbkonz. wäbr. *Ammoniaklösung* portionsweise zugefügt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur wird das kristalline Produkt abgesaugt, mit Methanol/Wasser (1:1) gewaschen und getrocknet. Ausb. 12 g (94%), Schmp. 140–142°. Aus Aceton Schmp. 147–149°. $[\alpha]_D$: –14°.

IR: 1711 (stark, C=O), 1739 (stark, O–C=O), 3239/cm (mittelstark, N–H).

$C_{24}H_{37}NO_4$ (403.6) Ber. C 71.43 H 9.24 N 3.47 Gef. C 71.36 H 9.05 N 3.44

16 α -Äthoxyamino-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2b**): 2.5 g **1a**, 14 ccm Äthanol und 1.25 ccm *Äthoxyamin*⁵⁾ werden 24 Stdn. zum Sieden erhitzt. Das Lösungsmittel destilliert man i. Vak. ab und arbeitet weiter, wie bei **2a** angegeben. Ausb. an *Hydrochlorid* 2.4 g (74%), Schmp. 225–232° (Zers.). Aus Eisessig/Methanol Schmp. 240–242° (Zers.).

IR: 1592 (mittelstark, N–H), 1704 (stark, C=O), 1730/cm (stark, O–C=O).

$C_{25}H_{40}NO_4$]Cl (454.0) Ber. C 66.13 H 8.88 Cl 7.81 N 3.09

Gef. C 66.06 H 9.23 Cl 7.91 N 3.08

1.7 g *Hydrochlorid* werden mit 6 ccm Methanol versetzt. Nach Erhitzen zum Sieden setzt man 6 ccm halbkonz. wäbr. *Ammoniaklösung* zu. Beim Abkühlen auf Raumtemperatur erstarrt die anfangs als Öl ausgefallene Substanz kristallin. Nach Absaugen und Waschen mit Methanol/Wasser (1:1) wird i. Vak. getrocknet. Ausb. 1.45 g (93%), Schmp. 105–110°. Aus Aceton Schmp. 115–116°, $[\alpha]_D$: –17°.

IR: 1703 (stark, C=O), 1734 (stark, O–C=O), 3258/cm (mittelstark, N–H).

$C_{25}H_{39}NO_4$ (417.6) Ber. C 71.90 H 9.41 N 3.35 Gef. C 72.09 H 9.60 N 3.80

16 α -[Methoxy-acetyl-amino]-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2c**): 500 mg *16 α -Methoxyamin 2a* werden in 5 ccm *Acetanhydrid* gelöst. Nach 1/2 Stde. bei Raumtemperatur versetzt man mit Wasser und saugt nach der Zersetzung des überschüss. *Acetanhydrids* das kristallin ausgefallene Produkt ab. Es wird mit Wasser gewaschen und i. Vak. getrocknet. Ausb. 520 mg (94%), Schmp. 160–163°. Aus Aceton Schmp. 164–165°, $[\alpha]_D$: –15°.

IR: 1673 (stark, N–C=O), 1713 (stark, C=O), 1730/cm (stark, O–C=O).

$C_{26}H_{39}NO_5$ (445.6) Ber. C 70.08 H 8.82 N 3.14 Gef. C 70.16 H 9.06 N 3.66

16 α -[Methoxy-methyl-amino]-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2d**): 1.0 g *16 α -Methoxyamin 2a*, 20 ccm 100-proz. *Ameisensäure* und 15 ccm *Formalin* werden 2 Stdn. auf dem Wasserbad erhitzt. Die Lösung wird dann i. Vak. eingeengt und mit starker *Natronlauge* unter Kühlung alkalisiert. Das ausgefallene Produkt wird abgesaugt, mit Wasser gewaschen und aus Methanol umkristallisiert. Ausb. 600 mg (58%), Schmp. 140–141°. Aus Methanol Schmp. 143–144°. $[\alpha]_D$: –15°.

IR: 1712 (stark, C=O), 1740/cm (stark, O–C=O).

$C_{25}H_{39}NO_4$ (417.6) Ber. C 71.90 H 9.41 N 3.35 Gef. C 71.83 H 9.38 N 3.51

16 α -[Methoxy-methyl-amino]-3 β -hydroxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2i**): 250 mg *3 β -Acetat 2d* werden mit 5 ccm 3-proz. *methanol. Kalilauge* 10 Min. auf dem Wasserbad erhitzt. Nach Einengen i. Vak. und Versetzen mit Wasser wird die ausgefallene Substanz abgesaugt, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Ausb. 220 mg (98%), Schmp. 156–159°. Aus Aceton Schmp. 161–162°. $[\alpha]_D$: -5° .

IR: 1695 (stark, C=O), 3400/cm (breit, O–H).

$C_{23}H_{37}NO_3$ (375.5) Ber. C 73.56 H 9.93 N 3.73 Gef. C 73.87 H 10.08 N 3.81

16 α -[Nitroso-methoxy-amino]-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2e**): 250 mg *16 α -Methoxyamin 2a* in 0.75 ccm Eisessig werden unter Schütteln tropfenweise mit 1 ccm *1 n NaNO₂* versetzt. Das ausgefallene gelbe Öl erstarrt bald. Nach 30 Min. wird abgesaugt, mit Wasser gewaschen und i. Vak. getrocknet. Ausb. 250 mg (93%), Schmp. 135–138°. Aus Methanol Schmp. 140–142°. $[\alpha]_D$: -15° .

IR: 1435 (stark), 1709 (stark, C=O), 1738/cm (stark, O–C=O).

$C_{24}H_{36}NO_5$ (432.5) Ber. C 66.64 H 8.39 N 6.48 Gef. C 66.75 H 8.58 N 6.22

16 α -[Methoxy-tosyl-amino]-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2f**): 250 mg *16 α -Methoxyamin 2a* und 250 mg *Tosylchlorid* werden in 2.5 ccm wasserfreiem Pyridin gelöst. Nach 44 Stdn. bei Raumtemperatur wird unter Kühlung Wasser zugesetzt. Das ausgefallene Produkt wird mit viel Wasser auf einer Fritte frei von Pyridin gewaschen und i. Vak. getrocknet. Ausb. 350 mg (82%), Schmp. 154–157°. Aus Methanol Schmp. 163–164°, $[\alpha]_D$: -61° .

IR: 1605 (mittelstark, Phenyl), 1711 (stark, C=O), 1743/cm (stark, O–C=O).

$C_{31}H_{43}NO_6S$ (557.8) Ber. C 66.76 H 7.77 N 2.51 Gef. C 66.79 H 7.88 N 3.74, 3.54

16 α -[N-Methoxy-N'-phenyl-thioureido]-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2g**): Zur heißen Lösung von 250 mg *16 α -Methoxyamin 2a* in 2 ccm wasserfreiem Methanol gibt man 0.125 ccm *Phenylsenföl*. Das nach 2 Stdn. bei Raumtemperatur auskristallisierte Produkt wird nach 2stdg. Aufbewahren im Eisschrank abgesaugt und mit Methanol gewaschen. Ausb. 274 mg (84%); Schmp. 168–172°. Aus Acetonitril (nach Waschen mit Methanol) Schmp. 171–172°, $[\alpha]_D$: -29° .

IR: 1604 (schwach, Phenyl), 1721 (stark, C=O), 1740 (stark, O–C=O), 3338/cm (mittelstark, N–H).

$C_{31}H_{42}NO_4S$ (538.7) Ber. C 69.11 H 7.86 N 5.21 Gef. C 68.95 H 8.07 N 5.66

3 β -Hydroxy- $\Delta^{5,16}$ -pregnadienon-(20) (**1b**): 11.2 g *3 β -Acetat 1a*, 8.0 g wasserhaltiges *Kaliumcarbonat*, 600 ccm *Methanol* und 60 ccm *Wasser* werden 2 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Das Lösungsmittel wird dann zur Hälfte i. Vak. abdestilliert und das Endprodukt durch Zusatz von Wasser ausgefällt, abgesaugt, mit Wasser gewaschen und i. Vak. getrocknet. Ausb. 9.5 g (93%), Schmp. 207–210°. Aus Aceton Schmp. 212–214° (Lit.⁶⁾: 211–213°).

16 α -Methoxyamino-3 β -hydroxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (**2h**): 2.0 g **1b**, 1.0 g wasserhaltiges Kaliumcarbonat, 18 ccm Äthanol und 0.5 ccm *Methoxyamin* werden 10 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Nach Abkühlen und Zusatz von weiteren 0.5 ccm *Methoxyamin* wird nochmals 10 Stdn. erhitzt. Nach Abdestillieren des Lösungsmittels i. Vak. wird der Rückstand mit absol. Äther extrahiert. Durch Einleiten von *Chlorwasserstoff* wird das *Hydrochlorid von 2h* gefällt. Ausb. 1.6 g (63%), Schmp. 216–218° (Zers.). Aus Methanol/Aceton Schmp. 227–228° (Zers.).

$C_{22}H_{36}NO_3Cl$ (398.0) Ber. C 66.39 H 9.12 Cl 8.91 N 3.52

Gef. C 66.54 H 9.31 Cl 8.72 N 3.55

⁶⁾ M. W. Goldberg und R. Aeschenbacher, *Helv. chim. Acta* **22**, 1185 (1939).

Zu 1.5 g *Hydrochlorid* und 9 ccm Methanol werden in der Hitze 9 ccm halbkonz. wäbr. *Ammoniaklösung* zugesetzt. Das beim Abkühlen auskristallisierende Produkt wird nach Aufbewahren im Eisschrank abgesaugt, mit Methanol/Wasser (1:1) gewaschen und getrocknet. Ausb. 1.3 g (95%), Schmp. 103–104°. Aus wäbr. Aceton Schmp. 110–112°. $[\alpha]_D: -14^\circ$.

$C_{22}H_{35}NO_3$ (361.5) Ber. C 73.10 H 9.76 N 3.88 Gef. C 73.22 H 9.69 N 4.20

Methoxim des 16 α -Methoxyamino-3 β -hydroxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (3a): 3.0 g **1b**, 25 ccm Äthanol und 500 mg *Methoxyamin* werden 10 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Nach Abkühlen setzt man erneut 500 mg *Methoxyamin* zu und erhitzt weitere 10 Stdn. Dann wird nochmals 1 g *Methoxyamin* zugegeben. Nach 10stdg. Sieden wird das Lösungsmittel i. Vak. abdestilliert und der Rückstand in Äther aufgenommen. Bei Zugabe von chlorwasserstoffgesätt. Äther fällt das *Hydrochlorid* aus. Es wird abgesaugt und mit Äther gewaschen. Ausb. 2.4 g (64%), Schmp. 190–192°. Zu 1.0 g *Hydrochlorid* und 10 ccm Methanol werden in der Hitze 10 ccm halbkonz. wäbr. *Ammoniaklösung* gegeben. Nach 3 Stdn. im Eisschrank wird das ausgefallene Produkt abgesaugt, mit Methanol/Wasser (1:1) gewaschen und getrocknet. Ausb. 0.8 g (87%). Aus Aceton/Wasser Schmp. 127–128°, $[\alpha]_D: -90^\circ$.

IR: 1635 (schwach, C=N), 3200/cm (breit, O—H).

$C_{23}H_{38}N_2O_3$ (390.5) Ber. C 70.74 H 9.81 N 7.17 Gef. C 70.10 H 9.78 N 7.65

Methoxim des 16 α -[Methoxy-acetyl-amino]-3 β -acetoxy- Δ^5 -pregnenon-(20) (3b): 100 mg *Methoxim 3a* werden mit 1 ccm *Pyridin* und 1 ccm *Acetanhydrid* versetzt. Nach 12 Stdn. bei Raumtemp. wird langsam Wasser zugesetzt. Die ausgefallene Substanz wird abgesaugt und mit Wasser gewaschen. Ausb. 100 mg (83%). Aus wäbr. Aceton Schmp. 154–156°, $[\alpha]_D: -62^\circ$.

IR: 1672 (stark, N—C=O), 1745/cm (stark, O—C=O).

$C_{27}H_{42}N_2O_5$ (474.6) Ber. C 68.33 H 8.92 N 5.90 Gef. C 68.22 H 8.82 N 5.73

16 α -Methoxyamino-progesteron (4): 200 mg **2h**, 400 mg *Aluminiumisopropylat*, 1.5 ccm *Cyclohexanon* und 15 ccm absol. Toluol werden 30 Min. zum Sieden erhitzt. Nach Zusatz von 20 ccm halbkonz. Seignettesalzlösung wird bis zur Entfernung der organischen Lösungsmittel i. Vak. destilliert. Man äthert aus und wäscht mit Wasser. Nach Trocknen über Natriumsulfat wird bis zur Kristallbildung eingengt. Ausb. 90 mg (45%), Schmp. 107–110°. Aus Äther Schmp. 116–118°, $[\alpha]_D: +141^\circ$.

IR: 1617 (mittelstark, konj. C=C), 1680 (stark, konj. C=O), 1708 (stark, C=O), 3253/cm (mittelstark, N—H).

$C_{22}H_{33}NO_3$ (359.5) Ber. C 73.50 H 9.26 N 3.90 Gef. C 73.40 H 9.55 N 4.20

[334/65]