



Verseifung von **5** mit Oxalsäure in wäbr. Dioxanlösung führt zu **7**, einer i. Vak. destillierbaren, farblosen Flüssigkeit. Das 2,4-Dinitro-phenylhydrazon ist nach wiederholtem Umkristallisieren analysenrein und schmilzt bei 144.5 bis 145.5° (Lit.<sup>3)</sup>: 123°). Im IR-Spektrum liegt eine für  $\alpha,\beta$ -ungesättigte Aldehyde charakteristische Bande bei 1702/cm, die dazugehörige C—H-Valenzschwingung tritt bei 2745/cm auf. Eine Bande bei 990/cm wird als C—H-Deformationsschwingung dem *trans*-Olefin zugeordnet, sie tritt bei 4-Hydroxy-octin-(2)-al-(1)<sup>1)</sup> nicht auf. Das Maximum einer Bande für assoziiertes OH liegt bei 3440/cm.

Nach Untersuchungen von v. Ardenne und Reitnauer<sup>6)</sup> zeigt synthetisiertes **7** im in vitro-Versuch einen positiven Einfluß auf die Thermosensibilisierung von EMAC-Zellen.

### Beschreibung der Versuche

*4-Hydroxy-octen-(2t)-al-(1)-diäthylacetal (5)*: Zu einer Lösung von 19 g (0.83 Mol) Natrium in 400 ccm flüssigem Ammoniak werden unter intensivem Rühren in 45 Min. 25 g (0.12 Mol) **3** in 25 ccm absol. Äther zugetropft. Die Lösung läßt man durch ein Glasrohr unter die Oberfläche des flüssigen Ammoniaks in die Nähe des Rührers einlaufen. Das Reaktionsgemisch wird weitere 4 Stdn. gerührt, dann mit Ammoniumnitrat in kleinen Portionen bis zur Entfärbung der Lösung versetzt, schließlich trägt man 25 g Ammoniumchlorid auf einmal ein und dampft ca. 300 ccm des flüssigen Ammoniaks ab, zum Rückstand tropft man vorsichtig 50 ccm einer konz. wäbr. Ammoniak-Lösung. Die organische Phase wird in Äther aufgenommen, die wäbr. Schicht noch 2 mal ausgeäthert. Die vereinigten äther. Lösungen werden mit Natriumsulfat getrocknet und fraktioniert, Sdp.<sub>0.05</sub> 92—94°, Ausb. 18 g (72%).

$C_{12}H_{24}O_3$  (216.3) Ber. C 66.62 H 11.19 Gef. C 67.01 H 10.78

*4-Hydroxy-octen-(2t)-al-(1) (7)*: 7.5 g (35 mMol) **5**, 11 ccm 10proz. wäbr. Oxalsäure-Lösung und 25 ccm Dioxan werden 3 Stdn. auf dem siedenden Wasserbad erhitzt, anschließend wird mit Wasser auf das doppelte Vol. verdünnt, die wäbr. Phase 3 mal ausgeäthert, die äther. Lösung je einmal mit 5proz. Natriumcarbonat-Lösung und Wasser gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet und fraktioniert, Sdp.<sub>0.1–0.2</sub> 87—89°, Ausb. 3.3 g (67%).

*2,4-Dinitro-phenylhydrazon von 7*: ca. 500 mg **7** werden in 2 ccm Äthanol gelöst und mit perchlorsaurem wäbr. 2,4-Dinitro-phenylhydrazin-Lösung im Überschuß versetzt. Die Fällung wird 9 mal aus Chloroform umkristallisiert (beim Lösen nur kurzzeitig erwärmen, beim Auskristallisieren mit CO<sub>2</sub>/Methanol kühlen), Schmp. 144.5—145.5°.

$C_{14}H_{18}N_4O_5$  (322.3) Ber. C 52.17 H 5.63 N 17.38 Gef. C 52.04 H 5.89 N 17.38

<sup>6)</sup> M. v. Ardenne und P. G. Reitnauer, unveröffentlichte Mitteil.