

Reduktionen an Diazoketonen.

Von

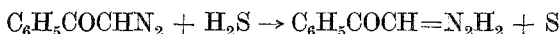
W. Gruber und Herta Renner.

Mit 1 Abbildung.

Aus dem II. Chemischen Laboratorium der Universität Wien.

(Eingelangt am 30. Jan. 1950. Vorgelegt in der Sitzung am 9. Febr. 1950.)

Diazoketone wurden erstmalig von *L. Wolff*¹ reduziert. Der Autor unterzog Diazoacetophenon der Behandlung mit Schwefelwasserstoff



und erhielt dabei eine Verbindung, in der er das Vorliegen des Hydrazons vermutete, da mit verdünnter Säure schon Hydrazin abspaltbar war.

Frühere Arbeiten, die Reduktionen von aliphatischen Diazokörpern beinhalten, stammen von *Th. Curtius*² und *R. Jay*³. Diese Autoren erhielten bei der Reduktion von Diazoessigester im sauren Medium (Zinkstaub und Eisessig) die Hydrazinverbindung, die sich weiter zu Glykokollester reduzieren ließ. Im alkalischen Medium (Zinkstaub und Natronlauge und Ferrosulfat mit Natronlauge) entstand jedoch der Hydrazinoessigester. Die katalytische Hydrierung, welche *Staudinger* und Mitarbeiter⁴ an Diphenyldiazomethan durchführten, ergab Diphenylmethan und führte die Bearbeiter zur Annahme einer 1,3-Addition von Wasserstoff und Abspaltung von Stickstoff:



Auf Diazomalonester ließ sich allerdings die Annahme einer Stickstoffabspaltung nicht anwenden, da hieraus unter den gleichen Bedingungen das Hydrazon des Oxomalonesters entstand. Das analoge Endprodukt erhielt *O. Dimroth*⁵ bei der Reduktion von Diazomalonanilidosäureester mit Schwefelwasserstoff. Über analoge Stufen sollte die Reduktion des Diazo-diphenylmethans mit Aluminiumamalgam verlaufen, die nach den genannten Autoren als Endprodukt das Amin und Ammoniak liefert.

¹ Liebigs Ann. Chem. **394**, 23 (1912).

² *Th. Curtius*, Ber. dtsh. chem. Ges. **17**, 956 (1884); J. prakt. Chem. (2), **38**, 440 (1888); **39**, 31, 128 (1889).

³ *Th. Curtius* und *R. Jay*, Ber. dtsh. chem. Ges. **27**, 775 (1894).

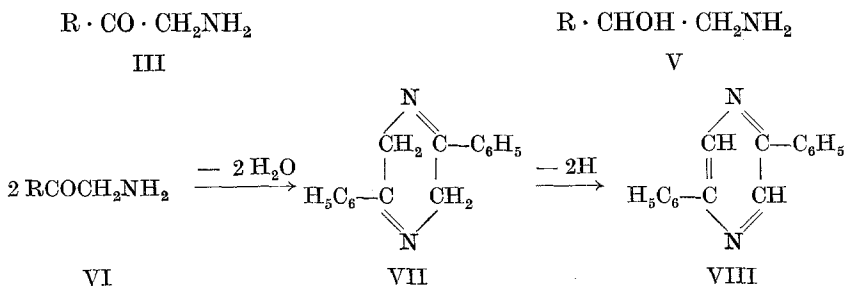
⁴ *H. Staudinger*, *Alice Gaule* und *J. Siegwart*, Helv. chim. Acta **4**, 212 (1921).

⁵ Liebigs Ann. Chem. **373**, 361 (1910).

Im folgenden sollen nun eine Reihe von Reduktionsversuchen beschrieben werden, die wir unternahmen, um eine brauchbare Methode zur Darstellung von Aminoalkoholen aus Diazoketonen zu finden.

Zur Ausführung von chemischen Reduktionen haben wir das Diazoketon in Äther gelöst, das Metall mit dieser Lösung überschichtet und unter Rühren Säure zugesetzt. Aus den Versuchsergebnissen konnte man erkennen, daß diese Methode (Zinkstaub und Säure, Aluminiumamalgam und Natriumamalgam mit Eisessig) durchwegs zur Bildung von Ketonen führte. Reduktionen, die unter tropfenweisem Zusatz von Mineralsäure zum Metall oder Amalgam durchgeführt wurden, ergaben bessere Ausbeuten an Keton (III).

Für die katalytische Hydrierung lösten wir das Diazoketon im allgemeinen in Alkohol und schüttelten wie üblich mit Katalysator in einer Wasserstoffatmosphäre. Dabei fanden wir in den meisten Fällen neben Keton (III) auch den Aminoalkohol (V), lediglich das ω -Diazoacetophenon stellte insofern eine Ausnahme vor, als daraus 2,5-Diphenyldihydropyrazin (VII) und 2,5-Diphenylpyrazin (VIII) entsteht. Schon *Gabriel*⁶ stellte fest, daß aus Aminoacetophenon (VI) diese Produkte entstehen.



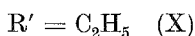
Unter den Bedingungen der katalytischen Hydrierung ergaben aliphatische Diazoketone immer weniger Aminoalkohol als aromatische (neben Methylketon). Hierbei verhält sich 1-Diazo-4-phenylbutanon-(2) aus Dihydrozimtsäure erwartungsgemäß wie ein aliphatisches Diazoketon.

Aus diesen Ergebnissen erschien uns nun im großen und ganzen die Annahme gerechtfertigt, daß die Bildung von Methylketon über die Stufe des Aminoketons verläuft und das restliche Stickstoffatom als Ammoniak abgespalten wird. Tatsächlich deutet die Auffindung des Diphenylpyrazins aus ω -Diazoacetophenon auf das intermediäre Vorliegen von Aminoketon hin. Gleichgültig, ob als Endprodukt bei der Hydrierung Aminoalkohol, Aminoketon oder Methylketon aufschien, es war fast immer ein Auftreten von Ammoniak festzustellen, der sich nur teilweise in der flüssigen Phase löst und damit die exakte Feststellung

⁶ *S. Gabriel*, Ber. dtsch. chem. Ges. **41**, 1133 (1908).

des Wasserstoffverbrauchs unmöglich macht; dennoch gibt der unter gleichen Bedingungen abgelesene Wasserstoffverbrauch ein Maß für den praktischen Verlauf der Hydrierung, wie wir nach Aufarbeitung unter milden Bedingungen und Identifizierung der Reaktionsprodukte feststellen konnten.

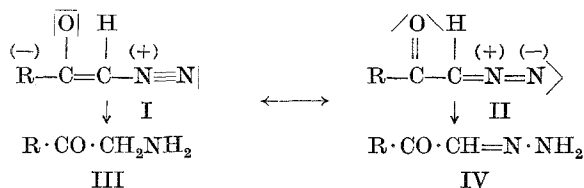
Um diese Annahme zu erhärten und gleichzeitig eine Abspaltung des zweiten Stickstoffatoms als Ammoniak zu verhindern, variierten wir die Versuchsbedingungen so, daß wir während der Hydrierung portionenweise Aldehyd zusetzten und erwarteten, daß damit aus dem Diazoketon die *Schiffsche* Base entsteht, die natürlich in dem vorhandenen Milieu weiterhydriert wird. Die Versuchsergebnisse haben unsere Annahme bestätigt: Die Ausbeute an Aminoalkohol (IX), der der N-Alkylverbindung zugrunde liegt, wurde damit beträchtlich erhöht, die sonst



immer auftretenden Mengen von Harzen und Methylketon vermindert. Sowohl aromatische Aldehyde als auch aliphatische bildeten *Schiffsche* Base; die Ausbeute bei Verwendung von aliphatischen Aldehyden war jedoch größer als bei Einsatz von Aromaten. Nicht gelang es uns, die N-Methylverbindung darzustellen, obwohl wir Formaldehyd in seinen verschiedenen Formen (alkoholische Formaldehydlösung, Paraformaldehyd, Urotropin) heranzogen. Wir konnten nur verharzte Produkte isolieren.

Im Verlaufe unserer Arbeiten erreichte uns die Publikation von *L. Birkhofer*⁷, worin der Autor Reduktionsversuche an Diazoketonen mit dem Endziel der Darstellung von Methylketonen beschreibt.

Dort wird die Annahme gemacht, daß den Diazoketonen grundsätzlich zwei Grenzformeln zuzuordnen sind:



Durch Anwesenheit einer negativierenden Gruppe, im einfachsten Fall einer Phenylgruppe, sollte Formel I begünstigt sein, die Hydrierung

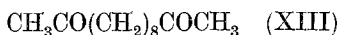
⁷ Ber. dtsh. chem. Ges. 80, 83 (1947).

folglich zu Aminoketon III führen. In anderen Fällen, also hauptsächlich bei aliphatischen Diazoketonen, sollte die Hydrierung nach Formel II zu Hydrazonen IV führen.

Auf Grund der experimentellen Ergebnisse unter unseren Versuchsbedingungen können wir diese Annahme also nicht bestätigen.

Übrigens haben andere Autoren^{8, 9} durch starke Reduktionsmittel, wie Zinn(II)chlorid und Salzsäure oder Jodwasserstoffsäure, in guten Ausbeuten Methylketon aus Diazoketon dargestellt.

Schließlich untersuchten wir auch an einigen Beispielen die Einwirkung von Lithiumaluminiumhydrid auf Diazoketone, wobei wir im allgemeinen gute Ausbeuten an Aminoalkoholen bekamen. In der Reaktionsweise besteht hier kein auffallender Unterschied zwischen aliphatischen und aromatischen Diazoketonen; eine Ausnahme bildete das Diazoketon aus Sebacinsäure, das nur Methylketon (XIII) neben verharzten Massen ergab, was wir auf die wegen seiner geringen Ätherlöslichkeit geänderten Versuchsbedingungen zurückführen. Das Diazoketon aus Veratrumsäure lieferte kein definiertes Produkt.



Zur Analyse der verwendeten Diazoketone variierten wir die Methode nach *Dumas-Pregl*, da die übliche Verbrennung wegen vorzeitiger Zersetzung an rauen Oberflächen viel zu niedrige Stickstoffwerte^{10, 11} ergibt. Das Zersetzungsgefäß war ein Kugelrohr, dessen Ansatzröhren in einem Winkel von 30° nach oben abgebogen waren; die dem Azotometer zugewandte Seite nimmt in

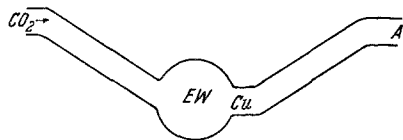


Abb. 1. A = Azotometer, Ew = Einwaage.

einem noch waagrechten Ansatz den Katalysator (Naturkupfer C) auf (siehe die Abb.), der nach Stickstofffreiheit der Apparatur durch leichtes Klopfen zur Einwaage in die Kugel gebracht wird. Vorsichtiges Erwärmen wird solange fortgesetzt, als sich noch Stickstoff entwickelt. Das nachfolgende Ausspülen der Apparatur mit CO_2 erfolgt in der gewohnten Weise.

Weiters verwendeten wir diese Methode der auswählenden Stickstoffbestimmung (es wird nur der Diazostickstoffwert erhalten) zur Analyse des nicht umgesetzten Diazoketons nach der Reduktion in einer Reihe von Versuchen.

⁸ R. E. Lutz u. a., J. Amer. chem. Soc. **68**, 1813 (1946).

⁹ M. L. Wolfrom und R. L. Brown, J. Amer. chem. Soc. **65**, 1516 (1943).

¹⁰ Ch. Grundmann, Liebigs Ann. Chem. **536**, 29 (1938).

¹¹ H. Roth, Mikrochem., Molisch-Festschrift 375 (1936).

Tabelle 1. Hydrierungen.

Diazoketon	Reduktionsmethode	Keton (%)	Aminoalkohol (%)	Andere Reaktionsprodukte
Diazoacetophenon	40 Min. H ₂ durchgeschickt (Pd-Kat.)	21	—	—
Diazoacetophenon	40 Min. H ₂ durchgeschickt (ohne Kat.)	5	—	—
Diazoacetophenon	20 Min. in Wasserstoffatmosphäre geschüttelt (Pd-Tierkohle), H ₂ -Verbrauch 1 Mol	50	—	—
Diazoacetophenon	katalytisch (PtO ₂) H ₂ -Verbr. 2,5 Mol	15	3	2,5-Diphenylpyrazin 47%
p-Methoxydiazoacetophenon	katalytisch (PtO ₂)	21	1—2	—
ω -Diazo-3,4-dimethoxyacetophenon	katalytisch (PtO ₂)	21	31	—
1,12-Bis-diazododekation-2,11	katalytisch (PtO ₂)	66	—	—
1-Diazotridekanon-(2)	katalytisch (PtO ₂)	91	—	—

Tabelle 2. Hydrierung unter Zusatz eines Aldehyds.

Diazoketone	Reduktionsmethode	Keton (%)	Aushydrierte Schiff'sche Base (%)
Diazoacetophenon	katalytisch (PtO ₂), Benzaldehyd, H ₂ -Verbrauch 4 Mole	4	28
Diazoacetophenon	katalytisch (PtO ₂), Acetaldehyd, H ₂ -Verbrauch 5 Mole	27	72
Diazoacetophenon	katalytisch (PtO ₂), Propionaldehyd, H ₂ -Verbrauch 5 Mole	20	35
p-Methoxydiazoacetophenon	katalytisch (PtO ₂), Benzaldehyd	25	53
ω -Diazophenäthylmethylketon	katalytisch (PtO ₂), Benzaldehyd	76	20
1-Diazotridekanon-(2)	katalytisch (PtO ₂), Benzaldehyd	71	Spuren

Tabelle 3. Reduktionen mit Lithiumaluminiumhydrid.

Diazoketon	Reduktionsmethode	Keton (%)	Amino-alkohol (%)
Diazoacetophenon	LiAlH ₄	3	93
3,4-Dimethoxy- ω -diazoacetophenon	LiAlH ₄	—	—
1,12-Bisdiazododekadion-(2,11)	LiAlH ₄ im Extraktor	24	—
1-Diazo-nondekanon-(18)	LiAlH ₄	—	99

Experimenteller Teil.

A. Chemische Reduktionen.

1. Mit Aluminiumamalgam. 1,00 g ω -Diazoacetophenon wurde in 50 ccm Äther gelöst und unter mechanischem Rühren portionenweise 0,56 g Al-Amalgam und 10%ige HCl zugesetzt. Nach Beendigung der Reaktion wurde die salzsaure Lösung vom Quecksilber abgetrennt und ausgeäthert. Aus einem Teil des Abdampfrückstandes haben wir unter 12 Torr die Fraktion 1 bei 85 bis 95° Luftbadtemp. und oberhalb 95° die Fraktion 2 gewonnen; aus 1 wurde das gebildete ω -Chlorketon nach Überführung mit Ammoniak in das entsprechende Pyrazin abgetrennt, das in Äther unlöslich ist. Der Rest war Acetophenon in einer Ausbeute von 21%; p-Nitrophenylhydrazon aus 60%iger Essigsäure, Schmp. 185 bis 187° (Alkohol). Mischprobe. Ein zweiter Neutralteil diente zur Prüfung auf nicht umgesetztes Ausgangsmaterial: Negativ.

Aus der salzsauren Schicht war außer Spuren ω -Chlorketon keine weitere Verbindung zu isolieren.

2. Mit Zinkstaub und Salzsäure erhielten wir aus der alkohol. Lösung des Diazoacetophenons nach entsprechender Aufarbeitung wieder Acetophenon in derselben Ausbeute (p-Nitrophenylhydrazon) neben viel verharztem Produkt.

3. Mit Zinkstaub und Eisessig. Wie oben behandelt, nach der Reaktion Wasser zugesetzt und mit Äther ausgeschüttelt; die Aufarbeitung der Ätherschicht ergab Acetophenon (7%), jedoch kein Ausgangsmaterial mehr. Die wäßr. Schicht wurde mit H₂S von Zn befreit, zur Trockne gebracht, der Rückstand mit Alkohol heiß ausgezogen und mit Tierkohle gereinigt. Nach Kühlung kristallisierte daraus 2,5-Diphenylpyrazin (VIII) vom Schmp. 195 bis 196°, das mit einem synthetischen Muster verglichen wurde; Ausbeute 6% d. Th.

C₁₆H₁₂N₂. Ber. C 82,75, H 5,17, N 12,19. Gef. C 82,57, H 5,17, N 12,47.

4. Mit Na-Amalgam und Essigsäure erhielten wir nur 5% Acetophenon neben verharzten Massen.

5. Das Diazoketon aus Hydrozimtsäure haben wir nach 2. behandelt, den Alkohol im Vak. vertrieben, in Äther aufgenommen und mit verd. HCl geschüttelt. Aus der Ätherschicht ließ sich ein Öl gewinnen, das wir über sein Oxim (Schmp. 85 bis 87°) und p-Nitrophenylhydrazon (Schmp. 109 bis 110°) als Phenyläthylmethylketon erkannten (Mischprobe). Synthese der Vergleichssubstanz nach O. R. Jackson¹².

¹² Ber. dtsh. chem. Ges. 14, 890 (1881).

B. Katalytische Hydrierungen.

1. Mit Pd-Mohr. 0,12 g ω -Diazoacetophenon wurden in 50 ccm Alkohol aufgenommen und bei Anwesenheit von 0,01 g Pd-Mohr durch die Lösung 40 Min. Wasserstoff geleitet; nach Filtration vom Katalysator und Ansäuern mit verd. HCl haben wir den Alkohol vertrieben und mit Äther ausgeschüttelt. Ausbeute an Acetophenon 21%. In Kontrollversuchen unter denselben Bedingungen ohne Katalysator gewannen wir durchschnittlich 5% Acetophenon.

2. Mit Pd-Tierkohle erhielten wir aus 0,70 g Diazoacetophenon in 50 ccm Alkohol durch Schütteln mit Wasserstoff nach gewohnter Aufarbeitung 0,28 g Acetophenon (Ausbeute 50%). Der Unterschied zwischen berechneter Wasserstoffmenge (460 ccm bei 0° und 760 Torr) und tatsächlich abgelesener Menge (286 ccm red. = 2,5 Mol), berechnet auf NH₃ und Acetophenon, erklärt sich aus der Bildung von Ammoniak, mit dem das Lösungsmittel und die darüberstehende Gasatmosphäre gesättigt war.

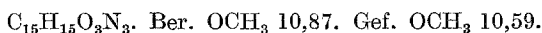
3. Mit Pt nach *Adams* blieb die Wasserstoffaufnahme wieder bei 2,5 Mol stehen; nach Filtration vom Katalysator wurde die Lösung geteilt und verschieden aufgearbeitet:

Teil a: Lösungsmittel im Vak. vertrieben, in Äther aufgenommen, mit 2% HCl geschüttelt und in die Ätherschicht Luft eingeblasen. Der dadurch gebildete Niederschlag erwies sich als 2,5-Diphenylpyrazin (entstanden aus seinem Dihydroderivat mit Luftsauerstoff). Schmp. 196 bis 197° (aus Alkohol), Mischprobe, Ausbeute 45% d. Th. Im Filtrat fanden wir noch 2% nicht umgesetztes Diazoketon.

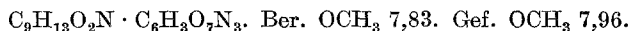
Teil b ergab nach Vakuumdestillation des Abdampfrückstandes 15% Acetophenon.

Aus den vereinigten salzsauren Auszügen gewannen wir durch alkalisches Ausäthern geringe Mengen von 1-Amino-2-oxy-2-phenyläthan, das wir als Pikrat charakterisierten. Schmp. (Pikrat) 150 bis 152° (aus Alkohol), Mischprobe. — Als Kontrolle haben wir denselben Versuch ohne Wasserstoff durchgeführt, wobei wir 85% unverändertes Ausgangsmaterial zurück erhielten; der Rest fiel der Zersetzung zu harzartigen Massen anheim.

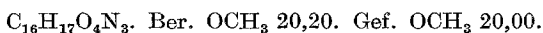
4. Das p-Methoxy-diazoacetophenon (aus Anissäure) ergab unter denselben Bedingungen wie oben p-Methoxyacetophenon (21% d. Th.); Schmp. des p-Nitrophenylhydrazons nach Umlösen aus Alkohol 197 bis 198°.



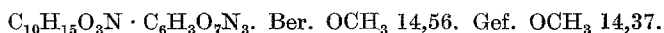
Aus den salzsauren Unterschichten ließ sich das Pikrat des erwarteten p-Methoxyphenylaminoöthanolis isolieren. Schmp. 208 bis 209° (aus Alkohol), Mischprobe.



5. ω -Diazo-3,4-dimethoxyacetophenon (aus Veratrumsäure) ergab bei der katalytischen Hydrierung unter Aufnahme von 2,5 Mol H₂ 21% an 3,4-Dimethoxyacetophenon vom Schmp. 228 bis 230° (aus Alkohol).



Der dabei entstandene Aminoalkohol ließ sich als Pikrat abscheiden, Schmp. 216 bis 218° (Alkohol), Ausbeute 31% d. Th.



6. 1,12-Bisdiazododekation-(2,11) (aus Sebacinsäure). Die Hydrierung von 2,50 g Diazoketon in alkohol. Lösung zeigte nach 24 Stdn. eine Wasserstoffaufnahme von 860 ccm (red.), das sind 3,9 Mol. Nach dem Verdampfen des Lösungsmittels hinterblieb ein braunes Öl, aus dem wir nach Destillation unter 0,005 Torr bei 80 bis 95° Luftbadtemperatur 1,30 g Kristalle gewannen, die durch chromatographische Adsorption an Al_2O_3 (nach *Brockmann*) aus Petroläther zu reinigen waren: Schmp. 67 bis 68°.

$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_2$. Ber. C 72,73, H 11,11. Gef. C 72,83, H 11,20.

Die Substanz erwies sich als 2,11-Dodekation; p-Nitrophenylhydrazon Schmp. 104 bis 106°; Ausbeute 66% d. Th.

7. Aus dem Diazoketon der Laurinsäure (1-Diazotridekanon-(2)) erhielten wir nach Aufnahme von nur 0,35 Mol H_2 -Dodekanon-(2), zu dessen Charakterisierung wir das Semicarbazon vom Schmp. 125 bis 126° darstellten. Ausbeute 91% d. Th.; aus den salzsauren Unterschichten konnten nur mehr harzige Produkte abgetrennt werden.

C. Hydrierungen unter Aldehydzusatz.

1. Benzaldehyd. 0,49 g Diazoacetophenon wurden in 30 ccm Alkohol gelöst, mit 0,05 g PtO_2 hydriert und während der Hydrierung in kleinen Portionen eine alkohol. Lösung von 0,83 g Benzaldehyd (2,2 Mol) zugesetzt. Wasserstoffverbrauch 282 ccm = 3,75 Mol (red.). Bei der üblichen Aufarbeitung erhielten wir nach Zusatz von 2%iger HCl einen weißen, kristallinen Niederschlag, der nach Absaugen bei 0,005 Torr und 150° unzersetzt sublimierte. Schmp. 223 bis 225°, Ausbeute 0,21 g, das sind 28% d. Th. Als Vergleichssubstanz stellten wir Benzylaminomethylphenylcarbinol-chlorhydrat nach *E. Fischer*¹³ dar; Mischprobe.

2. Acetaldehyd. Wasserstoffaufnahme: 5 Mol. Ausbeute an Keton: 27%, Ausbeute an 1-Phenyl-N-äthylaminoäthanol: 72%. Abtrennung als Pikrat, Umkristallisieren aus Benzol, Schmp. 145 bis 147° (Zers.).

$\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{ON} \cdot \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{N}_3$. Ber. C 48,73, H 4,57. Gef. C 48,31, H 4,69.

3. Propionaldehyd. Wasserstoffaufnahme: 5 Mol, 20% Acetophenon, 35% 1-Phenyl-N-propylaminoäthanol, als Chloroplatinat Schmp. 169 bis 171° (aus Alkohol).

$\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{ON} \cdot \text{H}_2\text{PtCl}_6$. Ber. Pt 25,41. Gef. Pt 25,42.

4. p-Methoxydiazoacetophenon mit Benzaldehyd. Wasserstoffaufnahme: 2,7 Mol, 25% p-Methoxyacetophenon, 53% 1-(p-Methoxyphenyl)-N-benzylaminoäthanol, Abtrennung als Chlorhydrat vom Schmp. 150 bis 151° (aus Alkohol).

$\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{O}_2\text{N} \cdot \text{HCl}$. Ber. OCH_3 10,61. Gef. OCH_3 10,59.

5. Das Diazoketon aus Hydrozimtsäure, mit Benzaldehyd hydriert, zeigte eine Wasserstoffaufnahme von 4,5 Mol; Ausbeute an Methylketon 76%, Mischprobe des p-Nitrophenylhydrazons ergab Identität; weiters konnten noch 20% Aminoalkohol gewonnen werden.

6. 1-Diazotridekanon-(2) unter Zusatz von Benzaldehyd. H_2 -Verbrauch: 0,4 Mol, Ausbeute an Methylketon 71% neben Spuren Aminoalkohol und größeren Mengen an Harzen.

¹³ Ber. dtsch. chem. Ges. 29, 205 (1896).

D. Reduktionen mit Lithiumaluminiumhydrid.

1. Zu einer Lösung von 0,76 g LiAlH_4 in 24 ccm abs. Äther wurden 1,15 g Diazoacetophenon in 20 ccm abs. Äther unter mechanischem Rühren zugeotropft, nach beendeter Reaktion kurz stehen gelassen und dann mit Eiswasser zersetzt; nach dem Alkalisieren haben wir mit Äther erschöpfend ausgeschüttelt und dem Äther mit 2%iger HCl die Basen entzogen. Die vereinigten Säureauszüge wurden im Vak. eingeengt und kristallisieren gelassen: 1,27 g Chlorhydrat des 1-Phenyläthanolamins, das sind 93% Base. Schmp. 176 bis 177° (Chlorhydrat), Mischprobe.

2. Diazoketon aus Sebacinsäure. Wegen seiner Schwerlöslichkeit in Äther verwendeten wir die extrahierende Reduktion, die uns nach Aufarbeitung Dodekadien-(2,11) vom Schmp. 67 bis 68° in einer Ausbeute von 21% ergab; Mischprobe.

3. Das Diazoketon aus Stearinsäure ergab in quantit. Ausbeute (99%) 1-Aminododekanol-(2), das wir als Pikrat charakterisierten. Schmp. 109 bis 111°.

$\text{C}_{19}\text{H}_{41}\text{ON} \cdot \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{N}_3$. Ber. C 56,82, H 8,33, N 10,60.

Gef. C 56,80, H 8,39, N 10,56.

Die Mikroanalysen hat Herr Dr. *G. Kainz* im Mikrolaboratorium des II. Chemischen Institutes ausgeführt.