

mit sehr hohen Fermentkonzentrationen (50 mg Emulsin/ml) erreicht werden. Für dieses Verhalten wird die Möglichkeit einer sterischen Hinderung der als Haftstellen für das Ferment fungierenden OH-Gruppen des Pyranringes durch bestimmte Seitenketten des Aglykons diskutiert.

3. Für die Aglykone wurden kolorimetrische Bestimmungsmethoden ausgearbeitet.

Anschri: Doz. Dr. Günther Wagner, Greifswald, Soldtmanstr. 23.

1562. H. Pfan, E. Jassmann\*) und H. Breslauer\*\*)

## Beiträge zur Synthese spasmolytisch wirksamer Verbindungen

### 1. Mitteilung: Über basisch substituierte Ester substituierter Aminocarbonsäuren

Aus der Pharmazeutischen Abteilung des VEB Fahlberg-List, Magdeburg

(Eingegangen am 23. Juli 1956)

Wertvolle synthetische Spasmolytica sind u. a. basisch substituierte Ester von Carbonsäuren<sup>1)</sup> und Aminosäurealkylester<sup>2)</sup>. Es sind neuerdings auch einzelne aliphatische Carbonsäure-ester bekannt geworden, die in der Säure- und Alkoholkomponente basisch substituiert sind und sich durch spasmolytische Aktivität auszeichnen<sup>3)</sup>.

Es wird im folgenden berichtet über Untersuchungen zur Darstellung von Verbindungen, in denen der Carbonsäurerest durch araliphatische Amine substituiert ist und weiter über Verbindungen, welche statt der Phenylgruppen in den betreffenden Aminen teilweise oder ganz den Piperidinrest enthalten. Da die verwendeten Amine zum Teil schon als solche pharmakologisch wirksam sind, wie z. B. das Dibenzylamin<sup>4)</sup>, das  $\beta, \beta'$ -Diphenyldiäthylamin<sup>5)</sup> und das Phenylbenzylamin, war es von besonderem Interesse, die spasmolytische Wirksamkeit derart substituierter basischer Carbonsäure-ester zu studieren.

Als Säuren kamen die einfachen Fettsäuren, wie Essigsäure und Propionsäure, in Betracht; nur in einigen Fällen wurden auch Buttersäure- und Capronsäurederivate hergestellt, um orientierende Aussagen über die Beziehung zwischen Carbonsäurelänge und pharmakologischer Wirksamkeit machen zu können.

\*) Auszug aus der Dissertation von E. Jassmann (Leipzig 1955).

\*\*\*) Auszug aus der Dissertation von H. Breslauer (Leipzig 1955).

Herrn Prof. Dr. W. Treibs, Direktor des Instituts für Org. Chemie der Univ. Leipzig, sei für sein Einverständnis zur Veröffentlichung und seine Unterstützung besonders gedankt.

<sup>1)</sup> u. a. Fromherz, *Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmacol.* **173**, 86 (1933); Halpern, *ref. Chem. Zbl.* 1938 II, 110; *Chem. Zbl.* 1939 I, 4081; Graham u. Lazarus, *J. Pharmacol.* **69**, 331 (1940).

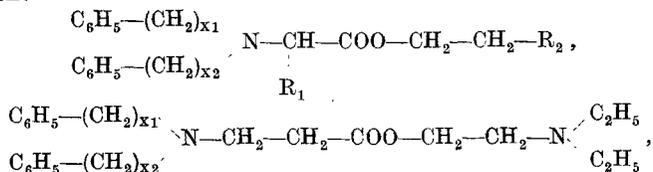
<sup>2)</sup> u. a. Junker, *Med. Klin.* **45**, 1108 (1950).

<sup>3)</sup> u. a. Wunderlich u. Barth, *Pharmazie* **4**, 262 (1956).

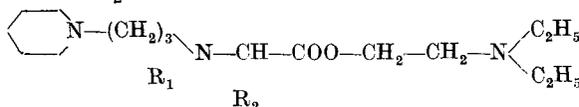
<sup>4)</sup> Gump u. Nikawitz, *J. Amer. chem. Soc.* **72**, 1309 (1950).

<sup>5)</sup> Rosenmund u. Kütz, *Chem. Ber.* **74**, 2161 (1941).

Die dargestellten Verbindungen lassen sich durch folgende allgemeine Formeln wiedergeben:



worin bedeuten:  $\text{R}_1 = \text{H}$ , Alkyl oder Phenyl,  
 $\text{R}_2 =$  eine Diäthylamino-, Piperidino-, Pyrrolidino- oder  
 Phenylbenzylaminogruppe,  
 $x_1 = 0, 1$  oder  $2$ ,  
 $x_2 = 1$  oder  $2$ ;



worin bedeuten:  $\text{R}_1 =$  Benzyl oder  $\gamma$ -Piperidinopropyl,  
 $\text{R}_2 = \text{H}$  oder Methyl.

Die Darstellung der als Ausgangsmaterialien verwendeten Amine, wie Phenylbenzylamin, Dibenzylamin,  $\beta$ -Phenyläthyl-benzylamin,  $\beta, \beta'$ -Diphenyldiäthylamin, N- $\gamma$ -Piperidinopropyl-N-benzylamin,  $\gamma, \gamma'$ -Dipiperidinodipropylamin, erfolgte nach bekannten, zum Teil etwas abgewandelten Methoden.

Die basischen Ester wurden nach den für diese Verbindungsklassen üblichen Verfahren gewonnen (Methode A, B, C); die dabei isolierten, größtenteils noch nicht beschriebenen Zwischenprodukte verdienen in diesem Zusammenhang nur geringeres Interesse und werden nicht im einzelnen besprochen.

Methode A: Durch Umsatz des Amins mit einer Halogenfettsäure in Gegenwart eines halogenwasserstoffbindenden Mittels wurde die Aminocarbonsäure<sup>6)</sup> gewonnen, welche nach Überführung in das Na-Salz durch Umsetzung mit dem Dialkylaminoalkylchlorid verestert wurde.

Methode B: Aus den Aminocarbonsäure-alkylestern (aus Amin und Halogenfettsäure-ester oder im Falle der  $\beta$ -Propionsäure-ester auch aus dem Amin und Acrylester) ließen sich durch Umesterung mit dem basischen Alkohol in Gegenwart von Na-Alkoholat die basisch substituierten Ester darstellen<sup>7)</sup>.

Methode C: Die nach A gewonnenen Aminocarbonsäuren konnten mit Äthylenchlorhydrin in die  $\beta$ -Chloräthylester übergeführt werden, die nach Umsatz mit Piperidin die gewünschten Piperidinoäthylester ergaben<sup>7)</sup>.

<sup>6)</sup> Vgl. Birkofer, Chem. Ber. 75, 429 (1942).

<sup>7)</sup> Vgl. Grimme u. Schmitz, Chem. Ber. 84, 734 (1951).

Die meisten der in den Tabellen aufgeführten basischen Ester wurden nach B durch Umesterung gewonnen, die Reinigung erfolgte ohne größere Zersetzung durch mehrmalige Destillation im Feinvakuum. Die Ester stellen zähe, farblose bis gelbe Öle von basischem Geruch dar; bei längerem Aufbewahren, besonders an der Luft, tritt Zersetzung unter Braunfärbung ein.

Die Charakterisierung der Esterbasen als Chlorhydrate oder Oxalate war nur in einigen Fällen möglich, da die Salze auch durch wiederholte Umkristallisationsversuche zum Teil nicht fest erhalten wurden, wobei nicht im einzelnen geklärt wurde, ob die schlechte Kristallisationsneigung eine Eigenheit dieser Verbindungen ist oder ob sie durch geringe Beimengungen anderer basischer Bestandteile bedingt wird. Die erhaltenen Salze sind gut wasserlöslich.

#### Hinweise auf die pharmakologischen Untersuchungen\*)

Die spasmolytische Wirkung wurde am isolierten Meerschweinchendünndarm gegenüber Bariumchlorid und Acetylcholin bzw. Carbaminoylecholin als krampfsetzenden Mitteln gemessen. Zur Prüfung wurden die Lösungen der salzsauren oder oxalsauren Salze der Esterbasen verwendet. Fast alle basischen Ester zeigten muskulotrope Wirksamkeit, bei einigen lag sie in der Größenordnung des Papaverins und darüber hinaus. Dabei waren die antispasmodischen Eigenschaften bei den araliphatisch substituierten Aminocarbonsäure-dialkylaminoalkylestern deutlicher ausgeprägt als bei den heterocyclisch substituierten. Die neurotrope Wirksamkeit war bei allen Estern unbedeutend, die relativ besten Substanzen wiesen bis zu  $\frac{1}{200}$  der Atropinwirksamkeit auf.

#### Experimenteller Teil

Allgemeine Vorschriften zur Gewinnung der basisch substituierten Aminocarbonsäure-ester:

Methode A: Darstellungsverfahren über die Aminocarbonsäuren

$\frac{1}{10}$  Mol der Halogenfettsäure (Chlorfettsäure), gelöst in 20—30 ccm Dioxan, wurde mit  $\frac{1}{5}$  Mol des Amins vermischt und 5 Stunden auf  $120^\circ$  erwärmt, wobei zum Schluß das Reaktionsgemisch meist vollständig erstarrte. Nach Lösen des Kolbeninhaltes in heißem Wasser wurde die Lösung mit Soda alkalisiert und das sich abscheidende Amin nach Erkalten ausgeäthert. Die wäßrige Lösung wurde dann mit Essigsäure angesäuert und die evtl. erst nach Kühlung ausflockende Säure abgetrennt. Zur Reinigung wurde die Aminosäure aus Wasser umkristallisiert. Ausbeute 70—90% der Theorie.

Zur Bildung des Na-Salzes wurde die Säure mit der berechneten Menge festen Natriumhydroxyds in wenig Wasser gelöst, die Lösung vorsichtig bis zur Trockne eingengt und die oftmals schmierige Masse aus Alkohol umkristallisiert.

$\frac{1}{10}$  Mol des gut getrockneten Na-Salzes der Aminocarbonsäure wurde in 100—200 ccm abs. Äthanol auf dem Wasserbad erhitzt und unter Rührung innerhalb einer halben Stunde  $\frac{1}{10}$  Mol Dialkylaminoalkylchlorid eingetropt. Nach 4stündigem Erwärmen wurde vom Natriumchlorid abfiltriert, der Alkohol im Vakuum abdestilliert, der Rückstand mit

\*) Diese Untersuchungen wurden in unserem Pharmakologischen Laboratorium unter Leitung von H. Bekker ausgeführt.

verdünnter Natronlauge durchgerührt und die Esterbase in Äther oder Essigester aufgenommen. Nach Trocknen mit Natriumsulfat und Abdampfen des Lösungsmittels wurde der Rückstand im Vakuum destilliert. Ausbeute 30—50% der Theorie.

#### Methode B: Darstellung durch Umesterung

1.  $\frac{1}{10}$  Mol des Amins wurde in 50—80 ccm abs. Alkohol gelöst und nach Zugabe  $\frac{1}{5}$  Mols Kaliumcarbonat oder Natriumbicarbonat unter Rührung auf dem siedenden Wasserbad  $\frac{1}{10}$  Mol des Halogenfettsäureesters (meist Bromester) eingetropft. Je nach Reaktionsfreudigkeit des eingesetzten Amins wurde dann 12—40 Stunden weiter erhitzt. Nach Abtrennen der anorganischen Salze und Abdestillieren des Alkohols wurde in Äther aufgenommen, die ätherische Lösung mit Wasser gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet und der Vakuumdestillation unterworfen. 2- bis 3-maliges Destillieren ergab den Alkylester in genügender Reinheit. Ausbeute 40—70% der Theorie.

Zur Umesterung wurde  $\frac{1}{10}$  Mol des Alkylesters mit 60 g basischem Alkohol und einer Natriumalkoholatlösung aus 0,25 g Na in 10 ccm abs. Äthanol bei 140—160° 25 bis 40 Stunden gerührt. Der überschüssige Alkohol wurde anschließend im Vakuum entfernt und der Rückstand mit verdünnter Salzsäure durchgerührt, wobei der basische Ester in Lösung ging und das ölige schwer wasserlösliche Chlorhydrat des nicht umgesetzten Alkylesters zurückblieb. Aus der salzsauren Lösung schied sich nach Alkalisieren mit Soda die Esterbase ab, die nach Aufnehmen in Äther, Trocknen der Lösung mit Natriumsulfat und Abdampfen des Äthers im Vakuum fraktioniert wurde.

In einigen Fällen konnte auch auf die Umfällung verzichtet und der Rückstand sofort destilliert werden. Ausbeute 25—40% der Theorie.

2. Zur Darstellung einiger substituierter  $\beta$ -Aminocarbonsäure-ester wurde  $\frac{1}{10}$  Mol Amin mit etwas mehr als  $\frac{1}{10}$  Mol Acrylsäureäthylester wieder 12—40 Stunden unter Rührung bei 170° erhitzt und das Reaktionsprodukt anschließend im Vakuum destilliert. Der weitere Umsatz erfolgte wie unter B 1. beschrieben.

#### Methode C: Darstellung über die $\beta$ -Chloräthylester

Ein Gemisch von  $\frac{1}{10}$  Mol der nach A gewonnenen Aminocarbonsäure, 40 ccm konz. Schwefelsäure und 100 ccm Äthylenchlorhydrin wurde 10 Stunden auf dem Dampfbad erwärmt. Nach Abdampfen des überschüssigen Äthylenchlorhydrins im Vakuum wurde der Rückstand auf Eis gegossen und mit Soda alkalisiert. Die abgeschiedene Base wurde in Äther aufgenommen und nach Trocknen der Lösung mit HCl-Gas als Chlorhydrat gefällt. Zur Reinigung wurde das Salz aus Alkohol/Äther umkristallisiert. Ausbeute etwa 60% der Theorie.

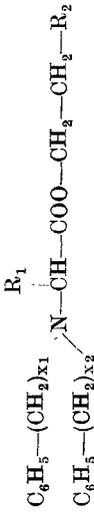
Aus  $\frac{1}{10}$  Mol einer wäßrigen Lösung des Chloräthylesterhydrochlorids wurde die Base mit Alkali in Freiheit gesetzt, in Äther aufgenommen und nach Abdampfen desselben mit etwas mehr als der doppelten molaren Menge Piperidin in 50 ccm Xylol oder Toluol 15 Stunden unter Rühren zum Sieden erhitzt. Nach Erkalten wurde das abgeschiedene Piperidinechlorhydrat abgesaugt, das Filtrat im Vakuum eingeeengt und der Rückstand im Vakuum destilliert. Ausbeute etwa 35% der Theorie.

Salzsaure bzw. oxalsaure Salze der basischen Ester wurden durch Einleiten von HCl-Gas in die ätherische Lösung bzw. durch Zugabe einer ätherischen Oxalsäurelösung gewonnen. Umkristallisation aus Alkohol oder Alkohol/Äther.

Die Ester sind mit ihren Konstanten in den Tabellen 1 bis 3 zusammengefaßt. Die verwendeten allgemeinen Darstellungsmethoden und Abweichungen davon sind in den nachfolgenden Tabellen angegeben.

Tabelle 1

Basische Ester von araliphatisch subst.  $\alpha$ -Aminocarbonsäuren der allgem. Formel:



Lfd. Nr.	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Methode	Sdp des Esters Schmp. eines Estersalzes	Summenformel	Mol.-Gew.	% C Ber. Gef.	% H Ber. Gef.	% N Ber. Gef.
1	0	1	H	$\text{N} \begin{array}{c} \text{H} \\ \diagup \quad \diagdown \end{array}$	A <sup>a)</sup>	230—236°/4 mm Oxalat Schmp. 182/183°	C <sub>22</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub> · C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	442	65,15 65,03	6,95 6,98	6,33 6,28
2	0	1	H	$\text{N} \begin{array}{c} \text{H} \\ \diagup \quad \diagdown \end{array}$	A <sup>a)</sup>	240—252°/7 mm Oxalat Schmp. 168°	C <sub>31</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub> · C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	428	—	—	6,54 6,53
3	0	1	CH <sub>3</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	219—221°/3 mm	C <sub>22</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	354	—	—	7,91 7,91
4	0	1	CH <sub>3</sub>	N $\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_5 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	B <sub>1</sub>	310—315°/4,5 mm	C <sub>31</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	464	80,17 80,28	6,90 6,74	6,03 5,98
5	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	258—264°/4 mm Oxalat Schmp. 125/126°	C <sub>37</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub> · C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	506	—	—	5,53 5,52
6	1	1	H	$\text{N} \begin{array}{c} \text{H} \\ \diagup \quad \diagdown \end{array}$	A u. C	225—230°/5 mm	C <sub>33</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	366	75,41 74,79	8,20 8,20	7,65 7,18
7	1	1	CH <sub>3</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	228—230°/3 mm	C <sub>23</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	368	75,00 75,03	8,70 8,72	7,61 7,37
8	1	1	CH <sub>3</sub>	N $\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_5 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	B <sub>1</sub>	315—325°/5 mm	C <sub>32</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	478	80,33 80,34	7,11 7,13	5,86 5,86
9	1	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	255—260°/3 mm	C <sub>38</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	430	78,14 77,66	7,91 7,77	6,51 6,47

<sup>a)</sup> Bei der Veresterung wurde Dimethylformamid als Lösungsmittel verwendet.

Tabelle 1 (Fortsetzung)

Lfd. Nr.	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Methode	Sdp. des Esters Schmp. eines Estersalzes	Summenformel	Mol.-Gew.	% C Ber. Gef.	% H Ber. Gef.	% N Ber. Gef.
10	1	2	H		A	255—265°/5 mm	C <sub>34</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	380	75,79 75,74	8,42 8,42	7,39 7,06
11	1	2	H	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	A	207—208°/2 mm	C <sub>23</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> N <sub>3</sub>	368	75,00 74,79	8,69 8,43	7,61 7,28
12	1	2	CH <sub>3</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	214—218°/3 mm	C <sub>24</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> N <sub>3</sub>	382	75,39 75,27	8,90 8,43	7,33 6,84
13	1	2	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	258—265°/3 mm	C <sub>29</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	444	78,38 77,82	8,11 7,89	—
14	2	2	H	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	A	220—230°/2,5 mm Chlor- hydrat Schmp. 169—170°	C <sub>34</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	382	75,40 75,52	8,90 9,01	7,33 7,34
15	2	2	H		A u. C	Oxalat Schmp. 164—166°	C <sub>25</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub> · 2C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	574	60,63 60,44	6,62 6,66	4,88 4,98
16	2	2	H		A	Oxalat Schmp. 150—151°	C <sub>24</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub> · 2C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	560	60,00 59,95	6,43 6,30	5,00 4,95
17	2	2	CH <sub>3</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	232—244°/3,5 mm	C <sub>26</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	396	75,76 75,98	9,09 8,89	—
18	2	2	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	230—240°/3 mm	C <sub>28</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	410	76,10 75,57	9,27 8,98	6,83 6,68
19	2	2	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	240—244°/2,5 mm	C <sub>33</sub> H <sub>42</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	438	76,72 76,93	9,59 10,02	6,39 6,45
20	2	2	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	275—280°/3,5 mm	C <sub>30</sub> H <sub>33</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	458	78,60 78,42	8,30 8,14	6,11 6,26

Tabelle 2

Basische Ester von araliphatisch subst.  $\beta$ -Aminocarbonsäuren der allgem. Formel:

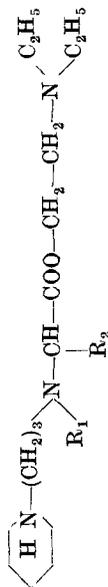


Lfd. Nr.	$x_1$	$x_2$	Methode	Siedep.	Summenformel	Mol.-Gew.	% C Ber. Gef.	% H Ber. Gef.	% N Ber. Gef.
21	0	1	B <sup>b)</sup>	220—225°/4,5 mm	$\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{O}_2\text{N}_2$	354	—	—	—
22	1	1	B <sub>2</sub>	228—230°/5 mm	$\text{C}_{23}\text{H}_{32}\text{O}_2\text{N}_2$	368	75,00 74,95	8,70 8,81	7,61 7,65
23	1	2	B <sub>2</sub>	230—232°/2 mm	$\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{O}_2\text{N}_2$	382	—	—	7,33 7,15
24	2	2	B <sub>1</sub>	240—250°/3 mm	$\text{C}_{25}\text{H}_{36}\text{O}_2\text{N}_2$	396	75,76 75,64	9,09 9,02	7,07 6,67

b) Der als Zwischenprodukt benötigte  $\beta$ -(Phenyl-benzylamino)-propionsäureäthylester wurde durch Umsatz von Anilin mit Acrylsäureester und weitere Reaktion des  $\beta$ -(Phenylamino)-propionsäureäthylesters mit Benzylchlorid hergestellt.

Tabelle 3

Basische Ester von subst.  $\alpha$ -Aminocarbonsäuren der allgem. Formel:



Lfd. Nr.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Methode	Siedep.	Summenformel	Mol.-Gew.	% C Ber. Gef.	% H Ber. Gef.	% N Ber. Gef.
25	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -CH <sub>2</sub>	H	B <sub>1</sub>	238—246°/5 mm	C <sub>23</sub> H <sub>39</sub> O <sub>2</sub> N <sub>3</sub>	389	70,95 71,10	10,03 9,79	10,80 10,80
26	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sup>c</sup>	CH <sub>3</sub>	B <sub>1</sub>	230—234°/2 mm	C <sub>24</sub> H <sub>41</sub> O <sub>2</sub> N <sub>3</sub>	403	71,46 72,28	10,17 10,17	—
27		H	B <sub>1</sub>	226—230°/3 mm	C <sub>24</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub> N <sub>4</sub>	424	67,92 67,97	11,32 11,05	13,21 13,19
28		CH <sub>3</sub>	B <sub>1</sub>	235—239°/4 mm	C <sub>25</sub> H <sub>50</sub> O <sub>2</sub> N <sub>4</sub>	438	68,49 68,50	11,42 11,80	12,79 12,63

<sup>c</sup>) Der Ester ließ sich auch durch mehrfaches Destillieren nicht vollständig reinigen.

Anmerkung: Die Analysen wurden im Analytischen Labor unseres Werkes unter Leitung von Herrn Dr. Reipprich ausgeführt.