

mit Methyljodid zu **11** und dessen NaBH_4 -Reduktion führten schließlich zur Cyclisierungsvorstufe **12**, deren Struktur NMR-spektroskopisch gesichert ist.

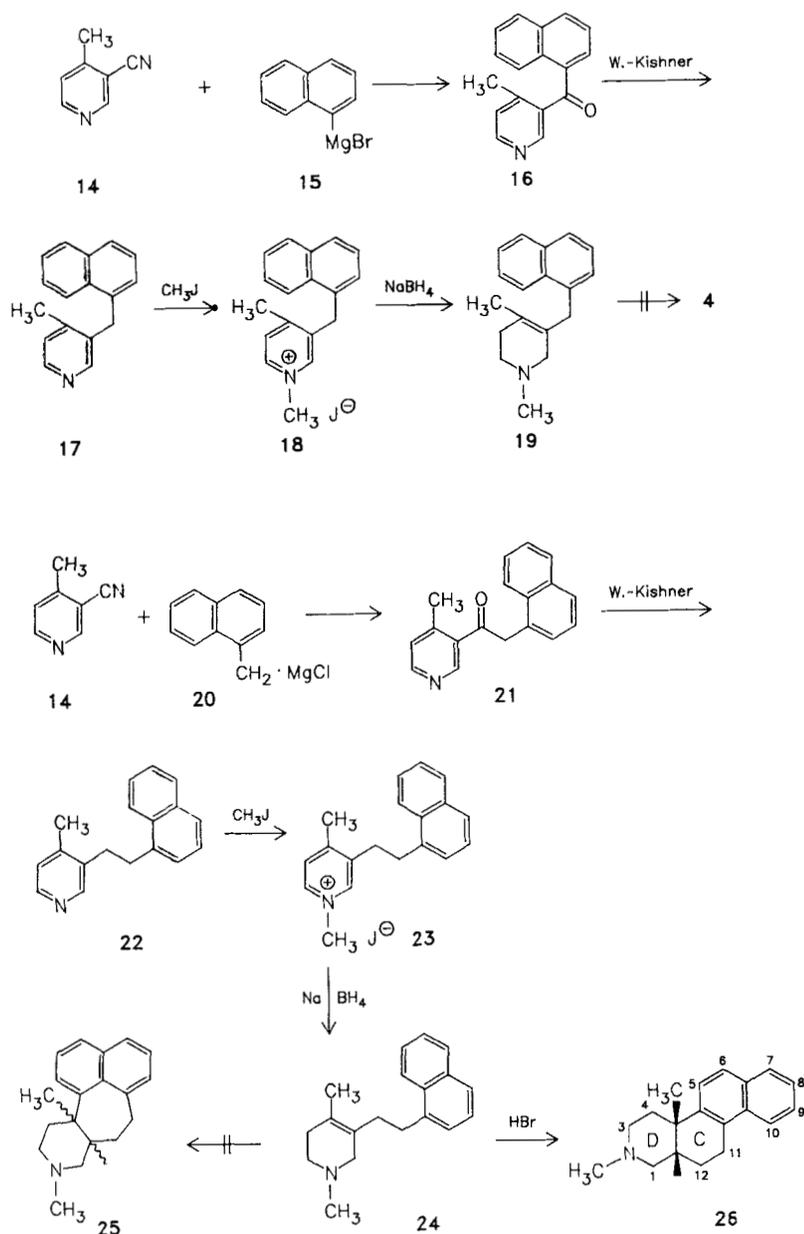
Ob nun der beabsichtigte Ringschluß in die 8-, d.h. peri-Position des Naphthalins zu **3** eintreten würde, war von vornherein nicht abzusehen. Gegen einen solchen Reaktionsverlauf sprechen die Substitutionsregeln für das Naphthalin, wonach ein Substituent 1. Ordnung in 1-Position den Eintritt eines zweiten in die 8-Stellung bekanntlich nicht begünstigt. Demgegenüber sind aber derartige *Friedel-Crafts*-Cyclisierungen wie etwa die Synthese des Dihydro-9-phenalenons aus 1-Naphthylpropionylchlorid bekannt⁵⁾.

Unsere Versuche, **12** mit Bromwasserstoff, Bortrifluorid/Phosphorsäure, Aluminiumchlorid in Schwefelkohlenstoff oder mit Trifluormethansulfonsäure bei verschiedenen Temp. zu **3** zu cyclisieren, verliefen ergebnislos. Man erhielt stets ein unübersehbares Gemisch meist

instabiler Produkte, aus dem chromatographisch kein **3** oder andere denkbare Isomere wie beispielsweise das durch Cyclisierung in die 2-Position gebildete **13** zu isolieren waren.

Möglicherweise ist die unkontrollierbare Reaktion auf die leichte Isomerisierbarkeit der olefinischen Bindung der Vorstufe **12** zurückzuführen. So könnte ihr Wechsel von der 3,4- in die 2,3-Position ein Enamin geben, das unter den benutzten Reaktionsbedingungen hydrolytisch gespalten wird.

Eine in diesem Sinne ablaufende Zersetzung war wegen der thermodynamisch stabileren, ditertiären olefinischen Bindung in der N-stellungsisomeren Vorstufe **19** nicht zu erwarten. Wir synthetisierten sie auf dem in Formelbild 3 skizzierten Wege, wonach Pyridin- und Naphthalin-Rest durch *Grignard*-Reaktion von **14** und **15** zum Naphthylketon **16** verknüpft und im übrigen weiter wie für **12** verfahren wurde. Die anschließenden Cyclisierungsversuche zu **4** blieben auch hier ohne greifbares Ergebnis. Wie vorher



Tab. 1: δ_C -Werte (ppm) von 1,8-⁷⁾ und 1,2-Dimethylnaphthalin^{a)} sowie von **26**

C-Atom Nr.	-Dimethylnaphthalin		C-Atom Nr.	26	
	1,8-	1,2-		Gef.	Ber.
1	135.9	132.9	10b	132.1	132.9
2	129.2	135.5	4b	139.4	135.5
3	124.8	127.6	5	126.2	127.6
4	127.7	125.5	6	124.6	125.5
5	127.7	128.1	7	127.9	128.1
6	124.8	124.5	8	123.9	124.5
7	129.2	125.5	9	125.5	125.5
8	135.9	123.6	10	122.9	123.6
4a	135.4	131.7	6a	130.0	131.7
8a	132.9	132.7	10a	131.4	137.7

a) berechnet nach Lit.^{7,8,9)}.

bei **12** trat Zersetzung ein; ein definiertes Produkt war nicht zu isolieren.

Eine Erklärung für die fehlende Cyclisierungsbereitschaft ist vermutlich in der ungenügenden Konformationsbeweglichkeit der Vorstufen **12** und **19** zu suchen. Sie kann jedoch, wie in vorausgegangenen Untersuchungen gezeigt, durch geeignete Homologisierung so weit gesteigert werden, daß Ringschlüsse durchführbar sind⁶⁾. In Anwendung dieses Konzepts sollte deshalb anstelle von **19** die Vorstufe **24** mit verlängerter Kohlenstoffbrücke zwischen Aromat und Heterocyclus treten und ihr Cyclisierungsverhalten geprüft werden.

24 stellten wir unter Verwendung des *Grignard*-Reagenzes **20** auf dem gleichen Weg wie **19** her (s. Formelbilder 3 und 4).

Als Ringschlußprodukte waren u.a. - je nach Reaktion an C-8 oder C-2 des Naphthalins - die Verbindungen **25** mit Siebenring oder **26** mit D-Homosteran-Gerüst zu erwarten. Nach Behandlung von **24** mit Bromwasserstoff erhielt man in praktisch quantitativer Ausbeute ein dc-einheitliches Produkt, dem aufgrund NMR-spektroskopischer Befunde eindeutig Struktur **26** zuzuordnen ist. Für die hier vorliegende 1,2-Substitution des Aromaten läßt sich der Beweis mit Hilfe von 1,2-Dimethylnaphthalin als Modellsubstanz führen, deren (berechnete) δ_C -Werte mit den entsprechenden für **26** gefundenen gut übereinstimmen. Bei Vorliegen von **25** mit 1,8-Substitution wären dagegen ähnlich symmetrisch verteilte δ -Wertepaare wie z.B. bei 1,8-Dimethylnaphthalin zu erwarten gewesen. In Tab. 1 sind die chemischen Verschiebungen der beiden genannten Modellverbindungen sowie die für **26** gefundenen und berechneten gegenübergestellt.

Darüber hinaus läßt sich die sterische Verknüpfung der Ringe C und D mit Hilfe des δ -Wertes der angulären Methyl-Gruppe zuordnen. Mit $\delta = 30.5$ ppm liegt aufgrund vorausgegangener Untersuchungen cis-Konfiguration vor¹⁰⁾.

Experimenteller Teil

Allgem. Angaben s. Lit.¹⁾.- DC: Fließmittel (Fl.): 1. CHCl₃; 2. CHCl₃/CH₃OH/6 N-NH₃ 19/1/0.1; 3. CHCl₃/CH₃OH 19/1.

2-Brom-3-methylpyridin (5)

Herstellung nach Lit.^{11,12)}. Ausb. 84-91%, Sdp.₂₀90-94 °C (Lit. 86-92%, Sdp.₁₃74-75 °C).

2-[Hydroxy-(1-naphthyl)-methyl]-3-methylpyridin (7)

Zu 56 ml einer 1.6 M Butyllithium-Lösung (90 mmol) tropft man bei -70 °C unter Rühren und N₂ nacheinander die Lösung von 13.8 g (80 mmol) **5** in 120 ml absol. Ether, wobei sofort intensive Rotfärbung eintritt, und innerhalb von 30 min die Lösung von 12.5 g (80 mmol) 1-Naphthaldehyd (**6**) in 150 ml trockenem Dimethoxyethan. Man läßt die Mischung unter Rühren auf Raumtemp. kommen (2 h), fügt unter Eiskühlung 2 N-HCl im Überschuß hinzu (ca. 120 ml) und destilliert die org. Lösungsmittel i.Vak. weitgehend ab. Die zurückbleibende HCl-Phase wird mehrmals mit Ether gewaschen, anschließend mit 2 N-NaOH alkalisiert und dreimal mit je 200 ml CHCl₃ extrahiert. Nach Trocknen der org. Extrakte mit K₂CO₃ und Abdampfen des Lösungsmittels i.Vak. erhält man 15.6 g (79%) farbloses, kristallines **7** vom Schmp. 153 °C (Ethanol).- DC (Fl. 1): Rf = 0.63.- IR: 3375 (OH) cm⁻¹.- MS: m/z = 249 (M⁺).- ¹H-NMR (d₆-DMSO/CDCl₃ 1/1): δ (ppm) = 8.70-8.25 (m, heteroarom. H-6 und arom. H-8), 8.10-7.00 (m, heteroarom. H-4 und H-5 sowie 6 arom. H), 6.58 (d, J = 5 Hz, CH-OH, nach D₂O-Austausch s), 6.03 (d, J = 5 Hz, OH, mit D₂O austauschb.), 2.03 (s, CH₃).- C₁₇H₁₅NO (249.3) Ber. C 81.9 H 6.06 N 5.6 Gef. C 82.1 H 6.05 N 5.6.

2-[Methoxy(1-naphthyl)-methyl]-3-methylpyridin (8)

Zur Lösung von 28.2 g (113 mmol) **7** und 24.2 g (171 mmol, 10.6 ml) Methyljodid in 250 ml trockenem THF gibt man unter Rühren und N₂ bei -50 °C schnell 3.65 g (152 mmol) 80proz. Natriumhydrid. Man versieht das Reaktionsgefäß mit einem wirksamen Rückflußkühler und läßt die Mischung langsam aufwärmen, wobei zwischen -10 ° und 0 °C starke Wasserstoffentwicklung einsetzt. Nach vorsichtiger Hydrolyse mit 20 ml Wasser dampft man THF aus dem Gemisch i.Vak. weitgehend ab und extrahiert den Rückstand mit 3 x 200 ml Dichlormethan. Die vereinigten CH₂Cl₂-Extrakte werden mit Na₂SO₄ getrocknet, das Lösungsmittel wird i.Vak. verdampft. Ausb. 22.6 g (77%) farbloses, kristallines **8** vom Schmp. 79 °C (Ethanol) und Sdp._{0.04}135 °C.- DC (Fl. 1): Rf = 0.54.- IR: 1190 (OCH₃) cm⁻¹.- MS: m/z = 263 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.52 (dd, J = 5/2 Hz, heteroarom. H-6), 8.47-8.14 (m, arom. H-8), 7.92-6.90 (m, heteroarom. H-4 und H-5 sowie 6 arom. H), 6.27 (s, CH-OCH₃), 3.50 (s, OCH₃), 2.24 (s, CH₃).- C₁₈H₁₇NO (263.3) Ber. C 82.1 H 6.51 N 5.3 Gef. C 82.0 H 6.45 N 5.3.

1-Naphthyl-2-(3-methylpyridyl)keton (9)

In eine auf 100 °C erwärmte Lösung von 10 g (40 mmol) **7** in 150 g Eisessig tropft man unter Rühren die Lösung von 3.0 g Chromsäure in 4.0 g Wasser und 20.0 g Eisessig langsam zu, wobei die Farbe von rot nach grün umschlägt. Man hält die Lösung noch 1 h bei 100 °C, läßt sie abkühlen und macht sie unter Eiskühlung mit 6 N-NaOH stark alkalisch. Die entstandene Suspension wird mit 3 x 150 ml Ether ausgeschüttelt, die Extrakte werden zweimal mit Wasser und gesättigter NaCl-Lösung gewaschen. Nach Trocknen mit Na₂SO₄ und Abdampfen des Lösungsmittels i.Vak. erhält man 7.1 g (72%) grobe, farblose Kristalle vom Schmp. 109 °C (Aceton). DC (Fl. 1): Rf = 0.53.- IR: 1660 (CO) cm⁻¹.- MS: m/z = 247 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.90-8.60 (m, arom. H-8), 8.48 (dd, J = 5/2 Hz, heteroarom. H-6), 8.14-7.17 (m, heteroarom. H-4 und H-5 sowie 6 arom. H), 2.50 (s, CH₃).- C₁₇H₁₃NO (247.3) Ber. C 82.6 H 5.30 N 5.7 Gef. C 82.8 H 5.36 N 5.4.

2-(1-Naphthylmethyl)-3-methylpyridin (10)

Die Mischung aus 24.7 g (0.1 mol) **9**, 16 g (0.4 mol) fein gepulvertem NaOH, 20 ml 80 proz. Hydrazinhydratlösung (0.33 mol) und 200 ml

Triethylenglykol wird 2 h unter Rückfluß erhitzt. Der Rückflußkühler wird dann durch einen Destillationsaufsatz ersetzt, die Temp. langsam auf 195-200 °C (Innentemp.) gesteigert und 4 h bei dieser Temp. gehalten, wobei ein Gemisch von Hydrazin und Wasser übergeht. Das abgekühlte Reaktionsgemisch wird mit dem gleichen Vol. Wasser verdünnt, mit 2 N-HCl angesäuert, mehrmals mit Ether gewaschen und nach Alkalisieren mit 2 N-NaOH mit 3 x 200 ml Ether extrahiert. Die vereinigten Etherextrakte wäscht man zweimal mit Wasser und gesättigter NaCl-Lösung, trocknet sie mit Na₂SO₄ und verdampft das Lösungsmittel i.Vak. Ausb. 18.5 g (80%) grobe, farblose Kristalle vom Schmp. 80 °C (Aceton) und Sdp._{0.14} 156-160 °C.- DC (Fl. 1): Rf= 0.42.- MS: m/z = 233 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.50 (dd, J= 5/2 Hz, heteroarom. H-6), 8.34-6.80 (m, heteroarom. H-4 und H-5 sowie 7 arom. H), 4.64 (s, -CH₂-), 2.18 (s, CH₃).- C₁₇H₁₅N (233.3) Ber. C 87.5 H 6.48 N 6.0 Gef. C 87.4 H 6.54 N 6.0.

1,3-Dimethyl-2-(1-naphthylmethyl)-pyridiniumiodid (11)

Zur Lösung von 5.85 g (25 mmol) 10 in wenig Aceton gibt man 7.1 g (50 mmol) Methyljodid und läßt die Mischung unter Lichtausschluß 24 h bei Raumtemp. stehen. Der Niederschlag wird abfiltriert und mit Ether gewaschen. Ausb. 8.2 g (87%) schwach gelbe Kristalle vom Schmp. 248 °C (Ethanol).- C₁₈H₁₈N⁺I⁻ (375.3) Ber. C 57.6 H 4.84 N 3.7 Gef. C 57.7 H 4.95 N 3.8.

1,3-Dimethyl-2-(1-naphthylmethyl)-1,2,5,6-tetrahydropyridin (12)

Herstellung analog Lit.⁴⁾ aus 3.0 g (8 mmol) 11. Ausb. 1.55 g (78%) farblose Kristalle vom Schmp. 64 °C (Aceton).- DC (Fl. 2): Rf= 0.72.- MS: m/z = 251 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.30-7.20 (m, 7 arom. H), 5.67-5.40 (verbr. m, olefin. H), 3.45-1.80 (m, insges. 10 aliph. H, darin bei 3.30 und 2.35 jeweils s, -CH₂- bzw. N-CH₃), 1.53 (s, verbr., C-CH₃).- C₁₈H₂₁N (251.4) Ber. C 86.0 H 8.42 N 5.6 Gef. C 86.1 H 8.33 N 5.6.

1-Naphthyl-3-(4-methylpyridyl)-keton (16)

Zu 6 g (0.25 mol) Mg-Späne und 30 ml trockenem Ether gibt man ohne Rühren auf einmal etwa 1/10 der Lösung von 51.8 g (0.25 mol) 1-Bromnaphthalin in 360 ml Ether und 120 ml Benzol. Sollte die Reaktion nicht anspringen, startet man sie durch Zugabe einiger Tropfen 1,2-Dibromethan, wonach sich die Mischung trübt und zu sieden beginnt. Die restliche Halogenidlösung wird dann unter leichtem Rühren so zugetropft, daß die Mischung nur schwach siedet (Dauer ca. 30 min; bei größeren Ansätzen muß ggf. gekühlt und die Zutropfzeit entsp. verlängert werden). Zum schwach roten Reaktionsgemisch tropft man unter Eiskühlung solange eine Lösung von 21 g (0.18 mol) 4-Methylnikotinnitril (14)¹³⁾ in 80 ml trockenem Benzol, bis an der Eintropfstelle keine gelborange Fällung mehr auftritt, wonach das Grignard-Reagenz verbraucht (negativer Gilman-Test¹⁴⁾) und die Nitrilzugabe ggf. abzubrechen ist. Das Reaktionsgemisch wird 12 h bei Raumtemp. gerührt und unter Eiskühlung mit so viel 2 N-HCl hydrolysiert, bis sich der Niederschlag gelöst hat. Die wäßrige Phase wird zunächst mehrmals mit Ether gewaschen, dann mit 2 N-NaOH alkalisiert und mit dem gleichen Lösungsmittel (3 x 250 ml) extrahiert. Nach Trocknen mit Na₂SO₄ und Abdampfen des Ethers i.Vak. erhält man 30.5 g (69%) farblose, grobe Kristalle mit Schmp. 93 °C (Ethanol).- DC (Fl. 1): Rf= 0.35.- IR: 1650 (CO) cm⁻¹.- MS: m/z = 247 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.85-8.50 (m, heteroarom. H-2 und H-6 sowie arom. H-8), 8.20-7.14 (m, heteroarom. H-5 und 6 arom. H), 2.45 (s, CH₃).- C₁₇H₁₃NO (247.3) Ber. C 82.6 H 5.30 N 5.7 Gef. C 82.4 H 5.32 N 5.7.

3-(1-Naphthylmethyl)-4-methylpyridin (17)

Herstellung analog 10 (s.o.) aus 0.1 mol 16. Ausb. 19.3 g (83%) farblose Nadeln mit Schmp. 100 °C (Ethanol).- DC (Fl. 1): Rf= 0.25.- MS: m/z = 233 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.48 (d, J= 5 Hz, heteroarom. H-6), 8.30

(s, heteroarom. H-2), 8.18-6.80 (m, heteroarom. H-5 sowie 7 arom. H), 4.34 (s, CH₂), 2.18 (s, CH₃).- C₁₇H₁₅N (233.3) Ber. C 87.5 H 6.48 N 6.0 Gef. C 87.6 H 6.33 N 5.9.

1,4-Dimethyl-3-(1-naphthylmethyl)-pyridiniumiodid (18)

Herstellung analog 11 (s.o.) aus 25 mmol 17. Ausb. 8.73 g (93%) gelbe Nadeln mit Schmp. 208 °C (Ethanol).- C₁₈H₁₈N⁺I⁻ (375.3) Ber. C 57.6 H 4.84 N 3.7 Gef. C 57.6 H 4.85 N 3.9.

1,4-Dimethyl-3-(1-naphthylmethyl)-1,2,5,6-tetrahydropyridin (19)

Herstellung analog 12 (s.o.) aus 8 mmol 18. Ausb. 1.65 g (82%) gelbes, zähes Öl vom Sdp._{0.17} 148-152 °C und n_D²⁰ = 1.6018.- DC (Fl. 2): Rf= 0.63.- MS: m/z = 251 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.25-7.28 (m, 7 arom. H), 3.80 (s, CH₂), 2.87-2.06 (m, insgesamt 9 aliph. H, darin bei 2.24 s, N-CH₃), 1.77 (s, CH₃).- Hydrochlorid: Farblose Kristalle mit Schmp. 238 °C (Ethanol).- C₁₈H₂₂N⁺Cl⁻ (287.8) Ber. C 75.1 H 7.70 N 4.9 Gef. C 75.1 H 7.73 N 4.9.- Pikrat: Gelbe, feine Kristalle mit Schmp. 181 °C (Ethanol).- C₂₄H₂₄N₄O₇ (480.5) Ber. C 60.0 H 5.03 N 11.7 Gef. C 60.1 H 4.98 N 11.5.

3-(1-Naphthylacetyl)-4-methylpyridin (21)

Die Lösung von 60 g (0.34 mol) 1-Chlormethylnaphthalin in 280 ml trockenem Ether tropft man unter Rühren langsam zu 8.2 g (0.34 mol) Mg-Spänen in 60 ml siedendem Ether (Dauer ca. 2 h). Die resultierende gelbgrüne Lösung des Grignard-Reagenzes 20 wird nach dem Abkühlen von einem farblosen Bodenkörper dekantiert und unter Rühren und Eiskühlung zur Lösung von 17.7 g (0.15 mol) 4-Methylnikotinnitril (14)¹³⁾ in 400 ml trockenem Ether getropft (Dauer ca. 15 min). Das Gemisch wird noch 2 h bei Raumtemp. gerührt und dann unter Eiskühlung mit 2 N-HCl hydrolysiert. Die wäßrige Phase wird mehrmals mit Ether gewaschen und nach Alkalisieren mit 2 N-NaOH mit demselben Lösungsmittel (3 x 250 ml) extrahiert. Nach Trocknen der Etherextrakte mit Na₂SO₄ verdampft man das Lösungsmittel i.Vak. und erhält 3.53 - 5.45 g (9-14% bez. auf eingesetztes Nitril) gelbes, zähes Öl mit Sdp._{0.06} 174-176 °C und n_D²⁰ = 1.6413. DC (Fl. 3): Rf= 0.73.- IR: 1680 (CO) cm⁻¹.- MS: m/z = 261 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 9.14 (s, heteroarom. H-2), 8.53 (d, J= 5 Hz, heteroarom. H-6), 8.10-7.20 (m, 7 arom. H), 7.08 (d, J= 5 Hz, heteroarom. H-5), 4.62 (s, CH₂), 2.34 (s, CH₃).- Hydrochlorid: Farblose Kristalle mit Schmp. 223 °C (Methanol).- C₁₈H₂₀NO⁺Cl⁻ (297.8) Ber. C 72.6 H 5.41 N 4.7 Gef. C 72.7 H 5.41 N 4.7.

3-[2-(1-Naphthyl)ethyl]-4-methylpyridin (22)

Herstellung analog 10 (s.o.) aus 0.1 mol 21. Ausb. 19.8 g (81%) farblose Kristalle mit Schmp. 76 °C (Aceton).- DC (Fl. 3): Rf= 0.72.- MS: m/z = 247 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.60-6.85 (m, heteroarom. H-2, H-6 und H-5 sowie 7 arom. H), 3.53-2.70 (m, CH₂-CH₂), 2.14 (s, CH₃).- C₁₈H₁₇N (247.3) Ber. C 87.4 H 6.93 N 5.7 Gef. C 87.3 H 7.12 N 5.6.

1,4-Dimethyl-3-[2-(1-naphthyl)ethyl]-pyridiniumiodid (23)

Herstellung analog 11 (s.o.) aus 25 mmol 22. Ausb. 8.56 g (88%) gelbe Nadeln mit Schmp. 193 °C (Methanol).- C₁₉H₂₀N⁺I⁻ (389.3) Ber. C 58.7 H 5.04 N 3.7 Gef. C 58.6 H 5.18 N 3.6.

1,4-Dimethyl-3-[2-(1-naphthyl)ethyl]-1,2,5,6-tetrahydropyridin (24)

Herstellung analog 12 (s.o.) aus 8 mmol 23. Ausb. 1.7 g (81%) farblose Kristalle mit Schmp. 89 °C (Aceton).- DC (Fl. 2): Rf= 0.64.- MS: m/z = 265 (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.27-7.18 (m, 7 arom. H), 3.33-1.90 (m, insgesamt 13 aliph. H, darin bei 2.30 s, N-CH₃), 1.57 (s, CH₃).- C₁₉H₂₃N (265.3) Ber. C 86.0 H 8.74 N 5.3 Gef. C 86.0 H 8.66 N 5.4.

cis-2,4a-Dimethyl-1,2,3,4,4a,11,12,12a-octahydronaphtho[2,1-f]iso-chinolin (26)

1.7 g (6.4 mmol) **24** werden in der 10fachen Menge 48proz. HBr 20 h unter Rückfluß auf 130-135 °C erhitzt, die Lösung wird nach dem Abkühlen mit 2 N-NaOH alkalisiert und mehrmals mit CHCl₃ extrahiert. Nach Trocknen der CHCl₃-Extrakte mit K₂CO₃ und Verdampfen des Lösungsmittels i.Vak. erhält man ein zähes, von Verunreinigungen freies (DC) gelbbraunes Öl. Ausb. 1.7 g (100%).- $n_D^{23} = 1.5982$.- DC (Fl. 2): Rf= 0.46.- MS: $m/z = 265$ (M⁺).- ¹H-NMR: δ (ppm) = 8.18-7.20 (m, 6 arom. H), 3.34-1.18 (m, insgesamt 17 aliph. H, darin bei 2.14 s, N-CH₃ und 1.33 s, CH₃).- ¹³C-NMR: δ (ppm) = Arom. C-Atome s. Tab.1, 56.9 und 52.4 (2 t, C-1 und C-3), 45.9 (q, N-CH₃), 39.9 (d, C-12a), 37.4 (t, C-4), 35.4 (s, C-4a), 30.5 (q, CH₃), 23.4 und 22.5 (2 t, C-12 und C-11).- Methoiodid: Feine farblose Kristalle mit Schmp. 307 °C (Methanol).- C₂₀H₂₆N⁺I⁻ (407.3) Ber. C 59.0 H 6.43 N 3.4 Gef. C 59.1 H 6.33 N 3.4.

Literatur

- 1 24.Mitt.: E. Reimann, E. Hargasser und J. Schünemann, Arch.Pharm. (Weinheim) 322, 177 (1989).
- 2 Aus der Dissertation E. Hargasser, München 1987.
- 3 E. Reimann und G. Bauer, Arch.Pharm. (Weinheim) 317, 517 (1984).
- 4 E. Reimann und E. Hargasser, Arch.Pharm. (Weinheim) 322, 159 (1989).
- 5 F. Mayer und A. Sieglitz, Chem. Ber. 55, 1844 (1922).
- 6 E. Reimann und W. Dammertz, Arch.Pharm. (Weinheim) 314, 302 (1981).
- 7 H. O. Kalinowski, S. Berger und S. Braun, ¹³C-NMR-Spektroskopie, S. 145/146, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1984.
- 8 N. K. Wilson und J. B. Stothers, J. Magn. Reson. 15, 31 (1976).
- 9 D. M. Grant, J. Am. Chem. Soc. 99, 7143 (1977).
- 10 E. Reimann, Arch.Pharm. (Weinheim) 315, 609 (1982).
- 11 L. C. Craig, J. Am. Chem. Soc. 56, 231 (1934).
- 12 Weygang-Hilgetag, Organisch-chemische Experimentierkunst, 3. Auflage, S. 345, J.A.Barth-Verlag, Leipzig 1964.
- 13 J. M. Bobbitt und D. A. Scola, J. Org. Chem. 25, 560 (1960).
- 14 H. Gilman und F. Schulze, J. Am. Chem. Soc. 47, 2002 (1925).

[Ph561]