

6-Formamino-3.4-äthylendioxy-benzoesäure-methylester (Ii) und 6-Acetamino-3.4-äthylendioxy-benzoesäure-methylester (Ik): 3 g Aminoester Ie wurden mit 20 g ca. 100-proz. Ameisensäure bzw. 20 ccm Acetanhydrid kurz zum Sieden erhitzt und die acylierte Verbindung durch Eingießen des Kolbeninhalts in Wasser ausgefällt.

Umsetzungen des Aminoesters Ie mit 1.2-[α -Chlorformyl-äthylendioxy]-benzol⁹⁾ zu II, mit Sorbinsäure-chlorid zu Im und mit Furan-carbonsäure-(2)-chlorid zu In: Ie, gelöst in wasserfreiem Dioxan, wurde unter Zugabe von überschüss. N-Methyl-morpholin zur Bindung des freiwerdenden Chlorwasserstoffs tropfenweise mit der äquiv. Menge Säurechlorid versetzt und 10 Min. unter Rückfluß erhitzt. Hierbei verfestigte sich der Kolbeninhalt meist; durch Waschen mit Wasser und Umkristallisieren wurde die Acylaminoverbindung in reiner Form erhalten.

Umsetzung des Aminoesters Ie mit N-Phthalyl-DL-glutaminsäure-anhydrid zu Io: Äquiv. Mengen Ie und Säureanhydrid erhitzten wir 5 Stdn. in Dioxan unter Rückfluß. Beim Einengen unter vermind. Druck fiel die Acylaminoverbindung aus.

3.4-[α -Methyl-äthylendioxy]-benzoesäure-methylester (IIa): Darstellung analog Ia aus Protocatechusäure-methylester und 1.2-Dibrom-propan.

6-Nitro-3.4-[α -methyl-äthylendioxy]-benzoesäure-methylester (IIc): Durch Nitrierung von IIa mit rauchender Salpetersäure und Eisessig bei 0° wie bei Ic beschrieben.

Darstellung der 2-substituierten 3-Amino-6.7-äthylendioxy-chinazolone-(4) (III, IVa und IVe): Der Formaminoester Ii, der Acetaminoester Ik bzw. der Acylaminoester II wurden jeweils in Äthanol mit einem Überschuß an Hydrazin-hydrat 5 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Beim Abkühlen bzw. beim Einengen der Lösungen trat Kristallisation ein.

Umsetzungsversuche mit 3-Amino-2-methyl-6.7-äthylendioxy-chinazolone-(4) (IVa): Die Acylierungen führten wir wie bei II bis In beschrieben durch. Die Kondensationen mit den Aldehyden erfolgten in Methanol durch Zugabe äquiv. Mengen Oxo-Verbindung zum Aminochinazolone in Gegenwart einiger ccm Eisessig. Das Ringsystem blieb erhalten bei der Kondensation mit 5-Nitro-furan-aldehyd-(2) zu IVd und den Acylierungen mit Acetanhydrid zu IVb bzw. mit Caprinsäurechlorid zu IVc, dagegen erfolgte Aufspaltung bei der Reaktion mit Nicotinaldehyd zu VI und mit p-Dimethylamino-benzaldehyd zu Ir, ferner durch Substitution mit α,α -Dimethyl-valeriansäurechlorid zu V.

⁹⁾ J. KOO, S. AVAKIAN und G. J. MARTIN, J. Amer. chem. Soc. 77, 373 [1955].

BERICHTIGUNG

Jahrg. 91 [1958], Heft 9, S. 1982, Tab. 2 des Versuchsteils, 2., senkrechte Spalte, 5. Wort v. unten lies: „143“ statt „187“.

W. RIED, H. BODEM

© Verlag Chemie, GmbH. 1958

Verantwortlich für den Inhalt: Prof. Dr. Rudolf Criegee, Karlsruhe. Redaktion: Dr. Wilhelm Merz, München. Verantwortlich für den Anzeigenteil: W. Thiel, Verlag Chemie, GmbH. (Geschäftsführer Eduard Kreuzhage), Weinheim/Bergstr., Pappelallee 3 · Fernsprecher Sammelnummer 3635 · Fernschreiber 0465516 chemieverl wnh. Telegramm-Adresse: Chemievorlag Weinheimbergstr.

Gesetzt aus der Monotype-Times-Schrift; Druck: Buchdruckerei Dr. Alexander Krebs, Weinheim/Bergstr. Printed in Germany. Alle Rechte vorbehalten, insbesondere die der Übersetzung. Kein Teil dieser Zeitschrift darf in irgendeiner Form — durch Photokopie, Mikrofilm oder irgendein anderes Verfahren — ohne schriftliche Genehmigung des Verlages reproduziert werden. — All rights reserved (including those of translations into foreign languages). No part of this issue may be reproduced in any form, by photoprint, microfilm, or any other means, without written permission from the publishers. — Preis jährlich DM 190.—; Einzelheft DM 16.—. — Zahlungen an: Verlag Chemie, GmbH., Weinheim/Bergstr. — Postscheckkonten: Frankfurt a. M. Nr. 145314, Berlin-West Nr. 7430, Wien 108750, Zürich VIII 47055, Stockholm 74137. Banken: Volksbank eGmbH., Deutsche Bank AG., Weinheim/Bergstr., Dresdner Bank A. G., Mannheim, P. 2, 10/13. — Abbestellungen nur bis spätestens 6 Wochen vor Ablauf eines Halbjahres. Gerichtsstand und Erfüllungsort Weinheim/Bergstr. Lieferung erfolgt auf Rechnung und Gefahr des Empfängers.