

Notizen

Die Konstitution des Chlorierungsprodukts von 3,4-Dihydro-6-phenyl-2(1H)-pyridinon

Dov Diller und Felix Bergmann*

Department of Pharmacology, The Hebrew University-Hadassah Medical School,
Jerusalem 1172, Israel

Eingegangen am 18. Januar 1977

Für unsere Studien an 2-Pyridonen^{1,2)} benötigten wir 5-Chlor-3,4-dihydro-6-phenyl-2(1H)-pyridinon (2). Ein Isomeres 3 dieser Verbindung, Schmp. 170–171°C, ist in der Literatur beschrieben³⁾. Es wurde durch Behandlung von 3,4-Dihydro-6-phenyl-2(1H)-pyridinon (1)^{4, 5)} mit Sulfurylchlorid erhalten.

Wir haben diese Methode mit geringen Modifikationen wiederholt und erhielten ein Produkt vom Schmp. 175°C in einer Ausbeute von 53%. Die Reinheit der Verbindung wurde durch Dünnschichtchromatographie in zwei Lösungsmitteln bestätigt. Die physikalischen Eigenschaften des Chlorierungsprodukts (Tab.) beweisen jedoch seine Konstitution als 2.

Tab.: Physikalische Eigenschaften von 3,4-Dihydro-6-phenyl-2(1H)-pyridinon (1) und seinem Chlorierungsprodukt 2

	1	2
Schmp.	149–150°C	175°C
λ_{\max} in nm (lg ϵ_{\max})	223 (4.23) 270 (3.80)	222 (4.10) 270 (3.66)
pK (Anion)	> 13.5	> 13.5
¹ H-NMR, δ (CDCl ₃)	2.56 (4H) 5.45 (1H) 7.38 (5H)	2.73 (4H) – 7.43 (5H)

a) Das UV-Spektrum von 2 ist dem von 1 sehr ähnlich.

b) Die Gegenwart einer NH–CO-Gruppe wird durch IR-Banden (KBr) bei 1680, 3090 und 3200 cm⁻¹ gestützt.

c) Das Chlorierungsprodukt 2 bildet ein Anion, pK > 13.5; bei Vorliegen der Konstitution 3 wäre das unmöglich.

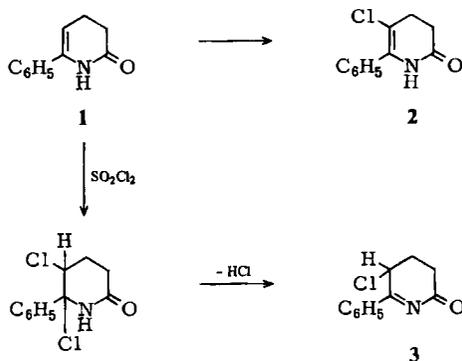
¹⁾ D. Diller und F. Bergmann, J. Org. Chem. **37**, 2147 (1972).

²⁾ F. Bergmann und D. Diller, Org. Mass Spectrom. **12**, 338 (1977).

³⁾ N. P. Shusherina, H. Hua-Ming und R. Ya. Levina, Zh. Obshch. Khim. **33**, 2829 (1963) [C. A. **60**, 4101 d (1964)].

⁴⁾ C. F. H. Allen und W. L. Ball, J. Am. Chem. Soc. **59**, 686 (1937).

⁵⁾ Farbenfabriken Bayer A.-G. (Erf. H. Krimm), D. B. P. 1092919 (26. Mai 1956) [C. A. **56**, 4626i (1962)].



d) Das NMR-Spektrum (CDCl_3) zeigt 4 aliphatische Wasserstoffatome mit einem gemeinsamen Signal bei $\delta = 2.73$ und 5 aromatische Protonen, dagegen kein Signal für ein tertiäres Wasserstoffatom. Eine Verbindung der Konstitution **3** müßte 5 aliphatische Wasserstoffatome aufweisen, von denen eines durch das geminale Chloratom zu tiefem Feld verschoben sein sollte.

Experimenteller Teil

5-Chlor-3,4-dihydro-6-phenyl-2(1H)-pyridinon (2): Eine Lösung von 0.7 g 3,4-Dihydro-6-phenyl-2(1H)pyridinon (**1**)^{4,5)} in 10 ml CHCl_3 wurde in Eis gekühlt und während 15 min unter starkem Rühren eine Lösung von 0.6 g Sulfurylchlorid in 2.5 ml CHCl_3 tropfenweise hinzugefügt. Nach weiteren 15 min wurde das Eisbad entfernt. Nach weiteren 30 min wurden alle flüchtigen Bestandteile des Gemisches i. Vak. abgezogen, der Rückstand in 20 ml Aceton gelöst und das Chlorierungsprodukt durch langsames Hinzufügen von 40 ml Wasser kristallin ausgefällt. Nadelbüschel, Schmp. 175°C ; Ausb. 0.45 g (53%).

$\text{C}_{11}\text{H}_{10}\text{ClNO}$ (207.7) Ber. C 63.6 H 4.8 N 6.75 Gef. C 63.8 H 5.0 N 6.95

[17/77]