

## 164. Ringschlussreaktionen mit 2-( $\beta$ -Styryl)benzylaminen 5-Phenyl-1*H*-2-benzazepine

23. Mitteilung über siebengliedrige Heterocyclen<sup>1)</sup>

von Gérard Gast, Jean Schmutz und Dieter Sorg

Forschungsinstitut *Wander AG*, CH-3001 Bern (Schweiz), eine *Sandoz* Forschungsgruppe

Herrn Professor *T. Reichstein* zum 80. Geburtstag gewidmet

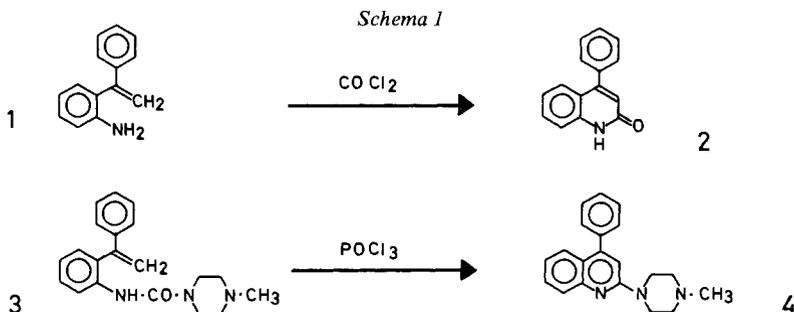
(17.III.77)

### Cyclization reactions with 2-( $\beta$ -styryl)benzylamines 5-Phenyl-1*H*-2-benzazepines

#### Summary

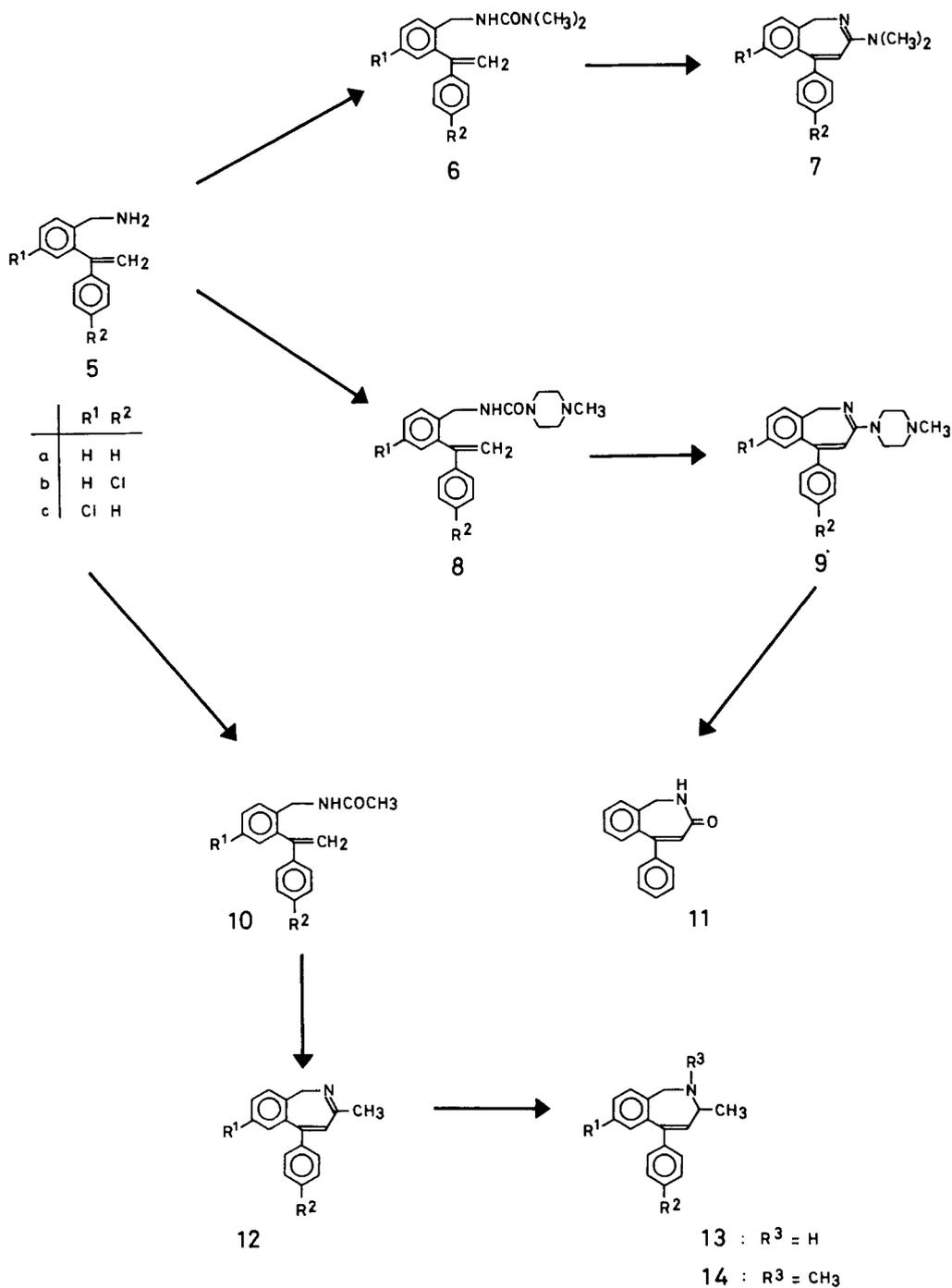
Cyclization of the urea derivative **3** with  $\text{POCl}_3$  to give 2-(4-methyl-1-piperazinyl)-4-phenylquinoline (**4**) was carried out in analogy to the quinoline synthesis of *Foulds & Robinson*. This reaction was used for the preparation of 2-benzazepines. The trisubstituted ureas **6** and **8**, derived from the 2-( $\beta$ -styryl)benzylamines **5**, were cyclized with  $\text{POCl}_3$  to yield the 3-amino-5-phenyl-1*H*-2-benzazepines **7** and **9**, respectively. Similarly, cyclization of the corresponding acetyl-derivatives **10** gave the 3-methyl-5-phenyl-1*H*-2-benzazepines **12**. On the other hand, the disubstituted urea **15**, cyclized under the same conditions to the 1-methyl-1-phenylisoindoline derivative **16**, and 2-( $\beta$ -styryl)benzylamine (**5a**) on treatment with phosgene gave the isoindoline **17** in an analogous manner.

Vor einiger Zeit haben wir durch Cyclisierung von 2-( $\beta$ -Styryl)anilinen **1** (*Schema 1*) mit Phosgen in siedendem Toluol 4-Phenylcarbostyrile (= 4-Phenyl-1,2-dihydrochinolin-2-one) **2** synthetisiert [2]. Die Reaktion verläuft sehr wahrscheinlich



<sup>1)</sup> 21. und 22. Mitt. [1].

Scheme 2

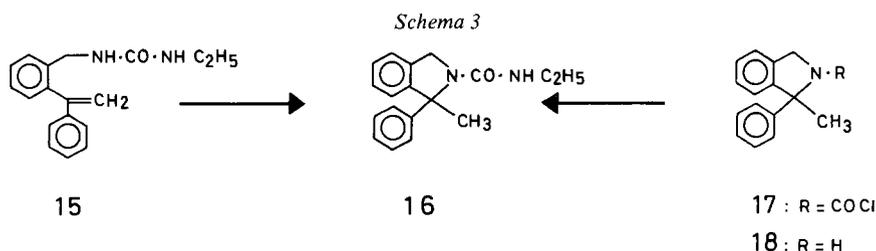


über die Isocyanate, die sich durch elektrophilen Angriff auf die reaktive Äthylenbindung sofort intramolekular cyclisieren. Analog haben wir jetzt den Harnstoff **3** mit  $\text{POCl}_3$  zum 2-(4-Methyl-1-piperazinyl)-4-phenylchinolin (**4**) cyclisiert. Dieselbe Verbindung erhielten wir aus 2-Chlor-4-phenylchinolin [2] und *N*-Methylpiperazin. Die Cyclisierung ist eine Variante der wenig bekannten Chinolinsynthese von *Foulds-Robinson* [3], die bisher nur zur Synthese von 2-Alkylchinolinen aus acylierten 2-( $\beta$ -Styryl)anilinen verwendet wurde.

Wir haben nun dasselbe Verfahren auf die 2-( $\beta$ -Styryl)benzylamine **5** (Schema 2) übertragen zur Synthese von 5-Phenyl-1*H*-2-benzazepinen, einer sonst nicht leicht zugänglichen Substanzklasse [4] [5]. Die aus **5** synthetisierten *trisubstituierten* Harnstoffe **6** und **8** sowie die Acetyl-Derivate **10** liessen sich mit  $\text{POCl}_3$  leicht zu den 3-substituierten 5-Phenyl-1*H*-2-benzazepinen **7**, **9** und **12** cyclisieren. Die Konstitution dieser Benzazepine ergab sich aus den analytischen und spektroskopischen Daten. Ausserdem wurden das Amidin **9a** zum Lactam **11** hydrolysiert, und die Imine **12** in die Amine **13** und **14** übergeführt.

Im NMR.-Spektrum<sup>2)</sup> zeigen die Amidine **7** und **9** im Bereich von 6,67 bis 6,74 ppm die Absorption von H-C(4). Die Absorption der beiden H-C(1) erscheint in  $\text{CDCl}_3$  bei 20° als diffuses *AB*-System bei ca. 4,0 und 4,5 ppm, das bei tieferer Temperatur schärfer ausgebildet ist und bei höherer Temperatur in ein breites Singulett übergeht. Dieser Befund deutet auf eine Behinderung der konformativen Beweglichkeit des Siebenrings [6]. Die 3-Methyl-2-benzazepine **12** zeigen H-C(4) als Singulett bei ca. 6,7 ppm und die Dihydroderivate **13** als Dublett bei ca. 6,1 ppm ( $J=6$  Hz). Die Benzylprotonen in **12** erscheinen als breites Singulett bei ca. 4,4 ppm, jene der Dihydroderivate **13** als scharfes Singulett bei ca. 3,8 ppm. Die Benzylprotonen der *N*-Methylderivate **14** erscheinen als *AB*-System mit Zentren bei 3,5 und 3,8 ppm ( $J=13$  Hz). Durch die *N*-Methylierung wird offenbar die Beweglichkeit des Siebenring-Systems verringert.

Im Gegensatz zu den bisherigen Befunden reagierte der *disubstituierte* Harnstoff **15** mit  $\text{POCl}_3$  oder konz. HBr-Lösung zum 2-Isoindolincarboxamid **16** (Schema 3)



und das 2-( $\beta$ -Styryl)benzylamin (**5a**) mit Phosgen zum 2-Isoindolincarboxylchlorid **17**. Die Struktur von **17** wurde durch Analyse, NMR.-Spektroskopie sowie durch Umwandlung in den Harnstoff **16** und in 1-Methyl-1-phenylisoindolin (**18**) festgelegt. Offensichtlich kommt es bei diesen beiden Cyclisierungen zu einer nukleophilen Reaktion des Stickstoffatoms mit der Äthylengruppierung.

<sup>2)</sup> Wir danken Herrn Dr. P. Neumann für die Diskussion der Spektren.

## Experimenteller Teil

*Allgemeines.* Die Smp. sind auf dem *Kofler*-Block bestimmt. Die NMR.-Spektren der Basen wurden mit einem *Varian* A-60 in  $\text{CDCl}_3$  aufgenommen. Angabe der chemischen Verschiebung in  $\delta$  und der Kopplungskonstanten  $J$  in Hz (interner Standard Tetramethylsilan = 0 ppm);  $s$  = Singlett,  $d$  = Dublett,  $m$  = Multipllett). Die C-, H- und N-Analysen stimmten innerhalb 0,4% mit den berechneten Werten überein. Übliche Aufarbeitung bedeutet: organische Phase mit Wasser gewaschen, über  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  getrocknet und Filtrat i.V. zur Trockne gebracht. Lösungsmittelabkürzungen:  $\ddot{A}$  = Äther, Alk = 95proz. Äthanol, An = Aceton, Bz = Benzol, E = Essigsäure-äthylester, Hex = Hexan, Ip = Isopropylalkohol, Me = Methanol, PÄ = Petroläther.

*4-Methyl-N-[2-( $\beta$ -styryl)phenyl]-1-piperazincarboxamid (3).* Zu 3 g (0,031 mol) Phosgen in 50 ml abs. Chloroform wurde unter Rühren und Eiskühlung eine Lösung von 4,9 g (0,0025 mol) 2-( $\beta$ -Styryl)anilin [2] in 20 ml  $\text{CHCl}_3$  und 10 ml abs. Pyridin getropft und 30 Min. bei 0° gerührt. Darauf wurden unter Rühren 12 ml *N*-Methylpiperazin in 20 ml Chloroform zugetropft und die Mischung langsam erhitzt, während 30 Min. unter Rückfluss. Nach Eindampfen i.V. wurde der Rückstand zwischen  $\ddot{A}$  und verd. NaOH-Lösung verteilt und die organische Phase mit verd. Essigsäure ausgeschüttelt. Die sauren Auszüge wurden mit konz. NaOH-Lösung alkalisch gestellt und gaben nach üblicher Aufarbeitung mit  $\ddot{A}$  aus  $\ddot{A}$ /PÄ 4 g kristallines **3** vom Smp. 114–116°. -  $\text{C}_{20}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}$ .

*2-(4-Methyl-1-piperazinyl)-4-phenylchinolin (4).* a) 0,5 g Harnstoff **3** und 10 ml  $\text{POCl}_3$  wurden 2 Std. unter Rückfluss erhitzt. Darauf wurde i.V. eingedampft, der Rückstand zwischen verd. NaOH-Lösung und  $\ddot{A}$  verteilt, die organische Phase mit verd. HCl-Lösung ausgeschüttelt, mit konz. NaOH-Lösung alkalisch gestellt und wieder mit  $\ddot{A}$  ausgeschüttelt. Nach üblicher Aufarbeitung wurden aus An/PÄ 0,3 g Nadeln vom Smp. 122–128° erhalten. -  $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3$ .

b) 12 g 2-Chlor-4-phenylchinolin [2] und 15 ml *N*-Methylpiperazin wurden in 60 ml Xylol 8 Std. unter Rückfluss erhitzt. Nach dem Abkühlen wurde mit verd. Essigsäure ausgeschüttelt, die organische Phase mit konz. NaOH-Lösung alkalisch gestellt und wie unter a) aufgearbeitet: aus An/PÄ 12,3 g Nadeln vom Smp. 123–129°. Die nach a) und b) erhaltenen Kristalle waren nach DC. und Misch-Smp. identisch.

*2-( $\beta$ -Styryl)benzylamine 5a-c.* Die Verbindungen wurden nach Methode A von *Freter et al.* [7] hergestellt. Die 2-( $\beta$ -Styryl)benzylchloride (Rohprodukte) wurden in mit  $\text{NH}_3$ -Gas gesättigtem Methanol bei 20° 3–4 Tage umgesetzt. Darauf wurde i.V. eingedampft und die öligen Basen mit alkoholischer HCl-Lösung in die Hydrochloride übergeführt; Ausbeuten 45–55%. Die Amine wurden mit Acetanhydrid in Pyridin zu **10a-c** acetyliert. *2-( $\beta$ -Styryl)benzylamin (5a):* Hydrochlorid Smp. 231–232° (Alk/ $\ddot{A}$ ). -  $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N} \cdot \text{HCl}$ . *N-Acetyl-Derivat (10a):* Plättchen, Smp. 116–117° (Alk).

*2-[ $\beta$ -(4-Chlorstyryl)]benzylamin (5b):* Hydrochlorid Smp. 209–210° (Alk/ $\ddot{A}$ ). -  $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{ClN} \cdot \text{HCl}$ . *N-Acetyl-Derivat (10b):* Smp. 104–107° (PÄ).

*4-Chlor-2-( $\beta$ -styryl)benzylamin (5c):* Hydrochlorid Smp. 191–192° (Alk/ $\ddot{A}$ ). -  $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{ClN} \cdot \text{HCl}$ . *N-Acetyl-Derivat (10c):* Smp. 98–100° (Me/ $\ddot{A}$ ).

*Harnstoff-Derivate 6 und 8.* a) Die 2-( $\beta$ -Styryl)benzylamine **5a-c** wurden mit molaren Mengen *N,N*-Dimethylcarbamidsäurechlorid und Triäthylamin in abs. Tetrahydrofuran 3 Std. bei 20° gerührt. Das ausgefallene Triäthylamin HCl wurde abgenutscht und das Filtrat i.V. eingedampft. Der Rückstand wurde in  $\text{CHCl}_3$  gelöst und mit verd. HCl-Lösung gewaschen. Nach üblicher Aufarbeitung der organischen Phase wurden die öligen Harnstoffe **6** direkt für die Cyclisierungen verwendet.

b) Die 2-( $\beta$ -Styryl)benzylamine **5a-c** wurden mit molaren Mengen Chlorameisensäure-phenylester in Alk/ $\text{H}_2\text{O}$  nach *Schotten-Baumann* zu den Urethanen umgesetzt. Die Rohprodukte wurden mit *N*-Methylpiperazin unter Rühren 40 Std. auf 80° erhitzt. Darauf wurde zwischen  $\ddot{A}$  und verd. Salzsäure verteilt, die wässrige Phase mit konz. NaOH-Lösung alkalisch gestellt und mit  $\ddot{A}$  ausgeschüttelt. Übliche Aufarbeitung der organischen Phase ergab die rohen Harnstoffe **8**, die direkt für die Cyclisierungen verwendet wurden.

*2-Benzazepine 7, 9 und 12.* 0,05 mol. Harnstoff **6** bzw. **8**, oder Amid **10** wurden mit ca. 200 ml  $\text{POCl}_3$  4 Std. unter Rückfluss erhitzt. Darauf wurde die grüne Lösung i.V. eingedampft und der Rückstand zwischen Methylenechlorid und verd. NaOH-Lösung verteilt. Nach üblicher Aufarbeitung der organischen Phase wurde die Base mit alkoholischer HCl- oder HBr-Lösung in ihr Salz verwandelt (Smp. unter Zers.). Nach dieser Methode wurden hergestellt: *3-Dimethylamino-5-phenyl-1H-2-benzazepin (7a):* Hydrobromid Smp. 317–318° (Me), 55%; Base Smp. 141–143 ( $\ddot{A}$ ). - NMR. ( $\text{CDCl}_3$ ): 2,95 ( $s$ ,  $(\text{CH}_3)_2\text{N}$ ), 4,03 und 4,54 (*AB*-System,  $J = 11$ , 2H-C(1)), 6,74 ( $s$ , H-C(4)). -  $\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_2 \cdot \text{HBr}$ .

5-(4-Chlorphenyl)-3-dimethylamino-1H-2-benzazepin (**7b**): Hydrobromid Smp. 318–320° (Alk/Ä); Base Smp. 154–155° (Hex), 57%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 2,97 (s, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N), 4,01 und 4,53 (AB-System, J = 10, 2H-C(1)); 6,72 (s, H-C(4)). - C<sub>18</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>.

7-Chlor-3-dimethylamino-5-phenyl-1H-2-benzazepin (**7c**): Hydrobromid Smp. 299–300° (Me/Er), 72,5%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 2,98 (s, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N), 3,98 und 4,51 (AB-System, J = 10, 2H-C(1)), 6,78 (s, H-C(4)). - C<sub>18</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub> · HBr.

3-(4-Methyl-1-piperazinyl)-5-phenyl-1H-2-benzazepin (**9a**): Dihydrobromid Smp. 298–300° (Alk), 80%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 4,04 und 4,52 (AB-System, J = 10, 2H-C(1)), 6,72 (s, H-C(4)). - C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub> · 2HBr.

5-(4-Chlorphenyl)-3-(4-methyl-1-piperazinyl)-1H-2-benzazepin (**9b**): Dihydrobromid Smp. 309–310° (Alk), 35%; Base Smp. 196–198° (Alk). - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 3,98 und 4,50 (AB-System, J = 11, 2H-C(1)); 6,67 (s, H-C(4)). - C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>ClN<sub>3</sub>.

7-Chlor-3-(4-methyl-1-piperazinyl)-5-phenyl-1H-2-benzazepin (**9c**): Base Smp. 132–135° (Hex), 72,5%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 3,98 und 4,50 (AB-System, J = 11, 2H-C(1)), 6,73 (s, H-C(4)). - C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>ClN<sub>3</sub>.

3-Methyl-5-phenyl-1H-2-benzazepin (**12a**): Hydrochlorid Smp. 230–238° (Ip), 85%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 2,16 (s, H<sub>3</sub>C-C(3)), 4,40 (s br., 2H-C(1)), 6,72 (s, H-C(4)). - IR. (Base/CHCl<sub>3</sub>): 1625 cm<sup>-1</sup> (C=N). - C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>N · HCl.

5-(4-Chlorphenyl)-3-methyl-1H-2-benzazepin (**12b**): Hydrochlorid Smp. 251–253° (Me/Ip), 68%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 2,15 (s, H<sub>3</sub>C-C(3)), 4,38 (s br., 2H-C(1)), 6,68 (s, H-C(4)). - IR. (Base/CHCl<sub>3</sub>): 1625 cm<sup>-1</sup> (C=N). - C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>ClN · HCl.

7-Chlor-3-methyl-5-phenyl-1H-2-benzazepin (**12c**): Base Smp. 90–92° (Hex), Hydrochlorid Smp. 236–240° (E). - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 2,17 (s, H<sub>3</sub>C-C(3)), 4,35 (s br., 2H-C(1)), 6,73 (s, H-C(4)). - C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>ClN · HCl.

5-Phenyl-2,3-dihydro-1H-2-benzazepin-3-on (**11**). Eine Probe des Dihydrobromides von **9a** wurde in überschüssiger 5proz. NaOH-Lösung in Alk/H<sub>2</sub>O 1:1 20 Std. unter Rückfluss erhitzt und darauf der Alk abdestilliert. Das zum Teil auskristallisierte Lactam und die wässrige Lösung wurden mit Methylchlorid ausgeschüttelt und die organische Phase mit verd. HCl-Lösung gewaschen. Übliche Aufarbeitung ergab Kristalle vom Smp. 203–204° (Alk/H<sub>2</sub>O). - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 4,26 (d, J = 6, 2H-C(1)) bzw. 4,22 (s, Austausch mit D<sub>2</sub>O), 6,51 (s, H-C(4)). - IR. (KBr): 1644 cm<sup>-1</sup> (CO). - C<sub>16</sub>H<sub>13</sub>NO.

3-Methyl-5-phenyl-2,3-dihydro-1H-2-benzazepin (**13a**). 10 g **12a** (HCl-Salz) wurden in 250 ml abs. Me gelöst und portionenweise mit 2,1 g NaBH<sub>4</sub> bei 20° versetzt. Darauf wurde die Mischung 15 Std. bei 20° gerührt und kurz auf 60° erwärmt. Das Me wurde abdestilliert und der Rückstand zwischen verd. NaOH-Lösung und CHCl<sub>3</sub> verteilt. Übliche Aufarbeitung der organischen Phase ergab 8,4 g dunkelgrünes Öl, das mit alkoholischer HCl-Lösung in das Hydrochlorid übergeführt und mit Kohle behandelt wurde. Es wurden 8,7 g Kristalle (85%) vom Smp. 277–279° (Alk/Ä) erhalten. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 1,28 (d, J = 6,5, H<sub>3</sub>C-C(3)), 2,23 (s, NH), 3,24 (m, H-C(3)), 3,83 (s, 2H-C(1)), 6,11 (d, J = 6, H-C(4)). - C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>N · HCl.

5-(4-Chlorphenyl)-3-methyl-2,3-dihydro-1H-2-benzazepin (**13b**). Hydrochlorid Smp. 275–279° (Alk/Ä), 87%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 1,27 (d, J = 6,5, H<sub>3</sub>C-C(3)), 2,12 (s, NH), 3,22 (m, H-C(3)), 3,80 (s, 2H-C(1)), 6,10 (d, J = 6, H-C(4)). - C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>ClN · HCl.

7-Chlor-3-methyl-5-phenyl-2,3-dihydro-1H-2-benzazepin (**13c**). Hydrobromid Smp. 288–290° (Alk/Ä), 74%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 1,28 (d, J = 6,5, H<sub>3</sub>C-C(3)), 2,10 (s, NH), 3,21 (m, H-C(3)), 3,78 (s, 2H-C(1)), 6,15 (d, J = 6, H-C(4)). - C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>ClN · HBr.

2,3-Dimethyl-5-phenyl-2,3-dihydro-1H-2-benzazepin (**14a**). 4 g **13a** wurden mit 2,3 g konz. Ameisensäure auf dem Wasserbad kurz erwärmt, mit 1,6 g 30proz. wässriger Formaldehydlösung versetzt und 2 Std. bei 90° gerührt. Darauf wurde i.V. etwas eingeeengt und der Rückstand zwischen verd. NaOH-Lösung und Ä verteilt. Die organische Phase gab nach üblicher Aufarbeitung ein gelbes Öl, das mit alkoholischer HCl-Lösung in das Hydrochlorid übergeführt wurde: 3 g Kristalle (64%), Smp. 259–261° (Alk/Ä). - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 1,28 (d, J = 6, H<sub>3</sub>C-C(3)), 2,37 (s, H<sub>3</sub>C-N), 2,55 (m, H-C(3)), 3,50 und 3,80 (AB-System, J = 13, 2H-C(1)), 6,18 (d, J = 6, H-C(4)). - C<sub>18</sub>H<sub>19</sub>N · HCl.

5-(4-Chlorphenyl)-2,3-dimethyl-2,3-dihydro-1H-2-benzazepin (**14b**). Hydrochlorid Smp. 228–231° (Alk/Ä), 60%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 1,28 (d, J = 6, H<sub>3</sub>C-C(3)), 2,37 (s, H<sub>3</sub>C-N), 2,55 (m, H-C(3)), 3,51 und 3,81 (AB-System, J = 13, 2H-C(1)), 6,18 (d, J = 6, H-C(4)). - C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>ClN · HCl.

7-Chlor-2,3-dimethyl-5-phenyl-2,3-dihydro-1H-2-benzazepin (**14c**). Hydrobromid Smp. 251–253° (Alk/Ä), 64%. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 1,3 (d, J = 6, H<sub>3</sub>C-C(3)), 2,37 (s, H<sub>3</sub>C-N), 2,57 (m, H-C(3)), 3,50 und 3,80 (AB-System, J = 13, 2H-C(1)), 6,22 (d, J = 6, H-C(4)). - C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>ClN · HBr.

*1-Äthyl-3-[2-(β-styryl)benzyl]harnstoff (15)*. Zu 14 g **5a** (Base) in 100 ml Bz wurden 4,8 g Äthylisocyanat in 20 ml Bz getropft (exotherme Reaktion). Nach 12 Std. Stehen bei 20° wurde i.V. eingedampft. Der Rückstand gab aus E 15 g Kristalle, Smp. 105-106°. - C<sub>18</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O.

*N-Äthyl-1-methyl-1-phenyl-2-isoindolincarboxamid (16)*. a) 0,5 g **15** wurden mit 10 ml 48proz. HBr-Lösung unter Rühren 10 Min. auf 100° erhitzt. Nach dem Abkühlen wurde mit Äthylenchlorid ausgeschüttelt und nach üblicher Aufarbeitung der organischen Phase wurden aus Hex 0,4 g Kristalle vom Smp. 149-150° erhalten. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 2,00 (s, H<sub>3</sub>C-C(1)), 4,95 (s, 2H-C(3)). - C<sub>18</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O.

b) Nach 15 Min. Erhitzen von **15** mit POCl<sub>3</sub> oder Polyphosphorsäure auf 100° wurden Kristalle vom Smp. 148-150° (Hex) isoliert, die nach Misch-Smp. und NMR. identisch waren mit der oben erhaltenen Verbindung.

c) 1 g **17** wurde in 20 ml 33proz. alkoholischer Äthylaminlösung 48 Std. bei 20° gerührt. Darauf wurde etwas eingengt, die ausgefallenen Kristalle abgenutscht und aus Hex umkristallisiert: 0,5 g Kristalle, Smp. 149-152°, die nach Misch-Smp., IR.- und NMR.-Spektrum identisch waren mit der nach a) erhaltenen Verbindung.

*1-Methyl-1-phenyl-2-isoindolincarboxylchlorid (17)*. 34 g **5a** (HCl-Salz) wurden in 300 ml abs. Toluol suspendiert, mit 320 ml 20proz. Phosgenlösung in Toluol versetzt und 12 Std. bei 50° gerührt. Darauf wurde i.V. auf die Hälfte eingengt, die Lösung mit Kohle geklärt und das Filtrat stark eingengt. Zusatz von PÄ ergab 23 g Kristalle, Smp. 133-135°. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 2,13 (s, H<sub>3</sub>C-C(1)), 5,15 (s, 2H-C(3)). - C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>ClNO.

*1-Methyl-1-phenylisoindolin (18)*. 10 g **17** wurden mit 70 ml Dioxan und 100 ml 2N HCl 12 Std. bei 100° gerührt. Die Lösung wurde i.V. eingedampft. Der Rückstand gab aus Ip/Ä 7,3 g Hydrochlorid, Smp. 202-203°. - NMR. (CDCl<sub>3</sub>): 1,82 (s, H<sub>3</sub>C-C(1)), 2,48 (s, NH), 4,22 (s, 2H-C(3)). - C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>N · HCl.

#### LITERATURVERZEICHNIS

- [1] T. J. Petcher & H. P. Weber, J. chem. Soc. Perkin II, 1976, 1415; A. Jaunin, T. J. Petcher & H. P. Weber, *ibid.* 1977, 186.
- [2] F. Künzle & J. Schmutz, *Helv.* 53, 798 (1970).
- [3] H. Krauch & W. Kunz, «Reaktionen der organischen Chemie», Dr. A. Hüthig Verlag, Heidelberg 1976, S. 268; R. P. Foulds & R. Robinson, J. chem. Soc. 105, 1963 (1914); T. W. J. Taylor & P. M. Hobson, *ibid.* 1936, 181.
- [4] S. Kasperek, «1-, 2-, and 3-Benzazepines», in *Adv. Heterocyclic Chemistry*, Vol. 17, Herausgeber A. R. Katritzky und A. J. Boulton, Academic Press, 1974, S. 45.
- [5] K. Ackerman, D. E. Horning & J. M. Muchowski, *Canad. J. Chemistry* 50, 3886 (1972).
- [6] W. Tochtermann, *Fortschr. chem. Forsch.* 15, 378 (1970).
- [7] K. Freter, E. Dubois & A. Thomas, *J. heterocycl. Chemistry* 7, 159 (1970).