

**Chinazolincarbonsäuren, 10. Mitt. [1]  
Synthese von 1-Methyl-2,4-dioxo-chinazolin-3-yl-essigsäure,  
2,4-Dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäuren,  
2,4-Dioxo-1,3-chinazolindiessigsäuren und deren Estern**

**Manfred Süsse und Siegfried Johné**

Institut für Biochemie der Pflanzen, Akademie der Wissenschaften der DDR,  
DDR-4050 Halle/S., Deutsche Demokratische Republik

(Eingegangen 9. Oktober 1985. Angenommen 29. Oktober 1985)

*Quinazoline Carboxylic Acids, Part X.*

*Synthesis of 1-Methyl-2,4-dioxo-quinazolin-3-yl-acetic Acid, 2,4-Dioxo-quinazolin-1-yl-acetic Acids, 2,4-Dioxo-1,3-quinazolinediacetic Acids and Their Esters*

2,4-Dioxo-quinazolin-1-yl-acetic acid esters (**2**) were prepared by the reaction of either 3,1-benzoxazine-2,4-diones (**1**) with urea in the melt or in solution or of the substituted anthranilic acid ester **4** with potassium cyanate in acid solution. The anthranilamides **5** with trichloromethyl chloroformate (diphosgene) gave also **2**. Alkaline hydrolysis of **2** affords the 2,4-dioxo-quinazolin-1-yl-acetic acids (**3**), which were independently obtained by the sequence **5** → **6** → **7**. 2,4-Dioxo-1,3-quinazolinediacetic acids (**11**) were synthesized from **1** and glycine ester. Reaction of **8** with ethyl chloroformate gave **9** and treatment of the latter with KOH furnished the potassium salt **10**, which was converted to **11** by acids.

Quinazoline-2,4-dione (**12**) with ethyl bromoacetate yielded **13** and with chloroacetonitrile **14**. **13** was hydrolyzed to **11**. **14** could not be converted into **11**.

1-Methyl-3,1-benzoxazine-2,4-dione (**15**) was transformed under similar conditions into 1-methyl-2,4-dioxo-quinazolin-3-yl-acetic acid (**16**).

(*Keywords: Quinazolinylic acids; 3,1-Benzoxazine-2,4-dione; 2-Alkoxy-carbonylmethylamino-benzamides*)

### Einleitung

Über die Darstellung und die biologische Aktivität von 2,4-Dioxo-chinazolin-3-yl-essigsäuren und deren Ester haben wir bereits berichtet [2]. Für die Herstellung von 1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäuren (**3**) und 1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-1,3-chinazolindiessigsäuren (**11**) mußten wir dagegen neue Synthesewege suchen.

Von Verbindungen des Typs **3** ist bisher nur die 1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäure (**3a**) bekannt, die durch Hydrolyse

von 1,2,3,4-Tetrahydro-imidazo[1,2-*a*]chinazolin-2,5-dion erhalten wurde [3].

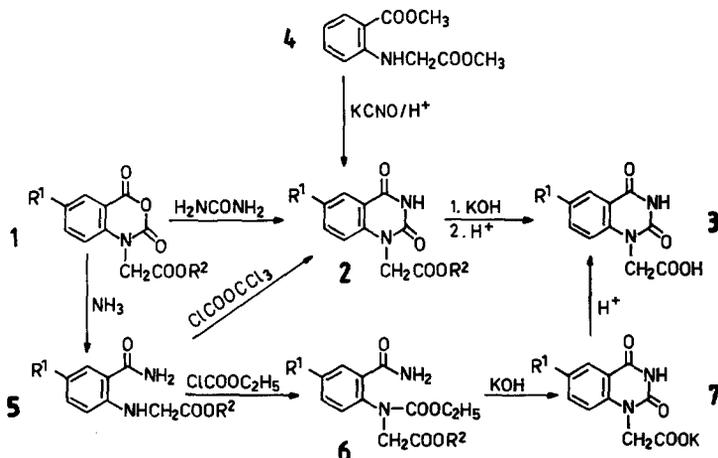
### Ergebnisse und Diskussion

3,1-Benzoxazin-2,4-dion (Isatosäureanhydrid) wurde am Stickstoffatom durch eine Essigsäureestergruppe substituiert und man erhielt die Verbindungen **1** [4]. Wir setzten **1** mit Harnstoff in der Schmelze und in Lösung (*DMF*) um und erhielten die 1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäureester [**2**, Schema 1). Die Ausbeuten in der Schmelze waren mäßig, die in Lösung wesentlich besser. Dies war auch bedingt durch die Aufarbeitung, da sich die Verbindungen **2** aus der Schmelze nur säulenchromatographisch rein erhalten ließen. Außerdem wurde in der Schmelze die Bildung der Verbindungen **5** nachgewiesen, jedoch nicht bei der Reaktion in Lösung. Die Bildung von **5** in der Schmelze läßt sich durch Abspaltung von Ammoniak aus Harnstoff und Reaktion mit **1** erklären. Die Reaktion von **1** mit Ammoniak wurde von uns bereits früher untersucht [6] und führte unter bestimmten Bedingungen nur zu den Verbindungen **5**.

Den unsubstituierten Ester **2a** stellten wir auch — allerdings in geringer Ausbeute — durch Reaktion von 2-Methoxycarbonylmethyl-amino-benzoesäuremethylester (**4**) mit Kaliumcyanat in essigsaurer Lösung her (Schema 1). **2a** ließ sich von **4** sehr gut durch Kristallisation trennen.

Die Ester **2** wurden alkalisch hydrolysiert und ergaben die 1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäuren (**3**, Schema 1). Unter sauren Hydrolysebedingungen stellten wir Zersetzung fest.

Schema 1



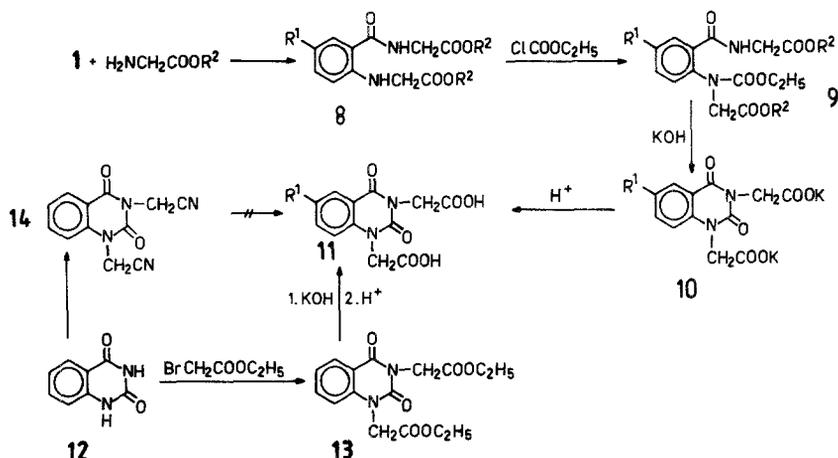
Die Säuren **3** synthetisierten wir auch durch Umsetzung der Benzamide **5** mit Chlorameisensäureestern [7]. Verwendete man den reaktiven Chlorameisensäuretrichlormethylester (Diphosgen), so erhielt man unter Ringschluß auch die Ester **2**.

Die besten Ergebnisse erhielten wir in Dioxan. In Benzen, Chloroform oder Pyridin waren die Ausbeuten sehr gering bzw. **2** war nicht nachweisbar. Mit Chlorameisensäureethylester erhielten wir das entsprechende Amid **6**, das wir als Rohprodukt weiter umsetzten und nicht charakterisierten. Die Reaktion verlief sehr gut, wenn **5** in einem Überschuß an  $\text{ClCOOC}_2\text{H}_5$ , das gleichzeitig Lösungsmittel ist, umgesetzt wurde. Der Überschuß an Chlorameisensäureethylester wurde abdestilliert und kann wiederverwendet werden. Die Reaktion von **5** mit  $\text{ClCOOC}_2\text{H}_5$  in Lösungsmitteln verlief dagegen in wesentlich geringeren Ausbeuten.

Das Amid **6** setzten wir mit Kaliumhydroxid in Ethanol um und erhielten das Kaliumsalz **7**. Es fand gleichzeitig eine Cyclisierung und die Hydrolyse der Estergruppe statt. Aus **7** wurde die Säure **3** freigesetzt (Schema 1).

Die 1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-1,3-chinazolindiessigsäuren (**11**) synthetisierten wir ebenfalls nach zwei verschiedenen Wegen [7] (Schema 2). Ausgehend von **1** erhielten wir durch Reaktion mit Glycineester die Ester **8** unter ähnlichen Bedingungen, wie von uns früher für die Darstellung von 2-Amino-hippursäureestern beschrieben [2]. **8** konnte nur ölig erhalten werden und zersetzte sich nach einiger Zeit; es wurde ebenfalls gleich mit Chlorameisensäureethylester umgesetzt und das Amid **9** erhalten. Ließ man **9** mit Kaliumhydroxid in Ethanol reagieren, so fiel das Dikaliumsalz **10** aus der Reaktionslösung aus. Es fand wiederum

Schema 2

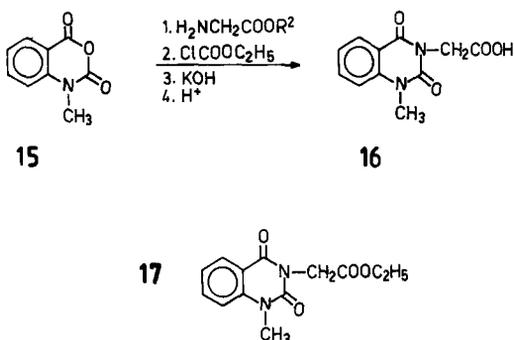


gleichzeitig eine Cyclisierung und die Hydrolyse beider Estergruppen statt. Aus **10** wurden die Säuren **11** (z. B. mit Salzsäure) freigesetzt.

Das unsubstituierte 1,2,3,4-Tetrahydro-chinazolin-2,4-dion (**12**) setzten wir in Gegenwart von Natriumhydrid in *DMSO* mit Bromessigsäureethylester um [8] und erhielten den Diethylester **13** (Schema 2). **13** wurde alkalisch zu **11** hydrolysiert. Unter sauren Hydrolysebedingungen konnte kein **11** gefunden werden. Unter ähnlichen Reaktionsbedingungen (NaH, *DMSO*) setzten wir **12** mit Chloracetonitril zu **14** um (Schema 2).

Der Versuch, **14** durch Hydrolyse in **11** zu überführen, war nicht erfolgreich. Unter den Hydrolysebedingungen fand entweder keine Reaktion statt oder es trat Zersetzung von **14** ein.

Schema 3



Ausgehend von 1-Methyl-3,1-benzoxazin-2,4-dion (**15**) wurde die 1,2,3,4-Tetrahydro-1-methyl-2,4-dioxo-chinazolin-3-yl-essigsäure (**16**) erhalten (Schema 3). Die Umsetzung von **15** mit Glycinmethylester und die nachfolgenden Reaktionen mit Chlorameisensäureethylester und KOH zur Säure **16** erfolgten entsprechend der Vorschrift für die Synthese von **11**. Nur bei einem Reaktionsansatz, den wir wesentlich länger mit Chlorameisensäureethylester unter Rückfluß erhitzt hatten, fanden wir im DC eine weitere Verbindung — allerdings in geringen Mengen. Nach der Isolation erwies sich diese als 1,2,3,4-Tetrahydro-1-methyl-2,4-dioxo-chinazolin-3-yl-essigsäureethylester (**17**), so daß neben einer Cyclisierung auch eine Umesterung stattfand.

### Experimenteller Teil

Allgemeine Angaben siehe Lit. [6].

Die Verbindungen **1** und **15** wurden nach Lit. [4], **12** nach Lit. [9] und **4** nach Lit. [10] hergestellt.

Für die Ausbeuten der im folgenden beschriebenen Umsetzungen und Schmelzpunkte der Produkte siehe Tabelle 1.

Tabelle 1

Verb.	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	Schmp. (°C)	Ausbeute (% d. Th.)	Summenformel	Molmasse
2a	H	CH <sub>3</sub>	264–267	31 (A), 65 (B), 19 (C), 34 (D)	C <sub>11</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	234.21
2b	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	252	28 (A), 62 (B)	C <sub>12</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	248.24
2c	Br	CH <sub>3</sub>	260–265	45 (B)	C <sub>11</sub> H <sub>9</sub> BrN <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	313.11
2d	Cl	CH <sub>3</sub>	265–268	54 (B)	C <sub>11</sub> H <sub>9</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	268.65
3a	H	—	295–297	73 (A) <sup>a</sup> , 37 (B) <sup>b</sup>	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	220.18
3b	Cl	—	316–320	68 (A) <sup>a</sup> , 25 (B) <sup>b</sup>	C <sub>10</sub> H <sub>7</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	254.63
11a	H	—	343–345	53 <sup>c</sup>	C <sub>12</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	278.22
11b	Cl	—	357–360	50 <sup>c</sup>	C <sub>12</sub> H <sub>9</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	312.74
13	—	—	117	57	C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	334.33
14	—	—	195	45	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> N <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	240.22
16	—	—	232–235	21 <sup>d</sup>	C <sub>11</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	234.21
17	—	—	130–132	—	C <sub>13</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	262.26

<sup>a</sup> Bezogen auf 2.<sup>b</sup> Bezogen auf 5.<sup>c</sup> Bezogen auf 1.<sup>d</sup> Bezogen auf 15.

*1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäureester (2)*

Umsetzung von **1** mit Harnstoff.

*Methode A:*

5 mmol **1** werden mit 0.45 g (7.5 mmol) Harnstoff vermischt und innerhalb 15 min auf 180–200 °C erhitzt. Die Schmelze wird noch 20 min bei dieser Temperatur gehalten. Das Rohprodukt wird über 100 g Kieselgel 60 (Merck 0.063–0.2 mm) chromatographiert (Chloroform als Elutionsmittel, dem steigende Mengen an Aceton zugegeben werden) und anschließend aus Ethanol umkristallisiert.

*Methode B:*

5 mmol **1** und 0.45 g (7.5 mmol) Harnstoff werden in 25 ml DMF 5 h unter Rückfluß erhitzt. DMF wird im Vakuum abgezogen und der Rückstand aus Ethanol umkristallisiert.

*Methode C:* Umsetzung von **4** mit Kaliumcyanat.

Zu 0.5 g (2.24 mmol) N-(2-Methoxycarbonyl-phenyl)-glycinmethylester (**4**) in 50 ml Essigsäure werden portionsweise 2 g Kaliumcyanat innerhalb 30 min zugegeben. Danach wird 3 h unter Rückfluß erhitzt, die Essigsäure im Vakuum abdestilliert und der Rückstand aus Methanol umkristallisiert. Schmp. 264–267 °C; Ausbeute: 0.1 g (0.43 mmol) 19% d. Th. an **2 a**.

*Methode D:* Umsetzung von **5** mit Chlorameisensäuretrichlormethylester.

1 g (5 mmol) 2-Methoxycarbonylmethylamino-benzamid (**5**:  $R^1 = \text{H}$ ,  $R^2 = \text{CH}_3$ ) und 0.6 ml (5 mmol) Chlorameisensäuretrichlormethylester (Diphosgen) werden in 50 ml absol. Dioxan 10 h unter Rückfluß erhitzt. Das Dioxan wird im Vakuum abdestilliert, der Rückstand mit Wasser versetzt und mit Ammoniak auf pH 8–9 eingestellt. Es wird abgesaugt, mit Wasser gewaschen und aus Methanol umkristallisiert, Schmp.: 269–271 °C; Ausbeute: 0.4 g (1.7 mmol) 34% d. Th. an **2 a**.

*1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäuremethylester (2 a)*

IR: 3 175, 3 045, 1 745, 1 710–1 690, 1 610.

MS: 234 ( $M^+$ , 48), 202 (23), 175 (48), 132 (100), 105 (9).

$^1\text{H-NMR}$ : 3.94 (s, 3 H,  $\text{CH}_3$ ), 5.14 (s, 2 H,  $\text{CH}_2$ ), 7.38–8.02 (m, 3 H, H-6, H-7, H-8), 8.22 (d, 1 H, H-5), 11.88 (s, 1 H, NH).

*1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäureethylester (2 b)*

IR: 3 180, 3 050, 1 750, 1 720, 1 675, 1 610.

MS: 248 ( $M^+$ , 21), 203 (3), 202 (6), 175 (24), 133 (10), 132 (100), 77 (27).

$^1\text{H-NMR}$ : 1.43 (t, 3 H,  $J = 7$ ,  $\text{CH}_3$ ), 4.40 (q, 2 H,  $J = 7$ ,  $\text{OCH}_2$ ), 5.13 (s, 2 H,  $\text{NCH}_2$ ), 7.38–8.06 (m, 3 H, H-6, H-7, H-8), 8.23 (d, 1 H,  $J = 5$ , H-5), 11.90 (s, 1 H, NH).

*6-Brom-1,2,3,4-tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäuremethylester (2 c)*

IR: 3 185, 3 060, 1 745, 1 705, 1 680, 1 602.

MS: 312 ( $M^+$ , 29), 269 (18), 241 (55), 226 (41), 210 (100), 155 (28), 132 (67), 103 (24).

$^1\text{H-NMR}$  (200 MHz): 3.69 (s, 3 H,  $\text{CH}_3$ ), 4.90 (s, 2 H,  $\text{CH}_2$ ), 7.35 (d, 1 H,  $J = 6$ , H-8), 7.90 (d, 1 H,  $J = 6$ , H-7), 8.06 (s, 1 H, H-5), 11.95 (s, 1 H, NH).

*6-Chlor-1,2,3,4-tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäuremethylester (2d)*

IR: 3 170, 3 040, 1 750, 1 725, 1 670, 1 605.

MS: 268 ( $M^+$ , 64), 236 (32), 209 (65), 166 (100). $^1\text{H-NMR}$  (200 MHz): 3.69 (s, 3 H,  $\text{CH}_3$ ), 4.89 (s, 2 H,  $\text{CH}_2$ ), 7.43—7.92 (m, 3 H, arom. H), 11.90 (s, 1 H, NH).*1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäuren (3)**Methode A:* Hydrolyse von **2**.

Zu einer Lösung von 5 mmol des 1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxochinazolin-1-yl-essigsäureesters (**2**) in 50 ml Methanol gibt man 0.56 g (10 mmol) KOH gelöst in wenig Wasser. Es wird eine h unter Rückfluß erhitzt, abgekühlt und abgesaugt. Das Festprodukt (Kaliumsalz von **3**) wird in wenig Wasser gelöst und mit Salzsäure angesäuert ( $pH$  2). Es wird abgesaugt und aus Methanol/Wasser umkristallisiert.

*Methode B:* Umsetzung von **5** mit  $\text{ClCOOC}_2\text{H}_5$  und KOH.

10 mmol 2-Alkoxy-carbonylmethylamino-benzamid (**5**) und 30 ml Chlorameisensäureethylester werden 3—4 h unter Rückfluß erhitzt. Der Chlorameisensäureester wird im Vakuum abdestilliert und der Rückstand (**6**) in 70 ml absol. Ethanol gelöst. 1.12 g (20 mmol) KOH gelöst in 5 ml Wasser werden zugegeben und 1—2 h unter Rückfluß erhitzt. Das ausgefallene Kaliumsalz **7** wird abgesaugt und in ca. 20 ml Wasser gelöst. Nach Ansäuern mit Salzsäure ( $pH$  2) wird abgesaugt und aus Methanol/Wasser umkristallisiert.

*1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäure (3a)*

IR: 3 195, 3 050, 1 745, 1 702, 1 670, 1 602.

MS: 220 ( $M^+$ , 87), 202 (46), 176 (93), 162 (25), 132 (100), 119 (35), 105 (84). $^1\text{H-NMR}$  (200 MHz): 4.76 (s, 2 H,  $\text{CH}_2$ ), 7.23—7.99 (m, 4 H, arom. H), 11.67 (s, 1 H, NH).*6-Chlor-1,2,3,4-tetrahydro-2,4-dioxo-chinazolin-1-yl-essigsäure (3b)*

IR: 3 200, 3 095 (sh), 3 060, 1 748, 1 720—1 710, 1 680—1 660, 1 615.

MS: 254 ( $M^+$ , 7), 210 (14), 196 (100), 166 (22), 153 (94), 126 (81), 125 (93), 98 (31).*2-Alkoxy-carbonylmethylamino-benzamide (5)*

Die Darstellung erfolgt aus **1** und Ammoniak in *iso*-Propanol nach der in Lit. [6] angegebenen Vorschrift.

*1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-1,3-chinazolindiessigsäureester (11) und 1,2,3,4-Tetrahydro-1-methyl-2,4-dioxo-chinazolin-3-yl-essigsäure (16)*

10 mmol **1** (bzw. **15**), 1.26 g (10 mmol) Glycinmethylesterhydrochlorid und 1.01 g (10 mmol) Triethylamin werden in 60 ml Ethanol bis zur Beendigung der  $\text{CO}_2$ -Entwicklung (30—50 min) gerührt. Gegen Ende wird kurz auf 40—50 °C erwärmt. Das Ethanol wird im Vakuum abdestilliert und der Rückstand (**8**) mit 30 ml Chlorameisensäureethylester 3—4 h unter Rückfluß erhitzt. Der Überschub an Chlorameisensäureester wird im Vakuum abdestilliert und der Rückstand (**9**) in 70 ml absol. Ethanol gelöst. 3.36 g (bzw. 2.24 g) KOH, gelöst in 5 ml Wasser, werden zugegeben und 1 h unter Rückfluß gekocht. Nach Abkühlen wird der

Niederschlag (**10**) abgesaugt und in 20 ml Wasser gelöst. Mit Salzsäure wird angesäuert ( $pH$  2), abgesaugt und **11** (bzw. **16**) aus Methanol/Wasser umkristallisiert.

*1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-1,3-chinazolindiessigsäure (11 a)*

IR: 1 705 (br), 1 655 (br), 1 610.

MS: 278 ( $M^+$ , 5), 234 (7), 216 (7), 190 (22), 160 (10), 132 (100), 77 (28).

$^1H$ -NMR (200 MHz): 4.51 (s, 2 H,  $CH_2$ ), 4.78 (s, 2 H,  $CH_2$ ), 7.22—8.15 (m, 4 H, arom. H).

*6-Chlor-1,2,3,4-tetrahydro-2,4-dioxo-1,3-chinazolindiessigsäure (11 b)*

IR: 1 708, 1 660, 1 605.

MS: 312 ( $M^+$ , 50), 294 (7), 268 (57), 250 (42), 236 (32), 224 (100), 210 (73), 196 (52), 180 (87), 168 (82), 166 (81), 153 (68).

$^1H$ -NMR: 4.81 (s, 2 H,  $CH_2$ ), 4.99 (s, 2 H,  $CH_2$ ), 7.40—8.22 (m, 3 H, arom. H).

*1,2,3,4-Tetrahydro-1-methyl-2,4-dioxo-chinazolin-3-yl-essigsäure (16)*

IR: 1 740, 1 705, 1 680—1 665, 1 610.

MS: 234 ( $M^+$ , 81), 216 (14), 190 (100), 176 (21), 162 (41), 161 (38), 146 (18), 133 (76), 118 (22), 105 (94).

$^1H$ -NMR: 3.80 (s, 3 H,  $CH_3$ ), 4.90 (s, 2 H,  $CH_2$ ), 7.46—8.32 (m, 4 H, arom. H).

*1,2,3,4-Tetrahydro-1-methyl-2,4-dioxo-chinazolin-3-yl-essigsäureethylester (17)*

IR: 1 740, 1 705, 1 660, 1 610.

MS: 262 ( $M^+$ , 50), 248 (5), 217 (13), 216 (25), 190 (26), 189 (100), 188 (8), 161 (16), 159 (14), 132 (21), 105 (23), 104 (20).

$^1H$ -NMR: 1.42 (t, 3 H,  $J = 7$ ,  $CH_2CH_3$ ), 3.74 (s, 3 H,  $NCH_3$ ), 4.37 (q, 2 H,  $J = 7$ ,  $CH_2CH_3$ ), 4.93 (s, 2 H,  $NCH_2$ ), 7.43—8.29 (m, 4 H, arom. H).

*1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-1,3-chinazolindiessigsäureethylester (13)  
und 1,2,3,4-Tetrahydro-2,4-dioxo-1,3-chinazolindiacetonitril (14)*

2.24 g (20 mmol) 1,2,3,4-Tetrahydro-chinazolin-2,4-dion (**12**) und 1.06 g (44 mmol) Natriumhydrid werden in 60 ml absol. *DMSO* bis zur Beendigung der Wasserstoffentwicklung gerührt. Es werden 7.35 g (44 mmol) Bromessigsäureethylester (bzw. 3.32 g Chloracetonitril) zugetropft und nach 2 h wird in Eiswasser gegossen, abgesaugt und aus Chloroform umkristallisiert.

**13:**

IR: 1 752, 1 735, 1 708, 1 660, 1 607.

MS: 334 ( $M^+$ , 18), 289 (7), 288 (15), 261 (21), 133 (10), 132 (100), 105 (3), 77 (13).

$^1H$ -NMR: 1.43 (t, 6 H,  $J = 6$ , 2  $CH_3$ ), 4.37 (q, 2 H,  $J = 6$ ,  $OCH_2$ ), 4.41 (q, 2 H,  $J = 6$ ,  $OCH_2$ ), 4.93 (s, 2 H,  $NCH_2$ ), 5.21 (s, 2 H,  $NCH_2$ ), 7.47—8.35 (m, 4 H, arom. H).

**14:**

IR: 1 725, 1 675, 1 615.

MS: 240 ( $M^+$ , 58), 213 (43), 201 (60), 170 (27), 158 (42), 157 (40), 146 (60), 130 (73), 119 (90), 103 (100).

$^1H$ -NMR: 5.09 (s, 2 H,  $CH_2$ ), 5.34 (s, 2 H,  $CH_2$ ), 7.36—8.34 (m, 4 H, arom. H).

**Literatur**

- [1] IX. Mitt. *Süsse M, Johne S* (1985) *Z Chem* 25: 403
- [2] *Süsse M, Johne S* (1984) *J prakt Chem* 326: 342
- [3] *Doleschall G, Lempert K* (1965) *Acta Chim Sci Hung* 45: 357
- [4] *Hartmann GE, Koletar G, Pfister DR* (1975) *J Heterocycl Chem* 12: 565
- [5] *Süsse M, Johne S, Hillmann B* (1982) *DDR-Pat.* 232 701
- [6] *Süsse M, Johne S* (1986) *Monatsh Chem* 117: 499
- [7] *Süsse M, Johne S* (1982) *DDR-Pat.* 232 702
- [8] *Süsse M, Johne S, Hillmann B* (1982) *DDR-Pat.* 232 269
- [9] *Griess P* (1872) *J prakt Chem* 5: 369
- [10] *DRP* 111 911; *Chem Zentralbl* 1900 II: 650