

DARSTELLUNG VON PHENOLLACTAMEN

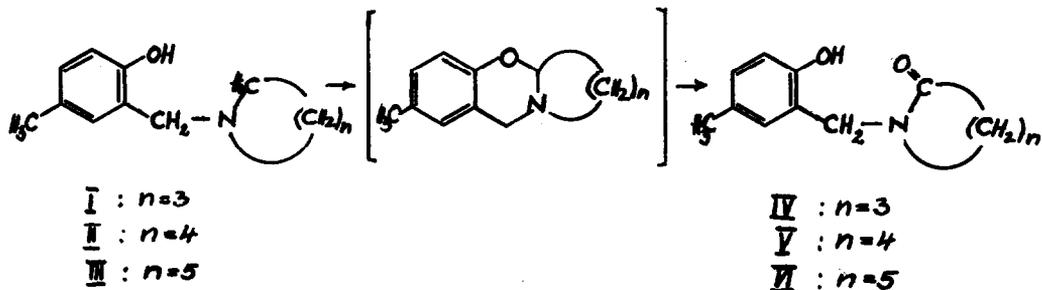
H.Möhrle und P.Gundlach

Pharmazeutisch-chemisches Institut  
der Universität Tübingen

(Received in Germany 14 October 1968; received in UK for publication 16 October 1968)

Bei der Dehydrierung von tertiären Aminen mit Quecksilber(II)-acetat unter Zusatz von Dinatriumäthylendiamintetraacetat war bei Anwesenheit einer alkoholischen Hydroxylgruppe in geeigneter Entfernung und sterischer Stellung eine Nachbargruppenbeteiligung festgestellt worden (1), die zu einer doppelten Dehydrierung unter Ausbildung eines Lactams führte.

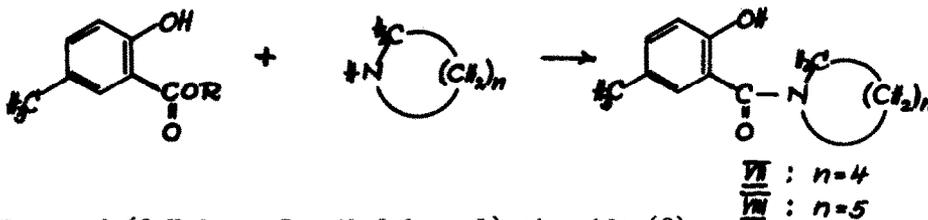
Wir untersuchten daher, ob eine phenolische Funktion die entsprechende intramolekulare Reaktion eingehen kann an den Phenolbasen I - III, die durch Mannich-Reaktion leicht zugänglich sind.



Die Quecksilber(II)-ÄDTA-Dehydrierung zeigt auch hier eine Nachbargruppenbeteiligung, die zu den entsprechenden Lactamen führt, jedoch sind die Ausbeuten durchweg geringer als bei der Dehydrierung von vergleichbaren Aminoalkoholen (2,3,4). IV kann nur noch dünnschichtchromatographisch nachgewiesen werden.

Die Konstitution ergibt sich aus den Elementaranalysen, die befriedigende Werte liefern, und den IR-Spektren. Zum Ausschluß einer evtl. zu diskutierenden tertiären Amid-Struktur wurden VII und VIII dargestellt und mit

V und VI verglichen. Die unterschiedlichen Eigenschaften beweisen schließlich die Konstitution von V und VI.



- V: 1-(2-Hydroxy-5-methyl-benzyl)-piperidon(2)  
 Schmp. 119-120,5° (Methylenchlorid-Äther; Kofler)  
 Mol.-Gew. Ber.: 219,3 Gef.: 211 (CHCl<sub>3</sub>)  
 IR: 1621 cm<sup>-1</sup> (KBr)  
 Ausbeute: 29,8% d.Th. bei 4 Oxyd.-Äquiv.
- VI: 1-(2-Hydroxy-5-methyl-benzyl)-caprolactam  
 Schmp. 106-107° (Äther; Kofler)  
 IR: 1604 cm<sup>-1</sup> (KBr)  
 Ausbeute: 26% d.Th. bei 4 Oxyd.-Äquiv.
- VII: 1-(2-Hydroxy-5-methyl-benzoyl)-piperidin  
 Schmp. 150,5-152° (Äthanol-Äther-Petroläther)  
 IR: 1625 cm<sup>-1</sup> (CHCl<sub>3</sub>)  
 Ausbeute: 16,5% d.Th.
- VIII: 1-(2-Hydroxy-5-methyl-benzoyl)-hexamethylenimin  
 Schmp. 142,5-143° (Äther; Kofler)  
 IR: 1630 cm<sup>-1</sup> (CHCl<sub>3</sub>)  
 Ausbeute: 18,5% d.Th.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds Chemie danken wir für die Unterstützung der Arbeit.

#### Literatur

- (1) H.Möhrle, Arch.Pharmaz. 299, 122 (1966) u. früh. Mitt.
- (2) H.Möhrle, Arch.Pharmaz. 298, 664 (1965)
- (3) H.Möhrle, Arch.Pharmaz. 298, 612 (1965)
- (4) Vortragsreferat H.Möhrle, Angew.Chem. 78, 272 (1966)