

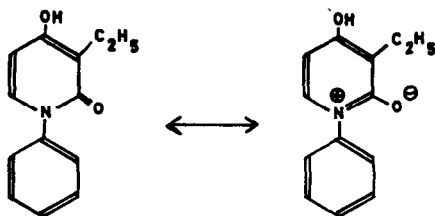
SYNTHESE VON 1-PHENYL-3-ÄTHYL-4-HYDROXY-1H-PYRIDON-(2)

Eberhard Gegner

Forschungslaboratorium der Ravensberg GmbH, Konstanz

(Received in Germany 9 December 1968; received in UK for publication 18 December 1968)

Die Umsetzung von 2.2-Dialkylacetessigsäureamiden mit Ameisensäuremethylester in Toluol bei gleichzeitiger Anwesenheit von Natriumalkoholat (1) führt zu 3.3-Dialkyl-1H.3H-pyridindionen-(2.4). Wir konnten diese Ringschlußreaktion unter weitgehender Modifizierung der Arbeitsbedingungen erstmalig mit einem N-substituierten monoalkylierten Amid, dem 2-Äthylacetessigsäureanilid, durchführen. Das dabei gebildete 1-Phenyl-3-äthyl-4-hydroxy-1H-pyridon-(2), dem als mesomere Grenzformel die angegebene Betainstruktur zuzuordnen ist, war bisher unbekannt.



ARBEITSVORSCHRIFT :

20.5 g (0.1 Mol) 2-Äthylacetessigsäureanilid werden unter leichtem Erwärmen in 200 ml absolutem Toluol gelöst und zu der Suspension von 4.6 g (0.2 Mol) pulverisiertem Natrium in ebenfalls 200 ml absolutem Toluol hinzugefügt. Nacheinander läßt man dann bei etwa 45°C zunächst 12.0 g (0.2 Mol) Ameisensäuremethylester und schließlich noch 6.4 g (0.2 Mol) absoluten Methanol langsam hinzutropfen. Unter ständigem Rühren wird die Temperatur 3 Stunden auf 60°C gehalten. Nach dem Abkühlen gießt man das Reaktionsgemisch in 300 ml Eiswasser und trennt nach Filtration die Phasen. Die wäßrige Schicht wird dann mit Salzsäure auf einen pH-Wert von 3 angesäuert. Den ausfallenden Niederschlag saugt man ab und wäscht ihn mit Wasser, dann mit wenig Äthanol und zuletzt mit reichlich Äther. Nach

Umkristallisieren aus Äthanol/Wasser (5:1) erhält man 11.2 g (Ausbeute 52 %) 1-Phenyl-3-äthyl-4-hydroxy-1H-pyridon-(2) (Fp = 306-309°C). Die Elementaranalyse und das UV-Spektrum in Methanol ($\lambda_{\max} = 293$ nm, $\log \epsilon = 3.79$) bestätigen Zusammensetzung und Struktur (2).

LITERATUR :

1. Brit.Pat. 872 190 (4.2.1960), Hoffmann-La Roche AG.
2. The Chemistry of Heterocyclic Compounds, Vol. 14/III, 686, Interscience Publishers, New York - London - Sydney, 1962