

DC: CH₂Cl₂/MeOH 98:2

¹H-NMR (CDCl₃, TMS, 90 MHz)

δ 0.74-0.98 (m, 4H, CH₂CH₂)

2.94 (m, 1H, NCHCH₂)

3.34 und 3.44 (s, 3H, OCH₃ von Z- und E-Isomer)

7.34 (dd, J_{5,6}=10.4 Hz, J_{5,7}=8.1 Hz, 1H, 5-H oder 8-H)

7.42 (dd, J_{8,7}=10.4 Hz, J_{8,6}=8.1 Hz, 1H, 8-H oder 5-H)

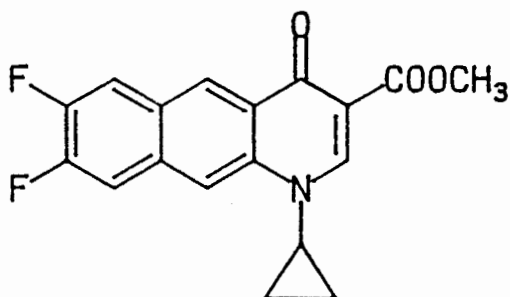
7.45 (s, 1H, 4-H)

7.62 (s, 1H, 1-H)

8.13 (d, J_{NH}=13.7 Hz, 1H, olefin. CH)

9.33 (b, J_{NH}=13.7 Hz, 1H, NH)

1-Cyclopropyl-7,8-difluor-1,4-dihydro-4-oxo-benzo[g]chinolin-3-carbonsäuremethylester (15a)



15a

Unter Erwärmen wurden 1.45 g (3.96 mmol) **36** in 30 ml absol. Dioxan gelöst, mit 0.26 g (5.96 mmol) 55%-ige Natriumhydrid-Dispersion (FLUKA), durch Waschen mit Petrolether vom Öl befreit, versetzt und bei Raumtemperatur gerührt. Nach Abklingen der H₂-Entwicklung wurde 45 Minuten unter Rückfluß erhitzt, das Reaktionsgemisch abgekühlt, auf 50 ml 2N HCl und 50 ml Eis gegossen und einige Zeit gerührt. Der erhaltene Niederschlag wurde abgesaugt, mit Wasser gewaschen und getrocknet: 1.19 g (91.3% d.Th.) hellgelbe Kristalle, welche laut ¹H-NMR aus einem Gemisch von Methylester **37** und

Carbonsäure **38** bestanden. Zur Trennung der beiden Verbindungen wurden 0.6 g des Gemisches unter Rühren in 2N NH_4OH dispergiert und der unlösliche, farblose Rückstand mit Ethylacetat/THF 9:1 extrahiert. Eindampfen der organischen Phase erbrachte 250 mg Ester **37** mit Schmp. 279–281°C. Die wässrige Phase wurde mit Eisessig auf $\text{pH} \approx 6$ angesäuert, der erhaltene Niederschlag mit CHCl_3 /THF 9:1 extrahiert und die organische Phase eingedampft: 140 mg **38** als farblose Kristalle, Schmp. $>300^\circ\text{C}$.

DC: $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{MeOH}$ 95:5

$^1\text{H-NMR}$ (DMSO-d_6 , TMS, 90 MHz)

δ 1.06–1.46 (m, 4H, CH_2CH_2)

3.66–3.80 (m, 1H, NCHCH_2)

3.73 (s, 3H, OCH_3)

8.02 (dd, $J_{9,8}=10.4$ Hz, $J_{9,7}=8.1$ Hz, 1H, 9-H oder 6-H)

8.04 (dd, $J_{6,7}=10.4$ Hz, $J_{6,8}=8.1$ Hz, 1H, 6-H oder 9-H)

8.39 (s, 2H) und 8.58 (s, 1H) (2-H, 5-H und 10-H)