

Patentansprüche:

Verfahren zur Herstellung von Furylpyranderivaten der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest und R¹ für einen Fur-2-yl- oder Furfurylaminorest stehen, gekennzeichnet dadurch, daß Furoylacetonitril mit Keten-S,S-acetalen der allgemeinen Formel I, in der R und R¹ die obige Bedeutung besitzen, in Gegenwart einer Base umgesetzt werden.

Hierzu 1 Seite Formeln

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 4-Alkylthio-2-imino-6-(fur-2-yl)-3-(fur-2-yl)- bzw. furfurylamino-carbonyl-2H-pyran-5-carbonitrilen. Diese Furylpyranderivate können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden. Sie sind insbesondere geeignet zur Darstellung weiterer Pyran- und Pyridinderivate.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

4-Alkylthio-2-imino-6-(fur-2-yl)-3-(fur-2-yl)- bzw. furfurylamino-carbonyl-2H-pyran-5-carbonitrile sind bisher noch nicht bekannt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Entwicklung eines Verfahrens für die Herstellung neuer pharmazeutischer Wirkstoffe.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, auf der Basis des Furoylacetonitrils eine Synthese von 4-Alkylthio-2-imino-6-(fur-2-yl)-3-(fur-2-yl)- bzw. furfurylamino-carbonyl-2H-pyran-5-carbonitrilen zu ermöglichen.

Erfindungsgemäß können die Furylpyranderivate der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest und R¹ für einen Fur-2-yl- oder Furfurylaminorest stehen, durch Umsetzung des Furoylacetonitrils mit Keten-S,S-acetalen der allgemeinen Formel I, in der R und R¹ die obige Bedeutung besitzen, in Gegenwart einer Base hergestellt werden.

Die Umsetzungen des Furoylacetonitrils mit den Keten-S,S-acetalen I werden in aprotischen Lösungsmitteln, vorzugsweise in Dimethylformamid, im Molverhältnis 1:1 in Gegenwart einer Base, vorzugsweise von Kaliumcarbonat, vorgenommen. Die Reaktionstemperaturen liegen bei den Siedepunkten der verwendeten Lösungsmittel. Die Reaktionszeiten betragen nur wenige Minuten.

Nach dem Abkühlen der Reaktionsmischungen auf Raumtemperatur versetzt man diese mit Wasser und säuert mit verdünnten Mineralsäuren an. Die erhaltenen Niederschläge werden abfiltriert, mit Wasser gewaschen und aus organischen Lösungsmitteln umkristallisiert.

Ausführungsbeispiele**Ausführungsbeispiel 1**

2-Imino-6-(fur-2-yl)-3-furfurylamino-carbonyl-4-methylthio-2H-pyran-4-carbonitril

Eine Mischung von 0,01 mol Furoylacetonitril, 0,01 mol N-Furfuryl-2-cyano-3,3-bis(methylthio)acrylamid, 2 g Kaliumcarbonat und 10 ml Dimethylformamid wird 2 Minuten unter Rückfluß erhitzt. Man läßt die Reaktionsmischung auf 20°C abkühlen, versetzt diese unter Umrühren mit 50 ml Wasser und säuert mit halbkonzentrierter Salzsäure an. Der Niederschlag wird abfiltriert, mit Wasser gewaschen und aus Dimethylformamid/Wasser umkristallisiert.

Ausb.: 56% d. Th. Schmp.: 173–175°C
 C₁₇H₁₃N₃O₄S (355,4) Ber. C 57,46; H 3,67; N 11,83; S 9,01
 Gef. C 57,40; H 3,51; N 11,97; S 8,99

IR (KBr): NH 3160, CN 2240, C=O 1660 cm⁻¹.

Ausführungsbeispiel 2

2-Imino-3-(fur-2-yl)-6-(fur-2-yl)-4-methylthio-2H-pyran-4-carbonitril

0,01 mol Furoylacetonitril und 0,01 mol 2-(Fur-2-yl)-3,3-bis(methylthio)acrylnitril werden umgesetzt, wie unter Ausführungsbeispiel 1 beschrieben. Der erhaltene und gewaschene Niederschlag wird aus Dimethylformamid/Ethanol umkristallisiert.

Ausb.: 28% d. Th. Schmp.: 234–235°C
 C₁₈H₁₆N₂O₄S (326,3) Ber. C 58,90; H 3,09; N 8,59; S 9,83
 Gef. C 59,00; H 3,20; N 8,14; S 9,57

IR (KBr): NH 3400, CN 2250, CO 1670 cm⁻¹.

