



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 241 904 A1

4(51) C 07 D 277/14

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 07 D / 281 989 4

(22) 23.10.85

(44) 07.01.87

(71) Wilhelm-Pieck-Universität Rostock, Direktorat für Forschung, 2500 Rostock 1, Schwaansche Straße 2, DD
 (72) Peseke, Klaus, Doz. Dr. sc., DD; Castanedo Cancio, Nilo, Dr. rer. nat., CU; Lozada Gomez, Jose, A., Dipl.-Chem., CU

(54) Verfahren zur Herstellung von Thiazolidinonderivaten

(57) Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung von 3-Alkyl- oder Aryl-5,5-dichlor-4-oxo-thiazolidin-2-yliden-cyanessigsäureestern zu entwickeln. Die Thiazolidinonderivate der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest und R¹ für einen Alkylrest, einen gegebenenfalls halogen-, alkyl- oder alkoxy-substituierten Phenylrest oder einen Hetarylrest stehen, können durch Umsetzung der Thiazolidinonderivate der allgemeinen Formel I, in der R und R¹ die obige Bedeutung besitzen, mit Sulfurylchlorid hergestellt werden. Diese Thiazolidinonderivate können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden. Sie sind insbesondere geeignet zur Herstellung potentiell biologisch-aktiver Verbindungen.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Herstellung von Thiazolidinderivaten der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest und R¹ für einen Alkylrest, einen gegebenenfalls halogen-, alkyl- oder alkoxy-substituierten Phenylrest oder einen Hetarylrest stehen, **gekennzeichnet dadurch**, daß Thiazolidinderivate der allgemeinen Formel I, in der R und R¹ die obige Bedeutung besitzen, mit Sulfurylchlorid umgesetzt werden.

Hierzu 1 Seite Formeln

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 3-Alkyl- oder Aryl-5,5-dichlor-4-oxo-thiazolidin-2-yliden-cyanessigsäureestern.

Diese Thiazolidinonderivate können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden. Sie sind insbesondere geeignet zur Herstellung potentiell biologischaktiver Verbindungen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

3-Alkyl- oder Aryl-5,5-dichlor-4-oxo-thiazolidin-2-yliden-cyanessigsäureester sind bisher noch nicht bekannt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung dieser Thiazolidinonderivate zu entwickeln.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Thiazolidinonderivate der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest und R¹ für einen Alkylrest, einen gegebenenfalls halogen-, alkyl- oder alkoxy-substituierten Phenylrest oder einen Hetarylrest stehen, können durch Umsetzung der Thiazolidinonderivate der allgemeinen Formel I, in der R und R¹ die obige Bedeutung besitzen, mit Sulfurylchlorid hergestellt werden.

Die Umsetzungen werden in einem organischen Lösungsmittel, vorzugsweise in Chloroform, durchgeführt. Die Reaktionstemperaturen reichen von 0 bis 40°C. Die Reaktionszeiten betragen in Abhängigkeit von den Reaktionstemperaturen 24 bis 48 Stunden. Es ist zweckmäßig, den Reaktionsmischungen geringe Mengen an Azobisisobutyronitril zuzusetzen. Das Aufarbeiten der erhaltenen Reaktionsmischungen erfolgt durch Behandeln mit einer Lösung von Natriumbicarbonat. Nach dem Waschen mit Wasser und Trocknen werden die Lösungen eingeeengt und die Rückstände zur weiteren Reinigung aus Alkoholen umkristallisiert.

Ausführungsbeispiele

Ausführungsbeispiel 1

5,5-Dichlor-4-oxo-3-phenyl-thiazolidin-2-yliden-cyanessigsäure-ethylester
Man löst nacheinander 0,01 mol 4-Oxo-3-phenyl-thiazolidin-2-yliden-cyanessigsäure-ethylester, 0,05 mol Sulfurylchlorid und ca. 50 mg Azobisisobutyronitril in 25 ml absolutem Chloroform und läßt die Lösung 40 Stunden bei 25°C stehen. Die Reaktionsmischung wird danach mit 50 ml Chloroform verdünnt und nacheinander dreimal mit je 100 ml einer 5%igen Lösung von Natriumhydrogencarbonat und dreimal mit je 100 ml Wasser ausgeschüttelt. Man trocknet die Lösung mit Natriumsulfat und engt sie zur Trockene ein. Der kristalline Rückstand wird ohne längeres Erhitzen aus Ethanol umkristallisiert.

Ausb.: 81 % d. Th.

Schmp.: 193–195°C

Ausführungsbeispiel 2

5,5-Dichlor-4-oxo-3-(p-tolyl)-thiazolidin-2-yliden-cyanessigsäure-ethylester
0,01 mol 4-Oxo-3-(p-tolyl)-thiazolidin-2-yliden-cyanessigsäure-ethylester und 0,05 mol Sulfurylchlorid werden umgesetzt, wie unter Ausführungsbeispiel 1 beschrieben.

Ausb.: 90 % d. Th.

Schmp.: 174–176°C

Ausführungsbeispiel 3

5,5-Dichlor-3-(p-methoxy-phenyl)-4-oxo-thiazolidin-2-yliden-cyanessigsäure-ethylester
0,01 mol 3-(p-Methoxy-phenyl)-4-oxo-thiazolidin-2-yliden-cyanessigsäure-ethylester und 0,05 mol Sulfurylchlorid werden umgesetzt, wie unter Ausführungsbeispiel 1 beschrieben.

Ausb.: 80 % d. Th.

Schmp.: 182–186°C

