



PATENTCHRIFT 144 775

Wirtschaftspatent

Ertelt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int.Cl.³

(11) 144 775

(44) 05.11.80

3(51) C 07 D 487/04

(21) WP C 07 D / 214 126 (22) 05.07.79

(71) siehe (72)

(72) Peseke, Klaus, Dr.sc.nat.; Blaesche, Jutta, Dipl.-Chem., DD

(73) siehe (72)

(74) Wilhelm-Pieck-Universität Rostock, Direktorat für Forschung,
Büro für Schutzrechte, 2500 Rostock 1, Universitätsplatz 1

(54) Verfahren zur Herstellung von Pyrazolo[1,2-a]pyrazolen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Pyrazolo[1,2-a]pyrazolen. Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung von 7-Amino-3-aryl-1-oxo-5-thioxo-5H,1,2-dihydro-pyrazolo[1,2-a]pyrazol-6-carbonsäureestern zu entwickeln. Die Pyrazolo[1,2-a]pyrazole der allgemeinen Formel III, in der R für einen Alkylrest und R¹ für ein Wasserstoffatom oder eine Alkoxygruppe stehen, können durch Umsetzung der Dithietane der allgemeinen Formel I, in der R wie oben definiert ist, mit Zimtsäurehydraziden der allgemeinen Formel II, in der R¹ die obige Bedeutung besitzt, hergestellt werden. Die Pyrazolo[1,2-a]pyrazole der allgemeinen Formel III können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden.
- Formeln I bis III -



Verfahren zur Herstellung von Pyrazolo [1,2-a]pyrazolen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 7-Amino-3-aryl-1-oxo-5-thioxo-5H,1,2-dihydro-pyrazolo [1,2-a]pyrazol-6-carbonsäureestern.

Diese Pyrazolo [1,2-a]pyrazole können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

7-Amino-3-aryl-1-oxo-5-thioxo-5H,1,2-dihydro-pyrazolo [1,2-a]pyrazol-6-carbonsäureester sind bisher noch nicht bekannt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung dieser Pyrazolo [1,2-a]pyrazole zu entwickeln.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Pyrazolo [1,2-a]pyrazole der allgemeinen Formel III, in der R für einen Alkylrest und R¹ für ein Wasserstoffatom oder eine Alkoxygruppe stehen, können durch Umsetzung der Dithietane der allgemeinen Formel I, in der R wie oben definiert ist, mit Zimtsäurehydraziden der allgemeinen Formel II, in der R¹ die obige Bedeutung besitzt, hergestellt werden.

Die Umsetzungen werden in einem organischen Lösungsmittel, vorzugsweise in einem Alkohol-Chloroform-Gemisch unter Erhitzen durchgeführt. Die Dithietane I und die Zimtsäurehydrazide II werden im Molverhältnis 1:2 umgesetzt. Die
5 Reaktionstemperaturen liegen zwischen 20° und 100°C, die Reaktionszeiten zwischen 5 Minuten und 5 Stunden. Nach Beendigung der Reaktion läßt man abkühlen und filtriert das ausgefallene Reaktionsprodukt ab. Gegebenenfalls ist Einengen im Vakuum erforderlich. Die Reinigung der Reaktions-
10 produkte erfolgt durch Umkristallisation.

Ausführungsbeispiel

7-Amino-3-(p-methoxyphenyl)-1-oxo-5-thioxo-5H,1,2-dihydro-pyrazolo [1,2-a]pyrazol-6-carbonsäure-ethylester

0,01 Mol p-Methoxyzimtsäurehydrazid und 0,005 Mol 2,4-
15 Bis-(cyano-ethoxycarbonyl-methylen)-1,3-dithietan werden 15 Minuten unter Rückfluß in einem Gemisch von 5 ml Ethanol und 5 ml Chloroform erhitzt. Man läßt auf 20°C abkühlen, filtriert ab, wäscht mit Ethanol und gewinnt durch Einengen der Mutterlauge im Vakuum weiteres Produkt. Das Rohprodukt
20 wird aus Ethanol umkristallisiert.

Ausbeute: 92% d.Th.

Schmelzpunkt: 159-160°C

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung von Pyrazolo [1,2-a]pyrazolen der allgemeinen Formel III, in der R für einen Alkylrest und R¹ für ein Wasserstoffatom oder eine Alkoxygruppe stehen, gekennzeichnet dadurch, daß Dithietane der allgemeinen Formel I, in der R wie oben definiert ist, mit Zimtsäurehydraziden der allgemeinen Formel II, in der R¹ die obige Bedeutung besitzt, umgesetzt werden.

5

Hierzu 1 Seiten Formeln

