

Johannes Reisch

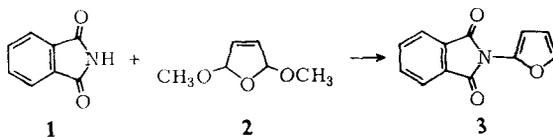
## Notiz über eine einfache Synthese für das *N*-[Furyl-(2)]-phthalimid

Aus dem Institut für Pharmazeutische Chemie der Universität Münster/Westf.

(Eingegangen am 13. November 1970)

Zur Darstellung der *N*-Acyl-Derivate des 2-Amino-furans ist bisher fast ausschließlich der Curtiusche Abbau des Furan-carbonsäure-(2)-azids herangezogen worden<sup>1)</sup>. Das Fehlen einer einfachen präparativen Methode zur Synthese dieser Verbindungen mag die Ursache dafür gewesen sein, daß Angaben über die Chemie und biologische Wirksamkeit des 2-Amino-furans in der Literatur weitgehend fehlen (siehe u. a. 1. c.<sup>2,3)</sup>).

Wie nun gefunden wurde, läßt sich *N*-[Furyl-(2)]-phthalimid — unter noch nicht optimalen Reaktionsbedingungen — durch 25stdg. Erhitzen von 2.5-Dimethoxy-2.5-dihydro-furan und Phthalimid in ca. 30proz. Ausbeute gewinnen.



Neben dem IR-Spektrum (1735  $\text{cm}^{-1}$  ( $\text{C}=\text{O}$ ) und 880/ $\text{cm}^{-1}$  (Furan)) beweist das NMR-Spektrum von **3** die angegebene Struktur. Die drei Furan-Protonen erscheinen als ABX-System bei  $\delta = 6.45$  (3-H), 6.55 (4-H) und 7.45 (5-H). Das Signal von 3-H ist also erwartungsgemäß durch den Einfluß des Phthalimido-Restes nach höherem Feld verschoben. Die Kopplungskonstanten betragen  $J_{3,4} = 3.3$  Hz,  $J_{3,5} = 1$  Hz und  $J_{4,5} = 2$  Hz und entsprechen somit den bei zahlreichen anderen Furanderivaten gemessenen Werten<sup>4,5)</sup>.

Das Massenspektrum von **3** bestätigt die Befunde von *Alpin* und *Jones*<sup>6)</sup>. Auch **3** unterliegt nicht dem früher für *N*-Alkyl- und -Aryl-phthalimide als typisch angesehenen Zerfallsmechanismus, der nach Sauerstofftransfer zum  $\text{CO}_2$ -Verlust führt<sup>7,8)</sup>. Im Hauptabbauweg zerfällt **3** ( $\text{M}^+ = 48\%$ ) unter Eliminierung von Furylisocyanat zum intensivsten Ion MZ 104. Weitere Abspaltung von CO ergibt das Ion MZ 76 (50%) und von Acetylen das Ion MZ 50 (20%)

- 1) R. R. Burtner, J. Amer. chem. Soc. **56**, 666 (1934); R. Kuhn und G. Krüger, Chem. Ber. **89**, 1473 (1956).
- 2) Heterocyclic Compounds, herausgegeben v. R. C. Elderfield, Vol. 1, S. 119, John Wiley & Sons, Inc. 1950.
- 3) Advances in Heterocyclic Chemistry, herausgegeben v. A. R. Katritzky und A. J. Boulton, Vol. 7, S. 378, Academic Press, London 1966.
- 4) R. J. Abraham und H. J. Bernstein, Canad. J. Chem. **39**, 905 (1961).
- 5) H. Suhr, Anwendung der kernmagnetischen Resonanz in der Organischen Chemie, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg 1965.
- 6) R. T. Alpin und J. H. Jones, Chem. Commun. **1967**, 261.
- 7) R. A. W. Johnstone, B. J. Millard und D. S. Millington, Chem. Commun. **1966**, 600.
- 8) J. L. Cotter und L. A. Dine-Hart, Chem. Commun. **1966**, 809.

Aus *o*-Benzoessäuresulfimid entsteht mit **2** unter den gleichen Bedingungen hauptsächlich 2-Methyl-saccharin; dagegen lassen sich z. B. Barbiturate mit dieser Methode in die entsprechenden *N*-Furyl-Derivate überführen. Ausführliche Angaben hierüber, sowie über weitere Anwendungsbeispiele dieser Reaktion sollen zu einem späteren Zeitpunkt erfolgen.

Dem *Fonds der Chemischen Industrie* danke ich für Sachbeihilfen.

### Beschreibung der Versuche

*N*-[Furyl-(2)]-phthalimid (**3**): 14.7 g (0.1 Mol) *Phthalimid* (**1**) und 15.6 g (0.12 Mol) 2.5-Dimethoxy-2.5-dihydro-furan (**2**)<sup>9)</sup> werden in einem Kolben mit absteigendem Kühler in 5 Stdn. langsam von 150 auf 230° erhitzt. Nach Zugabe von weiteren 4 g (ca. 0.3 Mol) **2** wird noch 20 Stdn. bei dieser Temperatur belassen. Das Reaktionsgut wird in Chloroform aufgenommen und säulenchromatographisch aufgetrennt (Sorptionsmittel: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> W 2000 basic Woelm Eschwege, Elutionsmittel: CHCl<sub>3</sub>). Ausb. ca. 30% **3**. Schmp. 185–187° (unkorr.) (Äther, subl. ab ca. 170°). *R<sub>F</sub>* 0.4 (DC-Fertigplatten Woelm Kieselgel F 254/366; CHCl<sub>3</sub>).

C<sub>12</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>3</sub> (213.2) Ber. C 67.60 H 3.31 N 6.57 Gef. C 66.97 H 3.42 N 6.58

NMR-Spektrum: Varian A 60, CDCl<sub>3</sub>, TMS innerer Standard.

MS: Hitachi-Perkin-Elmer, 90°, 70 eV, Direkteinlaß.

<sup>9)</sup> Bezogen von der EGA-CHEMIE KG, Steinheim a. A.