Arch. Pharm. (Weinheim) *318*, 181–182 (1985)

Zweifach pyrimidin- und pyrazolanellierte Benzodipyrandione

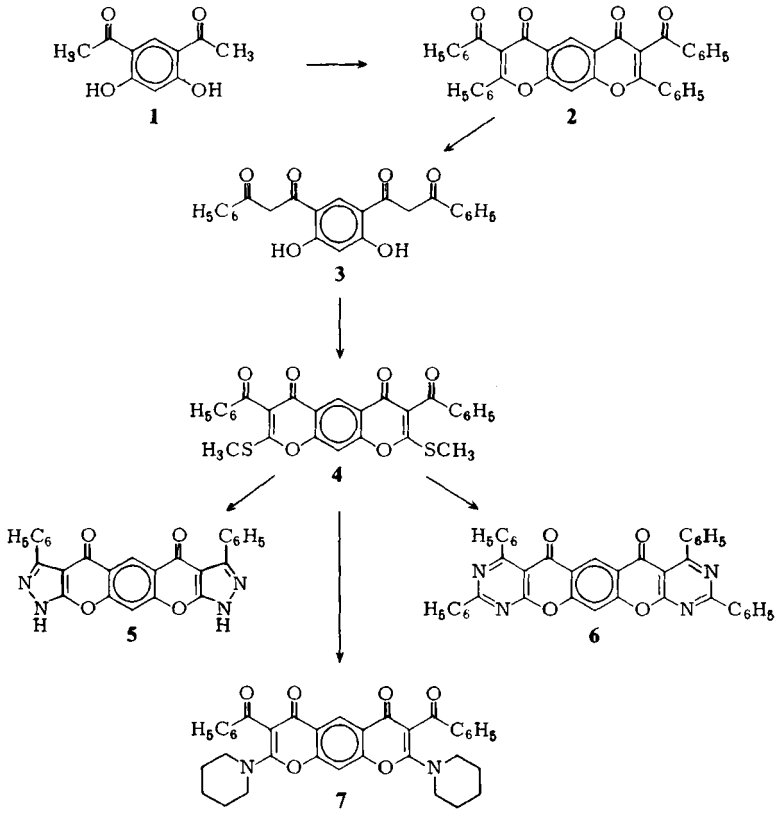
Benzodipyrandiones double fused with Pyrimidine and Pyrazole

Fritz Eiden* und Gerd Rademacher

Institut für Pharmazie und Lebensmittelchemie der Universität München, Sophienstraße 10, 8000 München 2

Eingegangen am 15. Oktober 1984

Das nach dem *Kostanecki*-Verfahren[2] aus dem Diacetylresorcin **1** darstellbare Benzodipyrandion **2** läßt sich zum Tetraketon **3** hydrolysieren[3]. Dieses reagierte mit CS_2/KOH/DMS unter Bildung des 2,8-Bisdimethylthiobenzodipyrandions **4**, das sich mit Piperidin zum Diamino-benzodipyranon **7** umsetzte; mit Hydrazin bzw. Benzamidin entstanden die Pentacyclen **5** bzw. **6**. **5**, **6** und **7** sind in den üblichen Lösungsmitteln schwer löslich.



0365-6233/85/0202-0181 $ 02.50/0

© VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim 1985

Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die finanzielle Unterstützung unserer Arbeit.

Experimenteller Teil

3,7-Dibenzoyl-2,8-bis-(dimethylthio)-benzo[1,2-b:5,4-b']dipyran-4,6-dion **(4)**

Aus 1.0 g (2.5 mmol) **3**[3] nach unter Lit.[4] angegebenem Verfahren. Der Niederschlag wurde durch Erhitzen in Aceton gereinigt. Farblose Kristalle, Schmp. 300°, Ausb. 0.4 g (30 %). $C_{28}H_{18}O_6S_2$ (514.6) Ber. C 65.4 H 3.53 S 12.5; Gef. C 65.0 H 3.73 S 12.3 Mol.-Masse 514 (ms). – IR(KBr): 1650–1620 cm^{-1}. – ^{1}H-NMR(d_6-DMSO): δ (ppm) = 2.73 (s,6H), 7.37–8.0 (m,10H), 8.2 und 8.61 (2s,je 1H).

3,7-Diphenyl-benzo[1,2-b:5,4-b']di-(pyrano[2,3-c]pyrazol)-4,6-dion **(5)**

0.1 g (0.2 mmol) **4** wurden in 5 ml DMSO auf 70° erwärmt und mit 3 Tr. Hydrazinhydrat versetzt. Nach 10 min wurde mit 20 ml Wasser versetzt und der Niederschlag mit warmem Aceton gewaschen. Farblose Kristalle, Schmp. 230° (Zers.), Ausb. 1.06 g (71 %). $C_{26}H_{14}N_4O_4$ (446.4) Mol.-Masse 446 (ms). – IR(KBr): 1650 cm^{-1}. – ^{1}H-NMR(d_6-DMSO): δ (ppm) = 6.7–8.92 (m,12H,aromat.)

4,8-Diphenyl-benzo[1,2-b:5,4-b']di-(pyrano[2,3-d]pyrimidin)-5,7-dion **(6)**

0.1 g (0.2 mmol) **4** wurden in 10 ml Aceton mit 0.1 g (0.8 mmol) Benzamidin 6 h rückfließend erhitzt. Danach wurde mit 2N-HCl angesäuert und der Niederschlag mit warmem Aceton gewaschen. Gelbe Kristalle, Schmp. 300°, Ausb. 0.06 g (50 %). $C_{40}H_{22}N_4O_4$ (622.6) Mol.-Masse 622 (ms). – IR(KBr): 1660 cm^{-1}. – ^{1}H-NMR(d_6-DMSO): δ (ppm) = 7.07–8.67 (m,22H,aromat.).

3,7-Dibenzoyl-2,8-dipiperidino-benzo[1,2-b:5,4-b']dipyran-4,6-dion **(7)**

0.1 g (0.2 mmol) **4** wurden in 5 ml DMSO auf 70° erwärmt und mit 0.1 g (1 mmol) Piperidin versetzt. Nach 5 min wurde unter Rühren mit 2 ml Essigsäure und 10 ml Wasser versetzt und der Niederschlag mit heißem Wasser und Ethanol gewaschen. Gelbe Kristalle, Schmp. 145°, Ausb. 0.05 g (45 %). $C_{36}H_{32}N_2O_6$ (588.7) Ber. C 73.4 H 5.48 N 4.8; Gef. C 73.2 H 5.45 N 4.8 Mol.-Masse 588 (ms). – IR(KBr): 1630 cm^{-1}. – ^{1}H-NMR($CDCl_3$): δ (ppm) = 1.33–1.78 (m,12Hγ, 3.07–3.57 (m,8H), 6.67–8.13 (m,12H,aromat.).

Literatur

1 113. Mitt. über Untersuchungen an Pyran-Derivaten; 112. Mitt. F. Eiden und J. Schünemann, Arch. Pharm. (Weinheim), im Druck.
2 u.a.: St. Wawzonek in Heterocyclic Compounds, Ed. R.C. Elderfield, S. 229, J. Wiley, New York 1951; C.R. Hauser, F.W. Swamer und J.T. Adams, Org. Reactions *8*, 59 (1954).
3 F. Eiden und E.A. Schaumburg, Pharmazie *29*, 165 (1974).
4 F. Eiden und G. Rademacher, Arch. Pharm. (Weinheim) *316*, 34 (1983).

[KPh 325]