



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

1593 31

Int.Cl.³

3(51) C 07 C149/243

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 07 C/ 2211 48

(22) 16.05.80

(44) 02.03.83

- (71) WILHELM-PIECK-UNIVERSITAET ROSTOCK, ROSTOCK 1;DD;
(72) PESEKE, KLAUS, DR.SC,NAT., DD; CASTANEDO CANCIO, NILO, DIPL.-CHEM., CU
(73) siehe (72)
(74) WILHELM-PIECK-UNIVERSITAET ROSTOCK, BFSR, DIREKT. F. FORSCHG., 2500 ROSTOCK 1,
SCHWAANSCHER STR. 2

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON BROMSULFENYLVERBINDUNGEN

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Bromsulfenylverbindungen. Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung von Arylamino-bromsulfenyl-methylencyanessigsäureestern zu entwickeln. Die Bromsulfenylverbindungen der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest und R¹ für einen gegebenenfalls alkyl-, alkoxy- oder halogensubstituierten Phenylrest stehen, können durch Umsetzung der Cyanessigsäureester der allgemeinen Formel I, in der R und R¹ wie oben definiert sind, mit Brom hergestellt werden. Diese Bromsulfenylverbindungen können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden. Sie sind insbesondere geeignet zur Herstellung von Heterocyclen.

Verfahren zur Herstellung von Bromsulfenylverbindungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren für die Herstellung von Arylamino-bromsulfenyl-methylencyanessigsäureestern. Diese Bromsulfenylverbindungen können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden. Sie sind insbesondere geeignet zur Herstellung von Heterocyclen.

10 Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Arylamino-bromsulfenyl-methylencyanessigsäureester sind bisher noch nicht bekannt.

Ziel der Erfindung

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

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Bromsulfenylverbindungen der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest und R¹ für einen gegebenenfalls alkyl-, alkoxy- oder halogensubstituierten Phenylrest stehen, können durch Umsetzung der Cyanessigsäureester der allgemeinen Formel I, in der R und R¹ wie oben

definiert sind, mit Brom hergestellt werden.

Die Umsetzungen werden in einem aprotischen Lösungsmittel, vorzugsweise in Tetrachlorkohlenstoff, durchgeführt. Brom wird im Überschuß eingesetzt. Die Reaktion läuft schon bei Raumtemperaturen außerordentlich schnell ab. Die Reaktionsprodukte fallen aus der Reaktionsmischung aus und werden mit einer gesättigten Natriumsulfitlösung und mit Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen kann eine weitere Reinigung durch Umkristallisation aus Eisessig erfolgen.

Ausführungsbeispiele

Ausführungsbeispiel 1

Anilino-bromsulphenyl-methylencyanessigsäure-ethylester

0,01 mol Anilino-mercapto-methylencyanessigsäure-ethylester wird in 20 ml absolutem Tetrachlorkohlenstoff gelöst. Man fügt unter Umrühren tropfenweise eine Lösung von 0,1 mol Brom in 10 ml absolutem Tetrachlorkohlenstoff hinzu. Das ausgefallene Produkt wird abfiltriert und nacheinander mit einer gesättigten Natriumsulfitlösung und Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen kristallisiert man aus Eisessig um.

Ausbeute: 37% d.Th. Schmelzpunkt: 214-216°C

Ausführungsbeispiel 2

p-Anisidino-bromsulphenyl-methylencyanessigsäure-ethylester

0,01 mol p-Anisidino-mercapto-methylencyanessigsäure-ethylester und 0,1 mol Brom werden umgesetzt, wie unter Ausführungsbeispiel 1 beschrieben.

Ausbeute: 56% d.Th. Schmelzpunkt: 208-210°C

Erfindungsanspruch

- 5 Verfahren zur Herstellung von Bromsulfenylverbindungen der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest und R¹ für einen gegebenenfalls alkyl-, alkoxy- oder halogensubstituierten Phenylrest stehen, gekennzeichnet dadurch, daß Cyanessigsäureester der allgemeinen Formel I, in der R und R¹ wie oben definiert sind, mit Brom umgesetzt werden.

Hierzu 1 Seite Formeln

