DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 277 680 A1

4(51) C 07 D 471/04

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 07 D / 322 647 7	(22)	05.12.88	(44)	11.04.90

(71) Wilhelm-Pieck-Universität Rostock, Universitätsplatz 1, Rostock, 2500, DD
(72) Peseke, Klaus, Doz. Dr. sc.; Heide, Gudrun, Dr. rer. nat., DD

(54) Verfahren zur Herstellung von kondensierten Heterocyclen

(55) Phenalenderivate, Malononitrilderivate, Thioether
(57) Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung von 6,9-Bis(alkylthio)-4,7-dibrom-2,3-dihydro-5,8-diaza-phenalenen zu entwickeln. Erfindungsgemäß können die kondensierten Heterocyclen der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest steht, durch Umsetzung der Cyclohexylidenmalononitrile der allgemeinen Formel I, in der R die obige Bedeutung besitzt, mit Brom hergestellt werden. Diese kondensierten Heterocyclen können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden. Sie eignen sich insbesondere zur Herstellung weiterer substituierter Heterocyclen mit potentiell biologisch-aktiven Eigenschaften.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von kondensierten Heterocyclen der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest steht, **gekennzeichnet dadurch,** daß Cyclohexylidenmalononitrile der allgemeinen Formel I, in der R die obige Bedeutung besitzt, mit Brom umgesetzt werden.

Hierzu 1 Seite Formeln

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 6,9-Bis(alkylthio)-4,7-dibrom-2,3-dihydro-5,8-diaza-phenalenen. Diese kondensierten Heterocyclen können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden. Sie eignen sich insbesondere zur Herstellung weiterer substituierter Heterocyclen mit potentiell biologisch-aktiven Eigenschaften.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

6,9-Bis(alkylthio)-4,7-dibrom-2,3-dihydro-5,8-diaza-phenalene sind bisher noch nicht bekannt.

Ziel der Erfindung

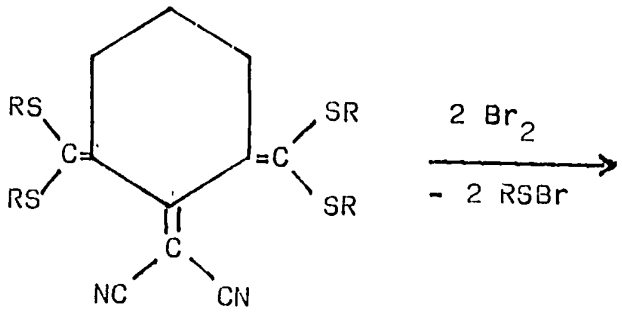
Ziel der Erfindung ist die Entwicklung eines Verfahrens für die Herstellung pharmazeutischer Wirkstoffe.

Darlegung des Wesens der Erfindung

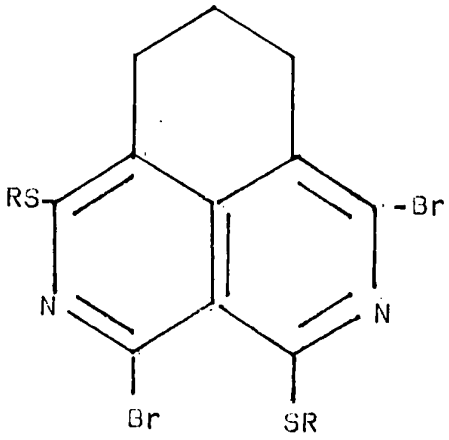
Aufgabe der Erfindung ist es, auf der Basis der Cyclohexylidenmalononitrile ein Verfahren für die Herstellung von 6,9-Bis(alkylthio)-4,7-dibrom-2,3-dihydro-5,8-diaza-phenalenen zu entwickeln.
Erfindungsgemäß können die kondensierten Heterocyclen der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest steht, durch Umsetzung der Cyclohexylidenmalononitrile der allgemeinen Formel I, in der R die obige Bedeutung besitzt, mit Brom hergestellt werden.
Die Umsetzungen werden in organischen Lösungsmitteln, vorzugsweise in Chloroform, vorgenommen. Die Lösungsmittel müssen wasserfrei sein. Es ist zweckmäßig, die 2,6-Bis[bis(alkylthio)-methylen]cyclohexylidenmalononitrile mit Brom im Molverhältnis 1:2 umzusetzen. Die Reaktionstemperaturen liegen um 20°C. Die Reaktionszeiten reichen von 8 bis 24 Stunden. Die Reaktionsmischungen werden zum Aufarbeiten im Vakuum eingeengt. Die Rückstände können aus organischen Lösungsmitteln umkristallisiert werden.

Ausführungsbeispiel 1
4,7-Dibrom-2,3-dihydro-6,9-bis(methylthio)-5,8-diaza-phenalen
Eine Lösung von 0,0025 mol/mol 2,6-Bis[bis(methylthio)methylen]cyclohexylidenmalononitril in 10 ml absolutem Chloroform wird unter Umschütteln mit 0,005 mol/mol Brom versetzt. Man läßt die Lösung 12 Stunden bei 20°C stehen, engt danach im Vakuum ein, nimmt den öligen Rückstand in wenig Ethanol auf, läßt zur Kristallisation stehen, filtriert den Niederschlag ab und kristallisiert diesen aus Ethanol um.
Ausbeute: 50% d. Th. Schmelzpunkt: 200–203°C

Ausführungsbeispiel 2
4,7-Dibrom-2,3-dihydro-6,9-bis(ethylthio)-5,8-diaza-phenalen
0,0025 mol/mol 2,6-Bis[bis(ethylthio)methylen]cyclohexylidenmalononitril und 0,005 mol/mol Brom werden umgesetzt, wie unter Ausführungsbeispiel 1 beschrieben.
Ausbeute: 49% d. Th. Schmelzpunkt: 126–128°C



I



II