

(12) **Wirtschaftspatent**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **277 672 A1**

4(51) C 07 C 149/26

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 07 C / 322 644 4	(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 Bromcyclohexyldenmalononitrilen**

(55) Cyclohexanderivate, Malononitrilderivate, N-Bromsuccinimid, Bromcyclohexane, Thioether

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Bromcyclohexyldenmalononitrilen. Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung von 3-Brom-2,6-bis[bis(alkylthio)methylen]cyclohexyldenmalononitrilen zu entwickeln. Die Bromcyclohexyldenmalononitrile der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest steht, können durch Umsetzung der Cyclohexyldenmalononitrile der allgemeinen Formel I, in der R wie oben definiert ist, mit N-Bromsuccinimid hergestellt werden. Diese Bromcyclohexyldenmalononitrile können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden. Sie eignen sich insbesondere zur Herstellung potentiell biologisch aktiver heterocyclischer Verbindungen.

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von Bromcyclohexylidenmalononitrilen 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 N-Bromsuccinimid umgesetzt werden.

Hierzu 1 Seite Formeln

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 3-Brom-2,6-bis[bis(alkylthio)methylen]cyclohexylidenmalononitrilen. Diese Bromcyclohexylidenmalononitrile können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden. Sie eignen sich insbesondere zur Herstellung potentiell biologisch-aktiver heterocyclischer Verbindungen.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

3-Brom-2,6-bis[bis(alkylthio)methylen]cyclohexylidenmalononitrile sind bisher noch nicht bekannt.

Ziel der Erfindung

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

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, auf der Basis von Cyclohexylidenmalononitrilen eine Synthese der 3-Brom-2,6-bis[bis(alkylthio)methylen]cyclohexylidenmalononitrile zu entwickeln. Erfindungsgemäß können die Bromcyclohexylidenmalononitrile der allgemeinen Formel II, in der R für einen Alkylrest steht, durch Umsetzung der Cyclohexylidenmalononitrile der allgemeinen Formel I, in der R wie oben definiert ist, mit N-Bromsuccinimid hergestellt werden.

Die Umsetzungen werden in organischen Lösungsmitteln, vorzugsweise in Kohlenstofftetrachlorid, durchgeführt. Die Reaktionstemperaturen liegen bei den Siedepunkten der verwendeten Lösungsmittel. In Abhängigkeit von diesen Siedetemperaturen reichen die Reaktionszeiten von 30 Minuten bis zu 4 Stunden. Es ist zweckmäßig, den Reaktionsmischungen etwas α,α' -Azo-bis(isobutyronitril) zuzusetzen. Das Aufarbeiten der Reaktionsmischungen erfolgt durch Abfiltrieren, Einengen der Filtrate und Aufnehmen der erhaltenen Rückstände in organischen Lösungsmitteln.

Ausführungsbeispiel 1

3-Brom-2,6-bis[bis(methylthio)methylen]cyclohexylidenmalononitril

0,0025 mol/mol 2,6-Bis[bis(methylthio)methylen]cyclohexylidenmalononitril werden in 10 ml absolutem Kohlenstofftetrachlorid mit 0,005 mol/mol N-Bromsuccinimid und einer Spatelspitze α,α' -Azo-bis(isobutyronitril) 75 Minuten unter Rückfluß erhitzt. Man läßt auf 20°C abkühlen, filtriert ab, engt das Filtrat ein und löst den öligen Rückstand in heißem Ethanol. Zur Kristallisation läßt man die erhaltene Lösung bei 20°C stehen. Die ausgefallenen Kristalle werden abfiltriert, mit Ethanol gewaschen und aus Ethanol umkristallisiert.

Ausbeute: 97% d. Th.

Schmelzpunkt: 160–163°C

Ausführungsbeispiel 2

3-Brom-2,6-bis[bis(ethylthio)methylen]cyclohexylidenmalononitril

0,01 mol/mol 2,6-Bis[bis(ethylthio)methylen]cyclohexylidenmalononitril wird in 30 ml Kohlenstofftetrachlorid mit 0,02 mol/mol N-Bromsuccinimid umgesetzt, wie unter Ausführungsbeispiel 1 beschrieben.

Ausbeute: 95% d. Th.

Schmelzpunkt: 80–86°C

