ČESKÁ A SLOVENSKÁ FEDERATIVNÍ REPUBLIKA
(19)

FEDERÁLNÍ ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 404

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.[5]
C 07 C 255/58

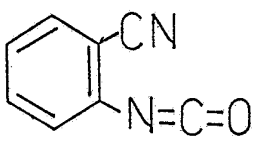
(21) PV 7736-88.W
(22) Přihlášeno 24 11 88

(40) Zveřejněno 12 07 90
(45) Vydáno 03 02 92

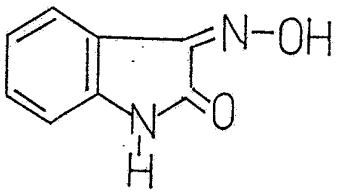
(75) Autor vynálezu PAZDERA PAVEL RNDr.CSc., BRNO,
NOVÁČEK EDUARD RNDr., LIPNÍK NAD BEČVOU

(54) Způsob přípravy 2-isokyanatobenzonitrilu

(57) Řešení se týká způsobu přípravy 2-isokyanatobenzonitrilu vzorce I reakcí isatin-3-oximu vzorce II s thionylchloridem v nadbytku bez přítomnosti rozpouštědla při teplotě 55 až 65 °C. Látka vzorce I je po oddestilování nezreagovaného thionylchloridu překrystalována z cyklohexanu. Látka vzorce I se používá pro syntézu 3-substituovaných 1-(2-kyanfenyl)močovin, které mají pesticidní účinky, nebo se využívají jako meziprodukty pro syntézu substituovaných chinazolinů s aplikací ve farmakologii (antimalarika, sedativa, antipyretika, antifolika) a v zemědělství (pesticidy, stimulátory růstu).

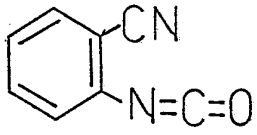


(I)



(II)

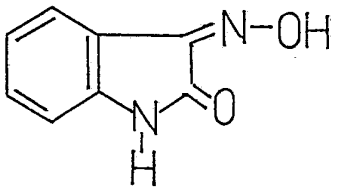
Vynález se týká způsobu přípravy 2-isokyanatobenzonitrilu vzorce I.



(I)

Látka vzorce I byla doposud připravována reakcí isatin-3-oximu s chloridem fosforečným v bezvodém diethyletheru za laboratorní teploty, z reakční směsi byla izolována destilací za vakua ve výtěžku 78 % (Borsche W., Sander W., Chem. Ber. 47, 2815 /1914/), respektive v 50 % výtěžku (Breukink K.W., Verkade P.E., Rec. trav. Chim. 79, 450 /1960/), popřípadě reakcí isatin-3-oximu se směsí chlorid fosforečný-fosforoxychlorid - výtěžek reakce neuveden (Schoeter G., Seidler Ch., J. prakt. Chem. 105, 336).

Předmětem vynálezu je nový způsob přípravy 2-isokyanatobenzonitrilu vzorce I. Bylo nalezeno, že látku vzorce I lze také připravit reakcí isatin-3-oximu vzorce II



(II)

s thionylchloridem v nadbytku bez přítomnosti rozpouštědla při teplotě 55 až 65 °C, látka vzorce I je po odpaření nezreagovaného thionylchloridu přečištěna krystalizací z cyklohexanu.

2-Isokyanatobenzonitril vzorce I se používá pro syntézy 3-substituovaných 1-(2-kyanfenyl)močovin, které mají pesticidní účinky nebo se využívají k syntéze substituovaných chinazolinů s aplikací ve farmakologii (antimalarika, sedativa, antipyretika, antifolika) a v zemědělství (pesticidy, stimulátory růstu).

Příklad

Ve 100 cm^3 thionylchloridu (164 g, 1,38 mol) bylo suspendováno 30 g (0,19 mol) isatin-3-oximu. Suspenze byla zahřáta na teplotu 55 až 65 °C a ponechána reagovat 60 minut.

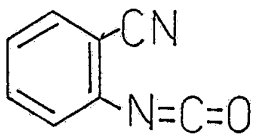
Potom byl nezreagovaný thionylchlorid vakuově oddestilován a olejovitý zbytek překrystalován z cyklohexanu.

Bylo získáno 23 g (94,5 %) 2-isokyanatobenzonitrilu, teplota tání 60 až 61 °C. Bílé krystaly.

IČ spektrum (KBr tableta): $\tilde{\nu}$ (CN) 2 230, $\tilde{\nu}_{as}$ (NCO) 2 290, $\tilde{\nu}_{s}$ (NCO) 1 455, $\tilde{\nu}$ (C=C) 1 600, 1 580, $\tilde{\nu}$ (CH) 3 040, 3 080 cm^{-1}.

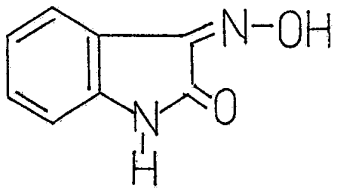
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 2-isokyanatobenzonitrilu vzorce I



(I)

vyznačující se tím, že se ponechá reagovat isatin-3-oxim vzorce II



(II)

s thionylchloridem v nadbytku bez přítomnosti rozpouštědla při teplotě 55 až 65 °C a látka vzorce I je po oddestilování nezreagovaného thionylchloridu překrystalována z cyklohexanu.