

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

264 942

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 157/09

(21) PV 2217-88.Z

(22) Přihlášeno 01 04 88

(40) Zveřejněno 15 12 88

(45) Vydáno 13 06 90

(75)

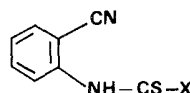
Autor vynálezu

PAZDERA PAVEL RNDr. CSc., ONDŘÁČEK DRAHOSLAV, BRNO

(54)

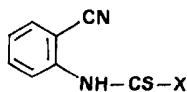
Sekundární amidy N-(2-kyanfenyl)thiokarbamové kyseliny
a způsob jejich výroby

(57) Řešení se týká sekundárních amidů N-(2-kyanfenyl)thiokarbamové kyseliny obecného vzorce I, kde X znamená N-morfolino-, N-piperidino-, N,N-diethylamino-, N,N-di-butylamino-, N,N-bis(2-hydroxyethyl)amino-skupinu, a způsobu jejich výroby reakcí 2-isothiokyanatobenzonitrilu se sekundárním aminem v prostředí dichlormethanu, směsi dichlormethan-petrolether, případně v methanolu za teploty místnosti. Látky obecného vzorce I jsou reagenty pro přípravu derivátů 4H-benzo[d][1,3]thiazinu, využívaných ve farmakologii a v zemědělství.



(I)

Vynález se týká sekundárních amidů N-(2-kyanfenyl)thiokarbamové kyseliny obecného vzorce I,



(I)

kde X znamená N-morfolino-, N-piperidino-, N,N-diethylamino-, N,N-dibutylamino-, N,N-bis(2-hydroxyethyl)aminoskupinu a způsobu jejich výroby reakcí 2-isothiokyanatobenzonitrilu se sekundárními aminy v prostředí dichlormethanu, směsi dichlormethanpetrolether, případně v methanolu za teploty místnosti.

Látky obecného vzorce I a způsob jejich výroby nebyly doposud popsány. Je známo, že příbuzné N-fenylthiokarbamoylamidy lze připravit reakcí fenylisothiokyanátu s primárními i sekundárními aminy v organických rozpouštědlech ve výtěžku 65 až 95 % (Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, svazek IX, 4. vydání, Georg Thieme Verlag Stuttgart 1955, str. 890).

Nyní bylo nalezeno, že reakcí 2-isothiokyanatobenzonitrilu se sekundárními aminy za teploty místnosti v roztoku dichlormethanu, směsi dichlormethan-petrolether, nebo v methanolu lze vyrobit sekundární amidy N-(2-kyanfenyl)thiokarbamové kyseliny obecného vzorce I ve výtěžku 69 až 92 %.

P ř í k l a d 1

K roztoku 9 g (0,056 mol) 2-isothiokyanatobenzonitrilu v 80 cm³ směsi dichlormethan-petrolether (1:1) bylo za teploty místnosti přikapáno 6 g (0,082 mol) diethylaminu. Po dvou hodinách byla reakční směs zahuštěna na poloviční objem, krystaly odsáty, promyty dichlormethanem a petroletherem.

Bílá krystalická látka, teplota tání 103 až 104 °C. Výtěžek diethylamidu N-(2-kyanfenyl)-thiokarbamové kyseliny 9,9 g (74,4 %).

IR spektrum (KBr tableta): $\tilde{\nu}$ (NH) 3 180, $\tilde{\nu}$ (CN) 2 230, $\tilde{\nu}$ (C=C) 1 600, $\tilde{\nu}$ (NHCS) 1 535, 1 240 cm⁻¹.

P ř í k l a d 2

K roztoku 3 g (0,019 mol) 2-isothiokyanatobenzonitrilu v 50 cm³ dichlormethanu bylo přidáno 1,63 g (0,019 mol) morfolinu. Po 4 hodinách byl produkt odsát, promyt dichlormethanem a petroletherem.

Bílá krystalická látka, teplota tání 134 až 135 °C. Výtěžek morfolidu N-(2-kyanfenyl)-thiokarbamové kyseliny 3,8 g (80,9 %). IR spektrum (KBr tableta): $\tilde{\nu}$ (NH) 3 260, $\tilde{\nu}$ (CN) 2 230, $\tilde{\nu}$ (C=C) 1 600, $\tilde{\nu}$ (NHCS) 1 535, 1 220 cm⁻¹.

P ř í k l a d 3

K roztoku 2-isothiokyanatobenzonitrilu (3 g, tj. 0,019 mol) v 50 cm³ dichlormethanu bylo přidáno ekvimolární množství piperidinu (1,6 g). Po 3 hodinách byl produkt odsát, promyt dichlormethanem a petroletherem.

Bílé krystaly, teplota tání 135 až 137 °C. Výtěžek piperididu N-(2-kyanfenyl)thiokarbamové kyseliny 4,0 g (85,8 %). IR spektrum (KBr tableta): $\tilde{\nu}$ (NH) 3 220, $\tilde{\nu}$ (CN) 2 230, $\tilde{\nu}$ (C=C) 1 600, $\tilde{\nu}$ (NHCS) 1 530, 1 240 cm⁻¹.

P ř í k l a d 4

K roztoku 3 g (0,019 mol) 2-isothiokyanatobenzonitrilu v 75 cm³ směsi dichlormethan-petrolether (1:1) bylo přidáno 2,4 g dibutylaminu (0,019 mol). Po dvou hodinách byly krystaly odsáty, promyty dichlormethanem a petroletherem.

Bílá krystalická látka, teplota tání 101 až 103 °C. Výtěžek dibutylamidu N-(2-kyan-fenyl)thiokarbamové kyseliny 5,1 g (92,7 %). IR spektrum (KBr tableta): $\tilde{\nu}$ (NH) 3 300, $\tilde{\nu}$ (CN) 2 230, $\tilde{\nu}$ (C=C) 1 600, $\tilde{\nu}$ (NHCS) 1 530, 1 220 cm⁻¹.

P ř í k l a d 5

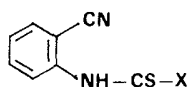
K roztoku diethanolaminu (3,9 g, tj. 0,037 mol) ve 150 cm³ methanolu byl přikapán roztok obsahující 6 g (0,037 mol) 2-isothiokyanatobenzonitrilu ve 30 cm³ methanolu. Po 5 hodinách bylo k roztoku přidáno aktivní uhlí, směs filtrována a rozpouštědlo odpařeno.

Bílé krystaly, teplota tání 96 až 98 °C. Výtěžek bis(2-hydroxyethyl)amidu N-(2-kyan-fenyl)thiokarbamové kyseliny 6,8 g (69,3 %). IR spektrum (KBr tableta): $\tilde{\nu}$ (NH) 3 200, $\tilde{\nu}$ (CN) 2 210, $\tilde{\nu}$ (C=C) 1 610, $\tilde{\nu}$ (NHCS) 1 550, 1 210, $\tilde{\nu}$ (OH) 3 380 cm⁻¹.

Sekundární amidy N-(2-kyanfenyl)thiokarbamové kyseliny jsou reagenty pro přípravu derivátů 4H-benzo[d][1,3]thiazinu využívaných ve farmakologii a v zemědělství.

P Ř E D M Ě T V Y N Ā L E Z U

1. Sekundární amidy N-(2-kyanfenyl)thiokarbamové kyseliny obecného vzorce I,



(I)

kde X znamená N-morfolino-, N-piperidino-, N,N-diethylamino-, N,N-dibutylamino-, N,N-bis-(2-hydroxyethyl)aminoskupinu.

2. Způsob výroby sekundárních amidů N-(2-kyanfenyl)thiokarbamové kyseliny obecného vzorce I dle bodu 1 vyznačený tím, že se ponechá reagovat 2-isothiokyanatobenzonitril se sekundárním aminem obecného vzorce II,



(II)

kde X má v bodě 1 uvedený význam, za teploty místnosti v prostředí dichlormethanu, směsi dichlormethan-petrolether, nebo v methanolu.