



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

266 827

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 333/66

(21) PV 7826-87.Q
(22) Přihlášeno 02 11 87

(40) Zveřejněno 12 05 89
(45) Vydáno 14 12 90

(75)

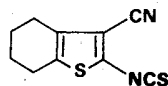
Autor vynálezu

PAZDERA PAVEL RNDr. CSc., BRNO, NOVÁČEK EDUARD RNDr.,
LIPNÍK nad Bečvou

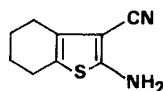
(54)

2-Isothiokyanato-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thiofen a způsob
jeho výroby

(57) Řešení se týká 2-isothiokyanato-3-
-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thiofenu
vzorce I a způsobu jeho výroby reakcí 2-
-amino-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]-
thiofenu vzorce II s thiofosgenem v inert-
ním organickém rozpouštědle v přítomnosti
uhlíčitánu vápenatého nebo hydrogenuhličita-
nu sodného či draselného při teplotě 20 až
25 °C. Látka vzorce I slouží jako mezi-
produkt pro syntézu produktů s herbicidní-
mi účinky a látek využitelných ve farma-
kologii a v zemědělství.

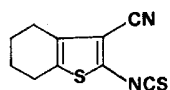


(I)



(II)

Vynález se týká 2-isothiokyanato-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thiofenu vzorce I

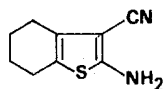


(I)

a způsobu jeho výroby.

Látka vzorce I a způsob její výroby nebyly doposud známy, avšak je známo, že příbuzné arylisothiokyanáty lze připravit reakcí arylaminu s thiofosgenem v přítomnosti vody. Výtěžky reakce se pohybují od 60 do 97 % (Dyson G. M., George H. J., J. Chem. Soc. 125, 1 702 (1924), Dyson G. M., Chem. Ind. 30, 934 (1954), Tietze E., Petersen S., Domagk G., Ber. 86, 314 (1953).

Předmětem vynálezu je nová látka, 2-isothiokyanato-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]-thiophen vzorce I. Bylo nalezeno, že látku vzorce I lze připravit reakcí 2-amino-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydro[b]thiofenu vzorce II



(II)

s thiofosgenem v inertním rozpouštědle v přítomnosti uhličitanu vápenatého nebo hydrogen-uhličitanu sodného či draselného při teplotě 20 až 25 °C.

2-isothiokyanato-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thiophen se používá pro syntézu N'-substituovaných N-/2-(3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thienyl)/thiomocovin, které mají herbicidní účinky nebo se využívají jako prekursory pro syntézu kondenzovaných pyrimidinových heterocyklů využívaných ve farmakologii (sedativa, antitusika, antimalarika, antifolika) a zemědělství (herbicidey, stimulatory růstu).

P ř í k l a d

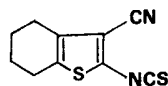
K suspenzi obsahující 50 cm³ dichlormethanu, 28,7 g (0,25 mol) thiofosgenu a 34 g (0,40 mol) jemně rozetřeného hydrogenuhličitanu sodného byla za intenzivního míchání za teploty místnosti po dobu 20 minut přikapávána suspenze obsahující 36,7 g (0,20 mol) 2-amino-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydro[b]thiofenu v 800 cm³ dichlormethanu. Po 60 minutách reakce od počátku přidávání aminové složky byla reakce ukončena, rozpouštědlo a nereagovaný thiofosgen byly odpařeny na rotační vakuové odparce. Produkt byl překrystalován ze směsi benzen-cyklohexan.

Bylo získáno 38,2 g (86,7 %) 2-isothiokyanato-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thiofenu. Žlutá krystalická látka, teplota tání 68 až 70 °C.

IČ spektrum (suspenze v bromoformu): $\tilde{\nu}$ (CN) 2 225, $\tilde{\nu}$ (N=C=S) 2 000, $\tilde{\nu}$ (C=C) 1 565, $\tilde{\nu}$ (CH) 2 850, 2 870, 2 950 cm⁻¹.

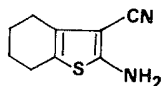
P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. 2-isothiokyanato-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thiophen vzorce I



(I)

2. Způsob výroby 2-isothiokyanato-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thiofenu vzorce I podle bodu 1, vyznačený tím, že se ponechá reagovat 2-amino-3-kyan-4,5,6,7-tetrahydrobenzo[b]thiofen vzorce II



(II)

s thiofosgenem v inertním organickém rozpouštědle v přítomnosti uhličitanu vápenatého nebo hydrogenuhličitanu sodného či draselného při teplotě 20 až 25 °C.