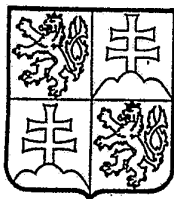


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 403

(21) PV 7735-88.U
(22) Přihlášeno 24 11 88

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

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 C 255/60

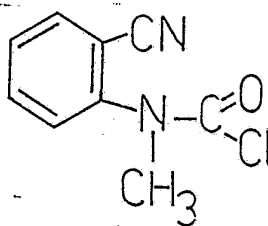
(75) Autor vynálezu

PAZDERA PAVEL RNDr.CSc., BRNO,
NOVÁČEK EDUARD RNDr., LIPNÍK NAD BEČVOU

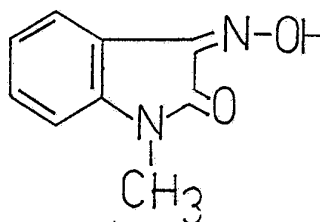
(54)

Způsob přípravy N-methyl-N-(2-kyanfenyl)-
karbamoyl chloridu

(57) Řešení se týká způsobu přípravy N-methyl-N-(2-kyanfenyl)karbamoylchloridu vzorce I reakcí 1-methylisatin-3-oximu vzorce II s thionylchloridem v nadbytku bez přítomnosti rozpouštědla při teplotě 40 až 50 °C. Látka vzorce I je po oddestilování nezareagovaného thionylchloridu překrystalována z cyklohexanu. Látka vzorce I se používá pro syntézu 3-substituovaných 1-methyl-1-(2-kyanfenyl)močovin, které mají pesticidní účinky, nebo se používají jako meziprodukty pro syntézu substituovaných chinazolinů s aplikací ve farmakologii (antimalarika, sedativa, antifolika) a v zemědělství (pesticidy, stimulanty růstu).

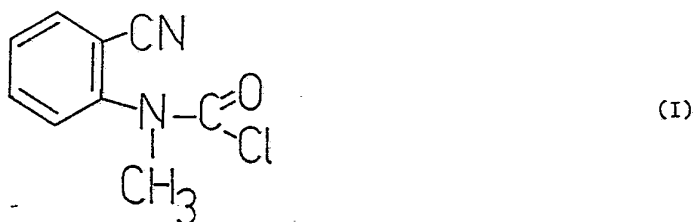


I



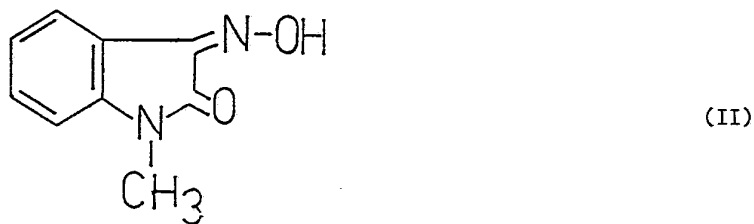
II

Vynález se týká způsobu přípravy N-methyl-N-(2-kyanfenyl)karbamoylchloridu vzorce I.



Látka vzorce I byla doposud připravována reakcí 1-methylisatin-3-oximu s chloridem fosforečným v bezvodém diethyletheru za laboratorní teploty, z reakční směsi byla izolována destilací za sníženého tlaku - výtěžek reakce není uveden (Borsche W., Sander W., Chem. Ber. 47, 2815 /1914/).

Předmětem vynálezu je nový způsob přípravy N-methyl-N-(2-kyanfenyl)karbamoylchloridu vzorce I. Bylo nalezeno, že látku vzorce I lze také připravit reakcí 1-methylisatin-3-oximu vzorce II



s thionylchloridem v nadbytku bez přítomnosti rozpouštědla při teplotě 40 až 50 °C, látka vzorce I je po odpaření nezreagovaného thionylchloridu přečištěna krystalizací z cyklohexanu.

N-Methyl-N-(2-kyanfenyl)karbamoylchlorid je používán pro syntézu 3-substituovaných 1-methyl-1-(2-kyanfenyl)močovin, které mají pesticidní účinky nebo se využívají jako meziprodukty k syntéze substituovaných chinazolinů s aplikací ve farmakologii (antimalarika, sedativa, antifolika) a v zemědělství (pesticidy, růstové stimulanty).

Příklad

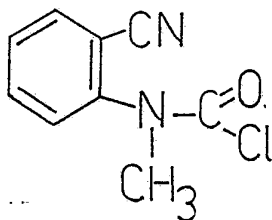
V 50 cm³ thionylchloridu (82 g, 0,7 mol) bylo suspendováno 17,6 g (0,1 mol) 1-methylisatin-3-oximu. Suspenze byla zahřáta na teplotu 40 až 50 °C a ponechána reagovat 45 minut.

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

Bylo připraveno 18 g (92,8 %) N-methyl-N-(2-kyanfenyl)karbamoylchloridu, teplota tání 59 až 60 °C. Bílá krystalická látka. IČ spektrum (KBr tableta): $\tilde{\nu}$ (C=N) 2 210, $\tilde{\nu}$ (C=O) 1 740, $\tilde{\nu}$ (C=C) 1 590, 1 450, $\tilde{\nu}$ (CH) 3 050, 2 990, 2 880, $\tilde{\nu}$ (C-N) 1 295 cm⁻¹.

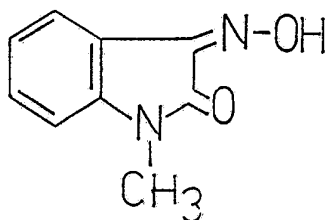
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy N-methyl-N-(2-kyanfenyl)karbamoylchloridu vzorce I



(I)

vyznačující se tím, že se ponechá reagovat 1-methylisatin-3-oxim vzorce II



(II)

s thionylchloridem v nadbytku bez přítomnosti rozpouštědla při teplotě 40 až 50 °C a látka vzorce I je po oddestilování nezreagovaného thionylchloridu překrystalována z cyklohexanu.