



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

**OPIS PATENTOWY
PATENTU TYMCZASOWEGO**

117 412

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

Int. Cl.³ C07D 403/04

Zgłoszono: 31.12.79 (P. 221069)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 15.12.80

Opis patentowy opublikowano: 30.10.1982



Twórcy wynalazku: Stanisław Bał, Danuta Jaroszyńska, Halina Kwiecień,
Eugeniusz Majewski, Maria Zielecka-Szablowska, Krzysztof Cichocki

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Szczecińska, Szczecin (Polska)

Sposób wytwarzania pochodnych 1,1'-tioamido-2,2'-bipirolidynyliu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania pochodnych 1,1'-tioamido-2,2'-bipirolidynyliu o wzorze ogólnym I, stosowanych w przemyśle gumowym i syntezy organicznej w szczególności jako środek sieciujący kauczuki i włókna sztuczne.

Pochodne 1,1'-tioamido-2,2'-bipirolidynyliu stanowią nową grupę związków chemicznych o wzorze ogólnym I, w którym A oznacza grupę alkilową o 1-8 atomach węgla lub rodnik fenyłowy, który może być podstawiony grupami typu —Cl, —Br, —I, —OH, —CONH₂, —CONHR, —CONR₂, —COOR, —R, —OR gdzie R oznacza niski podstawnik alkilowy.

Sposób według wynalazku polega na tym, że poddaje się reakcji izotiocyanianu o wzorze ogólnym 2, w którym A i R mają wyżej podane znaczenie z 2,2'-bipirolidynylem, stosując wkraplanie roztworu 2,2'-bipirolidynyliu do izotiocyanianu lub do roztworu izotiocyanianu, przy czym w trakcie wkraplania utrzymuje się temperaturę 0-12°C, a po wkropleniu i po zmieszaniu mieszaniny reakcyjnej temperaturą 0-50°C przez okres nie krótszy niż 10 minut. Wytrącony po ochłodzeniu roztworu osad oddziela się od roztworu znanymi sposobami korzystnie przez ekstrakcję lub filtrację. Jako rozpuszczalnik stosuje się metanol i/lub etanol i/lub ksylen i/lub tetrahydrofuran.

Wyodrębniony z mieszaniny poreakcyjnej produkt reakcji po wysuszeniu może stanowić produkt handlowy.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w poniższych przykładach wykonania.

Przykład I. Do roztworu 0,11 mola izotiocyanianu etylu w 75 cm³ tetrahydrofuranu wkroplono roztwór 0,1 mola 2,2'-bipirolidynyliu w 50 cm³ tetrahydrofuranu, utrzymując podczas wkraplania temperaturę 0-5°C. Po wkropleniu całości roztworu 2,2'-bipirolidynyliu roztwór mieszano przez okres 30 minut po czym przez dalsze 15 minut ogrzewano utrzymując temperaturę 50°C, następnie po ochłodzeniu roztworu otrzymany osad 1,1'-dwu(etyloaminotioakarbonylo)-2,2'-bipirolidynyliu odfiltrowano i krystalizowano z metanolu. W wyniku reakcji otrzymano 30 g produktu, którego temperatura topnienia wynosi 191-192°C. Wydajność reakcji 95%.

Przykład II. Do 0,11 mola izotiocyanianu fenylu rozpuszczonego w 80 cm³ tetrahydrofuranu wkroplano w temperaturze 4-10°C roztwór 0,1 mola 2,2'-bipirolidynyliu w 50 cm³ tetrahydrofuranu. Po wkropleniu ogrzewano jeszcze w 50°C przez 15 minut, a następnie po ochłodzeniu otrzymany osad 1,1'-dwu(feniloaminotioakarbonylo)-2,2'-bipirolidynyliu krystalizowano z mieszaniny pirydyna-metanol (4:1). Otrzymano 40 g produktu. Wydajność 98%. Temperatura topnienia 224-226°C.

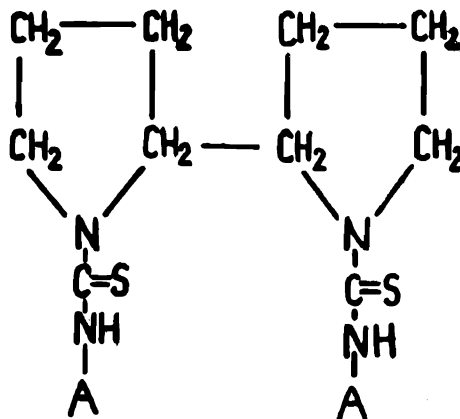
Przykład III. Postępowano jak w przykładzie II, stosując w miejsce tetrahydrofuranu etanol. 1,1'-dwi(fenylaminiotioakarbonylo)-2,2'-bipirolidynyl otrzymano z wydajnością 95%.

Przykład IV. Postępowano jak w przykładzie I stosując w miejsce tetrahydrofuranu ksylen. 1,1'-dwi(etyloaminiotioakarbonylo)-2,2'-bipirolidynyl otrzymano z wydajnością 90%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania pochodnych 1,1'-tioamido-2,2'-bipirolidynyli o wzorze ogólnym 1, w którym A oznacza grupę alkilową o 1-8 atomach węgla lub rodnik fenyłowy, który może być podstawiony grupami typu —Cl, —Br, —J, —OH, —CONH₂, —CONHR, —CONR₂, —COOR, —R, —OR gdzie R oznacza niski podstawnik alkilowy, **znamienny tym**, że poddaje się reakcji izotiocyaniany o wzorze ogólnym 2, w którym A i R mają wyżej podane znaczenie z 2,2'-bipirolidynylem, stosując wkraplanie roztworu 2,2'-bipirolidynyli do izotiocyanianu lub do roztworu izotiocyanianu, przy czym w trakcie wkraplania utrzymuje się temperaturę 0-12°C, a po wkropleniu i po zmieszaniu mieszaniny reakcyjnej temperaturę 0-50°C przez okres nie krótszy niż 10 minut, wytrącony po ochłodzeniu roztworu osad oddziela się od roztworu znanymi sposobami, korzystnie przez ekstrakcję lub filtrację.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako rozpuszczalniki stosuje się metanol i/lub etanol i/lub ksylen i/lub tetrahydrofuran.



wzór 1



wzór 2