



УКРАЇНА

(19) UA (11) 75820 (13) C2
(51) МПК
C07D 277/68 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ НІТРИЛУ α -ХЛОР- β -(5-НІТРО-2-БЕНЗТІАЗОЛІЛ) ПРОПІОНОВОЇ КИСЛОТИ

1

(21) 20041008708

(22) 25.10.2004

(24) 15.05.2006

(46) 15.05.2006, Бюл. № 5, 2006 р.

(72) Найдан Володимир Матвійович, Найдан Галина Данилівна

(73) ЧЕРКАСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМ. БОГДАНА ХМЕЛЬНИЦЬКОГО

(56) By O. Vogl, Ch. S. Rondesvedt, Jr. J. Am. Chem. Soc., 1955, vol. 77, №11, p. 3067-3069

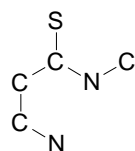
2

Реферативный Журнал Химия АН СССР, 1963, №3, зж 141

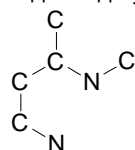
(57) Спосіб одержання нітрилу α -хлор- β -(5-нітро-2-бензтіазоліл)пропіонової кислоти, який відрізняється тим, що піддають взаємодії акрилонітрил з 1-(5'-нітро-2'-бензтіазоліл)-3,3-диметил-1-триазеном у водно-ацетоновому розчині в присутності хлориду міді і концентрованих соляної і сірчаної кислот.

Винахід належить до синтетичної органічної хімії і стосується розробки методу добування нітрилу α -хлор- β -(5-нітро-2-бензтіазоліл)пропіонової кислоти взаємодією акрилонітрилу з 1-(5'-нітро-2'-бензтіазоліл)-3,3-диметил-1-триазеном у водно-ацетоновому розчині в присутності хлориду міді та концентрованих соляної і сірчаної кислот.

Нітрил α -хлор- β -(5-нітро-2-бензтіазоліл)пропіонової кислоти містить реакційноздатні атом хлору та нітрильну групу і його можна використовувати для синтезу різноманітних бензтіазоловмісних органічних сполук, зокрема α -аміно- β -(5-нітро-2-бензтіазоліл)пропіонової кислоти (аналога незамінимої амінокислоти триптофану [1]), β -(5-нітро-2-бензтіазоліл)етиламіну, який містить угруповання атомів



подібне до угруповання



яке, як відомо [1, 2], надає органічним сполукам гістаміноподібну активність. β -(5-нітро-2-

бензтіазоліл)етиламін містить β -етиламіне угруповання атомів, а такі речовини є антагоністами адреналіну, тираміну і інших симпатикотропних β -заміщених етиламінів [1].

Метод, який пропонується як винахід, дозволяє на основі легко доступних і багатотонажних промислових продуктів (п-нітроанілін, сульфат міді, роданід амонію, нітрит натрію, диметиламін, соляна і сірчана кислоти, акрилонітрил) отримувати нітрил α -хлор- β -(5-нітро-2-бензтіазоліл)пропіонової кислоти в одну стадію.

Метою винаходу є метод добування нітрилу α -хлор- β -(5-нітро-2-бензтіазоліл)пропіонової кислоти з якого можна одержувати різноманітні бензтіазоловмісні органічні сполуки, серед яких - аналог незамінимої амінокислоти триптофану, а також речовини, що містять β -етиламіне у групування атомів, які мають гістаміноподібну активність.

Запропонований метод добування нітрилу α -хлор- β -(5-нітро-2-бензтіазоліл)пропіонової кислоти в літературі не описаний.

Найбільш близьким по суті до методу, який пропонується як винахід, є метод добування п-нітрокоричної кислоти [3] і нітрилу коричної кислоти [4]. Однак в методі [3] описана взаємодія 1-(п-нітрофеніл)-3,3-диметилтриазену з акриловою кислотою, а в методі [4] - взаємодія акрилонітрилу з діазоамінобензолом.

На відміну від методів [3, 4], в яких описано добування зовсім інших сполук (п-нітрокоричної кислоти, нітрилу коричної кислоти), в запропоно-

(13) C2

(11) 75820

(19) UA

ваному методі вперше описана взаємодія акрилонітрилу з тризаміщеним жирно-гетероциклічним триазеном - 1-(5'-нітро-2'-бензтіазоліл)-3,3-диметил-1-триазеном, який, як встановлено винахідниками, на відміну від 1-(п-нітрофеніл)-3,3-диметилтриазену і діазоамінобензолу не розкладається концентрованою соляною кислотою, а розкладається сумішшю концентрованих соляної і сірчаної кислот.

Метод добування нітрилу α -хлор- β -(5-нітро-2-бензтіазоліл)пропіонової кислоти, який заявляється, слідуючий:

Нітрил α -хлор- β -(5-штро-2-бензтіазоліл)пропіонової кислоти

В тригорлу колбу поміщали 2,4 г 1-(5'-нітро-2'-бензтіазоліл)-3,3-диметил-1-триазену, 12мл ацетону, 2мл акрилонітрилу і 0,4г хлориду міді (II). Одержану реакційну суміш нагрівали на водяній бані до 40°C і при постійному перемішуванні в колбу додавали краплями суміш кислот, яка складалась із 4мл концентрованої соляної кислоти і 2мл концентрованої сірчаної кислоти. Рівномірне виділення газоподібних продуктів із реакційної суміші проходило при температурі 40-

45°C. Закінчивши додавання кислот, вміст реакційної колби перемішували при температурі 45-50°C до повного зупинення виділення азоту. Після закінчення реакції реакційну суміш вилили в 80мл води. Маслоподібний продукт, який при цьому виділився, досить швидко закристалізувався. Кристалічну масу, яка утворилась, відділили, промили невеликою кількістю води і очистили кристалізацією із суміші етанол+вода (1:1). Отримали 1,4г (54,7%) світло-жовтої кристалічної речовини з т.пл. 109°C. Знайдено %: N 10,88; 10,92.

$C_{10}H_6ClN_3O_2S$. Вираховано %: N 15,70.

Джерела інформації:

1. Н.А. Преображенский, Э.И. Генкин. Химия органических лекарственных веществ. Госхимиздат. М.Л. 1953. С.46, 50, 51, 435.

2. М.М. Туркевич. Фармацевтична хімія. К. 1961. С.358, 359.

3. O. Vogl, Ch.S. Rondestvedt, Jr. J.Am. Chem. Soc. 1955. Vol.77. N11. P.3067-3069.

4. Кодзима Сигэки, Kogyokadaku Zasshi. J. Chem. Soc. Japan. Industr. Shem. Sec. 1961. Vol.64. N11. P.1984 - 1985; РЖХим. 1963. зж141.