



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ № 10-25

(19) **SU** (11) **1311213** **A**

GB 4 C 07 D 487/18

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3845642/31-04

(22) 22.01.85

(71) Институт органической химии  
АН УССР

(72) Л.Н.Марковский, Е.А.Стукало,  
Е.М.Юрьева, В.С.Бузлама, В.Н.Долгополов,  
В.А.Бондарь и В.М.Сидоренко

(53) 547.288.15.07(088.8)

(56) Патент ФРГ № 860052,  
кл. 12р 15 опублик. 1954.

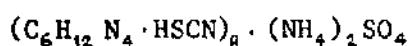
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АДДУКТА ГЕКСА-  
МЕТИЛЕНТЕТРАМИНОТИОЦИАНОВОЙ КИСЛОТЫ  
С СУЛЬФАТОМ АММОНИЯ

(57) Изобретение касается аддуктов  
замещенных аминотиоциановых кислот,  
в частности аддукта гексаметилен-

тетраминотиоциановой кислоты с сульфатом аммония формулы  $1 (C_6H_{12}N_4 \times HSCN) \cdot (NH_4)_2SO_4$ , который используют в ветеринарии. Усовершенствование процесса достигается проведением реакции в 18%-ном водном растворе  $(NH_4)_2SO_4$ . Синтез ведут из гексаметилендиамин,  $NH_4CNS$  и  $H_2SO_4$ , взятых в эквивалентных количествах, в 18%-ном водном растворе  $(NH_4)_2SO_4$ . В виду экзотермичности реакции  $H_2SO_4$  добавляют со скоростью, обеспечивающей температуру не выше  $15^\circ C$ . Выпавший в осадок 1 отфильтровывают и высушивают. Выход 99,5%. Изменение концентрации  $(NH_4)_2SO_4$  снижает выход 1.

(19) **SU** (11) **1311213** **A**

Изобретение относится к области химии, более конкретно к усовершенствованному способу получения аддукта гексаметилентетраминотиоциановой кислоты с сульфатом аммония формулы



который широко используется в ветеринарии.

Целью изобретения является обогащение целевого продукта активным компонентом (гексаметилентетраминотиоциановой кислотой) и упрощение процесса, заключающееся в исключении огнеопасного органического растворителя путем замены спирта на водный раствор сульфата аммония.

**Пример 1.** В трехгорлую колбу, снабженную термометром, капельной воронкой и мешалкой, помещают 8,75 мл воды, 2,17 г (0,016 моль) сульфата аммония, 7,48 г (0,053 моль) гексаметилентетрамина и 4,06 г (0,053 моль) роданистого аммония. К содержимому реактора при энергичном перемешивании прибавляют по каплям 2,72 г (0,027 моль) серной кислоты (96%) с такой скоростью, чтобы температура реакции не превышала 20°C (при необходимости реакционную смесь охлаждают). Реакционную смесь перемешивают при 20°C 3 ч и оставляют на ночь. Выпавший осадок отфильтровывают, тщательно отжимают на фильтре и сушат на воздухе. Выход 11,5 г (100%), т.пл. 161-164,5°C.

Найдено, %: С 38,90; 38,64; Н 6,59; 6,74; N 34,08; 33,99; S 16,48; 16,41.

$C_{56}H_{12}N_{42}O_4S_9$ .

Вычислено, %: С 38,96; Н 6,53; N 34,07; S 16,71.

ИК-спектры целевого соединения характеризуются интенсивными полосами поглощения в области 3500-3200 (NH), 3000 (CH) и 2050 (S-C≡N) см<sup>-1</sup>.

В спектре ПМР раствора аддукта в диметилсульфоксиде-D<sub>6</sub>, полученном на спектрометре "Bruker" (рабочая частота 200 МГц, внутренний стандарт ГМДС), имеется синглет протонов метиленовых групп гексаметилентетрамина 4,78 м.д. и уширенный сигнал в области 6,11 м.д., отнесенный к протонам аммонийной группы и протону тиоциановой кислоты. Интегральное соотношение указанных сигналов со-

ответствует составу полученного соединения.

Целевое соединения растворяется на холоде в диметилсульфоксиде и кристаллизуется из спирта (метилового, этилового, пропилового и др.).

**Пример 2.** Процесс проводят также, как в примере 1, за исключением того, что вместо раствора сульфата аммония в реакционную колбу помещают 5,5 мл воды и 4,5 мл маточного раствора из предыдущего опыта. Выход 11,5 г (99,7%), т.пл. 162-165°C.

**Пример 3.** Процесс проводят также, как в примере 1, за исключением того, что в реакционную колбу помещают 20 мл воды. Выход целевого продукта 5,5 г (48%).

**Пример 4.** Процесс проводят, как в примере 1, за исключением того, что в реакционную колбу помещают 40 мл воды. Выход целевого продукта 0,38 г (3,3%).

**Пример 5.** Процесс проводят, как в примере 1, за исключением того, что в реакционную колбу помещают 12,29 мл воды. Выход целевого продукта 8,9 г (77,2%).

**Пример 6.** Процесс проводят, как в примере 1, за исключением того, что в реакционную колбу помещают 9,89 мл воды. Выход 9,62 г (83,5%).

**Пример 7.** Процесс проводят, как в примере 1, за исключением того, что в реакционную колбу помещают 9,25 мл воды. Выход 10,72 г (93,1%).

Использование водного раствора сульфата аммония вместо спирта позволяет исключить из процесса огнеопасный растворитель и повысить содержание действующего вещества в целевом продукте до 27-28% (вместо 22% по прототипу).

**Формула изобретения**

Способ получения аддукта гексаметилентетраминотиоциановой кислоты с сульфатом аммония взаимодействием эквивалентных количеств гексаметилентетрамина, роданида аммония и серной кислоты в растворе с последующим отделением целевого продукта фильтрованием, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса и повышения качества целевого продукта, процесс проводят в водном растворе сульфата аммония.

Редактор М. Самерханова	Составитель Г. Пальмбах Техред М. Ходанич	Корректор А. Зимокосов
-------------------------	--	------------------------

---

Заказ 535/ДСП	Тираж 220	Подписное
---------------	-----------	-----------

ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

---

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4

