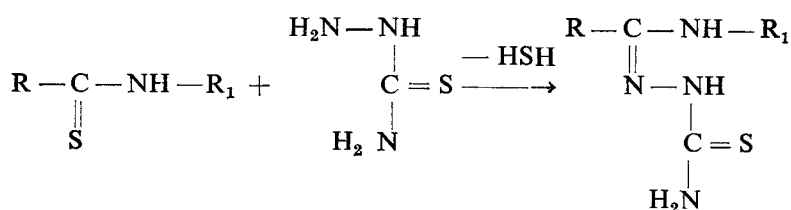


СИНТЕЗА НА НЕКОИ N₁ R-ТРИОПИРИДИНОИЛ-R₁-АНИЛИНИ ТИОСЕМИКАРБАЗОНИ

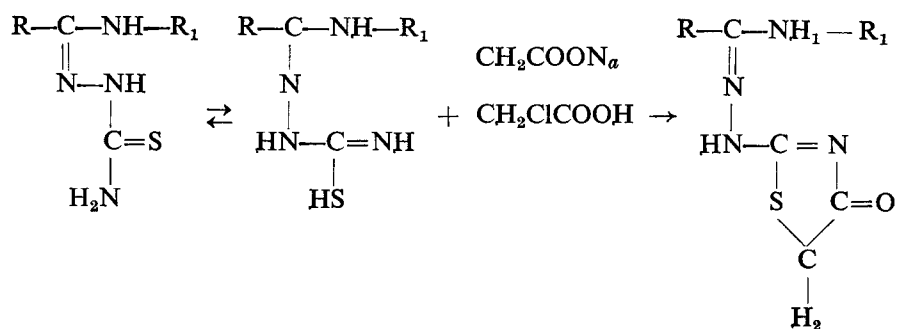
В. Алексиќ-Присаѓанец и М. Јанчевска-Николоска

Имајќи ја во вид подвижноста на водородниот атом од NH групата, што е во соседство во CS групата, направиме обид да ја изучиме реакцијата меѓу некои N, R-триопиридиноил- R₁-анилиди^{1, 2, 3, 4, 5, 6} и тиосемикарбазидот со во присуство на минимални количества од глицерална оцетна киселина. После неколкучасовната рефлукс на температура од 70—100°C се изолирани од реакционата смеса соодветни тиосемикарбазони (Табела I), кои се жолтеникави до темнокафеава супстанци, со определена кристална форма и точка на топење:



При обработка со монохлор оцетна киселина и натриум ацетат^{6, 7} тие циклизираат во соодветни хидразотиазолинони (табела II), за кои е карактеристична висока точка на топење (над 230°C) и мало искористување.

Реакцијата е прикажана со следната шема:



ЕКСПЕРИМЕНТАЛЕН ДЕЛ

(Точките на топење (Тт) не се коригирани)

N, R — ТРИПИРОДИНОИЛ — R₁ — ТОИСЕМИКАРБАЗОН

0,005 Мол. N, R-трипиридиноил-R₁-анилид се растворуваат во 37 см апсолутен алкохол. Во растворот се додаваат 0,005 мол. тиосемикарбазид и 1—2 капки глацијална оцетна киселина. Реакционата смеса се рефлуksiра на водена бања околу 1,5—2 саати. Со ладење кристализира продукт, кој се филтрира, мие со алкохол и суши на воздух.

N''—(ТИОЗОЛИНОИЛ—2)N—R—ПИРИДИНОИЛ—R₁—ХИДРАЗОН)

Во колба од 250 мл снабдена со повратен ладилник се рефлуksiраат во текот на 5—6 саати 130 мл концентрирана оцетна киселина, 1 г. тиосемикарбазон, 1 г. натриумацетат и 1 г. монохлор оцетна киселина. После 24 часовното стојење на реакционата смеса на ладно, искристализираниот продукт се филтрира, мие и суши.

L I T E R A T U R A

1. M. Jančevska und V. Prisađanec, Prilozi MANU III, 2 (1972) 15.
2. P. Karrer, P. Leiser, Helv. Chim. Acta 27 (1944) 624.
3. M. Jančevska, V. Prisađanec and M. Lazarević, MANU IV (1972) 19—23
4. E. Klingsberg, D. Papa, J. Chim. Chem. Soc. 73 (1951) 4988.
5. M. Jančevska, De la Fakulte des Sciences de L'Université de Skopje 15 (1964) 152
6. R. A. Jensen and J. F. Miquel, Acta Chem. Scand. 6 (1952) 189.
7. G. R. Pettit and L. R. Carson, Canad. J. Chem. (1965) 2640.

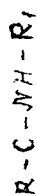
SYNTHESE VON N, R-THIOPYRIDINOYL R₁-ANILIN-THIOSEMIKARBAZONE



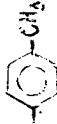

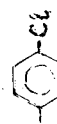



V. Aleksić-Prisađanec und M. Jančevska-Nikoloska

Hemiski fakultet — Skopje









Bei Reaktion mit Thiosemikarbazid bilden Thioamide entsprechende Thiosemikarbazone, welche nach der Cyclizirung mit Monochloressigsäure entsprechende Hydrazothiazolinone bilden.

ТАБЕЛА I



бр. R	R ₁	Тт	кристали	формула	анал. прес. наја: %C ...	%H	%N	%S
1.		183-184	жолтеникави иглици	C ₁₃ H ₁₃ N ₂ S	57,61 57,59	4,84 4,86	25,85 25,87	
2.		188-189	сивокафејави кристали	C ₁₄ H ₁₅ N ₂ S	59,00 58,95	5,31 5,27	24,58 24,59	
3.		179-180	светло жолти	C ₁₄ H ₁₅ N ₂ S	59,00 59,08	5,31 5,30	24,58 24,56	
4.		190-191	Темножолти призмичи	C ₁₄ H ₁₅ N ₂ S	59,00 59,00	5,31 5,34	24,58 24,60	
5.		182-183	светло жолти плочки	C ₁₃ H ₁₂ ClN ₂ S	51,19 51,22	3,97 3,94	22,96 22,97	
6.		188-189	бледо жолти кристали	C ₁₃ H ₁₂ BrN ₂ S	44,61 44,68	3,46 3,50	20,01 20,08	
7.		186-187	светло жолти плочки	C ₁₃ H ₁₂ I ₂ N ₂ S	39,33 39,30	3,05 3,03	17,64 17,65	
8.		192-193	жолти иглици	C ₁₃ H ₁₂ NO ₂ N ₂ S	49,41 49,38	3,83 3,85	26,60 26,61	













2.-

9			155, 156	жолти плочки	C H N S 17 15 5	63,60 63,74	4,71 4,75	21,82 21,85
10.			162, 163	жолтокафејави призми	C H N S 17 15 5	63,60 63,55	4,71 4,75	21,82 21,80
11.			196-197	жолтеникави плочки	C H N S 13 13 5	57,61 57,70	4,84 4,80	25,85 25,83
12.			232-233	жолтеникави плочки	C H N S 13 13 5	57,61 57,72	4,84 4,73	25,85 25,83

2.

7.		> 250 безбојни с плочки	С Н N O S 15 12 6 3	50,60 50,55	3,40 3,37	23,61 23,62
8.		> 240 жолто зелени	С Н N O S 19 15 5	63,21 63,15	4,19 4,24	19,40 19,37
9.		> 240 сиво зе- лени	С Н OS 17 16 4	63,21 63,20	4,19 4,15	19,40 19,37
10.		> 240 безбојни призмици	С Н N O S 15 13 5	57,93 58,01	4,21 4,16	22,52 22,47
11.		> 250 безбојни игли	С Н N O S 15 13 5	57,93 58,02	4,21 4,17	22,52 22,44
12.		> 240 безбојни призми	С Н F N O S 15 12 5	46,15 46,21	3,10 3,08	17,96 17,94

2.

7.			> 250 безбојни с плочки	С Н N O S 15 12 6 3	50,60 50,55	3,40 3,37	23,61 23,62
8.			> 240 жолто зелени	С Н N OS 19 15 5	63,21 63,15	4,19 4,24	19,40 19,37
9.			> 240 сиво зе- лени	С Н OS 17 16 4	63,21 63,20	4,19 4,15	19,40 19,37
10.			> 240 безбојни призмици	С Н N OS 15 13 5	57,93 58,01	4,21 4,16	22,52 22,47
11.			> 250 безбојни игли	С Н N OS 15 13 5	57,93 58,02	4,21 4,17	22,52 22,44
12.			> 240 безбојни призми	С Н N OS 15 12 5	46,15 46,21	3,10 3,08	17,96 17,94