

ДЕЈСТВУВАЊЕ НА ФОСФОРЕН ПЕНТАСУЛФИД ВРЗ  
N,N'-ДИ-(*p*-МЕТОКСИБЕНЗОИЛ)-*o*-ФЕНИЛЕНДИАМИН

Д. Петрова, Ф. Константиновидис, И. Петров

Хемиски факултет, Универзитет „Кирил и Методиј“ Скопје

Кога врз N,N'-ди(*p*-метоксибензоил)-*o*-фенилендиамин се дејствува со фосфорен пентасулфид, наместо соодветен дитиоамид добиен е 2(*p*-метоксифенил) бензимидазол. Покажано е дека во овој случај фосфорниот пентасулфид има циклизационо дејство. Идентификацијата на соединенијата е извршена со помош на нивните инфрацрвени спектри.

Понапред објавивме (1, 2) дека при дејство со фосфорен пента-сулфид врз диамидите од типот



Ar = фенил, 2-фурил, циклохексил

*meta*- и *para*-изомерите беа преведени во соодветни дитиоамиди, додека *ortho*-изомерите и покрај сите обиди не успеавме да ги тирираме. Во овој случај сметавме дека ќе биде од интерес да се испита дејството на фосфорниот пентасулфид врз N,N'-ди(*p*-метоксибензоил)-*o*-фенилендиаминот.

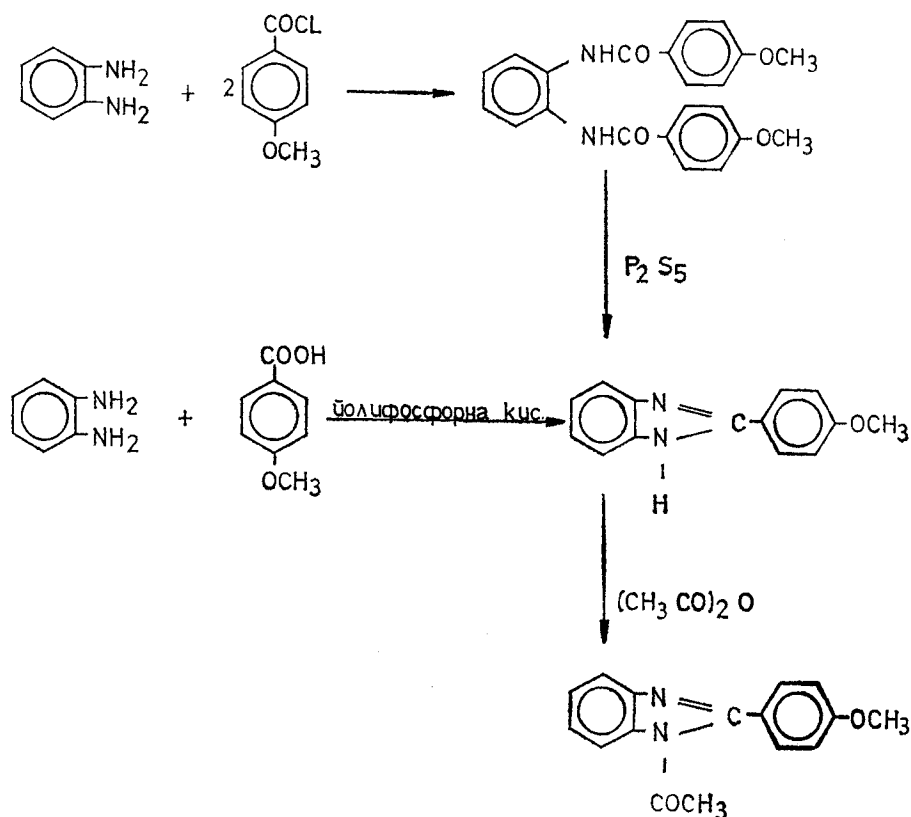
N,N'-Ди(*p*-метоксибензоил)-*o*-фенилендиаминот го добиваме поаѓајќи од *o*-фенилендиамин и *p*-метоксибензоилхлорид. Реакцијата беше изведувана во средина на алкохол, хлороформ, хексан или пиридин. Најдобри резултати се добиваат кога реакцијата се изведува во средина на пиридин, со додавање на мал вишок од киселински хлорид, при што

реакционата смеса постојано се меша и лади. Реакцијата тече бурно и е проследена со издвојување на HCl. Во текот на реакцијата N,N'-ди(*п*-метоксибензоил)-*о*-фенилендиаминот паѓа во вид на талог, од кој при прекристализација од диметилформаид се добиваат безбојни кристали со точка на топење 201—202°C. Идентификацијата на добиениот диамид е извршена со неговиот инфрацрвен спектар. Карактеристичните ленти познати како Амид I, Амид II и Амид III се наоѓаат на 1650, 1510 и 1310 cm<sup>-1</sup>. Исто така, карактеристична е и лентата на валентната вибрација на NH групата, која лежи на 3280 cm<sup>-1</sup>.

На вака добиениот диамид дејствуваме со фосфорен пентасулфид по цел да добиеме соодветен дитиоамид. Меѓутоа, и покрај сите обиди не успеавме да го добиеме очекуваниот N,N'-дитио(*п*-метоксибензоил)-*о*-фенилендиамин. Кога врз диамидот се дејствува со фосфорен пентасулфид, во средина на пиридин, при загревање во тек на еден час, добиваме безбојни кристали кои при прекристализација од толуол имаат точка на топење 226—228°C (Лит. (3) т.т. 225—226°C). Во инфрацрвениот спектар на вака добиеното соединение нема карактеристични ленти ниту за амид, ниту за титоамид. Во спектарот доминира една широка лента, со голем број подмаксимуми, што се протега од 3100 до 2400 cm<sup>-1</sup>. Лента со слична структура и фреквенција е најдена во спектарот на имидазолот (4, 5). Оваа лента без сомнение припаѓа на NH валентната вибрација и индицира дека добиеното соединение гради силна водородна врска. Под 1600 cm<sup>-1</sup> во спектарот се појавуваат голем број тенки ленти, карактеристични за кондензирани ароматични прстени. Подробното испитување на спектарот покажа дека добиеното соединение е дериват на бензимидазолот (6) или точно 2(*п*-метоксифенил)бензимидазол. Во овој случај, фосфорниот пентасулфид има циклизационо дејство врз N,N'-ди(*п*-метоксибензоил)-*о*-фенилендиаминот.

2(*п*-Метоксифенил)бензимидазолот го добиваме и со независна синтеза, по аналогија на добивањето на 2-фенилбензимидазолот (7). Во овој случај се тргнува од *о*-фенилендиамин и *п*-метоксибензева киселина, при загревање на 270°C во тек на 3 часа. Инфрацрвениот спектар на вака добиеното соединение беше идентичен со спектарот на соединението добиено од диамидот под дејство на фосфорен пентасулфид.

Кога врз 2(*п*-метоксифенил)бензимидазол се дејствува со вишок на анхидрид на оцетна киселина при загревање, се добива безбојно кристално соединение со точка на топење 96—98°C (8). Во спектарот на ова соединение ја нема широката лента на валентната вибрација на NH групата, а има појава на нова лента на 1705 cm<sup>-1</sup> која без сомнение припаѓа на валентната вибрација на CO групата, што укажува дека H атом од NH групата е заменет со ацетилна група и е добиен N-ацетил-2-(*п*-метоксифенил)бензимидазол.



### ЕКСПЕРИМЕНТАЛЕН ДЕЛ

Точките на топење не се коригирани. Инфрацрвените спектри се снимени на спектрофотометар Перкин Елмер 580, во подрачје од 4000 до 200  $\text{cm}^{-1}$ .

#### *N,N'*-Ди(*p*-метоксibenзоил)-*o*-фенилендиамин (I)

Во пиридински раствор од 1.08 г (0.01 мол) *o*-фенилендиамин се додава 4.25 г (0.025 мола) *p*-метоксibenзоилхлорид. Реакцијата се одвива со ладење и мешање и е проследена со одделување на HCl. *N,N'*-ди(*p*-метоксibenзоил)-*o*-фенилендиаминот паѓа во вид на безбоен талот 3.5 г (96%). По повеќекратна прекристализација од диметилформамид се добиваат безбојни кристали со точка на топење 201–202°.

Анализа  $C_{22}H_{20}N_2O_4$  (376.415) пресметано: C 70.20, H 5.35, N 7.44%  
најдено: C 70.42 H 5.56 N 7.37%

*2(̄-Метоксифенил)бензимидазол (II)*

Во топол пиридински раствор од 0.92 г (0.0025 мола) I постепено се додава 1.1 г (0.005 мола)  $P_2S_5$ . Реакционата смеса се рефлуksiра еден час. Потоа, се излева во вода. Со стоење на ладно паѓа продукт во вид на смола кој по прекристализација од толуол дава светложолти иглички 0.35 г (62%) со т.т. 227—229°.

Истото соединение е добиено тргнувајќи од 2.7 г (0.0025 мола) о-фенилендиамин и 3.8 г (0.02 мола) ̄-метоксибензоева киселина во присуство на полифосфорна киселина\*. Реакционата смеса се загрева 3 часа на 270° со постојано мешање. По ладење, темно обоената смеса се излева во студена вода при што се одделува талог кој повеќе пати се третира со 10 %  $Na_2CO_3$  а потоа со вода. По прекристализација од толуол се добиваат пак светложолти кристали со т.т. 227—229°.

Анализа  $C_{14}H_{12}N_2O$  (224.260) пресметано: C 74.98, H 5.39, N 12.49

најдено: C 75.51, H, 5.19, N 12.13

*N-Ацетил-2-(̄-метоксифенил)бензимидазол (III)*

Во 5 мл (0.05 мола) анхидрид на оцетна киселина се раствора 1.12 г (0.005 мола) II. По загревање од 1 час жолто обоената реакциона смеса се лади и излева во студена вода при што паѓа талог од N-ацетил-(̄-метоксифенил)бензимидазол со т.т. 80—85°. По прекристализација од алкохол настанатите безбојни иглички се топат на 96—8°.

## Л и т е р а т у р а

1. D. Petrova, K. Jakopčić, Croat. Chem. Acta **48**, (I), 49 (1976).
2. D. Petrova, V. Kostov, Bulletin of Faculty of Technology and Metallurgy, VI, 3 (1975)
3. B. Georga, E. Papadopoulos, J. Org. Chem. **42**, No 3, 441 (1977).
4. A. Novak, J. Chim. Phys. **69** 1615 (1972).
5. M. M. Cordes, J. L. Walter, Spectrochim. Acta **24A**, 237 (1968).
6. M. M. Cordes, J. L. Cordes, Spectrochim. Acta **24A**, 1421 (1968).
7. W. D. Hein, J. R. Alheim, J. J. Lesvett, J. Am. Chem. Soc. **79**, 427 (1957).
8. J. R. Bottu, Fr. 1. 569. 337, 1969, citirano spored C. A. **72**, 100703<sup>m</sup> (1970).

\* Полифосфорната киселина се добива од 10 г  $H_3PO_4$  и 10 г  $P_2O_5$  со мешање и ладење се додека се добие густа паста.  
Пор. 82 чл. 14 шп. 1 Ч.

## SUMMARY

**THE ACTION OF PHOSPHORUS PENTASULFIDE UPON N,N'-DI  
(p-METHOXYBENZOYL)-o-PHENYLENDIAMINE**

*D. Petrova, F. Konstantinidis, I. Petrov*

*Faculty of Chemistry, University „Kiril and Metodij“ Skopje*

When N, N'-di(p-methoxybenzoyl)-o-phenyldiamine was treated with  $P_2S_5$  instead of corresponding dithioamide, 2(p-methoxyphenyl)-benzimidazole was obtained. This fact has shown that  $P_2S_5$  in this case has cyclization ability.

The identification of the compounds was performed by their infrared spectra.

## SUMMARY

**THE ACTION OF PHOSPHORUS PENTASULFIDE UPON N,N'-DI  
(p-METHOXYBENZOYL)-o-PHENYLENDIAMINE**

*D. Petrova, F. Konstantinidis, I. Petrov*

*Faculty of Chemistry, University „Kiril and Metodij“ Skopje*

When N, N'-di(p-methoxybenzoyl)-o-phenyldiamine was treated with  $P_2S_5$  instead of corresponding dithioamide, 2(p-methoxyphenyl)-benzimidazole was obtained. This fact has shown that  $P_2S_5$  in this case has cyclization ability.

The identification of the compounds was performed by their infrared spectra.