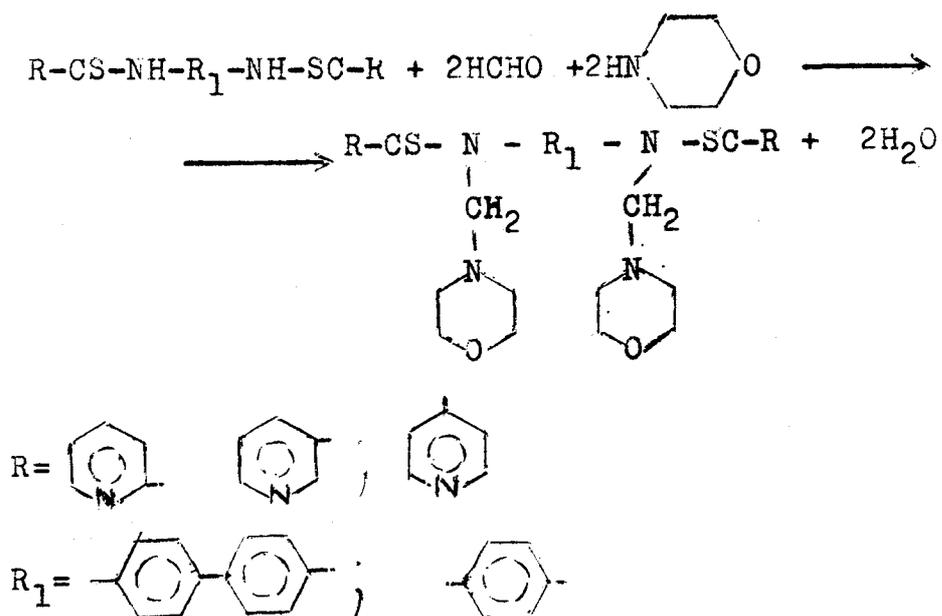


**DARSTELLUNG EINIGER N-DIMETHYL-N-DIMORPHOLYL
DITHIOAMINE**

K. Prisaganec-Aleksić, K. Risteska und M. Jančevska-Nikoloska

In Fortsetzung an unseren Untersuchungen im Bereiche der Thioamiden¹⁻⁴ würde ein Versuch von Kondensation einiger Dithioamide von Benzidin und *p*-Phenylendiamin⁵ gemacht. Bei Anwendung der Morpholin als sekundäre Amin wurde in Anwesenheit von Formaldehyd nach zahlreichen Versuchen festgestellt, dass *N, N'*-dithioaryloylbenzidin bzw. *N, N'*-dithioaryloyl-*p*-phenylendiamin⁶ schwächerere aktiv sind. Sie verlangen Arbeitsbedingungen (6-7 Stunden gelinder Erwärmung auf 30 bis 45°C, grössere Menge Lösungsmittel, Morpholin und Formaldehyd). Die *N*-dimethyl-*N'*-dimorpholyl dithioamine konnten in kleinerer Ausbeute (30 — 40% Rohprodukt) dargestellt werden. Sie sind in reinem Zustand gut kristallisierende Substanze, die in Wasser unlöslich, jedoch in den meisten gebräuchlichen organischen Lösungsmitteln allgemein gut löslich sind.

Für die Synthese können wir folgendes Schema geben:



EXPERIMENTELLER TEIL

(Die Schmelzpunkte (Schmp.) sind nicht korrigiert)

N-dimethyl-N'-dimorpholyl-N,N'-dithiopikolinoyl-p-phenylendiamin

0,875 gr $\approx 0,0025$ Mol₃ N,N'-dithiopikolinoyl-p-phenylendiamin löst man durch Erwärmen in 15 ml abs. Äthanol. Zur wärmen Lösung wurden 0,15 gr (0,005 Mol) Formaldehyd und 0,425 gr (0,005 Mol) Morpholin zugeführt und 7 Stunden im Wasserbad erwärmt. Nach Beendigung der Reaktion wurde das Gemisch über Nacht bei Zimmertemperatur stehen gelassen. Der rohe Produkt wurde filteriert, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Man erhält 0,42 gr (30%) rohe Produkt, Schmp. 177—179°C. Nach mehrmaligem Umkristallisieren aus Äthanol zeigen die dunkelgelbe Blättchen einen Schmp. von 180—181°C.

Analyse: $C_{28}H_{32}N_6O_2S_2$ (546,716)

Ber. C 61,36 H 5,89 N 15,34%

Gef. C 61,38 H 5,85 N 15,36%

N-dimethyl-N'-dimorpholyl-N,N'-dithionikotinoyl-p-phenylendiamin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Man erhält 0,51 gr (36%) Rohprodukt mit dem Schmp. 215—217°C. Nach wiederholtem Umkristallisieren aus Äthanol-Wasser (1:1) erhält man hellgelbe Kristalle, Schmp. 219—220°C.

Analyse: $S_{28}H_{32}N_6O_2S_2$ (548,716)

Ber. C 61,36 H 5,89 N 15,34%

Gef. C 61,30 H 5,87 N 15,31%

N-dimethyl-N'-dimorpholyl-N,N'-dithioisonikotinoyl-p-phenylendiamin

Wie oben dargestellt. Man bekommt 0,43 gr (30%) Rohprodukt vom Schmp. 229—231°C. Nach mehrmaligen Umkristallisieren aus Eisessig erhält man nadelförmige drappe Kristalle vom Schmp. 233—234°C.

Analyse $C_{28}H_{32}N_6S_2O_2$ (548,716)

Ber. C 61,36 H 5,89 N 15,34%

Gef. C 61,33 H 5,87, N 15,36%

N-dimethyl-N'-dimorpholyl-N,N'-dithiopikolinoyl-benzidid

Wie oben dargestellt. Ausbeute 0,47 gr (30%) Rohprodukt. Nach wiederholtem Umkristallisieren aus Äthanol erhält man dunkelgelbe Prismen, Schmp. 189—190°C.

Analise: $C_{34}H_{36}N_6O_2S_2$ (624,808)

Ber. C 65,44 H 5,49 N 13,45%

Gef. C 65,40 H 5,51 N 13,43%

N-dimetyl-N'-dimorpholyl-N,N'-dithionikotinoy-benzidin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Man bekommt. 0,50 gr (32%) Rohprodukt Schmp. 210—212°C. Nach mehrmaligem U kristallisierem aus Athanol erhalt man reine dukelorange Kristalle, Schmp. 213—214°C.

Analise: $C_{34}H_{36}N_6O_2S_2$ (624,808)

Ber. C 65,44 N 5,49 N 13,45%

Gef. 65,43 H 5,50 N 13,42%

N-dimetyl-N'-dimorpholyl-N,N'-dithioisonikotinoyl-benzidin

Wie oben dargestellt. Man erhalt 0,55 gr (35%) Rohprodukt, Schmp. 182—184°C. Aus Athanol dukelgelbe Platten, Semp. 185—186°C.

Analise: $C_{34}H_{36}N_6O_2S_2$ (624,808)

Ber. C 65,44 H 5,49 N 13,45%

Gef. C 65,43 H 5,47 N 13,45%

LITERATURA

1. M. Jančevska, K. Jakopčić und V. Hahn, Croat. Chem. Acta 37(1964)67.
2. M. Jančevska und V. Prisađanec, God. zbornik na PNF—Skopje 24(1974)73
3. M. Jančevska und V. Prisađanec, Croat. Chem. Acta 44(1972)295.
4. M. Jančevska und V. Prisađanec, Glasnik hem. društva—Beograd 38(1873)503.
5. V. Prisađanec und M. Jančevska, God. zbornik na PMF—Skopje 22(1972)231.
6. M. Jančevska und V. Prisađanec, Prilozi na MANU III, 2(1972)15.

**СИНТЕЗА НА НЕКОИ N-ДИМЕТИЛ-N'-ДИМОРФОЛИЛ
ДИТИОАМИНИ**

В. Присаѓанец-Алексиќ, К. Ристеска и М. Јанчевска-Николоска

Во реакција со морфолин во присуство на формалдехид N, N'-дитиоарилоил бензидините односно N, N'-дитиоарилоил-п-фенилен-диамините поминуваат во соодветни N-диметил-N'-димолфолил-дитиоамини, кои се кристални супстанции нерастворливи во вода, а растворливи во соодветни органски растворувачи.

ООЗТ Хемиски факултет Скопје