

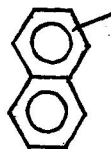
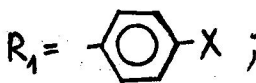
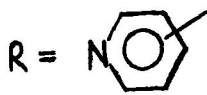
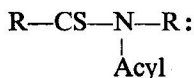
SYNTHESE VON N-ACYLTHIOAMIDE

V. Prisađanec-Aleksić, F. Anastasova, L. Jovevska und M. Jončevska

Chemisches Fakultet Universitet „Kiril und Metodij“ — Skopje

In Fortsetzung unserer Untersuchungen im Bereich der Thioamide wurde ein Versuch zur Acylierung einiger Thioamide von α , β , γ — Pyridincarbonensäuren⁶ unternommen.

Nach der Reaktion mit Essigsäureanhydrid bzw Acetyl bzw Benzoylchlorid⁷⁻¹⁰ wurde die Thioamidgruppe einiger Thioamide acyliert. Hierbei bekommt man entsprechende N-acylthioamide:



X = H; CH₃; Cl; NO₂;

Acyl = — COCH₃; — COC₆H₅;

Experimenteller Teil

(Die Schmelzpunkte (Schmp.) sind nicht korrigiert)

N-acetyl — α — thiopyridinoyl-anillin

In eine Pyridinlösung von 0,706 gr (0,005 Mol) α — Thiopyridinoyl-anillin wurde tropfenweise 1,02 gr (0,01 Mol) Essigsäureanhydrid zugegeben. Das Reaktionsgemisch wurde über Nacht bei Zimmertemperatur stehen

gelassen und dann ins Eiswasser gegossen. Das Rohprodukt wurde filtriert mit Wasser gewaschen und getrocknet. Nach dem Umkristallisieren aus Athanol bekommt man rote Kristalle, Schmp. 101—102°C.

Analyse: $C_{14}H_{12}N_2OS$ (256,318)

Ber. C 65,68 H 4,73 N 11,12 %

Gef. C 65,59 H 4,70 N 11,17 %

N—benzoyl— α —thiopyridinoyl-anillin

Wie oben dargestellt. Nach mehrmaligem Umkristallisieren aus Athanol erhält man Nadelförmige rote Kristalle, Schmp. 88—89°C.

Analyse: $C_{19}H_{14}N_2OS$ (318,384)

Ber. C 71,70 H 4,44 N 8,81 %

Gef. C 71,73 H 4,50 N 8,80 %

N—acetyl— α —thiopyridinoyl—p—toluidin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Nach Wiederholtem Umkristallisieren aus Athanol-Wasser (1:1) erhält man dunkelrote Kristalle, Schmp. 89—90°C.

Analyse: $C_{15}H_{14}N_2OS$ (270,344)

Ber. C 66,72 H 5,23 N 10,38 %

Gef. C 66,80 H 5,20 N 10,39 %

N—benzyl— α —thiopyridinoyl-p—toluidin

Wie oben dargestellt. Nach dem Umkristallisieren aus Athanol bekommt man orangefarbene Nadeln, Schmp. 128—129°C.

Analyse: $C_{20}H_{16}N_2OS$ (332,410)

Ber. C 72,35 H 4,86 N 8,44 %

Gef. C 72,40 H 4,88 N 8,50 %

N—benzoyl— α —thiopyridinoyl— α —naphtypamin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Nach Wiederholtem Umkristallisieren aus Äthanol erhält man orangefarbene Prismen, Schmp. 163

Analyse: $C_{23}H_{16}N_2OS$ (368,440)

Ber. C 75,06 H 4,38 N 7,61 %

Gef. C 75,18 H 4,43 N 7,57 %

N-acetyl- β -thiopyridinoyl-anillin

Wie oben dargestellt. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol erhält man rote Kristalle, Schmp. 98—99°C.

Analyse: $C_{14}H_{12}N_2OS$ (256,318)

Ber. C 65,68 H 4,73 N 11,12 %

Gef. C 65,62 H 4,69 N 11,08 %

N-benzoyl- β -thiopyridinoyl-anillin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Nach Wiederholen Umkristallisieren aus Äthanol-Wasser (1:1) erhält man orangefarbene Platten, Schmp. 143—144°C.

Analyse: $C_{19}H_{14}N_2OS$ (318,384)

Ber. C 71,70 H 4,44 N 8,81 %

Gef. C 71,66 H 4,50 N 8,80 %

N-acetyl- β -thiopyridinoyl-p-toluidin

Wie oben dargestellt. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol bekommt man dunkelrote Kristalle, Schmp. 153—154°C.

Analyse: $C_{13}H_{14}N_2OS$ (270,344)

Ber. C 66,72 H 5,23 N 10,38 %

Gef. C 66,70 H 5,298 N 10,43 %

N-benzoyl- β -thiopyridinoyl-p-toluidin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol bekommt man rotlichbraune Nadeln, Schmp. 96—97°C.

Analyse: $C_{20}H_{16}N_2OS$ (332,410)

Ber. C 72,35 H 4,86 N 8,44 %

Gef. C 72,30 H 4,90 N 8,48 %

N-benzoyl- β -thiopyridinoyl- α -naphtylamin

Wie oben dargestellt. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol bekommt man hellrote Platten, Schmp. 158—159°C.

Analyse: $C_{23}H_{16}N_2OS$ (368,440)

Ber. C 75,06 H 4,38 N 7,61 %

Gef. C 75,11 H 4,30 N 7,56 %

N-benzoyl- β -thiopyridinoyl- β -naphtylamin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol bekommt man glatte Nadeln, Schmp. 36—37°C.

Analyse: $C_{23}H_{16}N_2OS$ (368,440)

Ber. C 75,06 H 4,38 N 7,61 %

Gef. C 75,16 H 4,42 N 7,58 %

N-benzoyl- β -thiopyridinoyl-p-chloranillin

Wie oben dargestellt. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol-Wasser (1:1) bekommt man orangefarbene Platten, Schmp. 120—121°C.

Analyse: $C_{19}H_{13}N_2ClOS$ (355,833)

Ber. C 64,28 H 3,69 N 7,89 %

Gef. C 64,24 H 3,71 N 7,85 %

N-benzoyl- β -thiopyridinoyl-p-nitroanillin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Nach dem umkristallisieren aus Äthanol-Wasser (1:1) bekommt man orangefarbene Kristalle, Schmp. 198—199°C.

Analyse: $C_{19}H_{13}N_2O_3S$ (363,384)

Ber. C 62,86 H 3,61 N 11,58 %

Gef. C 62,90 H 3,65 N 11,62 %

N-äcetyl- γ -thiopyridinoyl-anillin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol bekommt man hellrote Kristalle, Schmp. 153—154°C.

Analyse: $C_{14}H_{12}N_2OS$ (256,318)

Ber. C 65,68 H 4,73 N 11,12 %

Gef. C 65,71 H 4,70 N 11,17 %

N-benzyl- γ -thiopyridinoyl-anillin

Wie oben dargestellt. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol bekommt man gelbbraune Platten, Schmp. 191—192°C.

Analyse: $C_{19}H_{14}N_2OS$ (318,384)

Ber. C 71,70 H 4,44 N 8,81 %

Gef. C 71,75 H 4,39 N 8,85 %

N-äcetyl- γ -thiopyridinoyl-p-toluidin

Dargestellt in gleicher Weise wie oben. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol bekommt man hellrote Nadeln, Schmp. 142—143°C.

Analyse: $C_{13}H_{14}N_2OS$ (270,3440)

Ber. C 66,72 H 5,23 N 10,38 %

Gef. C 66,68 H 5,30 N 10,33 %

N-benzoyl- γ -thiopyridinoyl-p-toluidin

Wie oben dargestellt. Nach dem Umkristallisieren aus Äthanol bekommt man orangefarbene Platten, Schmp. 195—196°C.

Analyse: $C_{20}H_{16}N_2OS$ (332,410)

Ber. C 72,35 H 4,86 N 8,44 %

Gef. C 72,40 H 4,83 N 8,40 %

LITERATUR

1. M. Jančevska, K. Jakopčić und V. Hahn, *Croat. Chem. Acta* 37 (1965) 67.
2. M. Jančevska, V. Prisaanec und M. Lazarević, *MANU IV* (1972) 19—23.
3. M. Jančevska und V. Prisaganec, *God. zbornik na PMF* 24 (1974) 73.
4. M. Jančevska, V. Prisaganec und K. Risteska, *God. zbornik na PMF* 22 (1972) 225.
5. M. Jančevska, *Dissertation*, Universität Skopje 1964.
6. V. Prisaganec—Aleksić und M. Jančevska—Nikoloska, *MANU, Prilozi X 2* (1978) 37.
7. H. Brederck, R. Gompper und H. Seiz, *Chem. Ber.* 90 (1957) 1837.
8. J. Geordeler und H. Pörrmann, *Chem. Ber.* 94 (1961) 2856.
9. P. Chabrier und S. H. Renard, *Bull. Soc. Chem. France D* (1949) 272.
10. R. N. Hurd und G. De La Mater, *Gem. Rev* 61 (1961) 45

СИНТЕЗА НА N-АЦИЛТИОАМИДИ

В. Присаѓанеп Алексик Ф. Анастасова, Л. Јовевска и М. Јанчевска

Хемиски факултет Универзитет „Кирил и Методиј“ — Скопје

РЕЗИМЕ

Во оваа работа опишана е синтезата на N-ацил деривати на некои тиаамиди на α , β , γ -пиридинкарбонските киселини.

При реакција со анхидрид на оцетна киселина односно ацетил односно бензоил хлорид се ацилира тиаамидната група од соодветните тиаамиди и се добиваат N-ацил-тиаамиди, кои се обоени супстанции со определена кристална форма и точка на топење.