



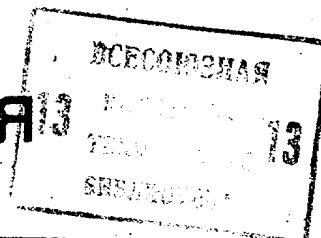
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1198070 A

С 07 D 279/30

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3799897/23-04

(22) 12.10.84

(46) 15.12.85. Бюл. № 46

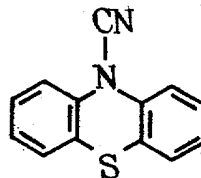
(71) Казанский ордена Ленина
и ордена Трудового Красного Знамени
государственный университет
им. В.И.Ульянова-Ленина и Ордена
Трудового Красного Знамени институт
органической и физической химии
им. А.Е.Арбузова

(72) Р.М.Камалов, М.Г.Зимин,
Г.М.Макаров, Д.Х.Ярмухаметова
и А.Н.Пудовик

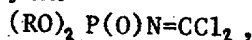
(53) 547.869.3.07(088.8)

(56) Патент Франции № 1186196,
кл. С 07 d, опублик. 1959.

(54)(57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 10-ЦИА-
НОФЕНОТИАЗИНА формулы:



отличающийся тем, что
диалкоксифосфорилизоцианиддихлорид
формулы:



где R - низший алкил,
подвергают взаимодействию с фенотиа-
зином при нагревании в автоклаве.

2. Способ по п. 1, отличаю-
щийся тем, что нагревание ве-
дут при 80-110°C.

3. Способ по п. 1, отличаю-
щийся тем, что процесс проводят
в среде инертного ароматического
растворителя.

(19) SU (11) 1198070 A

Изобретение относится к новому способу получения нового соединения, а именно 10-цианофенотиазина, который может быть применен в синтезе различных производных фенотиазина, которые находят применение в различных областях.

Цель изобретения - получение нового соединения, которое может быть использовано как основа для синтеза различных производных фенотиазинов.

Пример 1. Реакционную смесь, состоящую из 10 г (0,038 моль) диизопропокси фосфорилизоцианиддихлорида, 7,6 г (0,038 моль) фенотиазина, 40 мл безводного бензола нагревают в автоклаве на глицериновой бане (температура бани 100°C) в течение 6 ч. Из реакционной смеси удаляют в вакууме растворитель, остаток - густую вязкую темную жидкость - растворяют в смеси петролейного эфира (фракция с т.кип. 70-100°C) и бензола в соотношении 10:1. 10-Цианофенотиазин кристаллизуют в виде грязно-белых кристаллов. После многократной перекристаллизации из гексана с выходом 50% получают чистый продукт, с т.пл. 129-130,5°C.

Найдено, %: С 69,74; Н 3,64;
N 12,53; S 14,10.

$C_{13}H_8N_2S$.

Вычислено, %: С 69,64; Н 3,57;
N 12,50; S 14,29.

Пример 2. В условиях опыта примера 1 0,02 моль диизопропокси-фосфорилизоцианиддихлорида, 0,02 моль фенотиазина, 25 мл безводного толуо-

ла нагревают 7-8 ч при 90°C. 10-Цианофенотиазин выделяют с выходом 55%, т.пл. 130°C.

Пример 3. В условиях опыта примера 1 из 0,04 моль диизопропокси-фосфорилизоцианиддихлорида, 0,04 моль фенотиазина, 50 мл безводного толуола при температуре бани 110°C получают 4,9 г (выход 55%) 10-цианофенотиазина, т.пл. 130°C.

Найдено, %: С 69,90; Н 3,48.

$C_{13}H_8N_2S$.

Вычислено, %: С 69,64; Н 3,57.

Пример 4. Смесь 9,36 г (0,04 моль) диэтоксифосфорилизоцианиддихлорида, 7,96 г (0,04 моль) фенотиазина, 45 мл безводного бензола нагревают в автоклаве на глицериновой бане при температуре бани 80°C в течение 10 ч. Из реакционной смеси удаляют в вакууме растворитель, остаток растворяют в 50 мл смеси петролейного эфира (70-100°C) и бензола в соотношении 10:1. Выпавшие кристаллы многократно перекристаллизовывают из гексана. С выходом 50% получают 10-цианофенотиазин с т.пл. 130°C.

Найдено, %: С 69,90; Н 3,48.

$C_{13}H_8N_2S$.

Вычислено, %: С 69,64; Н 3,57.

Строение 10-цианофенотиазина установлено на основании ИК- и ЯМР¹³C-спектров. В ИК-спектрах имеются полосы поглощения (ν , см⁻¹): 1543, 1591, 3060 (ароматическое ядро), 2230 (CN), отсутствуют полосы NH группы. В ЯМР¹³C-спектре атому углерода CN группы соответствует сигнал с δ 13 С 109, 935 м.д.

Составитель И.Левшин

Редактор Н.Киштулинец Техред Л.Мартяшова Корректор И.Муска

Заказ 7686/26

Тираж 383

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПИ "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4