

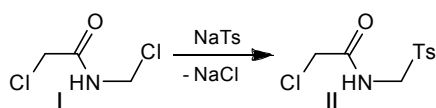
УДК 547.491.4

*В.В. Кисельов, П.В. Задорожній, О.В. Охтіна*

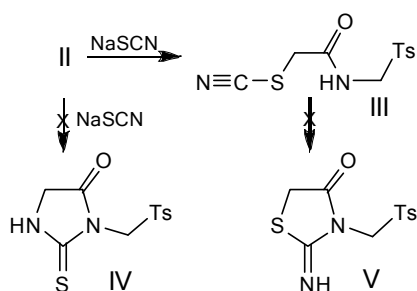
**РЕАКЦІЯ 2-ХЛОП-N-(ТОЗИЛМЕТИЛ)АЦЕТАМІДУ З РОДАНІДОМ НАТРІЮ**

ДВНЗ «Український державний хіміко-технологічний університет», м. Дніпропетровськ

Реакція галогенпохідних з роданідами лужних металів часто супроводжується подальшою циклізацією [1,2]. Нами була проведена спроба застосувати для таких перетворень легкодоступний 2-хлор-N-(тозилметил)ацетамід, який синтезовано з відповідного 2-хлор-N-(хлорметил)-ацетаміду:



Проте в реакції сполуки (II) з роданідом натрію замість утворення очікуваних циклічних сполук (IV) або (V) був виділений лише тиоціанат (III):



Будова сполуки (III) підтверджена практично повним елементним аналізом та за допомогою ІЧ та ЯМР<sup>1</sup>H спектроскопії. Так в ІЧ спектрі продукту перетворення (II)→(III) знайдена смуга при 2170 см<sup>-1</sup>, характерна для тиоціанатного угруповання [3], що надійно дозволяє виключити утворення циклічних сполук (IV) та (V).

**Експериментальна частина**

ІЧ спектри синтезованих сполук записано на приладі Spersord 75IR, а спектри ЯМР<sup>1</sup>H – на спектрометрі Varian Gemini 200, стандарт – ТМС.

Необхідний для подальших перетворень 2-хлор-N-(хлорметил)ацетамід було одержано за методикою, яку детально описано у монографії [4].

**2-Хлор-N-(тозилметил)ацетамід (II)**

Суміш 1,42 г (0,01 моль) сполуки (I), 1,96 г (0,011 моль) тозилату натрію та 20–25 мл без-

водного ацетону кип'ятили протягом однієї години, суміш охолоджували до 20–25°C, осад хлористого натрію відфільтровували, розчинник вилучали у вакуумі. До залишку додавали 30 мл гексану, осад відфільтровували і перекристалізували. Одержували 1,62 г сполуки (II), вихід 62%, T<sub>пл.</sub> 127–128°C (бензол). Знайдено, %: Cl 13,63, S 12,46. C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>3</sub>S. Обчислено, %: Cl 13,55, S 12,25. ІЧ спектр, ν см<sup>-1</sup>, (KBr): 1150, 1320 (SO<sub>2</sub>), 1670 (C=O), 3320 (NH<sub>асон.</sub>).

**2-Тиоціанато-N-(тозилметил)ацетамід (III)**

Суміш 2,62 г (0,01 моль) сполуки (II), 0,81 г (0,01 моль) роданіду натрію та 20–25 мл безводного ацетонітрилу кип'ятили протягом однієї хвилини, суміш охолоджували до 20–25°C, осад хлористого натрію відфільтровували, розчинник вилучали у вакуумі. Залишок обробляли водою, осад відфільтровували і висушували. Аналітичний зразок перекристалізували з метанолу. Вихід сполуки (III) 78%, T<sub>пл.</sub> 128–129°C. Знайдено, %: C 46,29 H 4,20 Cl 13,63, N 9,98 S 12,46. C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>3</sub>S. Обчислено, %: C 46,46 H 4,25 Cl 13,55, N 9,85 S 12,25. ІЧ спектр, ν см<sup>-1</sup>, (KBr): 1155, 1330 (SO<sub>2</sub>), 1660 (C=O), 2155 (S–C≡N) 3280 (NH<sub>асон.</sub>). Спектр ЯМР<sup>1</sup>H, d, м.д. (DMCOd<sub>6</sub>): 2,39с (3H, CH<sub>3</sub>), 3,84с (2H, SCH<sub>2</sub>C(O)), 4,72д (2H, j=6,5Гц CH<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>), 7,42д, 7,72д (4H, C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>), 9,33т (1H, j=6,5Гц NH).

**СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ**

1. Реакція 3-арил-2-фенациламіно-2,3-дихлорпропіонових кислот з роданідом калію / С.Ю. Черноус, О.В. Харченко, О.В. Охтіна, В.В. Кисельов // *Вопр. химии и хим. технологии.* – 2005. – № 1. – С.213.
2. Кург В.В., Броварец В.С., Драч Б.С. Взаимодействие 1-ациламино-2-хлорвинил(трифенил)фосфоний хлоридов с роданидом натрия // *Докл. АН УССР. Сер.Б.* – 1990. – № 6. – С.53-55.
3. Гордон А., Форд Р. Спутник химика: Пер. с англ. – М.: Мир, 1976. – 543 с.
4. Драч Б.С., Броварец В.С., Смолий О.Б. Синтезы азотсодержащих гетероциклических соединений на основе амидоалкилирующих агентов. – К.: Наук. думка, 1992. – 175 с.