

Univerzita Pardubice
Fakulta chemicko-technologická
Ústav organické chemie a technologie

**Příprava β -enaminoamidů a jejich reakce
s diazoniovými solemi**

Autor: LUBOŠ SOCHA

Vedoucí práce: Ing. MARKÉTA SVOBODOVÁ, Ph.D.

Univerzita Pardubice
Fakulta chemicko-technologická
Katedra organické chemie
Akademický rok: 2008/2009

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Luboš SOCHA**

Studijní program: **B2802 Chemie a technická chemie**

Studijní obor: **Chemie a technická chemie**

Název tématu: **Příprava β -enaminoamidů a jejich reakce s diazoniovými solemi**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í

1. Prostudujte literaturu týkající se přípravy β -enaminoamidů a sepište literární rešerši na toto téma.
2. Připravte šest β -enaminoamidů, z toho dva z 3-oxobutanamidu, dva z 3-fenyl-3-oxopropanamidu a dva z *N*-methyl-3-oxobutanamidu.
3. Kterýkoliv z nich podrobte reakci s 4-methylbenzediazonium-tetrafenylborátem. Vzniklé produkty identifikujte a charakterizujte pomocí NMR spektroskopie, popř. rentgenostrukturní analýzy.
4. Sepište závěrečnou zprávu.

Rozsah grafických prací:
Rozsah pracovní zprávy:
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**
Seznam odborné literatury:


Všechna dostupná chemická literatura.

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Markéta Svobodová, Ph.D.**
Katedra organické chemie

Datum zadání bakalářské práce: **23. února 2009**
Termín odevzdání bakalářské práce: **26. června 2009**


prof. Ing. Petr Lošťák, DrSc.
děkan

L.S.


prof. Ing. Miloš Sedlák, DrSc.
vedoucí katedry

V Pardubicích dne 23. února 2009

Prohlašuji:

Tuto práci jsem vypracoval samostatně. Veškeré literární prameny a informace, které jsem v práci využil, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

Byl jsem seznámen s tím, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména se skutečností, že Univerzita Pardubice má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona, a s tím, že pokud dojde k užití této práce mnou nebo bude poskytnuta licence o užití jinému subjektu, je Univerzita Pardubice oprávněna ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložila, a to podle okolností až do jejich skutečné výše.

Souhlasím s prezenčním zpřístupněním své práce v Univerzitní knihovně.

V Pardubicích dne 8. 6. 2009

Luboš Socha

PODĚKOVÁNÍ:

Chtěl bych poděkovat své vedoucí práce Ing. Markétě Svobodové, Ph.D. za odborné vedení a pomoc jak v laboratoři, tak při sepsání této bakalářské práce.

ANOTACE:

V teoretické části práce jsou uvedeny různé metody přípravy β -enaminoamidů. Experimentální část se zabývá přípravou pěti β -enaminoamidů. Jeden z nich byl následně podroben reakci s diazoniovou solí. Produkty reakce byly identifikovány pomocí multinukleární magnetické rezonance.

KLÍČOVÁ SLOVA:

β -enaminoamidy, diazoniové soli, oxadiazaboriny, diazaboriny

TITLE:

Preparations of β -enaminoamides and their reactions with diazonium salts

ANNOTATION:

Various methods of preparations of β -enaminoamides are shown in a theoretical part of this bachelor's work. An experimental part deals with a synthesis of five β -enamino-amides. One of them was subjected to a reaction with a diazonium salt. The products of the reaction were identified by means of multinuclear magnetic resonance.

KEY WORDS:

β -enaminoamides, diazonium salts, oxadiazaborines, diazaborines

SOUHRN:

V teoretické části se práce zabývá různými metodami přípravy β -enaminoamidů. Je zde uveden souhrn různých příprav těchto látek, které byly dostupné v nynější chemické literatuře. Bylo připraveno pět β -enaminoamidů reakcí aminů s β -oxoamidy, případně β -oxoestery. 3-Amino-3-fenylprop-2-enamid byl podroben reakci s 4-methylbenzen-diazonium-tetrafenylborátem za dvou různých podmínek. Z reakcí byly izolovány dva produkty, které byly identifikovány jako 2,2,6-trifenyl-5-[(4-methylfenyl)hydrazono]-1*H*-1,3,2 λ^4 -diazaborin-4-on a 5-(aminofenylmetylen)-2,2-difenyl-6-imino-3-(4-methylfenyl)-5,6-dihydro-2*H*-1,3,4,2 λ^4 -oxadiazaborin.

SUMMARY:

The work studies various methods of preparation of β -enaminoamides. Five β -enaminoamides were prepared by the reaction of amines with β -oxoamides or β -oxoesters. 3-Amino-3-phenylprop-2-enamide was subjected to the reaction with 4-methylbenzenediazonium tetraphenylborate under various reaction conditions. Two products were isolated, which were identified like 2,2,6-triphenyl-5-[(4-methylphenyl)hydrazono]-1*H*-1,3,2 λ^4 -diazaborin-4-one and 5-(aminophenylmethylene)-6-imino-3-(4-methyl-phenyl)-2,2-diphenyl-5,6-dihydro-2*H*-1,3,4,2 λ^4 -oxadiazaborine.

SEZNAM ZKRATEK:

Ac – acetyl

Ac₂O – acetanhydrid

Bu – butyl

DME – dimethylether

DMSO – dimethylsulfoxid

Et – ethyl

EtAc – ethyl-acetát

EtOH – ethanol

i-Pr – isopropyl

Me – methyl

MeOH – methanol

NMR – nukleární magnetická rezonance

Ph – fenyl

Pr – propyl

t-Bu – *terc*-butyl

THF – tetrahydrofuran

Tos – tosyl

OBSAH:

1	ÚVOD	11
2	TEORIE	11
2.1	PŘÍPRAVA Z NASYCENÝCH KARBOXYLOVÝCH KYSELIN A JEJICH DERIVÁTŮ.....	11
2.1.1	Příprava z alifatických amidů	11
2.1.2	Příprava z β -difluorkyselin	12
2.1.3	Příprava z α -diazoo- β -aminoamidů	12
2.1.4	Příprava z β -oxoesterů a β -oxoamidů	13
2.2	PŘÍPRAVA Z NENASYCENÝCH KARBOXYLOVÝCH KYSELIN A JEJICH DERIVÁTŮ.....	14
2.2.1	Příprava z fluorovaných amidů a esterů s dvojnou vazbou na α -uhlíku	14
2.2.2	Příprava z amidů a esterů s trojnou vazbou na α -uhlíku	14
2.3	PŘÍPRAVA Z HETEROCYKLŮ.....	15
2.3.1	Příprava z dioxinů	15
2.3.2	Příprava z dioxaborinanů	16
2.3.3	Příprava z isooxazolů	17
2.3.4	Příprava z pyrimidin-4-onů	18
2.4	OSTATNÍ PŘÍPRAVY	19
2.4.1	Příprava z isokyanátů	19
2.4.2	Příprava z iminopropandienonů	20
2.4.3	Příprava z S-ylidů	20
2.4.4	Příprava z lithných sloučenin	21
2.4.5	Příprava pomocí hořčnatých sloučenin	22
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	24
3.1	OBECNÉ.....	24
3.1.1	NMR spektra	24
3.1.2	Body tání, elementární analýza	24
3.1.3	Použitá rozpouštědla a činidla, čištění a sušení.....	25
3.2	PŘÍPRAVA VÝCHOZÍCH LÁTEK	25
3.2.1	Příprava 4-methylbenzediazonium-tetrafenylborátu (1)	25
3.2.2	Příprava 3-amino-3-fenylprop-2-enamidu (2).....	26
3.2.3	Příprava 3-aminobut-2-enamidu (3).....	26
3.2.4	Příprava 3-(methylamino)but-2-enamidu (4).....	27
3.2.5	Příprava <i>N</i> -methyl-3-oxobutanamidu (6).....	27
3.2.6	Příprava <i>N</i> -methyl-3-aminobut-2-enamidu (7)	28
3.3	REAKCE 3-AMINO-3-FENYLPROPANAMIDU S 4-METHYLBENZEN-DIAZONIUM-TETRAFENYLBORÁTEM	29
3.3.1	Metoda A.....	29
3.3.2	Metoda B	29
3.4	VÝSLEDKY A DISKUSE	31
4	ZÁVĚR	36
5	LITERATURA	37