

## IR-spektroskopische Untersuchung von N-Acyl-1,3-N,O-Heterocyclen und 2-Alkyl-thiazolinen-2 bzw. -thiazinen-2

Von A. PASTURA und K. THEWALT

Mit 5 Abbildungen

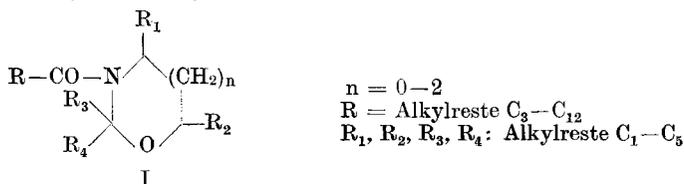
### Inhaltsübersicht

Es wird gezeigt, daß für N-Acyl-oxazolidine, -1,3-tetrahydrooxazine, -1,3-hexahydro-oxazepine, 2-Alkyl- $\Delta^2$ -thiazoline und 2-Alkyl- $\Delta^2$ -thiazine Absorptionen im Bereich zwischen 900 und 1000  $\text{cm}^{-1}$  charakteristisch sind. Diese Verbindungen wurden außerdem gaschromatographisch untersucht.

### I. IR-Untersuchungen

#### a) N,O-Heterocyclen

In der Literatur finden sich einige Arbeiten über IR-Spektren von Alkyloxazolidinen. Nach BERGMANN und Mitarb.<sup>1)</sup> ist diese Verbindungsgruppe durch ein Bandentriplett bei 1086 — 1118  $\text{cm}^{-1}$ , 1116—1139  $\text{cm}^{-1}$ , 1149—1185  $\text{cm}^{-1}$  charakterisiert. Nach HABERMEHL<sup>2)</sup> ist dieses Triplett zur Identifizierung von Oxazolidinen nicht geeignet, da viele andere Verbindungen, die nicht Oxazolidine sind, Absorptionen in diesem Bereich zeigen. Als charakteristisch für Alkyloxazolidine wird von HABERMEHL dagegen der Bereich zwischen 810—890  $\text{cm}^{-1}$  bezeichnet. Bei allen von uns untersuchten N-Acyl-heterocyclen des Typs



fanden wir außer den von BERGMANN und HABERMEHL genannten Absorptionsbereichen einen weiteren charakteristischen Bereich zwischen 900 bis 1000  $\text{cm}^{-1}$ .

<sup>1)</sup> E. D. BERGMANN, E. ZIMKIN u. S. PINCHAS, Rec. Trav. chim. Pays-Bas **71**, 168 (1952).

<sup>2)</sup> G. HABERMEHL, Chem. Ber. **96**, 2029 (1963).

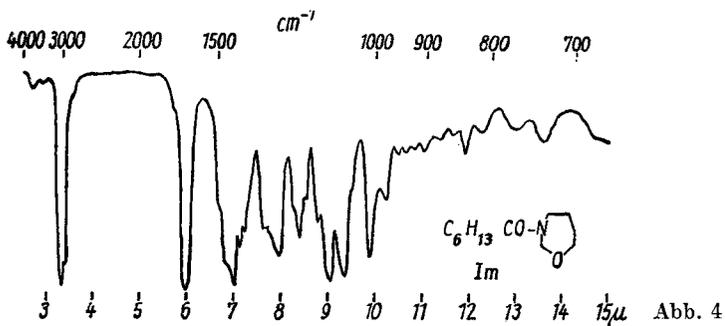
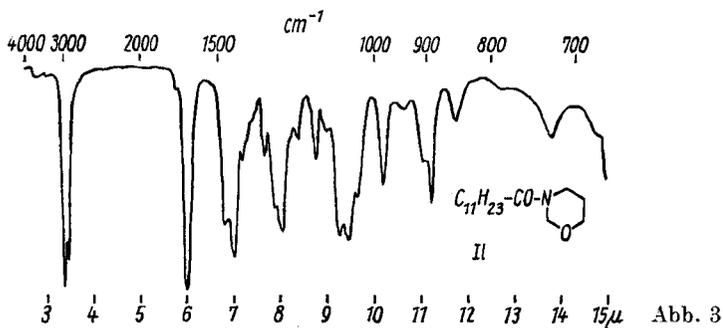
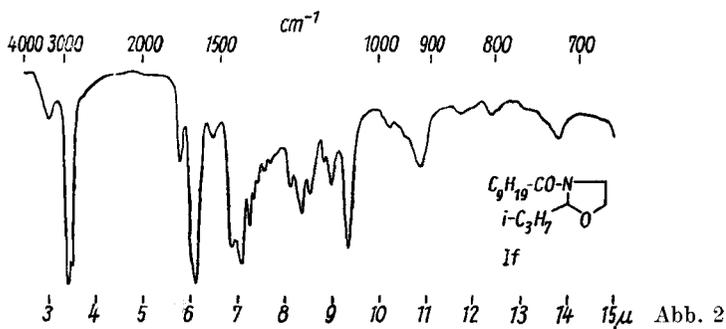
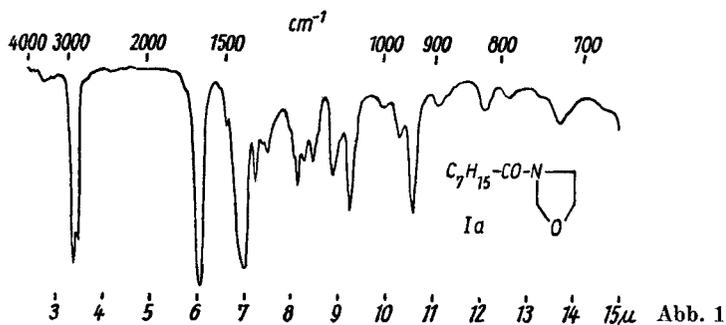
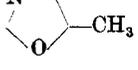
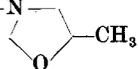
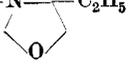
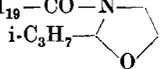
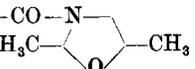
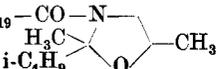


Tabelle 1  
IR-Spektren von I

Verb.- Nr.	Formel	Charakteristische Absorptionen ( $\text{cm}^{-1}$ )
Ia	$\text{C}_7\text{H}_{15}-\text{CO}-\text{N}$ 	1650, 1140, 1080, 970, 942
Ib	$\text{C}_9\text{H}_{19}-\text{CO}-\text{N}$ 	1650, 1140, 1080, 970, 942
Ic	$\text{C}_5\text{H}_{11}-\text{CO}-\text{N}$ 	1650, 1220, 1080, 1055, 908, 842
Id	$i\text{-C}_8\text{H}_{17}-\text{CO}-\text{N}$ 	1650, 1220, 1080, 1055, 908, 842
Ie	$\text{C}_9\text{H}_{19}-\text{CO}-\text{N}$ 	1660, 1210, 1180, 1080, 990, 960, 935, 868
If	$\text{C}_9\text{H}_{19}-\text{CO}-\text{N}$ 	1650, 1240, 1200, 1110, 1070, 920, 850
Ig	$\text{C}_9\text{H}_{19}-\text{CO}-\text{N}$ 	1660, 1240, 1160, 1115, 1055, 1000, 918, 835
Ih	$\text{C}_9\text{H}_{19}-\text{CO}-\text{N}$ 	1650, 1220, 1140, 1080, 1055, 945, 908, 842, 828
Ii	$\text{C}_2\text{H}_5-\text{CO}-\text{N}$ 	1650, 1240, 1185, 1140, 1075, 1048, 972, 925, 885, 845, 820
Ik	$\text{C}_5\text{H}_{11}-\text{CO}-\text{N}$ 	1650, 1248, 1190, 1148, 1075, 1050, 980, 900, 890, 848
Il	$\text{C}_{11}\text{H}_{23}-\text{CO}-\text{N}$ 	1650, 1248, 1190, 1148, 1075, 1050, 980, 900, 890, 848
Im	$\text{C}_6\text{H}_{13}-\text{CO}-\text{N}$ 	1660, 1255, 1210, 1110, 1070, 1012, 980, 840

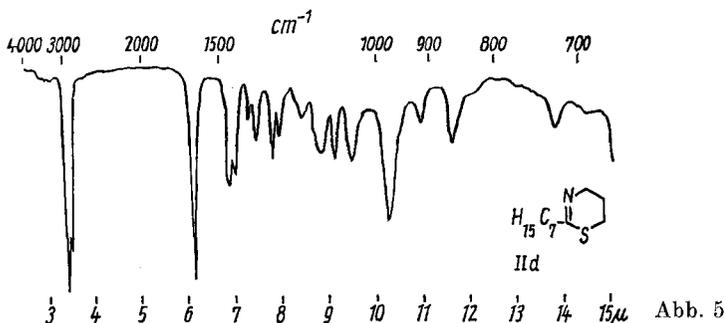
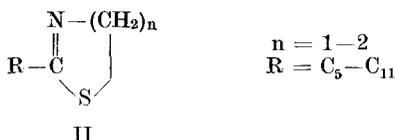
Besonders hervorzuheben sind die Absorptionen bei  $842 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$  (Ic, d und If—m) sowie bei  $908 \pm 12 \text{ cm}^{-1}$  (Ic, d, f, g, h, k, l).

Bei  $842 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$  treten typische Absorptionen auf, deren Lage und Intensitäten von den Alkylsubstituenten  $R_1-R_4$  abhängig sind (siehe Tabelle 1 und Abb. 1—4).

### b) 2-Alkyl- $\Delta^2$ -thiazoline und 2-Alkyl- $\Delta^2$ -thiazine

Die IR-Spektren von in 2-Stellung substituierten Thiazolinen wurden von OTTING und DRAWERT<sup>3)</sup> diskutiert. Als charakteristische Absorptionen bezeichnen diese Autoren die Banden bei  $1640-1560 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1250-1190 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1010-950 \text{ cm}^{-1}$ .

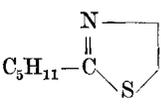
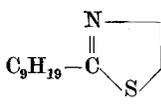
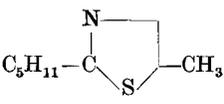
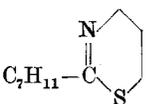
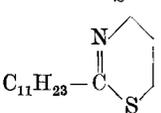
Wir untersuchten nun einige Verbindungen des Typs



Dabei erhielten wir außer den von OTTING und DRAWERT beschriebenen Absorptionen weitere schwach-mittlere Absorptionen im Bereich von  $800$  bis  $1000 \text{ cm}^{-1}$ . Charakteristisch ist hier der Bereich von  $850-862 \text{ cm}^{-1}$ . Der Gesamthabitus der Spektren von II gleicht dem von I. Die IR-Spektren wurden mit dem Gerät Perkin-Elmer Infracord, Mod. 137, aufgenommen. Die Substanzen wurden als  $0,01 \text{ mm}$  starke Filme zwischen NaCl-Scheiben aufgetragen.

<sup>3)</sup> W. OTTING u. DRAWERT, Chem. Ber. 88, 1469 (1955).

Tabelle 2  
IR-Spektren von II

Verb.- Nr.	Formel	Charakteristische Absorptionen ( $\text{cm}^{-1}$ )
IIa		1648, 1200, 1150, 1098, <b>1010</b> , 965, 925, 850
IIb		1648, 1200, 1150, 1098, <b>995</b> , 925, 850
IIc		1640, 1195, 1150, 1055, 1015, 995, <b>950</b> , 850
II d		1640, 1180, 1140, 1098, 1055, 960, 915, <b>862</b>
IIe		1640, 1180, 1140, 1098, 1055, 970, 915, 862

## II. Herkunft der Präparate

I a—m wurden nach THEWALT und RENCKHOFF<sup>4)</sup> durch saure Kondensation von N-(Hydroxyalkyl)-amiden des Typs  $\text{RCONHCHR}_1 \cdot (\text{CH}_2)_n \cdot \text{CHR}_2\text{OH}$  (III) mit Carbonylverbindungen der allgemeinen Formel  $\text{R}_3\text{R}_4\text{CO}$ , wobei R und  $\text{R}_1$  bis  $\text{R}_4$  die in I angegebene Bedeutung haben, erhalten. II a—e wurden durch Umsetzung von III mit  $\text{P}_2\text{S}_5$ , über die an anderer Stelle berichtet wurde<sup>4)</sup>, erhalten.

<sup>4)</sup> Vorgetragen auf der DGF-Vortragstagung Mainz 1967; K. THEWALT u. G. RENCKHOFF, Fette, Seifen, Anstrichmittel **70** (1968) (in Vorbereitung).

Witten (Ruhr), Dynamit Nobel AG., Werk Witten.

Bei der Redaktion eingegangen am 27. November 1967.