

BURCKHARDT HELFERICH und HELMUT MYLENBUSCH

Notiz zur Addition von Isocyanaten an Sulfonsäureamide¹⁾

Aus dem Chemischen Institut der Universität Bonn

(Eingegangen am 26. Mai 1964)

Am Stickstoff nicht substituierte Sulfonamide reagieren in Form ihrer Natriumsalze in wäßriger Lösung glatt mit Isocyanaten zu substituierten Harnstoffen²⁾, im Gegensatz zu Sulfonamiden aus primären Aminen²⁾.

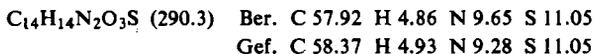
Im folgenden wird an zwei Beispielen gezeigt, daß die Addition *N*-monosubstituierter Sulfonamide an Phenylisocyanat unter anderen Versuchsbedingungen mit guten Ausbeuten möglich ist.

Bei mehrstündigem Kochen von Benzolsulfonsäure-methylamid mit Phenylisocyanat in absol. Toluol unter Zusatz von überschüssigem Triäthylamin entsteht in einer Ausbeute von über 70% *N*-Benzolsulfonyl-*N*-methyl-*N'*-phenyl-harnstoff (I).

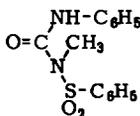
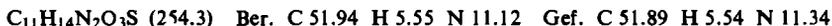
Ebenso läßt sich an Phenylisocyanat 1.4-Butansultam³⁾ durch Kochen in Benzol bei Zusatz von Triäthylamin zu über 80% zu *N*-Phenylcarbamoyl-1.4-butansultam (II) umsetzen. Nach vorläufigen Versuchen läßt sich die Reaktion wahrscheinlich auch auf andere Isocyanate und andere Sulfonamide aus primären Aminen übertragen.

BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

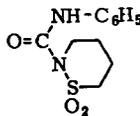
N-Benzolsulfonyl-*N*-methyl-*N'*-phenyl-harnstoff (I): 7.2 g Benzolsulfonsäure-methylamid und 5.0 g Phenylisocyanat (Molverhältnis 1:1) werden in 200 ccm absol. Toluol nach Zusatz von 6.25 g Triäthylamin 3 Stdn. rückgekocht. Das nach Eindampfen i. Vak. zurückbleibende Öl kristallisiert im Lauf einiger Tage. Aus 10.5 ccm Äthanol Ausb. 7.9 g (65% d. Th.). Nochmals aus Äthanol (Klären der Lösung mit Kohle) Schmp. 75–75.5°. I ist löslich in Äthanol, Aceton, Chloroform, Eisessig, schwer- bis unlöslich in Äther, Petroläther und Wasser.



N-Phenylcarbamoyl-1.4-butansultam (II): 1.35 g 1.4-Butansultam³⁾ (10.0 mMol) werden mit 1.19 g Phenylisocyanat (10.0 mMol) in 70 ccm absol. Benzol nach Zusatz von 1.5 g Triäthylamin (15 mMol) 3 Stdn. rückgekocht. Nach Eindampfen i. Vak. wird der Rückstand aus Tetrachlorkohlenstoff und dann aus verd. Äthanol umkristallisiert. Ausb. 2.1 g (über 80% d. Th.), Schmp. 113°. II ist löslich in Äthanol, Aceton, Chloroform und Eisessig, mäßig löslich in Tetrachlorkohlenstoff, Benzol, schwer- bis unlöslich in Wasser, Äther und Ligroin.



I



II

¹⁾ Aus der Dissertat. H. MYLENBUSCH, Univ. Bonn 1960.

²⁾ S. PETERSEN, Chem. Ber. **83**, 551 [1950].

³⁾ W. DIRSCHERL, F. W. WEINGARTEN und K. OTTO, Liebigs Ann. Chem. **588**, 200 [1954]; W. DIRSCHERL und K. OTTO, Chem. Ber. **89**, 393 [1956]; B. HELFERICH, K. GEIST und H. PLÜMPE, Liebigs Ann. Chem. **651**, 26 [1962].