

Carl Metzger und Richard Wegler

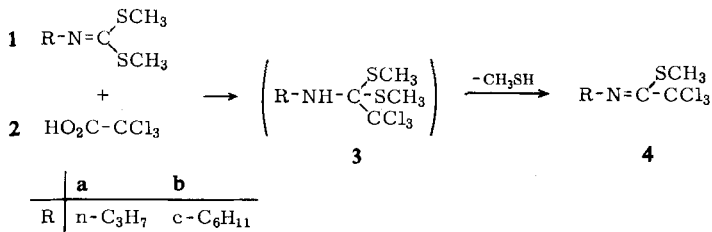
Über Reaktionen von *N*-Alkyl-iminokohlensäure-(*O,O* bzw. *S,S*)-dialkylestern, 4¹⁾

Notiz über die Umsetzung von *N*-Alkyl-iminodithiokohlensäure-dimethylester mit Trichloressigsäure

Aus den Wissenschaftlichen Laboratorien der Farbenfabriken Bayer AG, Wuppertal-Elberfeld
(Eingegangen am 11. Oktober 1967)

Lukasiewicz²⁾ berichtet über die Addition von Trichloressigsäure an die C=N-Doppelbindung von Schiffschen Basen. In Analogie dazu haben wir diese Reaktion auf die Iminodithiokohlensäureester übertragen.

Die Umsetzungen von **1** mit **2** waren außer von der erwarteten Kohlendioxid-Entwicklung noch zusätzlich von Methylmercaptan-Abspaltung begleitet. Als Reaktionsprodukte wurden in geringen Ausbeuten Trichlorthioacetimidsäure-methylester **4** isoliert. Danach bildeten sich primär Dithioorthocarbonsäure-amide **3**, die sofort Methylmercaptan verlieren und die Verbindungen **4** liefern.



Beschreibung der Versuche

N-Propyl-trichlorthioacetimidsäure-methylester (**4a**): Zu 48.9 g (0.3 Mol) *N*-Propyl-iminodithiokohlensäure-dimethylester (**1a**) in 150 ccm trockenem Benzol wurde bei 60° unter Rühren eine Lösung von 48.9 g (0.3 Mol) Trichloressigsäure (**2**) in 110 ccm Benzol getropft. Nach 3 Stdn. bei 60° wurde destillativ aufgearbeitet. Sdp._{0.4} 54°; Ausb. 2.0 g (2.8%).

IR (CCl₄)³⁾: ν_{C=N} 1585/cm.

C₆H₁₀Cl₃NS (234.6) Ber. Cl 45.37 N 5.97 S 13.67 Gef. Cl 43.59 N 6.10 S 13.67

N-Cyclohexyl-trichlorthioacetimidsäure-methylester (**4b**): Analog wurden 40.6 g (0.2 Mol) *N*-Cyclohexyl-iminodithiokohlensäure-dimethylester (**1b**) mit 32.6 g (0.2 Mol) **2** in trockenem Benzol umgesetzt. Sdp._{0.4} 96°; Ausb. 2.0 g (3.6%).

IR (CCl₄)³⁾: ν_{C=N} 1620/cm.

C₉H₁₄Cl₃NS (276.7) Ber. Cl 38.73 N 5.10 S 11.68 Gef. Cl 38.51 N 5.00 S 11.47

¹⁾ 3. Mitteil.: C. Metzger und R. Wegler, Chem. Ber. 101, 1134 (1968), vorstehend.

²⁾ A. Lukasiewicz, Tetrahedron [London] 20, 1 (1964).

³⁾ IR-Aufnahmen in Lösung: Konzentration 5% bei einer Schichtdicke von 0.16 mm.