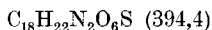


Die Kondensation von Sulfanil-Amid, zunächst mit α -Bromacetophenon und dann weiter mit Acetessigester ergab das N-(Phenyl-4-sulfonamid)-2-hydroxy-3-acetyl-4-phenyl-pyrrol IV.

Beschreibung der Versuche

N-(Phenyl-4'-sulfamid)-2,5-dimethylpyrrol-3,4-dicarbonsäure-diäthylester. I.

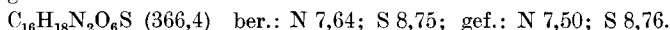
1,72 g (0,01 Mol) p-Aminophenyl-sulfonamid werden in 30 cm³ Eisessig mit 2,58 g (0,01 Mol) Diacetbernsteinsäureester bei 65° eine Stunde gerührt. Beim Erkalten kristallisiert das Kondensationsprodukt I aus. Ausbeute 3,5 g, das ist über 90% d. Th. Nach dem Umkristallisieren aus Alkohol schmelzen die farblosen Nadeln bei 210—211°. Sie sind wenig bis unlöslich in Eisessig, Alkohol und Wasser. Die Fichtenspanreaktion ist positiv.



ber.: N 7,10; S 8,12; gef.: N 7,04; S 7,80.

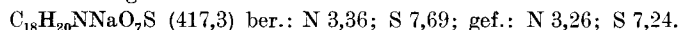
N-(Phenyl-4'-sulfonamid)-2,5-dimethylpyrrol-3,4-dicarbonsäure-mono-äthylester. II.

1,97 g (0,005 Mol) des Di-esters I werden in einer Lösung von 1,12 g KOH in 30 cm³ Alkohol 10 Minuten rückgekocht. Die nach dem Erkalten auskristallisierte Substanz (K-Salz) wird in Wasser gelöst, durch Ansäuern mit HCl die Estersäure ausgefällt und diese aus 100 cm³ Alkohol umkristallisiert. Ausbeute 1,46 g, das ist 80% d. Th. Beim Erhitzen im Röhrchen beginnt gegen 200° Verfärbung, gegen 208° Gasentwicklung und bei etwa 241° schmilzt die Substanz unter völliger Zersetzung. Die Estersäure ist etwas löslich in Alkohol, noch weniger in Aceton und so gut wie unlöslich in Chloroform und Essigester.



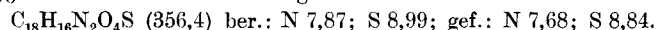
N-(Phenyl-4'-sulfonsäure)-2,5-dimethylpyrrol-3,4-dicarbonsäure-diäthylester. III.

1,95 g (0,01 Mol) sulfanilsaures Na und 2,58 g (0,01 Mol) Diacetbernsteinsäureester werden in 80 cm³ Eisessig 2 Stunden auf 80° erhitzt. Nach dem Abkühlen wird die filtrierte Lösung mit Äther versetzt. Der ausfallende Sirup wird beim Reiben kristallin. Durch Umkristallisieren aus wenig Aceton (Kohle) erhält man das Na-Salz der Säure III in weißen Säulen. Schmp. unter Zersetzung 310—311°. Ausbeute 3,5 g, das ist 84% d. Th. Das Salz ist löslich in Wasser, Alkohol, Aceton und Eisessig, so gut wie unlöslich in Äther, Benzol und Essigester.



N-(Phenyl-4'-sulfonamid)-2-hydroxy-3-acetyl-4-phenyl-pyrrol. IV.

5 g α -Bromacetophenon und 12 g Sulfanilsäure-amid werden eine Stunde in 40 cm³ Alkohol rückgekocht und 2,7 g des beim Erkalten ausgefallenen Niederschlags (Ausbeute an N-Phenacyl-sulfanilamid 3,5 g, das ist 53% d. Th.) in 12 cm³ Acetessigester 2 Stunden rückgekocht. Nach dem Abkühlen wird der ausgefallene Niederschlag aus 100 cm³ Methanol umkristallisiert. Ausbeute an dem Pyrrol-Derivat IV: 2,5 g, das ist 70% d. Th. Die stark verfilzten gelben Nadeln schmelzen bei 200—206°.



N-(Phenyl-4'-arsonsäure)-2,5-dimethylpyrrol-3,4-dicarbonsäure-diäthylester. V.

2,39 g (0,01 Mol) arsanilsaures Na und 2,58 g (0,01 Mol) Diacetbernsteinsäureester werden in 30 cm³ Eisessig unter Rühren eine Stunde bei 80° kondensiert und dadurch in Lösung gebracht. Nach dem Erkalten und nach Zusatz von Wasser bis zur beginnenden Trübung kristallisiert im Lauf von einigen Stunden bei etwa 0° das Pyrrol-Derivat V in farblosen Nadeln aus. Ausbeute nach nochmaligem Umfällen aus Eisessig mit Wasser 3,11 g, das ist über 70% d. Th. Schmp. unter Zersetzung von etwa 280–292°. Die Verbindung ist löslich in Methanol, Alkohol, Eisessig und Äther, unlöslich in Wasser.

C₁₈H₂₂AsNO₇ (439,3) ber.: C 49,21; H 5,05; N 3,19; gef.: C 49,40; H 5,11; N 3,04.

N-(Phenyl-4'-arsonsäure)-2,5-dimethylpyrrol-3,4-dicarbonsäure. VI.

2,2 g (0,005 Mol) des Di-esters V werden mit 25 cm³ 5 n NaOH eine Stunde rückgekocht. Beim Versetzen der nach dem Erkalten mit 25,2 cm³ 5 n HCl angesäuerten Lösung fällt die Dicarbonsäure VI als käsiger weißer Niederschlag aus. Nach dem Umkristallisieren der mit Wasser gewaschenen Substanz aus Wasser erhält man farblose Nadeln, die beim Erhitzen im Röhrchen sich etwa bei 255° zu verfärben beginnen ohne bis 350° zu schmelzen. Ausbeute 1,24 g, das ist 65% d. Th. Die Säure ist löslich in Methanol, Alkohol und Alkalien, schwer bis unlöslich in Wasser, Säuren, Äther und Chloroform.

C₁₄H₁₄AsNO₇ (383,2) ber.: C 43,88; H 3,68; N 3,65; gef.: C 44,27; H 3,55; N 4,05.

Bonn, Chemisches Institut der Universität.

Bei der Redaktion eingegangen am 30. Oktober 1961.