

DARSTELLUNG VON N - SULFONYL - CARBODIIMIDEN

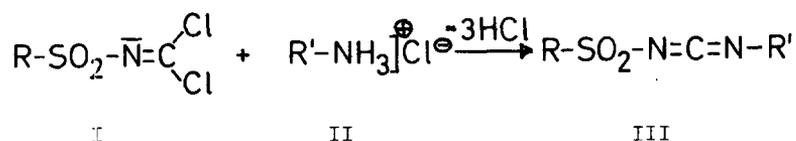
R. Neidlein und E. Heukelbach

Pharmazeutisch - Chemisches Institut der Universität  
Marburg/Lahn

(Received 28 May 1965)

Kürzlich haben wir über einige N-Acyl- und N-Sulfonyl-carbodiimide berichtet <sup>1)</sup>. Eine jüngst erschienene Mitteilung <sup>2)</sup> veranlasst uns, bereits jetzt über weitere Ergebnisse zu berichten, die die Darstellung von N-Sulfonyl-carbodiimiden betreffen.

N-Acyl- sowie N-Sulfonyl-carbodiimide werden bekanntlich aus N-Acyl- bzw. N-Sulfonyl-thioharnstoffen gewonnen, indem man Acylierungsmittel, beispielsweise Phosgen <sup>1)</sup> <sup>3)</sup> in Gegenwart von tertiären Aminen auf die entsprechenden Thioharnstoffe einwirken lässt. Durch Chlorolyse von N-Sulfonyl-imino-dithiokohlensäureester lassen sich N-Sulfonyl-isonitril-dichloride (I) <sup>4)</sup> (s. Lit. dort) herstellen und wir haben deren Eigenschaften sowie ihr Verhalten gegenüber zahlreichen Reaktionspartnern eingehend untersucht. Die Reaktionen mit primären und sekundären Aminen führen zu N-Sulfonyl-guanidinen <sup>5)</sup> und bei mehrstündigem Erhitzen der N-Sulfonyl-isonitril-dichloride mit Alkyl- oder Aryl-ammoniumchloriden (II) in Chlorbenzol oder X'olol unter Rückfluss entstehen N-Sulfonyl-carbodiimide (III):



- III a) R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>- ; R' = cycl.-C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>- Kp<sub>0,01</sub> 175 - 180°  
Ausbeute: 46 %
- b) R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>- ; R' = CH<sub>3</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>- Kp<sub>0,01</sub> 160 - 165°  
Ausbeute: 51 %
- c) R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>- ; R' = (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-CH- Kp<sub>0,01</sub> 135 - 138°  
Ausbeute: 59 %
- d) R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>- ; R' = CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>- Kp<sub>0,01</sub> 140 - 142°  
Ausbeute: 39 %
- e) R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>- ; R' = (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C- Kp<sub>0,01</sub> 158 - 160°  
Ausbeute: 33 %
- f) R = C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>- ; R' = (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH-CH<sub>2</sub>- Kp<sub>0,01</sub> 153 - 155°  
Ausbeute: 54 %

Die N-Sulfonyl-carbodiimide zeigen in ihren IR-Spektren die für die Carbodiimidgruppierung charakteristischen Absorptionsbanden zwischen 2160 - 2200 cm<sup>-1</sup>; N-Acyl-carbodiimide bei 2150 - 2190 cm<sup>-1</sup>. Die erwähnten N-Sulfonyl-carbodiimide sind farblose oder leicht gelb gefärbte Oele und längere Zeit beständig. Für alle dargestellten Verbindungen sind befriedigende Elementaranalysen erhalten worden.

Ueber das Reaktionsverhalten der N-Sulfonyl- sowie N-Acyl-carbodiimide insbesondere im Hinblick auf Synthesen von Heterocyclen werden wir demnächst an anderer Stelle berichten.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft, dem Verband der Chemischen Industrie - Fonds der Chemischen Industrie - danken wir recht herzlich für die großzügige Unterstützung unserer Untersuchungen.

References:

- 1) R. Neidlein und E. Heukelbach, Tetrahedron Letters 2, 149 (1965)
- 2) B. Anders und E. Kühle, Angew. Chem. 77, 430 (1965)
- 3) H. Ulrich und A. A. R. Sayigh, Angew. Chem. 76, 781 (1964);  
Angew. Chem. internat. Edit. 3, 639 (1964)
- 4) R. Neidlein und W. Haussmann, Tetrahedron Letters (im Druck)
- 5) R. Neidlein und W. Haussmann, Südwestdeutsche Chemiedozenten=  
tagung Mainz, 27. - 30. April 1965.