

N-SUBSTITUIERTE
2-THIOXO-1,3-THIAZOLIDIN-4,5-DIONE

W.Ritter

Institut für Pharmazeutische Chemie
der Technischen Hochschule Braunschweig

(Received in Germany 21 July 1967)

Eine kürzlich erschienene Mitteilung¹⁾ veranlasst die vorzeitige Bekanntgabe eigener Ergebnisse von Untersuchungen über die Synthese der noch unbekannteten Titelverbindungen. Sie wurden dargestellt aus den N-Alkyl- und N-Aryl-dithiocarbamidsauren Salzen durch Einwirkung einer äquimolaren Menge Oxalylchlorid in ätherischer Lösung.

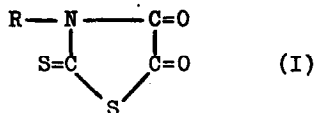


TABELLE 1

R	Ausbeute ⁺⁾	Kp/Fp (°C)
(Ia) n-Propyl	55%	55°/10 ⁻² Torr (Luftbad)
(Ib) n-Butyl	72%	70°/10 ⁻² Torr (Luftbad)
(Ic) Cyclohexyl	65%	130-131° (Äther)
(Id) Benzyl	75%	106-108° (Äther)
(Ie) Phenyl	83%	180-181° (Benzol)
(If) o-Tolyl	88%	139-140° (Sublimation bei 110°/10 ⁻² Torr)

⁺⁾ Ausbeute bezogen auf die Rohprodukte

Allgemeine Arbeitsvorschrift:

0,1 Mol des frisch hergestellten dithiocarbamidsauren Natrium- oder Ammoniums Salzes des jeweiligen Amins werden in absolutem Äther suspendiert und bei 0°C unter Feuchtigkeitsausschluss und starkem Rühren 12,7 g (0,1 Mol) Oxalylchlorid, verdünnt mit absolutem Äther, langsam zugetropft. Nach mehrstündigem Nachrühren unter Entweichen von HCl wird eine halbe Stunde zum Rückfluss erwärmt und nach dem Abkühlen vom ausgeschiedenen Natrium- oder Ammoniumchlorid abgetrennt. Aus dem Filtrat werden nach dem Absaugen des Lösungsmittels die z.T. sehr reinen Rohprodukte in Ausbeuten von 55 - 88% erhalten.

Auch die erst kürzlich bekannt gewordene Stammverbindung (R=H)¹⁾ haben wir auf diese Weise dargestellt.

(Ia) und (Ib) erhielten wir als Öle, die sich nur schwer unzersetzt destillieren lassen. Die übrigen Derivate sind kristallin und lassen sich durch Umkristallisieren aus Äther oder Benzol oder durch Sublimation bei 10^{-2} Torr reinigen. Alle hergestellten Verbindungen sind von orangegelber bis -roter Farbe. Die Werte der C,H,N,S-Verbrennungsanalysen entsprechen der Zusammensetzung.

Die im IR-Spektrum der Stammverbindung (R=H) an der C=O-Bande (1745 cm^{-1}) nur schwach sichtbare Schulter bei 1712 cm^{-1} tritt bei den N-substituierten Derivaten als mehr oder minder stark ausgeprägte zweite C=O-Bande bei $1715 \pm 10\text{ cm}^{-1}$ auf, neben der durchweg starken Bande bei $1750 \pm 5\text{ cm}^{-1}$.

Über weitere Derivate, ihre Eigenschaften und Reaktionen wird demnächst ausführlicher berichtet.

LITERATUR

- (1) V.Hahnenkamm und G.Gattow, *Angew.Chemie* **79**, 313 (1967)