

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Abt. Z. 7.75.207 12 d/125
Einger. M. 5.13

Frankfurt a. Main BAG Target
3414 30/4.17

Dr. W./F. 1346

Krefeld-Uerdingen, den 29. Mai 1943.

Verfahren zur Herstellung von Abkömmlingen des Sulfondiamids.

Es wurde gefunden, dass Sulfondiamid (Diamid der Schwefelsäure) oder N-substituierte Sulfondiamide, die mindestens noch ein substituierbares Wasserstoffatom am Stickstoff aufweisen, durch Einwirkung von acylierenden Mitteln, wie z.B. Säurechloriden oder -anhydriden in glatter Weise in Acylabkömmlinge des Sulfondiamids übergeführt werden können.

Ausser Sulfondiamid können z.B. N-Methyl-, N-Dimethyl-, N,N'-Dimethyl-, N-Äthyl-, N-Äthyl-N-methyl-, N-Butyl-, N-Dibutyl-, N-Isohexyl-, N-Di-isohexyl-, N-n-Dodecyl-, N-Cyclohexyl- und N-Dicyclohexylsulfondiamid, Pyrrolidyl-N-, Piperidyl-N- und Morpholyl-N-sulfamid, N-Phenyl-, N-(Chlorphenyl)- und N-(Oxyphenyl)-sulfondiamid nach dem vorliegenden Verfahren acyliert werden.

Als acylierende Mittel eignen sich z.B. Säurechloride, wie Acetylchlorid, Propionylchlorid, Butyrylchlorid, Stearylchlorid, Malonylchlorid, Benzoylchlorid, o-, m- oder p-Chlorbenzoylchlorid, o-, m- oder p-Nitrobenzoylchlorid, Zimtsäurechlorid, Hexahydrobenzoesäurechlorid, Nikotinsäurechlorid, Methansulfochlorid, Toluolsulfochlorid, oder Säureanhydride, wie Essigsäure-, Propionsäure-, Buttersäure-, Stearinsäure-, Bernsteinsäure- und Benzoessäureanhydrid.

Die Umsetzung kann durch Zusatz von säurebindenden Mitteln, wie Natriumhydroxyd, Kaliumhydroxyd, Natriumcarbonat, Triäthylamin und ^{Piperidin} Piperidin, gefördert werden. Falls die Löslichkeitsverhältnisse der Reaktionsteilnehmer es ermöglichen, kann die Umsetzung unter Anwendung eines inerten Lösungsmittels in homogener Phase durchgeführt werden. Als derartige Lösungsmittel können z.B. Carbonsäuren, wie Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure und Stearinsäure, Äther, wie Diäthyläther, Dibutyläther und Dioxan, sowie Ketone, wie Aceton, Methyläthylketon und Cyclohexanon Anwendung finden.

Die acylierten Sulfondiamide können z.B. als Zwischenprodukte für die Herstellung von Farbstoffen oder Arzneimitteln dienen.

Beispiel 1. Zu einer auf 70° erhitzten Lösung von 48 Gewichtsteilen Sulfondiamid in 102 Gewichtsteilen Eisessig gibt man im Laufe von 30 Minuten 102 Gewichtsteile Essigsäureanhydrid. Dann rührt man bei dieser Temperatur noch etwa 3 Stunden. Der beim ~~Abdestillieren~~^{Kühen} des Reaktionsgemisches ausfallende Niederschlag wird abfiltriert und aus Alkohol umkristallisiert. Man erhält so 70 Gewichtsteile Reaktionsprodukt in Form langer farbloser Nadeln, die bei 153-154° unter Zersetzung schmelzen. Auf Grund der Analyse ist das Acylierungsprodukt als Diacetylsulfondiamid anzusprechen.

Analyse:

Berechnet für $C_4H_8O_4N_2S$ (180):	C=26,7%	H=4,4%	N=15,5%
Gefunden:	C=27,1%	H=4,4%	N=15,6%

Beispiel 2. Eine Lösung von 96 Gewichtsteilen Sulfondiamid und 300 Gewichtsteilen Buttersäure wird in der in Beispiel 1 beschriebenen Weise mit 320 Gewichtsteilen Buttersäureanhydrid umgesetzt. Das Reaktionsprodukt (210 Gew.T.) kristallisiert aus Alkohol in langen Nadeln, die bei 155-156° unter Zersetzung schmelzen. Auf Grund der Analyse ist das Produkt als Butyrylsulfondiamid anzusprechen.

Analyse:

Berechnet für $C_8H_{16}O_4N_2S$ (236):	C=40,6%	H=6,8%	N=11,8%	S=13,6%
Gefunden:	C=41,1%	H=6,8%	N=12,2%	S=13,7%

Beispiel 3. Eine Mischung von 48 Gewichtsteilen Sulfondiamid und 54 Gewichtsteilen Buttersäurechlorid wird 40 Minuten bei 80-100° gerührt. Dabei tritt heftige Chlorwasserstoffentwicklung ein. Das anfallende Reaktionsprodukt (75 Gew.T.) kristallisiert aus Wasser in langen Nadeln, die bei 143-144° unter Zersetzung schmelzen. Das Produkt ist auf Grund der Analyse als Monobutyrylsulfondiamid anzusprechen.

Analyse:

Berechnet für $C_4H_{10}O_3N_2S$ (166):	C=28,9%	H=6,0%	N=16,9%
Gefunden:	C=29,1%	H=6,1%	N=17,2%

Beispiel 4. Eine Lösung von 48 Gewichtsteilen Sulfondiamid, und 70 Gewichtsteilen Benzoylchlorid in 150 Gewichtsteilen Dioxan wird zwei Stunden unter langsamem Durchleiten eines Stickstoffstromes auf 85-100° erwärmt. Dabei tritt heftige Chlorwasserstoffabspaltung ein.

Nach dem Abdestillieren der Hauptmenge des Dioxans erhält man 84 Gewichtsteile eines kristallinen Niederschlages, der nach dem Umkristallisieren aus Alkohol bei 161-162° schmilzt. Auf Grund der Analyse ist das Reaktionsprodukt als Monobenzoylsulfondiamid anzusprechen.

Analyse:

Berechnet für $C_7H_8O_3N_2S$ (200):	C=42,0%	H=4,0%	N=14,0%
Gefunden:	C=42,2%	H=4,1%	N=14,3%

Beispiel 5. Ein Gemisch von 51 Gewichtsteilen Monobutylsulfondiamid, hergestellt nach Beispiel 1 des Patentes ... (Patentanmeldung I. 73 658 IVc/12 o) und 59 Gewichtsteilen p-Chlorbenzoylchlorid wird eine Stunde auf 105-110° erhitzt. Nach Beendigung der Chlorwasserstoffentwicklung wird der ausfallende Niederschlag mit Äther gewaschen und getrocknet. Man erhält so 90 Gewichtsteile eines Produktes, das aus 50%igem Alkohol in langen bei 183-184° schmelzenden Nadeln kristallisiert. Auf Grund der Analyse ist das Produkt als Butyl-p-chlorbenzoylsulfondiamid anzusprechen.

Analyse:

Berechnet für $C_{11}H_{15}O_3N_2SCl$ (290,5):	C=45,5%	H=5,2%	N=9,6%	Cl=12,2%
Gefunden:	C=46,0%	H=5,3%	N=9,7%	Cl=12,6%

Beispiel 6. Ein Gemisch von 45 Gewichtsteilen Monocyclohexylsulfondiamid, hergestellt nach Beispiel 3 des Patentes ... (Patentanmeldung I. 73 658 IVc/12 o) und 35 Gewichtsteilen Benzoylchlorid wird wie in Beispiel 5 beschrieben zur Umsetzung gebracht. Das Reaktionsprodukt schmilzt nach dem Umkristallisieren aus Alkohol bei 187-188°. Nach der Analyse ist das Produkt als Monocyclohexylbenzoylsulfondiamid anzusprechen.

Analyse:

Berechnet für $C_{13}H_{17}O_3N_2S$ (281):	C=55,3%	H=6,4%	N=9,9%
Gefunden:	C=55,7%	H=6,7%	N=10,2%

Beispiel 7. Eine Mischung von 40 Gewichtsteilen Piperidylsulfondiamid, hergestellt nach Beispiel 5 des Patentes ... (Patentanmeldung I. 73 658 IVc/12 o) und 35 Gewichtsteilen Benzylchlorid wird wie in Beispiel 5 beschrieben zur Umsetzung gebracht. Das Reaktionsprodukt

(65 Gew.T.) schmilzt nach dem Umkristallisieren aus Alkohol bei 146-147°. Auf Grund der Analyse ist das Produkt als Piperidylbenzoylsulfondiamid anzusprechen.

Analyse:

Berechnet für $C_{12}H_{16}O_3N_2S$ (268): C=53,7% H=6,0% N=10,5%

Gefunden: C=53,6% H=6,1% N=10,0%

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Abkömmlingen des Sulfondiamids, dadurch gekennzeichnet, dass Sulfondiamid oder ein N-substituiertes Sulfondiamid, das mindestens noch ein substituierbares Wasserstoffatom am Stickstoff aufweist, mit einem acylierenden Mittel, gegebenenfalls in Gegenwart eines inerten Lösungsmittels und oder eines säurebindenden Stoffes, umgesetzt wird.