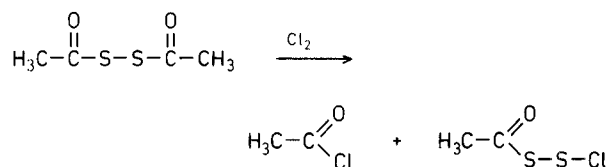


Synthese von Bis-[chlorcarbonyl]-aminen

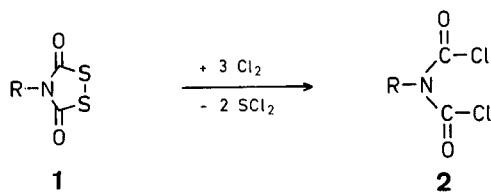
G. ZUMACH und E. KÜHLE

Wissenschaftliches Hauptlaboratorium der Farbenfabriken Bayer AG, D-509 Leverkusen-Bayerwerk

Die Chlorolyse von offenkettigen Diacyl-disulfiden erfolgt asymmetrisch unter Bildung von Acylchlorid und Acyldischwefelchlorid¹, z. B.:



Bei der chlorolytischen Spaltung der ringgeschlossenen Diacyl-disulfide² **1** (3,5-Dioxo-1,2,4-dithiazolidine) in Tetrachlormethan oder Eisessig erhielten wir unter Abspaltung von Schwefeldichlorid Bis-[chlorcarbonyl]-amine (**2**):

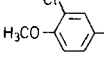


Die den oben genannten Acyldischwefelchloriden analogen Intermediärstufen konnten dabei nicht isoliert werden.

Die Struktur der Produkte **2** wurde durch Elementaranalyse, IR-Spektren und durch ihre Reaktionen sichergestellt.

Unter den nachstehend für Methyl-bis-[chlorcarbonyl]-amin beschriebenen Reaktionsbedingungen konnten die in der Tabelle aufgeführten Bis-[chlorcarbonyl]-amine erhalten werden.

Tab. 1. Aus 3,5-Dioxo-1,2,4-dithiazolidinen erhaltene Bis-[chlorcarbonyl]-amine (2).

R	Ausbeute %	Kp/Torr	F
H ₃ C-	83	30-31°/0,2	
n-C ₃ H ₇ -	56	43-45°/0,3	
n-C ₆ H ₉	51,5	59-62°/ 0,21-0,25	
 -	34	96-97°/0,2	
	73		63-64°
	64	120-122°/0,4	58°
	65		59-60°
	85		106-108°
	84		101-103°
	25		134-136°

Methyl-bis-[chlorcarbonyl]-amin: In eine Lösung von 3,5-Dioxo-4-methyl-1,2,4-dithiazolidin (30 g, 0,2 mol) in Tetrachlormethan (150 ml) leitet man bei 40-50° Chlor (50 g) ein. Die Lösung färbt sich alsbald tief rot. Unter Ausschluß von Feuchtigkeit wird das Lösungsmittel und entstandenes Schwefeldichlorid im Wasserstrahlvakuum entfernt. Der Rückstand wird im Hochvakuum destilliert, blaßgelbe Flüssigkeit; Ausbeute: 26 g (83 %) Kp_{0,2}: 30-31°.

C₃H₃Cl₂NO₂ (156,0) ber.: C 23,10 H 1,94 Cl 45,46 N 8,98
gef.: 23,35 1,86 45,51 8,72

Eingang: 20. Juli 1970

¹ H. BÖHME, M. CLEMENT, Liebigs Ann. Chem. **576**, 61 (1952).

² G. ZUMACH, E. KÜHLE, Angew. Chem. **82**, 63 (1970); Angew. Chem. Internat. Edit. **9**, 54 (1970).