

## IVAR UGI und UWE FETZER

Isonitrile, III<sup>1)</sup>

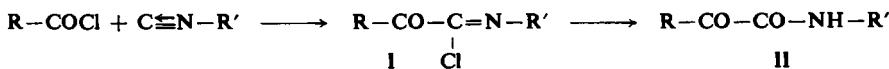
## Die Addition von Carbonsäurechloriden an Isonitrile

Aus dem Institut für Organische Chemie der Universität München

(Eingegangen am 9. November 1960)

Carbonsäurechloride werden von Isonitrilen addiert unter Bildung von  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloriden, die durch Umsetzen mit Wasser oder Carbonsäuren glatt in  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-amide übergeführt werden. Die IR- und UV-Absorptionsspektren von  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloriden sowie der Chemismus ihrer Bildung werden diskutiert.

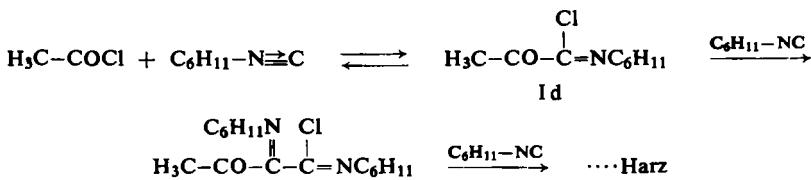
I. U. NEF<sup>2)</sup> beobachtete, daß Phosgen, Acetylchlorid oder Benzoylchlorid mit Isonitrilen reagieren und die resultierenden Reaktionsprodukte zu  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-amiden hydrolysiert werden können. Er deutete diese Beobachtungen mit der primären Bildung von  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloriden (I).



Es gelang ihm auch, Brenztraubensäure-*N*-phenyl-imidchlorid und Mesoxalsäure-*N,N'*-diphenyl-diimid-dichlorid zu isolieren; wie aus den Analysendaten zu ersehen, war es ihm nicht möglich, reine Präparate zu erhalten.

Über völlig andersartig verlaufende Additionen von Carbonsäurechloriden an Isonitrile berichteten kürzlich E. JUNGERMANN und F. W. SMITH<sup>3)</sup>.

Am Beispiel der Addition von Acetylchlorid an Cyclohexyl-isocyanid untersuchten wir den Verlauf solcher Reaktionen. Cyclohexyl-isocyanid verharzt leicht beim Zugeben von unterschüssigem Acetylchlorid (bereits 1 Mol-% reicht aus). Mit 100% Überschuß Acetylchlorid bleibt die Verharzung bis ca. 80° fast völlig aus. Reines Brenztraubensäure-*N*-cyclohexyl-imidchlorid (Id) verwandelt sich bei 110–130° rasch in ein dunkles Öl, wobei bis zu 30% Acetylchlorid abdestilliert. Aus einer Lösung in Toluol können bei Normaldruck bis zu 70% d. Th. Acetylchlorid mit dem Lösungsmittel abdestilliert werden; es bleibt ein dunkles Harz zurück. Somit verlaufen Bildung und Zerfall von Id nach folgendem Schema, das wohl verallgemeinert werden darf.



1) II. Mitteil.: I. UGI und C. STEINBRÜCKNER, Chem. Ber. 94, 734 [1961].

2) Liebigs Ann. Chem. 270, 267 [1882]; 280, 291 [1894]; 287, 265 [1895].

3) J. Amer. Oil Chemists' Soc. 36, 388 [1959].

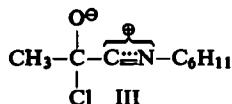
Aus RG-Messungen bei 60°

Cyclohexan	$10^4 \cdot k_2$ (l/Mol · Sek.) =	2.0
Brombenzol		20
Nitrobenzol		140

geht hervor, daß die Addition von Acetylchlorid der zweiten Ordnung folgt.

$$\frac{d(\text{Imidchlorid})}{dt} = k_2 (\text{AcCl})(\text{C}_6\text{H}_{11} - \text{N} \equiv \text{C})$$

und ein stark polarer Übergangszustand (vermutlich vom Typus III) durchlaufen wird.



Durch Addition von Carbonsäurechloriden (als Überschußkomponente) an Isonitrile wurden die in der Tabelle angegebenen  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloride (Ia – p) dargestellt.

Tab. 1.  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloride (I)

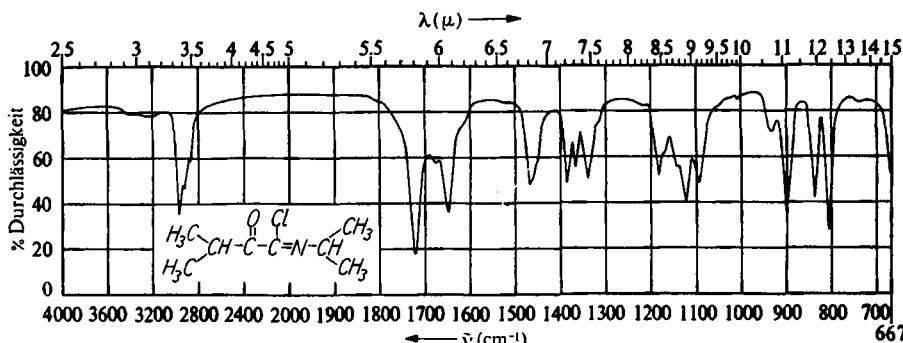
	R	R'	Sdp./Torr	Schmp.	$n_D^{25}$	Ausb. (% d. Th.)
a	CH <sub>3</sub> -	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	49–50°/12	–18 bis –17°	1.4421	79
b	CH <sub>3</sub> -	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	49–50°/1		1.4518	81
c	CH <sub>3</sub> -	tert.-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	36–38°/1.5	16–17°	1.4444	50
d	CH <sub>3</sub> -	c-C <sub>6</sub> H <sub>11</sub> -	58–60°/0.2	0–1°	1.4857	74
e	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	c-C <sub>6</sub> H <sub>11</sub> -	63–65°/0.001		1.4832	64
f	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	c-C <sub>6</sub> H <sub>11</sub> -	74–76°/0.001	–9 bis –8°	1.4808	77
g	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	44–45°/3	–26 bis –24°	1.4413	69
h	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	41–42°/0.2	ca. –50°	1.4498	80
i	tert.-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	34–35°/0.2	–34 bis –35°	1.4390	64
k	tert.-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	40–42°/0.01	–35 bis –36°	1.4489	87
l	tert.-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	c-C <sub>6</sub> H <sub>11</sub> -	56–58°/0.001		1.4723	26
m	CICOOC-	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	31–32°/1	ca. –30°	1.4550	40
n	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	74–76°/0.001	ca. –15°	1.5343	78
o	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	109–113°/0.001	ca. –40°		46
p	p-NO <sub>2</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -	c-C <sub>6</sub> H <sub>11</sub> -		79–80.5°		84

Isolierung und Reinigung von  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloriden gelingen durch Destillation im Hochvak., ohne daß nennenswerter Zerfall erfolgt. Lediglich Ic zerfällt bei der Destillation teilweise, so daß die Reinigung verlustreich ist. Die Ursache der Zerfallstendenz ist vielleicht im „B-strain“<sup>4)</sup> zu suchen.

Aus dem gleichen Grund liegt für I, R = R' = tert.-Butyl das Bildungsgleichgewicht so weit auf der Seite der Ausgangsmaterialien, daß die Reaktion von tert.-Butyl-isocyanid mit einem großen Überschuß an Pivaloylchlorid zwar noch in nachweisbarem Maße stattfindet, jedoch die Reindarstellung von I, R = R' = tert.-Butyl nicht mehr möglich ist. Ähnlich zu deuten ist auch die Tatsache, daß tert.-Butyl-isocyanid nur wenig Neigung zeigt, mit unterschüssigem Acetylchlorid unter Harzbildung zu reagieren.

4) H. C. BROWN und R. S. FLETCHER, J. Amer. chem. Soc. 71, 1845 [1949].

Die IR-Absorption von  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloriden (s. Abbild.) ist gekennzeichnet durch 3 intensive Banden bei 1722–1726/cm ( $\text{C}=\text{O}$ -Valenzschwingung), 1643–1655/cm ( $\text{C}=\text{N}$ -Valenzschwingung) und 836–898/cm (wohl  $\text{C}-\text{Cl}$ -Valenzschwingung). Lediglich hinsichtlich der Lage der  $\text{C}=\text{O}$ -Valenzschwingungsbande



IR-Absorptionsspektrum von 3-Methyl-butanon-(2)-säure-(1)-isopropylimidchlorid

werden in einigen Fällen Abweichungen beobachtet.  $\text{Ii}$  (1703/cm) und  $\text{Ik}$  (1714/cm) absorbieren wegen der sperrigen tert.-Butylgruppen (s. u.) bei niedrigeren Frequenzen,  $\text{n-p}$  bei 1687–1689/cm infolge des benachbarten aromatischen Kerns. Für  $\text{m}$  werden im  $\text{CO}$ -Valenzschwingungsgebiet wegen der beiden Carbonylgruppen zwei Banden beobachtet (1742 und 1787/cm).

Die UV-Absorption aliphatischer  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloride zeigt ein Maximum bei 216–220  $\text{m}\mu$  ( $\epsilon_{\text{max}} = 4000$ –5000). Ausnahmen bilden  $\text{Ic}$  ( $\epsilon_{\text{max}} = 3490$ ),  $\text{Ii}$  ( $\epsilon_{\text{max}} = 3470$ ),  $\text{Ik}$  ( $\epsilon_{\text{max}} = 3730$ ). Dies ist mit einer Störung der Koplanarität durch die sperrigen tert.-Butylgruppen zu deuten.

Am Beispiel von  $\text{Id}$  wurden die Reaktionsweisen von  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloriden studiert. Mit Wasser, Ameisensäure und Essigsäure reagiert  $\text{Id}$  wie erwartet<sup>2,5)</sup> unter Bildung von  $\text{II}$ ,  $\text{R} = \text{CH}_3$ ,  $\text{R}' = \text{C}_6\text{H}_{11}$ . Diese Reaktionen sind allgemein anwendbar für die Darstellung von  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-amiden. Häufig ist nicht einmal die Isolierung der  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloride notwendig.



Mit Äthanol resp. Cyclohexanol erfolgt Bildung von  $\text{IV}$  ( $\text{R} = \text{C}_2\text{H}_5$  resp.  $\text{C}_6\text{H}_{11}$ ). Durch Umsetzung mit Stickstoffwasserstoffsäure wird  $\text{V}$  erhalten.

Starke Basen wie Alkalihydroxyde<sup>2)</sup>, Ammoniak sowie Amine spalten  $\text{Id}$  unter  $\alpha$ -Eliminierung<sup>6)</sup>:



Dem FONDS DER CHEMISCHEN INDUSTRIE, der DECHEMA sowie der FARBENFABRIKEN BAYER AG schulden wir Dank für die Förderung der Untersuchungen.

<sup>5)</sup> F. CRAMER und K. BAER, Chem. Ber. 93, 1231 [1960].

<sup>6)</sup> Über die Reaktion von  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloriden mit nucleophilen Agentien berichten I. UGI und U. FETZER in Bälde ausführlicher.

### BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

Die *Isonitrile* wurden nach I. UGI und R. MEYR<sup>7)</sup> dargestellt. Die *Carbonsäurechloride* wurden durch fraktionierte Destillation gereinigt; insbesondere wurde darauf geachtet, daß sie keinen Chlorwasserstoff enthalten.

*Brenztraubensäure-N-cyclohexyl-imidchlorid (Id):* 10.92 g (100 mMol) *Cyclohexyl-isocyanid* läßt man unter Rühren bei 20° im Verlaufe von 15 Min. in 15.70 g (200 mMol) *Acetylchlorid* eintropfen. Nach 45 Min. erwärmt man 10 Min. lang auf 50°. Nun wird das überschüss. Acetylchlorid bei einer Badtemperatur von 40° i. Vak. abgezogen und der braune, ölige Rückstand im Ölumpenvakuum destilliert. Sdp. 58–60°/0.2 Torr (Badtemp. 70–75°). Das Destillat wird durch eine Glasfritte von einem farblosen Niederschlag abfiltriert und nochmals destilliert. Ausb. 13.87 g (74% d. Th.). Nach Einschmelzen in eine Ampulle unter Vak. kann *Id* einige Wochen bei –60 bis –70° aufbewahrt werden.

$C_9H_{14}ClNO$  (187.7) Ber. C 57.60 H 7.52 Cl 18.94 N 7.46  
Gef. C 57.50 H 7.60 Cl 18.81 N 7.43

Diese Arbeitsweise ist auf die Darstellung anderer destillierbarer  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloride (I, a–c, e–n) übertragbar.

*Reaktion mit Wasser:* 2.558 mg (13.64 mMol) *Brenztraubensäure-N-cyclohexyl-imidchlorid* werden unter Rühren im Verlaufe von 10 Min. bei 0° in 50 ccm Aceton/Wasser eingetragen. Nach 2 Stdn. wird mit Natriumhydrogencarbonat gesättigt und die organische Schicht abgetrennt. Die wäßrige Phase wird dreimal mit je 10 ccm Methylenechlorid ausgeschüttelt. Die vereinigten Lösungen werden mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Nach Abziehen des Lösungsmittels i. Vak. erstarrt der Rückstand kristallin. 2.240 g (97% d. Th.) Rohprodukt werden aus Petroläther (40–80°) umgelöst: 1.892 g (82% d. Th.) *Brenztraubensäure-N-cyclohexylamid* (II, R = CH<sub>3</sub>, R' = C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>) mit Schmp. 79.5–80.5°.

$C_9H_{15}NO_2$  (169.2) Ber. C 63.84 H 8.93 N 8.27 Gef. C 64.12 H 9.00 N 8.31

Andere  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloride (Ia–c, e–o, Tab.) werden analog in  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-amide übergeführt.

*Reaktion mit Ameisensäure:* 195 mg (1.04 mMol) *Id* werden bei 20° in einer geschlossenen Apparatur<sup>8)</sup> in 10.0 g wasserfreier Ameisensäure gelöst. Im Verlaufe von 10 Sek. entwickeln sich 24.35 ccm (19°/715 Torr) Kohlenmonoxid (92% d. Th.). Durch Ausgießen in Wasser, Ausschütteln in Methylenechlorid und Einengen werden 154.3 mg (89% d. Th.) *II, R = CH<sub>3</sub>, R' = C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>*, vom Schmp. 76–78° erhalten.

*Reaktion mit Eisessig:* 863.8 mg (4.6 mMol) *Id* werden in 10 ccm Xylool und 2 ccm Eisessig gelöst und 24 Stdn. bei 20° stehengelassen. Nach Einengen i. Vak. werden 759 mg (97% d. Th.) *II, R = CH<sub>3</sub>, R' = C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>*, vom Schmp. 76–78° erhalten.

*Brenztraubensäure-O-äthyl-N-cyclohexyl-imidester-hydrochlorid (IV, R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>):* 550 mg (2.96 mMol) *Id* werden in 5 ccm absol. Äther gelöst und unter Eiskühlung mit 160 mg (3.49 mMol) absol. Äthanol in 2 ccm absol. Äther versetzt. Im Laufe von 20 Min. erstarrt das Reaktionsgemisch zum Kristallbrei. Nach Absaugen und Trocknen i. Vak. über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> werden 351 mg (51% d. Th.) mit Schmp. 82–84° (Zers.) erhalten.

$C_{11}H_{19}NO \cdot HCl$  (233.8) Ber. Cl 15.17 Gef. Cl 15.20

*Brenztraubensäure-O,N-dicyclohexyl-imidester-hydrochlorid (IV, R = C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>):* 2.50 g (25 mMol) *Cyclohexanol* und 1.56 g (8.34 mMol) *Brenztraubensäure-cyclohexyl-imidchlorid*

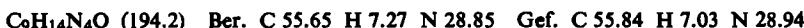
<sup>7)</sup> Chem. Ber. 93, 239 [1960].

<sup>8)</sup> R. HUISGEN und I. UGI, Chem. Ber. 90, 2914 [1957].

werden in 5 ccm absol. Äther 3 Tage bei Raumtemperatur stehengelassen. Die Kristalle werden abgesaugt und i. Vak. über  $P_2O_5$  getrocknet. Ausb. 1.64 g (69% d. Th.) vom Schmp. 108–109.5° (Zers.).



*1-Cyclohexyl-5-acetyl-tetrazol (V):* 1.12 g (5.95 mMol) *Id* in 10 ccm absol. thiophen-freiem Benzol werden unter Eiskühlung mit 310 mg (7.12 mMol) *Stickstoffwasserstoffsäure* in 3 ccm Benzol versetzt. Nach 2 Stdn. bei 0° und 12 Stdn. bei 20° wird i. Vak. eingeengt. Ausb. 945 mg (82% d. Th.) mit Schmp. 70.5–71.5°.



**2.4-Dinitrophenylhydrazone:** Schmp. 165.5–166°.

Tab. 2. Elementaranalysen der  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-imidchloride

I	Summenformel (Mol.-Gew.)	Elementaranalysen							
		Ber.				Gef.			
		C	H	N	Cl	C	H	N	Cl
a	$C_6H_{10}ClNO$ (147.6)	48.82	6.83	9.49		48.47	6.95	9.52	
b	$C_7H_{12}ClNO$ (161.7)	52.01	7.48	8.66		52.28	7.55	8.50	
e	$C_{10}H_{16}ClNO$ (201.7)				17.58				17.61
f	$C_{11}H_{18}ClNO$ (215.8)				16.43				16.58
g	$C_8H_{14}ClNO$ (175.7)	54.69	8.03	7.97		55.02	8.36	8.36	
h	$C_9H_{16}ClNO$ (189.7)	56.98	8.50	7.38		56.89	8.33	7.11	
i	$C_9H_{16}ClNO$ (189.7)	56.98	8.50			56.59	8.60		
k	$C_{10}H_{18}ClNO$ (203.7)	58.96	8.91	6.88		59.04	9.02	7.04	

*Brenztraubensäure-N-tert.-butyl-imidchlorid (1c), Mesoxalsäure-chlorid-N-isopropyl-imidchlorid (1m), Phenylglyoxylsäure-N-isopropyl-imidchlorid (1n) und Phenylglyoxylsäure-N-n-butyl-imidchlorid (1o) konnten wegen ihrer Zersetzung nicht analysenrein erhalten werden (s. o.) und wurden durch IR-Spektren und Hydrolysenprodukte charakterisiert.*

*p-Nitro-phenylglyoxylsäure-N-cyclohexyl-imidchlorid (Ip):* 1.86 g (10 mMol) *p-Nitrobenzoylchlorid* und 1.09 g (10 mMol) *Cyclohexyl-isocyanid* werden in 10 ccm Benzol 10 Min. unter Rückfluß erhitzt. Das Lösungsmittel wird abgezogen und der Rückstand mit 25 ccm heißem Petroläther (Sdp. 40–80°) digeriert. Nach Einengen kristallisieren beim Erkalten 2.46 g (84% d. Th.) hellgelbe Nadeln vom Schmp. 79–80.5°, die wegen Zersetzung nicht weiter gereinigt werden konnten.

Tab. 3. Physikalische Eigenschaften und Analysen der  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-amide (II)

R	II	R'	Schmp. °C	Sdp./Torr	$n_D^{25}$	Ausb. %	Summenf. (Mol.-Gew.)	Analysen	
							C	H	
$CH_3\cdot$	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ·		96°/13		1.4462	84	$C_7H_{13}NO_2$ (143.2)	Ber. 58.72	9.15
iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ·	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ·	34–35	55–58°/3			88	$C_8H_{15}NO_2$ (157.3)	Ber. 61.10	9.61
iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ·	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ·		80–85°/3	1.4382	92		$C_9H_{17}NO_2$ (171.2)	Ber. 63.12	10.06
tert.-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ·	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ·	56–58	78–80°/3			71	$C_9H_{17}NO_2$ (171.2)	Ber. 63.12	10.06
tert.-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ·	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ·		95–100°/3	1.4417	82		$C_{10}H_{19}NO_2$ (185.3)	Ber. 64.83	10.34
								Gef. 64.51	10.39

*Phenylglyoxylsäure-N-cyclohexyl-amid* (II.  $R = C_6H_5$ ,  $R' = C_6H_{11}$ ): 3.52 g (25 mMol) *Benzoylchlorid* und 2.73 g (25 mMol) *Cyclohexyl-isocyanid* werden in 10 ccm absol. thiophen-freiem Benzol 2 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Nach Abziehen des Benzols i. Vak. wird der Rückstand, ein braunes Öl, in 50 ccm Aceton gelöst. Nach Zugabe einer Suspension von 1.50 g Calciumcarbonat in 10 ccm Wasser wird unter Röhren 1 Stde. auf 50° erhitzt. Die Acetonschicht wird abgetrennt, mit wasserfreiem Kaliumcarbonat getrocknet und i. Vak. eingeengt. Der Rückstand wird aus Wasser/Methanol (7 : 3) umkristallisiert. Ausb. 3.98 g (69% d. Th.) mit Schmp. 115.5–116°.

$C_{14}H_{17}NO_2$  (231.3) Ber. C 72.70 H 7.41 N 6.06 Gef. C 72.96 H 7.61 N 6.16

Die nachfolgend beschriebenen  $\alpha$ -Keto-carbonsäure-amide II werden in analoger Weise bereitst.

*[o-Methoxy-phenyl]-glyoxylsäure-N-cyclohexyl-amid*: 1.71 g (10 mMol) *o-Methoxy-benzoylchlorid* und 1.09 g (10 mMol) *Cyclohexyl-isocyanid* werden in 5 ccm Benzol 8 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Nach Hydrolyse erhält man 1.85 g (71% d. Th.) farblose Kristalle vom Schmp. 137–138°.

$C_{15}H_{19}NO_3$  (261.3) Ber. C 68.94 H 7.33 Gef. C 68.75 H 7.31

*[p-Methoxy-phenyl]-glyoxylsäure-N-cyclohexyl-amid*: 3.42 g (20 mMol) *p-Methoxy-benzoylchlorid* und 2.18 g (20 mMol) *Cyclohexyl-isocyanid* ergeben analog farbl. Kristalle vom Schmp. 122.5–123°.

$C_{15}H_{19}NO_3$  (261.3) Ber. C 68.94 H 7.33 N 5.36 Gef. C 69.16 H 7.55 N 5.41

*3,4,5-Trimethoxy-phenylglyoxylsäure-N-cyclohexyl-amid*: 2.31 g (10 mMol) *3,4,5-Trimethoxy-benzoylchlorid* und 1.09 g (10 mMol) *Cyclohexyl-isocyanid* liefern entsprechend 2.05 g (64% d. Th.) vom Schmp. 107–108°.

$C_{17}H_{23}NO_5$  (321.4) Ber. C 63.54 H 7.21 N 4.36 Gef. C 63.62 H 7.38 N 4.16

*a-Naphthyl-glyoxylsäure-N-cyclohexyl-amid*: 3.81 g (20 mMol) *a-Naphthoylchlorid* und 2.18 g (20 mMol) *Cyclohexyl-isocyanid* werden analog zu 3.66 g (65% d. Th.) vom Schmp. 136–137° vereinigt.

$C_{18}H_{19}NO_2$  (281.4) Ber. C 76.84 H 6.80 N 4.98 Gef. C 76.86 H 6.88 N 5.03

*Phenyl-brenztraubensäure-N-cyclohexyl-amid*: Wie oben aus *Phenylessigsäurechlorid* und *Cyclohexyl-isocyanid*. 56% Ausbeute; Schmp. 89–90°.

$C_{15}H_{19}NO_2$  (245.3) Ber. C 73.44 H 7.81 N 5.71 Gef. C 73.32 H 7.98 N 5.68

*Diphenyl-brenztraubensäure-N-cyclohexyl-amid*: 1.145 g (4.84 mMol) *Diphenylessigsäurechlorid* und 0.524 g (4.81 mMol) *Cyclohexyl-isocyanid* in 5.00 ccm Benzol werden 1 Stde. unter Rückfluß erhitzt und hydrolysiert. 0.924 g (60% d. Th.) mit Schmp. 109–109.5°.

$C_{21}H_{23}NO_2$  (321.4) Ber. C 78.48 H 7.21 N 4.36 Gef. C 78.47 H 7.27 N 4.51

*Physikalische Messungen*: Die UV-Absorptionsspektren wurden mit Hilfe eines Zeiss-UV-Spektrophotometers PMQ 2 gemessen. Für die IR-Absorptionsmessungen wurde ein wellenzahllineares Perkin-Elmer-Infrarot-Spektrophotometer, Modell 21, verwendet. Die RG der Reaktion von Acetylchlorid (0.5–1 Mol/l) mit Cyclohexyl-isocyanid (0.03–0.2 Mol/l) wurde bei 60° in einer thermostatisierten Küvette (0.062 cm Schichtdicke) durch IR-Absorptionsmessungen verfolgt; die Absorptionszunahme bei 1650 und 1723/cm sowie die Absorptionsabnahme bei 2138/cm sind typisch.