

Über einige Derivate der β -Styrolsulfonsäure

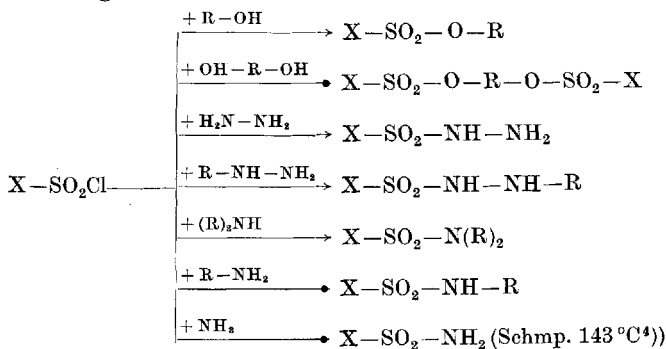
VON SIEGFRIED HARTIG

Inhaltsübersicht

Es wird über die Herstellung einiger von der β -Styrolsulfonsäure abgeleiteter 2-Phenyl-äthen-1-sulfonsäureester, -amide, -hydrazide, - β -cyanäthylsulfonamide und -sulfonylharnstoffe berichtet.

Im Verlaufe von Untersuchungen über die Verwendung von Salzen der β -Styrolsulfonsäure (2-Phenyl-äthen-1-sulfonsäure) als Kettenregler bei der Suspensions- und homogenen Lösungspolymerisation des Acrylnitrils¹⁾ wurden neue Derivate mit unverändertem 2-Phenyl-äthen-1-sulfonyl-Rest hergestellt.

β -Styrolsulfonat (Na) wird in guter Ausbeute nach F. G. BORDWELL und CH. S. RONDESTVEDT^{2) 3)} durch Umsetzung von Styrol mit dem SO_3 /Dioxan-Addukt und nachfolgender Neutralisation mit NaOH erhalten und kann durch Reaktion mit PCl_5 nahezu quantitativ in das entsprechende Sulfonylchlorid (Schmp. $89-89,5^\circ\text{C}^3$) überführt werden. Das relativ hydrolysebeständige Sulfonylchlorid ist zur Reaktion mit einer Vielzahl von aciden Verbindungen befähigt:

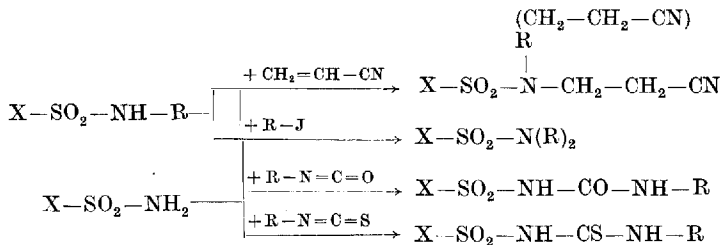


X: 2-Phenyl-äthen-1-

R: Alkyl-, Aryl-

¹⁻⁴⁾ s. S. 216.

Die erhaltenen 2-Phenyl-äthen-1-sulfonamide sind weiteren Reaktionen zugänglich, z. B.



X: 2-Phenyl-äthen-1-

R: Alkyl-, Aryl-,

Die Umsetzungen erfolgten im wesentlichen nach den aus der Literatur bekannten Verfahren⁵). Alle hergestellten Verbindungen können der trans-Konfiguration zugeordnet werden, da in Übereinstimmung mit Feststellungen von A. P. TERENTJEW u. a.⁴) durch mehrtägige UV-Bestrahlung eine mehr oder weniger starke Abnahme der Schmelzpunkte gefunden wurde.

Die Ester der 2-Phenyl-äthen-1-sulfonsäure (Tab. 1) lassen sich durch Umsetzung des Sulfonylchlorids mit Na-Phenolaten (Arylester) bzw. mit Alkoholen in Gegenwart von Pyridin als HCl-Acceptor (Alkylester) in guten bis sehr guten Ausbeuten synthetisieren. Die Arylester sind dabei gegen Hydrolyse weitaus stabiler als die Alkylester. Die die Gruppierung—SO₂—NH— enthaltenden Sulfonamide (Tab. 4) sind wie alle derartigen Verbindungen in starken Basen unter Salzbildung löslich. Durch basenkatalysierte (NaOH) Reaktion mit Acrylnitril (Cyanäthylierung) werden die entsprechenden β-Cyanäthylsulfonamide (Tab. 5) erhalten, wobei das unsubstituierte Sulfonamid zum Bis-β-cyanäthylsulfonamid umgesetzt wird. 2-Phenyl-äthen-1-sulfonamid kann, wenn auch mit sehr kleiner Reaktivität (r₁ = 0, r₂ > 10), in Dimethylformamid mit Styrol copolymerisieren.

Die aus dem Sulfonamid hergestellten 2-Phenyl-äthen-1-sulfonylharnstoffe bzw. -sulfonylthioharnstoffe (Tab. 6) sollten nach W. M. McLAMORE

¹) a) Jap. P. 20748 (1961), ref. Chem. Zbl. **1964**, 48, 2845; b) Jap. P. 1839 (1964), ref. Derwent Japanese Pat. Rep. **3** (1964), No. 8, 2, S. 1; c) Jap. P. 24327 (1964), ref. Derwent Japanese Pat. Rep. **3** (1964), No. 44, 2, S. 6; d) Fr. P. 1341089 (1962), DAS 1190 191 (1962).

²) F. G. BORDWELL u. CH. S. RONDESTVEDT, J. Amer. chem. Soc. **70**, 2429 (1948); Organic syntheses **34**, 85 (1954).

³) F. G. BORDWELL, C. M. SUTER, J. M. HOLBERT u. CH. S. RONDESTVEDT, J. Amer. chem. Soc. **68**, 139 (1946).

⁴) A. P. TERENTJEW, R. A. GRATSCHewa u. S. F. SCHTSCHERBATOWA, Ber. Akad. Wiss. UdSSR **84**, 975 (1952).

⁵) M. QUAEDEVLEIG u. F. MUTH in HOUBEN-WEYL: Methoden der organischen Chemie, 2. Aufl., G. Thieme Verlag, Stuttgart 1955, Bd. 9.

Tabelle 1
2-Phenyl-äthen-1-sulfonsäureester



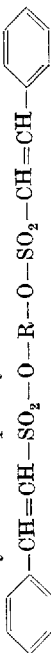
Nr.	R	Summenformel	Schmp. °C	Ausbeute % d. Th.	Methode	Mol-Gew.	Analyse	
							ber.	gef.
1	methyl	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_3\text{S}$	65–65,8 [Lit. ⁸⁾ 67]	85	I B	198	16,16% S	16,07% S
2	äthyl	$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3\text{S}$	46–46,2 [Lit. ⁸⁾ 47]	90	I B	212	15,11% S	14,99% S
3	n-butyl	$\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_3\text{S}$	Sdp. 165–167°C ⁹⁾	—	—	—	—	—
4	phenyl	$\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_3\text{S}$	122–122,8 [Lit. ⁸⁾ 123]	96	I A	260	12,31% S	12,30% S
5	o-methylphenyl	$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}$	105,5–106	86	I A	274	11,67% S	11,56% S
6	m-methylphenyl	$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}$	96–100	80	I A	274	11,67% S	11,61% S
7	α -naphthyl	$\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}$	130,2–130,8	88	I A	310	10,32% S	10,43% S
8	β -naphthyl	$\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}$	130–130,8	87	I A	310	10,32% S	10,39% S
9	o-chlorphenyl	$\text{C}_{14}\text{H}_{11}\text{ClO}_3\text{S}$	70,8–71	87	I A	294,5	12,05% Cl	12,09% Cl
10	p-chlorphenyl	$\text{C}_{14}\text{H}_{11}\text{ClO}_3\text{S}$	54,2–55	62	I A	294,5	12,05% Cl	11,94% Cl
11	o-methoxyphenyl	$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_4\text{S}$	74–74,2	55	I A	290	11,03% S	11,07% S
12	o-nitrophenyl	$\text{C}_{14}\text{H}_{11}\text{NO}_3\text{S}$	103–103,4	91	I A	305	10,49% S	10,65% S
13	m-nitrophenyl	$\text{C}_{14}\text{H}_{11}\text{NO}_3\text{S}$	81–82	62	I A	305	10,49% S	10,30% S

⁸⁾ A. P. TERENTJEW u. P. A. GRATSCHewa, J. allg. Chem. (UdSSR) **30**, 3663 (1960) aus Ag-Salz und Methyl- bzw. Äthyljodid.

⁹⁾ C. S. MARVEL, V. D. MENIKHEIM u. H. K. TAFI, J. Polymer. Sci. **10**, 39 (1953).

Tabelle 2

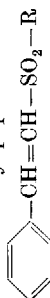
Phenylen-di-2-phenyl-äthen-1-sulfonsäureester



Nr.	R	Summenformel	Schmp. °C	Ausbeute % d. Th.	Methode	Mol.-Gew.	Analysen	
							ber.	gef.
14	o-phenylen	C ₂₂ H ₁₈ O ₆ S ₂	142–142,2	75	I C	442	14,59% S	14,59% S
15	m-phenylen	C ₂₂ H ₁₈ O ₆ S ₂	109,2–109,8	67	I C	442	14,59% S	14,55% S
16	p-phenylen	C ₂₂ H ₁₈ O ₆ S ₂	137,8–138,1	70	I C	442	14,59% S	14,58% S

Tabelle 3

2-Phenyl-äthen-1-sulfonylpiperidin und -morpholin



Nr.	R	Summenformel	Schmp. °C	Ausbeute % d. Th.	Methode	Mol.-Gew.	Analysen	
							ber.	gef.
17	piperidyl	C ₁₃ H ₁₇ N ₂ O ₂ S	84,5 [Lit. ¹⁰ 84–86]	80	II A	251	12,74% S	12,81% S
18	morpholinyl	C ₁₂ H ₁₅ N ₂ O ₃ S	113,4–114	87	II A	253	12,64% S	12,56% S

¹⁰) J. M. STEWART, J. org. Chemistry **28**, 596 (1963) aus 2-Chlor-2-phenyläthansulfonylchlorid und Piperidin bzw. Diäthylamin.

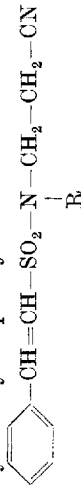
Tabelle 4
2-Phenyl-äthen-1-sulfonamide



Nr.	R ₁	R ₂	Summenformel	Schmp. °C	Ausbeute % d. Th.	Methode	Mol-Gew.	ber.	Analysen gef.
19	H	methyl	C ₉ H ₁₁ NO ₂ S	107,2–107,8	71	II C	197	16,24% S	16,20% S
20	methyl	methyl	C ₁₀ H ₁₃ NO ₂ S	103,2–104	95	II B	211	15,12% S	15,17% S
21	äthyl	äthyl	C ₁₂ H ₁₇ NO ₂ S	[Lit. ¹⁰) 76–77]	—	—	—	—	—
22	H	cyclohexyl	C ₁₄ H ₁₉ NO ₂ S	108–109,8	63	II C	265	12,07% S	12,10% S
23	H	phenyl	C ₁₄ H ₁₃ NO ₂ S	114–114,5 [Lit. ³) 114–114,5]	71	II C	259	12,35% S	12,38% S
24	H	o-methylphenyl	C ₁₅ H ₁₅ NO ₂ S	134,8–135,2	69	II C	273	11,68% S	11,45% S
25	H	benzyl	C ₁₅ H ₁₅ NO ₂ S	168–169	78	II C	273	11,68% S	11,75% S
26	H	p-chlorphenyl	C ₁₄ H ₁₂ ClNO ₂ S	109–109,2	74	II C	293,5	12,09% Cl	12,05% Cl
27	H	p-methoxyphenyl	C ₁₅ H ₁₅ NO ₃ S	116,2–116,7	92	II C	289	11,07% S	10,98% S
28	H	o-nitrophenyl	C ₁₄ H ₁₂ N ₂ O ₄ S	91,5–92	48	II C	304	10,52% S	10,44% S
29	methyl	phenyl	C ₁₅ H ₁₅ NO ₂ S	131,5–132	84	II C	273	11,68% S	11,73% S
30	benzyl	benzyl	C ₂₂ H ₂₁ NO ₂ S	103–103,8	54	II C	363	8,81% S	9,10% S
31	methyl	p-chlorphenyl	C ₁₅ H ₁₄ ClNO ₂ S	110,8–111	93	II B	307,5	11,54% Cl	11,71% Cl
32	methyl	p-methoxyphenyl	C ₁₆ H ₁₇ NO ₃ S	125–126	92	II B	303	10,56% S	10,44% S
33	äthyl	o-methylphenyl	C ₁₇ H ₁₉ NO ₂ S	91,5–93	81	II B	301	10,63% S	10,45% S
34	H	α -naphthyl	C ₁₈ H ₁₅ NO ₂ S	126,7–127	85	II C	309	10,35% S	10,32% S
35	H	β -naphthyl	C ₁₈ H ₁₅ NO ₂ S	132–132,8	68	II C	309	10,35% S	10,28% S
36	methyl	β -naphthyl	C ₁₉ H ₁₇ NO ₂ S	153–154	93	II B	323	9,90% S	9,85% S
37	H	acetoacetyl	C ₁₂ H ₁₃ NO ₂ S	133–135	75	III C	267	11,98% S	11,84% S
38	H	2-pyridyl	C ₁₃ H ₁₂ N ₂ O ₂ S	Lit. ¹¹) 185	—	—	—	—	—

¹¹⁾ A. P. TERENTJEW u. A. W. DOMBROWSKIJ, J. allg. Chemie (UdSSR) **20**, 1875 (1950).

Tabelle 5
 β -Cyanäthyl-2-phenyl-äthen-1-sulfonamide



Nr.	R	Summenformel	Schmp. °C	Ausbeute % d. Th.	Methode	Mol.-Gew.	Analysen	
							ber.	gef.
39	β -cyanäthyl	$\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$	118	90	III B	289	11,07% S	11,18% S
40	phenyl	$\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$	190—191	82	III B	312	10,25% S	10,27% S
41	cyclohexyl	$\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$	141—142	58	III B	317	10,09% S	10,11% S
42	o-methylphenyl	$\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$	140—141	68	III B	326	9,82% S	10,03% S
43	p-chlorphenyl	$\text{C}_{17}\text{H}_{15}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}$	132—133	87	III B	346,5	10,24% Cl	10,46% Cl
44	methyl	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$	131—132	89	III B	250	12,80% S	13,00% S

Tabelle 6
 2-Phenyl-äthen-1-sulfonylharnstoffe
 $\text{---CH=CH---SO}_2\text{---NH---C---NH---R}$
 \parallel
 X

Nr.	X	R	Summenformel	Schmp. °C	Ausbeute % d. Th.	Methode	Mol.-Gew.	Analysen	
								ber.	gef.
45	O	methyl	$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	162—164	87	III A	240	13,33% S	13,12% S
46	O	n-propyl	$\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	Lit. *) 157—175,5	—	—	—	—	—
47	O	n-butyl	$\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	127—129 [Lit. *) 127,3—128)	76	III A	282	11,31% S	11,42% S
48	O	phenyl	$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	155—159	85	III A	302	10,59% S	10,45% S
49	S	allyl	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_2$	124—125	71	III A	282	22,69% S	22,41% S
50	S	phenyl	$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_2$	125—125,5	79	III A	318	20,12% S	20,25% S

Tabelle 7
 2-Phenyl-äthen-1-sulfonylhydrazide
 $\text{---CH=CH---SO}_2\text{---NH---N---}$
 $\begin{matrix} \text{R}_1 \\ \diagdown \\ \text{N} \\ \diagup \\ \text{R}_2 \end{matrix}$

Nr.	R_1	R_2	Summenformel	Schmp. °C	Ausbeute % d. Th.	Methode	Mol.-Gew.	Analysen	
								ber.	gef.
51	H	H	$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$	94—96	58	IV A	198	16,16% S	16,27% S
52	H	phenyl	$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$	156—158	63	IV A	274	11,64% S	11,53% S

und G. D. LAUBACH⁶⁾ hypoglykämische (blutzuckersenkende) Aktivität besitzen.

2-Phenyl-äthen-1-sulfonylhydrazid (Tab. 7) reagiert analog dem Sulfa-nylhydrazid⁷⁾ mit Acetylaceton unter Ringschluß zu 2-Phenyl-äthen-1-sulfonyl-3,5-dimethylpyrazol.

Beschreibung der Versuche

I. 2-Phenyl-äthen-1-sulfonsäureester

A. Guajakol-2-phenyl-äthen-1-sulfonsäureester

Eine Mischung von 1,08 g (0,01 Mol) Guajakol, 0,4 g (0,01 Mol) Natriumhydroxyd und 15 ml Wasser wird bei 20 °C unter Rühren mit 2,04 g (0,01 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfochlorid in 10 ml Aceton versetzt. Nach 30 Minuten wird mit 50 ml Wasser verdünnt, abgesaugt und mit 2 n Natronlauge und Wasser gewaschen. Aus Äthanol farblose, glänzende Blättchen vom Schmp. 74–74,2 °C. Ausbeute 1,6 g (55% d. Th.).

$C_{15}H_{14}O_4S$ (M = 290,3) ber.: C 62,06%; H 4,82%; S 11,03%;
gef.: C 62,13%; H 4,69%; S 11,07%.

B. 2-Phenyl-äthen-1-sulfonsäure-methylester

Zu einer Mischung von 2,5 g (0,08 Mol) Methanol in 25 g (0,3 Mol) Pyridin gibt man unter Rühren und Kühlen auf 5–10 °C 4,05 g (0,02 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfochlorid und hält unter gelegentlichen Rühren 2 Stunden bei Zimmertemperatur. Das nach Zugabe von 50 g Eis und 30 ml konz. Salzsäure ausfallende Rohprodukt wird zweimal aus Methanol umkristallisiert. Farblose Säulen vom Schmp. 65–65,8 °C [Lit.⁸⁾: 67 °C]. Ausbeute 3,4 g (85% d. Th.).

$C_9H_{10}O_3S$ (M = 198,3) ber.: C 54,54%; H 5,05%; S 16,16%;
gef.: C 54,61%; H 4,91%; S 16,07%.

C. o-Phenylen-di-2-phenyl-äthen-1-sulfonsäureester

Eine Mischung von 0,55 g (0,005 Mol) Brenzcatechin, 0,4 g (0,01 Mol) Natriumhydroxyd und 15 ml Wasser wird bei 30 °C unter Rühren mit 2,04 g (0,01 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfochlorid in 20 ml Aceton versetzt. Nach einstündigem Rühren werden 80 ml Wasser zugegeben, abgesaugt und mit 2 n Natronlauge und Wasser gewaschen. Farblose Nadeln aus Äthanol vom Schmp. 142–142,2 °C. Ausbeute 3,3 g (75% d. Th.).

$C_{22}H_{18}O_6S_2$ (M = 432,5) ber.: C 60,90%; H 4,13%; S 14,59%;
gef.: C 60,72%; H 4,07%; S 14,39%.

II. 2-Phenyl-äthen-1-sulfonamide

A. 2-Phenyl-äthen-1-sulfonylpiperidin

Eine Mischung von 2,04 g (0,01 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfochlorid, 0,85 g (0,01 Mol) Piperidin, 0,4 g (0,01 Mol) Natriumhydroxyd und 20 ml Wasser werden unter Kühlung

⁶⁾ W. M. McLAMORE u. G. D. LAUBACH, US-P. 2979437 (1. 9. 1958); Chem. Zbl. 1964, 18, 1612; vgl. aber B. LOER, K. M. SNADER u. T. D. WALZ, J. med. Chem. 6, 506 (1963).

⁷⁾ K. A. JENSEN u. O. R. HANSEN, Acta chem. Scand. 6, 195 (1952).

40 Minuten geschüttelt. Das Reaktionsprodukt wird abgesaugt, mehrmals mit 2 n Natronlauge und Wasser gewaschen und schließlich aus Äthanol umkristallisiert. Farblose Nadeln vom Schmp. 84,5°C [Lit.¹⁰): 84–86°C]. Ausbeute 2 g (80% d. Th.).

$C_{13}H_{17}NO_2S$ (M = 251,3) ber.: C 62,15%; H 6,77%; S 12,74%;
gef.: C 62,11%; H 6,68%; S 12,81%.

B. N,N-Dimethyl-2-phenyl-äthen-1-sulfonamid

2 g (0,01 Mol) N-Methyl-2-phenyl-äthen-1-sulfonamid werden in 10 ml einer 5proz. wäßrigen KOH-Lösung und 10 ml Äthanol aufgelöst und mit 2,8 g (0,02 Mol) Methyljodid versetzt. Nach dreistündigem Erwärmen auf dem Wasserbad wird das überschüssige Methyljodid und ein Teil des Äthanols abdestilliert. Das beim Kühlen ausfallende Rohprodukt bildet nach Umkristallisation aus Äthanol/Wasser (1:10) lange, farblose Nadeln vom Schmp. 101,5°C. Ausbeute 2 g (95% d. Th.).

$C_{10}H_{13}NO_2S$ (M = 211,3) ber.: N 6,63%; S 15,12%;
gef.: N 6,77%; S 15,17%.

C. α -Naphthyl-2-phenyl-äthen-1-sulfonamid

2,86 g (0,02 Mol) α -Naphthylamin werden in 10 ml Aceton bei 30°C mit 2,04 g (0,01 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfochlorid in 6 ml Aceton 2 Stunden gerührt. Nach Zugabe von 30 ml Eiswasser wird das ausgefällte Rohprodukt gewaschen und aus Äthanol umkristallisiert. Farblose Nadeln vom Schmp. 126,7–127°C. Ausbeute 3,1 g (85% d. Th.).

$C_{18}H_{15}NO_2S$ (M = 309,4) ber.: N 4,53%; S 10,35%;
gef.: N 4,59%; S 10,32%

III. Reaktionen des 2-Phenyl-äthen-1-sulfonamids

A. N-2-Phenyl-äthen-1-sulfonyl-N-methylharnstoff

Eine Lösung von 1,83 g (0,01 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfonamid und 0,4 g (0,01 Mol) Natriumhydroxyd in 6 ml Wasser wird bei 5 · 10°C mit einer Lösung von 0,59 g (0,01 Mol) Methylisocyanat in 4 ml Aceton versetzt. Nach einstündigem Rühren wird von geringen Mengen Dimethylharnstoff abgetrennt und das Filtrat mit Salzsäure angesäuert. Nach kurzem Stehen wird aus Methanol umkristallisiert. Schmp. 162–164°C. Ausbeute 2,1 g (87% d. Th.).

$C_{10}H_{12}N_2O_3S$ (M = 240,3) ber.: C 50,00%; H 5,00%; S 13,33%;
gef.: C 49,93%; H 5,11%; S 13,12%.

B. N,N-di- β -Cyanäthyl-2-phenyl-äthen-1-sulfonamid

In einem 50-ml-Dreihalskolben mit Rührer, Rückflußkühler und Thermometer werden 1,83 g (0,01 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfonamid und 1,33 g (0,025 Mol) Acrylnitril in 10 ml Dimethylformamid auf 70°C erwärmt. Unter Rühren wird ein Tropfen 40proz. Natronlauge zugegeben und kurz auf 90°C erhitzt. Nach dem Abkühlen wird mit Wasser verdünnt und aus Äthanol umkristallisiert. Farblose Kristalle vom Schmp. 118°C. Ausbeute 2,6 g (90% d. Th.).

$C_{14}H_{15}O_2N_3S$ (M = 289,3) ber.: S 11,07%; N 14,53%;
gef.: S 11,18%; N 14,55%.

C. N-Acetoacetyl-2-phenyl-äthen-1-sulfonamid

1,83 g (0,01 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfonamid und 0,4 g (0,01 Mol) Natriumhydroxyd werden in 10 ml Wasser aufgelöst und bei 5–10°C unter Rühren mit 1 g (0,015 Mol) Diketen versetzt. Nach einstündigem Rühren bei Raumtemperatur wird mit Salzsäure angesäuert. Nach kurzem Stehen wird das abgeschiedene Produkt aus Methanol umkristallisiert. Farblose Kristalle vom Schmp. 133–135°C. Ausbeute 2 g (75% d. Th.). Intensiv karminrote Färbung mit alkoholischer FeCl₃-Lösung.

C₁₂H₁₃NO₄S (M = 267,3) ber.: C 53,93%; H 4,86%; S 11,98%;
gef.: C 53,80%; H 4,69%; S 11,84%.

IV. 2-Phenyl-äthen-1-sulfonylhydrazide

A. 2-Phenyl-äthen-1-sulfonylhydrazid

4,1 g (0,02 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfonylchlorid in 15 ml Äthanol werden bei 30°C mit 5 ml Hydrazinhydrat versetzt. Nach 1 Stunde wird auf unter 10°C abgekühlt und nach Zugabe von 20 ml Wasser abgesaugt und aus Wasser umkristallisiert. Lange, farblose Nadeln vom Schmp. 94–96°C (Zers.). Ausbeute 2,3 g (58% d. Th.).

C₈H₁₀N₂O₂S (M = 198,2) ber.: S 16,16%; N 14,14%;
gef.: S 16,04%; N 14,10%.

Aceton-2-phenyl-äthen-1-sulfonylhydrazon. Farblose Blättchen, Schmp. 133,5–134°C.

C₁₁H₁₄N₂O₂S (M = 238,3) ber.: S 13,44%; N 11,76%;
gef.: S 13,31%; N 11,87%.

B. 2-Phenyl-äthen-1-sulfonyl-3,5-dimethyl-pyrazol

Eine Mischung von 4 g (0,02 Mol) 2-Phenyl-äthen-1-sulfonylhydrazid, 2 g (0,02 Mol) Acetylaceton und 15 ml Äthanol werden 2 Stunden auf dem Wasserbad erhitzt. Nach Abdampfen des Äthanol wird mit Petroläther gewaschen und aus wenig Äthanol umkristallisiert. Schmp. 110–112°C. Ausbeute 2,9 g (54% d. Th.).

C₁₃H₁₄N₂O₂S (M = 262,3) ber.: S 12,21%; N 10,68%;
gef.: S 12,34%; N 10,81%.

Alle Schmelzpunkte wurden auf dem Mikroheiztisch nach BOETIUS bestimmt.

Für die Durchführung der Analysen danke ich Frau FENSKE.

Premnitz, VEB Chemiefaserwerk „Friedrich Engels“ Hauptabteilung
Forschung und Entwicklung (Leiter Dipl.-Ing. H. BÜRGER).

Bei der Redaktion eingegangen am 12. November 1965.

Verantwortlich

für die Schriftleitung: Prof. Dr.-Ing. Dr. h. c. E. Leibnitz, 705 Leipzig, Permoserstraße 15; für den Anzeigenteil: DEWAG-Werbung Leipzig, 701 Leipzig, Brühl 34–40, Ruf 29740. Z. Z. gilt Anzeigenpreisliste 4; Verlag: Johann Ambrosius Barth, 701 Leipzig, Salomonstraße 18B; Fernruf 27681 und 27682. Veröffentlicht unter der Lizenz-Nr. 1395 des Presseamtes beim Vorsitzenden des Ministerrates der DDR.

Printed in Germany



Druck: Paul Dünnhaupt, Köthen (IV/5/1) L 189/66