

4 Chemisch-experimenteller Teil

4.1 Allgemeine Angaben

Schmelzpunkt-Bestimmung

Lindström-Gerät (unkorrigiert)

Elementaranalysen

Elementar Vario EL

IR-Spektren

Perkin-Elmer 1420 Ratio Recording IR-Spectrophotometer

ATI Mattson Genesis Serie FTIR

^1H -NMR-Spektren

Bruker AC 300 und Bruker Avance/DPX 400 in den angegebenen Lösungsmitteln

Die chemische Verschiebung wird in ppm nach der δ_{TMS} -Skala angegeben. Der Austausch der aciden Protonen erfolgte mit D_2O oder durch das Lösungsmittel.

Massenspektren

EI-MS: CH-7A-Varian MAT (70eV), in Klammern die Verdampfungstemperatur

Kratos MS 25 RF (80eV), in Klammern die Verdampfungstemperatur.

FAB-MS: CH-5-DF-MAT-Varian in den angegebenen Lösungsmitteln (Reaktandgas Xenon)

Dünnschichtchromatographie

Kieselgelfolien Alugram[®] SIL G/UV₂₅₄ (Macherey-Nagel), Schichtdicke 0.25 mm

Säulenchromatographie

Kieselgel 63-200 μm (Fa. Merck)

In Tabelle 62 sind die verwendeten Abkürzungen und Symbole in alphabetischer Reihenfolge aufgelistet.

Tab. 62: Verwendete Abkürzungen und Symbole

Abkürzung	Bedeutung
δ	chemische Verschiebung
ν	Wellenzahl
a	axial
Ada	Adamantanyl
Biph	Biphenyl
br. s	breites Singulett
Cyhex	Cyclohexyl
Cyhept	Cycloheptyl
Cypent	Cyclopentyl
d, „d“	Dublett, quasi-Dublett
DC	Dünnschichtchromatographie
dd	Dublett eines Dubletts
dt	Dublett eines Triplets
DMF	Dimethylformamid
DMSO	Dimethylsulfoxid
e	äquatorial
EI	Elektronenstoßionisation (MS)
FAB	Fast-Atom-Bombardement (MS)
FM	Fließmittel
J	Kopplungskonstante
m	Multiplett
m/z	Ionenmasse/Ionenladung
Ph	Phenyl
ppm	parts per million
Pyri	Pyridin(yl)
Suph	4-Chlorsulfonyl
q	Quartett
s	Singulett
t	Triplet
td	Triplet eines Dubletts
tt	Triplet eines Triplets
q	Quartett

4.2 Synthesevorschriften und analytische Daten

4.2.1 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Imidazole und deren Vorstufen

Arbeitsvorschrift (*Caille et al.*^[52]): *2-Amino-2-cyano-essigsäure-ethylester*

In 87 mL Wasser werden 8.5 g (60 mmol) 2-Cyano-2-hydroxyimino-essigsäure-ethylester (**1**) (kommerziell erhältlich) suspendiert. Unter Rühren werden 66 mL einer gesättigten NaHCO₃-Lösung langsam dazugegeben. Nach 5 Minuten Rühren werden über 30 Minuten 30 g (172 mmol) Na₂S₂O₄ dazugegeben. Der Ansatz wird auf 35 °C erwärmt und 90 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Die Lösung wird mit NaCl gesättigt und das Produkt fünfmal mit 60 mL CH₂Cl₂ extrahiert. Die organische Phase wird mit Na₂SO₄ getrocknet und das Lösungsmittel abgezogen. Es werden 4.7 g (61 %) 2-Amino-2-cyano-essigsäure-ethylester (**2**) als braunes Öl gewonnen. Das Produkt (**2**) wird ohne weitere Reinigung im nächsten Syntheseschritt eingesetzt.

Allgemeine Arbeitsvorschrift (*Brown*^[36], modifiziert nach *Bridson*^[37] und *Macleod*^[38]):

5-Amino-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester

Es werden 30 mmol (3.9 g) Produkt (**2**) in 17 mL Acetonitril gelöst. Nun werden 30 mmol des entsprechenden Orthoesters dazugegeben und 1 h unter Rückfluß gekocht. Das Zwischenprodukt (**3**) wird nicht isoliert. Dann werden 27 mmol entsprechende Aminkomponente vorsichtig dazugetrofft. Der Ansatz wird eine weitere Stunde unter Rückfluß gekocht und eingeeengt. Das Reaktionsgemisch wird auf Raumtemperatur abgekühlt und über Nacht im Kühlschrank gelagert. Der entstandene Niederschlag wird abgesaugt und dreimal mit wenig Ethylacetat gewaschen.

4.2.2 5-Amino-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (Typ 4)

5-Amino-1-phenylmethyl-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4a)

Aus 3.9 g (30 mmol) 2-Amino-2-cyano-essigsäure-ethylester (**2**), 4.4 g (30 mmol) Triethylorthoformiat und 2.9 g (27 mmol) Phenylmethylamin.

Weißes Pulver (Ethylacetat), Schmp. 160 °C (Lit. ^[36]: 160 °C; Ausb.: 3.1 g (47 %). - C₁₃H₁₅N₃O₂ (245.6) Ber. C 63.6 H 6.16 N 17.1 Gef. C 63.7 H 6.19 N 16.9. - IR (KBr): $\nu = 3379$ cm⁻¹; 3288; 3218; 3163; 3127; 3031; 2978; 2927; 1956; 1878; 1866; 1812; 1678 (C=O); 1639; 1603; 1567; 1521; 1497; 1466; 1453; 1409; 1378; 1341; 1279; 1244; 1198; 1186; 1166; 1117;

1023; 975; 863; 839; 780; 734; 693; 649. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.22 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 4.13 (q, $J = 7$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.10 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.00 (s, 2H, austauschbar, NH₂), 7.18-7.20 (m, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.21 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.27-7.37 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H). - **MS** (70eV, 100 °C): m/z (%) = 245 (13) [M⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

5-Amino-1-(2-phenylethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4b)

Aus 24.8 g (193.6 mmol) Produkt **2**, 28.7 g (193.6 mmol) Triethylorthoformiat und 21.11 g (174.2 mmol) 2-Phenylethylamin.

Blaßrosa farbige Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 254 °C, Ausb.: 19.9 g (44 %). - C₁₄H₁₇N₃O₂ (259.3) Ber. C 64.9 H 6.61 N 16.2 Gef. C 64.8 H 6.50 N 16.1.- **IR** (KBr): ν = 3436 cm⁻¹; 3270; 3208; 3143; 3110; 2976; 2936; 1959; 1887; 1817; 1669 (C=O); 1626; 1557; 1526; 1465; 1402; 1379; 1349; 1321; 1284; 1230; 1169; 1100; 1024; 967; 863; 836; 779; 753; 723; 698; 643. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.22 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 2.92 (t, $J = 7.3$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-N), 4.03 (t, $J = 7.3$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-N), 4.12 (q, $J = 7$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 6.00 (s, 2H, austauschbar, NH₂), 6.94 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.19-7.31 (m, 5H, Ph-H). - **MS** (70 eV, 120 °C): m/z (%) = 259 (77) [M⁺], 214 (11) [M⁺-C₂H₅O⁺], 187 (8) [C₁₁H₁₃N₃⁺], 155 (100) [M⁺-C₈H₈], 127 (34) [C₄H₅N₃O₂⁺], 109 (63) [C₄H₃N₃O⁺], 105 (63) [C₈H₉⁺], 104 (63) C₈H₈⁺, 91 (16) [C₇H₇⁺], 77 (30) [C₆H₅⁺], 65 (8) [C₅H₅⁺].

5-Amino-1-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4c)

Aus 18 g (14.5 mmol) Produkt **2**, 20.8 g (140.5 mmol) Triethylorthoformiat und 17.1 g (126.5 mmol) 3-Phenylpropylamin.

Weißer Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 272 °C, Ausb.: 10 g (29 %). - C₁₅H₁₉N₃O₂ (273.3) Ber. C 65.9 H 7.00 N 15.4 Gef. C 65.7 H 6.88 N 15.5.- **IR** (KBr): ν = 3460 cm⁻¹; 3273; 3221; 3110; 3064; 3029; 2980; 2956; 2940; 2903; 2843; 2592; 2360; 2340; 1959; 1942; 1871; 1799; 1695 (C=O); 1616; 1580; 1567; 1528; 1498; 1475; 1450; 1407; 1380; 1348; 1316; 1296; 1268; 1226; 1200; 1161; 1125; 1025; 973; 907; 878; 827; 809; 774; 718; 693; 632. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.22 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 1.90-1.98 (tt, $J = 7.7$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-N), 2.54 (t, $J = 7.8$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-N), 3.83 (t, $J = 7.2$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-N), 4.13 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 6.02 (s, 2H, austauschbar, NH₂), 7.15 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.17-7.31 (m, 5H, Ph-H). - **MS** (70 eV, 50°C): m/z (%) = 273 (100) [M⁺],

228 (12) [M⁺-C₂H₅O⁺], 169 (93) [M⁺-C₈H₈], 155 (12) [M⁺-C₉H₁₀], 127 (7) [C₄H₅N₃O₂⁺], 123 (51) [C₅H₅N₃O⁺], 109 (13) [C₄H₃N₃O⁺], 91 (53) [C₇H₇⁺], 65 (8) [C₅H₅⁺].

5-Amino-1-(4-phenylbutyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4d)

Aus 15 g (116.3 mmol) Produkt **2**, 17.2 g (116.3 mmol) Triethylorthoformiat und 15.6 g (104.7 mmol) 4-Phenylbutylamin.

Gelbliche Kristalle (Ethanol), Schmp. 273 °C, Ausb.: 13 g (44 %). - C₁₆H₂₁N₃O₂ (287.4) Ber.

C 66.9 H 7.37 N 14.6 Gef. C 66.8 H 6.97 N 14.5.- **IR** (KBr): $\nu = 3377 \text{ cm}^{-1}$; 3317; 3228; 3179; 2984; 2936; 2863; 1679 (C=O); 1637; 1568; 1517; 1457; 1409; 1380; 1346; 1283; 1239; 1213; 1114; 1028; 967; 840; 778; 705; 653. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.22 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 1.47-1.55 (m, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-N), 1.60-1.67 (m, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-N), 3.81 (t, $J = 7$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-N), 4.12 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.99 (s, 2H, austauschbar, NH₂), 7.11 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.15-7.29 (m, 5H, Ph-H). - **MS** (70 eV, 50 °C): m/z (%) = 287 (100) [M⁺], 242 (15) [M⁺-C₂H₅OH], 213 (11) [C₁₃H₁₅N₃⁺], 196 (6) [M⁺-C₇H₇⁺], 183 (34) [M⁺-C₈H₈], 169 (24) [M⁺-C₉H₁₀], 155 (30) [C₆H₉N₃O₂⁺], 150 (23) [C₇H₈N₃O⁺], 137 (13) [C₆H₇N₃O₁⁺], 123 (23) [C₆H₇N₃O⁺], 109 (20) [C₄H₃N₃O⁺], 91 (80) [C₇H₇⁺].

5-Amino-1-biphenyl-4-ylmethyl-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4e)

Aus 0.8 g (6.2 mmol) Produkt **2**, 0.9 g (6.2 mmol) Triethylorthoformiat und 0.9 g (4.9 mmol) Biphenyl-4-yl-methylamin.

Gelbliche Kristalle (Ethanol), Schmp. 163 °C, Ausb.: 0.6 g (38 %). - C₁₉H₁₉N₃O₂ (321.4) - **IR** (KBr): $\nu = 3415 \text{ cm}^{-1}$; 3284; 3216; 3156; 3030; 2979; 1904; 1670 (C=O); 1624; 1559; 1526; 1455; 1407; 1380; 1343; 1343; 1233; 1193; 1124; 1023; 975; 822; 782; 759; 697; 651. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.21 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 4.12 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.15 (s, 2H, Ph-CH₂), 6.11 (s, 2H, austauschbar, NH₂), 7.32 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.44-7.67 (m, 9H, Biph-H). - **MS** (EI, 120 °C): m/z (%) = 321 (23) [M⁺], 276 (2) [M⁺-C₂H₅O⁺], 167 (100) [C₁₃H₁₁⁺].

5-Amino-1-(4-fluorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4f)

Aus 23.2 g (180 mmol) Produkt **2**, 26.8 g (180 mmol) Triethylorthoformiat und 19.2 g (153 mmol) 4-Fluorphenylmethylamin.

Weißes Pulver (Ethanol), Schmp. 151 °C, Ausb.: 16.1 g (40 %). - $C_{13}H_{14}FN_3O_2$ (263.1) Ber. C 59.3 H 5.36 N 16.0 Gef. C 59.5 H 5.40 N 15.7. - **IR** (KBr): $\nu = 3449\text{ cm}^{-1}$; 3283; 3216; 3110; 3058; 2982; 2936; 2903; 2870; 2805; 2767; 2600; 2200; 1973; 1924; 1891; 1872; 1655 (C=O); 1637; 1608; 1569; 1525; 1511; 1478; 1464; 1440; 1410; 1380; 1355; 1340; 1299; 1239; 1188; 1167; 1129; 1023; 980; 926; 871; 847; 818; 782; 753; 707; 677; 649; 627. - **$^1\text{H-NMR}$** / 400 MHz ($[\text{D}_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.22 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 4.13 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 5.11 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Ph}$), 6.10 (s, 2H, austauschbar, NH_2), 7.17-7.29 (m, 4H, Ph-H), 7.23 (s, 1H, 2-Imidazol-H). - **MS** (70 eV, 60 °C): m/z (%) = 263 (23) [$\text{M}^{+\bullet}$], 217 (3) [$\text{M}^{+\bullet}\text{-C}_2\text{H}_5\text{OH}$], 189 (2) [$\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_3\text{F}^{+\bullet}$], 109 (100) [$\text{C}_7\text{H}_6\text{F}^{+\bullet}$], 83 (6) [$\text{C}_5\text{H}_4\text{F}^{+\bullet}$].

5-Amino-1-(4-chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4g)

Aus 25 g (195 mmol) Produkt **2**, 28.9 g (195 mmol) Triethylorthoformiat und 17.4 g (123 mmol) 4-Chlorphenylmethylamin.

Gelbes Pulver (Ethylacetat), Schmp. 164 °C, Ausb.: 13.1 g (38 %). - $C_{13}H_{14}ClN_3O_2$ (279.7) Ber. C 55.8 H 5.05 N 15.0 Gef. C 56.0 H 4.91 N 15.0. - **IR** (KBr): $\nu = 3447\text{ cm}^{-1}$; 3282; 3214; 3110; 3086; 2980; 2934; 2902; 2868; 2763; 2491; 2405; 2359; 2192; 2074; 1967; 1884; 1773; 1655 (C=O); 1633; 1568; 1524; 1492; 1479; 1464; 1437; 1409; 1379; 1339; 1300; 1242; 1203; 1187; 1127; 1097; 1019; 980; 933; 873; 840; 810; 781; 751; 724; 700; 659; 643; 624. - **$^1\text{H-NMR}$** / 400 MHz ($[\text{D}_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.19 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 4.19 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 5.10 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Ph}$), 6.10 (s, 2H, austauschbar, NH_2), 7.20 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.20 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.23 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.42 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H). - **MS** (70 eV, 110 °C): m/z (%) = 279 (30) [$\text{M}^{+\bullet}$], 234 (5) [$\text{M}^{+\bullet}\text{-C}_2\text{H}_5\text{O}^{\bullet}$], 233 (5) [$\text{M}^{+\bullet}\text{-C}_2\text{H}_5\text{OH}$], 207 (2) [$\text{C}_{10}\text{H}_8\text{ClN}_3^{+\bullet}$], 125 (100) [$\text{C}_7\text{H}_6\text{Cl}^{+\bullet}$].

5-Amino-1-(3-chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4h)

Aus 29 g (227 mmol) Produkt **2**, 33.6 g (227 mmol) Triethylorthoformiat und 28.9 g (204 mmol) 3-Chlorphenylmethylamin.

Gelbes Pulver (Ethylacetat), Schmp. 119 °C, Ausb.: 20.1 g (36 %). - $C_{13}H_{14}ClN_3O_2$ (279.7) Ber. C 55.8 H 5.05 N 15.0 Gef. C 55.9 H 4.89 N 14.7. - **IR** (KBr): $\nu = 3428\text{ cm}^{-1}$; 3290; 3218; 3106; 2981; 2936; 2905; 2383; 2349; 1956; 1873; 1674 (C=O); 1657; 1636; 1601; 1567; 1518; 1479; 1465; 1434; 1411; 1382; 1341; 1276; 1244; 1189; 1136; 1077; 1029; 981; 902; 875; 860; 838; 799; 774; 723; 681; 643. - **$^1\text{H-NMR}$** / 400 MHz ($[\text{D}_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.23 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 4.13 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 5.11 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Ph}$), 6.09 (s, 2H, austausch-

bar, NH₂), 7.20 (m 1H, 6-Ph-H), 7.26 (s, 2H, 2-Imidazol-H, 2-Ph-H), 7.35-7.42 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H). - **MS** (70 eV, 110 °C): m/z (%) = 279 (61) [M⁺•], 234 (15) [M⁺•-C₂H₅O⁺], 233 (21) [M⁺•-C₂H₅OH], 207 (9) [C₁₀H₁₀ClN₃⁺•], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

5-Amino-1-(2-chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4i)

Aus 9 g (70 mmol) Produkt **2**, 10.4 g (70 mmol) Triethylorthoformiat und 8.9 g (63 mmol) 2-Chlorphenylmethylamin.

Beiges Pulver (Ethylacetat), Schmp. 195 °C, Ausb.: 20.1 g (36 %). - C₁₃H₁₄ClN₃O₂ (279.7) Ber. C 55.8 H 5.05 N 15.0 Gef. C 55.8 H 5.18 N 15.1. - **IR** (KBr): ν = 3438 cm⁻¹; 3277; 3215; 3108; 3065; 2982; 2936; 2870; 2807; 2765; 1950; 1893; 1796; 1656 (C=O); 1635; 1567; 1525; 1480; 1466; 1444; 1411; 1381; 1339; 1241; 1191; 1127; 1050; 1025; 977; 873; 839; 816; 781; 749; 691; 646. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.24 (t, J = 7.1 Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 4.15 (q, J = 7.1 Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.19 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.11 (s, 2H, austauschbar, NH₂), 6.68 (dd, J = 7.2 Hz, J = 2.1 Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.14 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.30-7.37 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.51 (dd, J = 7.2 Hz, J = 2.1 Hz, 1H, 6-Ph-H). - **MS** (70 eV, 150 °C): m/z (%) = 279 (32) [M⁺•], 244 (2) [M⁺•-Cl⁺], 234 (7) [M⁺•-C₂H₅O⁺], 233 (3) [M⁺•-C₂H₅OH], 207 (5) [C₁₀H₁₀ClN₃⁺•], 198 (45) [C₁₁H₈N₃O⁺], 170 (2) [C₁₀H₈N₃⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

5-Amino-1-(2,6-dichlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4j)

Aus 23 g (180 mmol) Produkt **2**, 26.7 g (180 mmol) Triethylorthoformiat und 26 g (162 mmol) 2,6-Dichlorphenylmethylamin. Entstandenes Produkt wurde chromatographisch gereinigt.

Weißer Kristalle (SC ø 3 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 100 g : 5 g, FM: Ethylacetat/ mit Ammoniak gesättigtes Methanol 99 : 1), Schmp. 134 °C, Ausb.: 14.4 g (28 %). - C₁₃H₁₃Cl₂N₃O₂ (314.2) Ber. C 49.7 H 4.17 N 13.4 Gef. C 49.6 H 3.95 N 13.2. - **IR** (KBr): ν = 3466 cm⁻¹; 3319; 3160; 2985; 2356; 1961; 1879; 1664 (C=O); 1614; 1580; 1562; 1531; 1455; 1438; 1407; 1378; 1347; 1328; 1288; 1236; 1214; 1199; 1168; 1124; 1090; 1025; 970; 950; 930; 827; 787; 764; 731; 677; 650. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.22 (t, J = 7.1 Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 4.14 (q, J = 7.1 Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.14 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.18 (s, 2H, austauschbar, NH₂), 6.51 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.48-7.52 (m, 1H, 4-Ph-H), 7.60 („d“, J = 7.8 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H). - **MS** ([+]-FAB, CH₂Cl₂/m-NO₂-Benzylalkohol): m/z (%) = 314 (64) [M⁺+H], 268 (53) [C₁₁H₈Cl₂N₃O⁺], 159 (100) [C₇H₅Cl₂⁺].

5-Amino-2-butyl-1-(2-chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4k)

Aus 16.5 g (129 mmol) Produkt **2**, 21 g (129 mmol) Trimethoxypentan und 16.3 g (115 mmol) 2-Chlorphenylmethylamin.

Gelbliches Pulver (Ethanol), Schmp. 231 °C, Ausb.: 18.6 g (48 %). - $C_{17}H_{22}ClN_3O_2$ (335.8) Ber. C 60.8 H 6.60 N 12.5 Gef. C 60.7 H 6.56 N 12.4. - **IR** (KBr): $\nu = 3441\text{ cm}^{-1}$; 3282; 3224; 3119; 3089; 2985; 2960; 2926; 2875; 2766; 2602; 2238; 1968; 1921; 1668 (C=O); 1636; 1572; 1542; 1490; 1473; 1445; 1415; 1372; 1340; 1299; 1258; 1234; 1201; 1129; 1096; 1064; 1041; 1004; 966; 939; 864; 815; 792; 780; 757; 703; 694; 652. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.74 (t, $J = 7.3$ Hz, 3H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.17-1.22 (m, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.25 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 1.39-1.47 (tt, $J = 7.5$ Hz, 2H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 2.31 (t, $J = 7.7$ Hz, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 4.15 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.14 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.07 (s, 2H, austauschbar, NH₂), 6.47 (d, $J = 6.9$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.28-7.35 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.51 (dd, $J = 7.3$ Hz, $J = 1.5$ Hz, 1H, 6-Ph-H). - **MS** (70 eV, 170 °C): m/z (%) = 335 (48) [M⁺•], 306 (4) [M⁺•-C₂H₅•], 292 (9) [M⁺•-C₃H₇•], 263 (54) [C₁₄H₁₈ClN₃⁺•], 233 (14) [C₁₁H₈ClN₃O⁺•], 168 (20) [C₇H₁₀N₃O₂⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

5-Amino-1-(2-chlorphenylmethyl)-2-phenyl-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (4l)

Aus 25 g (195 mmol) Produkt **2**, 43.7 g (195 mmol) Triethoxymethylbenzol und 24.2 g (171 mmol) 2-Chlorphenylmethylamin.

Gelbliches Pulver (Ethanol), Schmp. 242 °C, Ausb.: 19.8 g (56 %). - $C_{19}H_{18}ClN_3O_2$ (355.8) Ber. C 64.1 H 5.10 N 11.8 Gef. C 64.1 H 5.14 N 11.8. - **IR** (KBr): $\nu = 3434\text{ cm}^{-1}$; 3280; 3211; 3132; 3108; 3074; 2987; 2901; 2759; 2603; 2508; 2254; 1896; 1877; 1820; 1799; 1674; 1651 (C=O); 1561; 1494; 1471; 1443; 1407; 1381; 1358; 1336; 1241; 1184; 1160; 1114; 1040; 1009; 963; 937; 915; 877; 849; 812; 787; 756; 695; 659. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.28 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 4.21 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.22 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.28 (s, 2H, austauschbar, NH₂), 6.61 (dd, $J = 5.4$ Hz, $J = 2$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.30-7.37 (m, 7H, Ph-H), 7.47-7.50 (m, 1H, 6-Ph-H). - **MS** (70 eV, 170 °C): m/z (%) = 355 (49) [M⁺•], 320 (3) [M⁺•-Cl], 310 (4) [M⁺•-C₂H₅O•], 274 (12) [C₁₇H₁₂N₃O⁺], 263 (54) [C₁₄H₁₈ClN₃⁺•], 230 (60) [C₁₂H₁₂N₃O₂⁺], 127 (55), 125 (31) [C₇H₆Cl⁺], 104 (100).

4.2.3 5-Chlor-1-(2-chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (Typ 5)

Allgemeine Arbeitsvorschriften (*Brown*^[36]):

Zu einer auf -25 °C gekühlten, schnell gerührten Suspension aus 30 mmol Produkt **4** und 300 mL einer Salzsäurelösung (6 mol/L) wird vorsichtig eine Lösung aus 150 mmol (10.35 g) NaNO₂ und 30 mL Wasser gegeben. Die Temperatur der Suspension soll zwischen -22 °C und -25 °C gehalten werden. Nach 5 Minuten wird portionsweise eine frisch hergestellte Suspension aus 25 g CuCl und 30 mL Salzsäurelösung (6 mol/L) bei -25 °C vorsichtig dazugegeben. Diese Reaktionslösung wird 2 h bei -25 °C gerührt, bis kein Stickstoff mehr entweicht. Danach wird die Temperatur auf 0 °C erhöht und der pH-Wert mit einer Natriumhydroxidlösung (20 mol/L) auf 7 eingestellt. Die Lösung wird 5 Minuten mit 600 mL Ethylacetat und 30 g Celite gerührt, filtriert und die organische Phase gesammelt. Das gewünschte Produkt wird dreimal mit 250 mL Ethylacetat aus der wässrigen Fraktion extrahiert. Die kombinierten Ethylacetat-Fractionen werden mit 100 mL einer gesättigten NaHCO₃-Lösung und 100 mL Wasser gewaschen. Mit Na₂SO₄ wird die organische Phase getrocknet und danach das Lösungsmittel entfernt. Das Rohprodukt kristallisiert aus. Dann wird es über Kieselgel chromatographiert.

5-Chlor-1-(2-chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (**5a**)

Aus 8.4 g (30 mmol) Produkt (**4i**), 300 mL (6 mol/L) Salzsäurelösung, 10.4 g (150 mmol) NaNO₂ und 25 g CuCl.

Weißgelbliche Kristalle (SC ϕ 3 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 100 g : 5 g, FM: Ethylacetat), Schmp. 177 °C, Ausb.: 3.7 g (41 %). - C₁₃H₁₂Cl₂N₂O₂ (299.2) Ber. C 52.19 H 4.04 N 9.4 Gef. C 52.4 H 4.25 N 9.4. - **IR** (KBr): ν = 3414 cm⁻¹; 3104; 3061; 2992; 2963; 2944; 2905; 2870; 2850; 2749; 2630; 2569; 2398; 2169; 2038; 1994; 1970; 1942; 1890; 1840; 1810; 1722 (C=O); 1659; 1637; 1594; 1571; 1520; 1498; 1474; 1444; 1431; 1397; 1381; 1349; 1332; 1256; 1197; 1174; 1127; 1106; 1040; 1025; 1006; 973; 948; 865; 838; 809; 784; 768; 697; 660. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.23 (t, J = 7.1 Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 4.22 (q, J = 7.1 Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.38 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.85 (dd, J = 7.2 Hz, J = 1.7 Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.34-7.41 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.51 (dd, J = 8.0 Hz, J = 1.5 Hz, 1H, 6-Ph-H), 8.00 (s, 1H, 2-Imidazol-H). - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 298 (13) [M⁺], 253 (5) [M⁺-C₂H₅O⁺], 226 (8) [C₁₀H₈Cl₂N₂⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

2-Butyl-5-chlor-1-(2-chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (5b)

Aus 3.4 g (10 mmol) Produkt (**4k**), 100 mL (6 mol/L) Salzsäurelösung, 3.5 g (51 mmol) NaNO₂ und 8.3 g CuCl.

Schwarzbraune Kristalle (SC ϕ 3 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 50 g : 2 g, FM: Ethylacetat), Schmp. 277 °C, Ausb.: 1.4 g (39 %). - C₁₇H₂₀Cl₂N₂O₂ (355.3) Ber. C 57.5 H 5.67 N 7.9 Gef. C 57.6 H 5.71 N 7.9. - **IR** (KBr): ν = 3443 cm⁻¹; 3374; 3234; 3133; 3073; 2959; 2934; 2902; 2856; 2752; 2705; 2621; 2582; 2415; 2333; 2257; 2183; 2088; 2031; 1965; 1917; 1873; 1835; 1787; 1699 (C=O); 1636; 1596; 1537; 1476; 1451; 1413; 1378; 1368; 1321; 1278; 1210; 1169; 1123; 1114; 1049; 1064; 1008; 972; 939; 929; 907; 875; 865; 853; 809; 782; 754; 699; 670; 646; 605. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.79 (t, J = 7.3 Hz, 3H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.23-1.29 (m, 2H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.27 (t, J = 7.1 Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 1.48-1.56 (tt, J = 7.6 Hz, 2H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 2.58 (t, J = 7.7 Hz, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 4.23 (q, J = 7.1 Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.32 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.51 (d, J = 7.4 Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.30-7.38 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.52 (dd, J = 7.5 Hz, J = 1.3 Hz, 1H, 6-Ph-H). - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 354 (10) [M⁺], 309 (4) [M⁺-C₂H₅O⁺], 229 (7) [M⁺-C₇H₆Cl⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

4.2.4 5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (Typ 6)

Allgemeine Arbeitsvorschrift:

Methode A (Hultquist *et al.*^[63], modifiziert nach Wamhoff, Berressem, Herrmann^[64])

In 50 mL frisch destilliertem, getrocknetem Pyridin werden 30 mmol Produkt **4** suspendiert. Das Reaktionsgemisch wird auf 75 °C erwärmt und portionsweise 6.3 g (30 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid vorsichtig unter Rühren dazugegeben. Die Temperatur wird auf 120 °C erhöht und 6 h bis 26 h gehalten. Der Verlauf der Reaktion wird mittels Dünnschichtchromatographie (Fließmittel: Ethylacetat) kontrolliert. Das Lösungsmittel wird unter Vakuum eingengt. Der pH-Wert wird mit Salzsäure (6 mol/L) zwischen 6 und 7 eingestellt. Der Niederschlag wird abfiltriert und dreimal mit wenig Wasser gewaschen. In einer Mischung aus Ethanol/Ethylacetat 1:1 wird der Rückstand umkristallisiert. Das Produkt wird abgesaugt und gegebenenfalls säulenchromatographisch gereinigt.

Methode B

In 50 mL frisch destilliertem, getrocknetem Pyridin werden 30 mmol Produkt **4** suspendiert. Das Reaktionsgemisch wird auf 75 °C erwärmt und portionsweise 6.3 g (30 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid vorsichtig unter Rühren dazugegeben. Die Temperatur wird auf 120 °C erhöht und 6 h bis 26 h gehalten. Der Verlauf der Reaktion wird mittels Dünnschichtchromatographie (Fließmittel: Ethylacetat) kontrolliert. Das Lösungsmittel wird unter Vakuum eingeeengt. Danach wird das Reaktionsgemisch auf 50 mL einer Mischung aus Eiswasser und Salzsäurelösung (6 mol/L) gegeben. Der pH-Wert wird mit Salzsäure (6 mol/L) zwischen 6 und 7 eingestellt. Das Produkt wird fünfmal mit 50 mL CH₂Cl₂ extrahiert. Die gesammelten organischen Fraktionen werden über Na₂SO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird über Vakuum entfernt. Der zähe Rückstand wird mit 40 mL einer Mischung aus Ethanol/Ethylacetat 1 : 1 zwei Wochen bei Raumtemperatur stehen gelassen. Der entstandene Niederschlag wird abgesaugt und dreimal mit dem gleichen Lösungsmittelgemisch gewaschen. Das Produkt wird umkristallisiert oder gegebenenfalls säulenchromatographisch gereinigt.

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (6a)

Aus 7.3 g (30 mmol) (**4a**), 50 mL getrocknetem Pyridin, 6.3 g (30 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode A**, 26 h.

Weißes Pulver (SC ϕ 5 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 150 g : 6 g, FM: Ethylacetat), Schmp. 142 °C, Ausb.: 5.3 g (42 %). - C₁₉H₁₈ClN₃O₄S (419.9) Ber. C 54.4 H 4.32 N 10.0 Gef. C 54.5 H 4.30 N 10.0. - **IR** (KBr): ν = 3441 cm⁻¹; 3238; 3128; 3090; 3064; 3033; 2980; 2821; 2737; 1915; 1715 (C=O); 1573; 1503; 1474; 1456; 1400; 1380; 1369; 1346; 1268; 1212; 1169; 1091; 1035; 1013; 992; 969; 950; 904; 860; 847; 828; 784; 756; 719; 668; 618. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.00 (t, J = 7.1 Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 3.69 (q, J = 7.1 Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.28 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.20 (d, J = 7 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.30-7.39 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.58 („d“, J = 8.7 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.62 („d“, J = 8.8 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.86 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.48 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 40 °C): m/z (%) = 419 (8) [M⁺], 244 (37) [C₁₃H₁₄N₃O₂⁺], 198 (11) [C₁₁H₈N₃O⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(2-phenylethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (6b)

Aus 15.4 g (59.4 mmol) (**4b**), 70 mL getrocknetem Pyridin, 13.8 g (65.3 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode A**, 8 h.

Weißes Pulver (SC ϕ 5 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 150 g : 6 g, FM: Ethylacetat), Schmp. 163 °C, Ausb.: 15.4 g (60 %). - $C_{20}H_{20}ClN_3O_4S$ (433.1) Ber. C 55.4 H 4.65 N 9.7 Gef. C 55.4 H 4.56 N 9.7. - **IR** (KBr): $\nu = 3441\text{ cm}^{-1}$; 3308; 3156; 3088; 3063; 3028; 2979; 2938; 2866; 2739; 2364; 2342; 1956; 1922; 1709 (C=O); 1673; 1627; 1603; 1584; 1574; 1509; 1475; 1406; 1380; 1343; 1276; 1254; 1201; 1167; 1091; 1032; 1014; 969; 911; 830; 786; 755; 701; 668; 620. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.03 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 3.03 (t, $J = 7.6$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-N), 3.74 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 4.16 (t, $J = 7.6$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-N), 7.16-7.32 (m, 5H, Ph-H), 7.60-7.64 (m, 5H, Suph-H, 2-Imidazol-H), 10.50 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 50 °C): m/z (%) = 433 (3) $[M^{+\bullet}]$, 329 (32) $[M^{+\bullet}-C_8H_8]$, 258 (6) $[C_{14}H_{16}N_3O_2^+]$, 212 (100) $[C_{12}H_{10}N_3O^+]$, 105 (56) $[C_8H_9^+]$, 104 (18) $C_8H_8^{+\bullet}$, 91 (7) $[C_7H_7^+]$.

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (6c)

Aus 10.7 g (39 mmol) (**4c**), 50 mL getrocknetem Pyridin, 9.1 g (43 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode A**, 6 h.

Weißes Pulver (SC ϕ 5 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 150 g : 5 g, FM: Ethylacetat/Cyclohexan 7 : 3), Schmp. 129 °C, Ausb.: 4.7 g (54 %) - $C_{21}H_{22}ClN_3O_4S$ (447.9) Ber. C 56.3 H 4.95 N 9.4 Gef. C 56.4 H 4.88 N 9.2. - **IR** (KBr): $\nu = 3295\text{ cm}^{-1}$; 3085; 3061; 3027; 2966; 2942; 2851; 2714; 2336; 1945; 1870; 1708 (C=O); 1655; 1604; 1573; 1530; 1496; 1474; 1452; 1441; 1395; 1366; 1345; 1303; 1279; 1233; 1168; 1089; 1029; 1014; 906; 874; 828; 780; 755; 732; 715; 697; 668; 640; 619. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.04 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 1.90-2.08 (tt, $J = 7.7$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-N), 2.53 (t, $J = 7.6$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-N), 3.75 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 3.96 (t, $J = 7.3$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-N), , 7.18-7.31 (m, 5H, Ph-H), 7.58 („d“, $J = 8.8$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.62 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.86 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.43 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 120 °C): m/z (%) = 447 (3) $[M^{+\bullet}]$, 226 (4) $[C_{13}H_{12}N_3O^+]$, 135 (2) $[C_6H_5N_3O^{+\bullet}]$, 118 (14) $[C_9H_{10}^{+\bullet}]$, 91 (53) $[C_7H_7^+]$.

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(4-phenylbutyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (6d)

Aus 16.2 g (56.4 mmol) (**4d**), 70 mL getrocknetem Pyridin, 13.1 g (62 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode A**, 5 h.

Weißes Pulver (SC ϕ 5 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 150 g : 5 g, FM: Ethylacetat/Cyclohexan 7 : 3), Schmp. 141 °C, Ausb.: 4.5 g (52 %). - $C_{22}H_{24}ClN_3O_4S$ (462.0) Ber. C 66.9 H

7.37 N 14.6 Gef. C 66.8 H 6.97 N 14.5. - **IR** (KBr): $\nu = 3409 \text{ cm}^{-1}$; 3302; 3129; 3085; 3059; 3026; 2987; 2938; 2861; 2741; 2365; 1941; 1908; 1876; 1714 (C=O); 1671; 1622; 1579; 1509; 1474; 1466; 1451; 1397; 1379; 1367; 1345; 1293; 1266; 1225; 1192; 1167; 1134; 1116; 1091; 1039; 1013; 990; 966; 910; 846; 824; 786; 757; 699; 668, 649; 621. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.01 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 1.36-1.44 (m, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-N), 1.51-1.58 (m, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-N), 3.26 (t, $J = 7.6$ Hz, 2H, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-N), 3.70 (t, 2H, $J = 8.0$ Hz, Ph-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-N), 3.74 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 7.14-7.28 (m, 5H, Ph-H), 7.18 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.32 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.52 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H). - **MS** (70 eV, 40 °C): m/z (%) = 461 (10) [M⁺], 370 (4) [C₁₅H₁₇ClN₃O₄S⁺], 286 (36) [C₁₆H₂₀N₃O₂⁺], 240 (100) [C₁₄H₁₄N₃O⁺], 91 (84) [C₇H₇⁺].

1-Biphenyl-4-ylmethyl-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester
(6e)

Aus 0.6 g (1.9 mmol) **(4e)**, 5 mL getrocknetem Pyridin, 0.5 g (2.2 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode A**, 5 h.

Gelbliche Kristalle (Ethylacetat/Ethanol 1 : 1), Schmp. 218 °C, Ausb.: 0.3 g (32 %). - C₂₅H₂₂ClN₃O₄S (495.1) .- **IR** (KBr): $\nu = 3426 \text{ cm}^{-1}$; 3127; 3030; 2979; 2936; 2821; 2726; 2361; 1711 (C=O); 1574; 1501; 1470; 1401; 1372; 1344; 1273; 1211; 1169; 1089; 1037; 1011; 909; 846; 826; 753; 700; 669; 620. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.01 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 3.70 (q, $J = 7$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.34 (s, 2H, Ph-CH₂), 7.28 (d, 2H, $J = 8.2$ Hz, 2-Biph-H, 6-Biph-H), 7.35 (t, 1H, $J = 7.1$ Hz, 4'-Biph-H), 7.45 (t, 2H, $J = 7.8$ Hz, 3'-Biph-H, 5'-Biph-H), 7.59-7.65 (m, 8H, Biph 3-H, 5-H, 2'-H, 6'-H, Suph 3-H, 4-H, 5-H, 6-H), 7.92 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.50 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (EI, 120 °C): m/z (%) = 495 (8) [M⁺], 276 (2) [M⁺-C₂H₅O⁺], 320 (11) [C₁₉H₁₈ N₃O₂⁺], 274 (3) [C₁₇H₁₂ N₃O⁺], 167 (100) [C₁₃H₁₁⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-(4-fluorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester
(6f)

Aus 15.8 g (60 mmol) **(4f)**, 70 mL getrocknetem Pyridin, 13.9 g (66 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode B**, 4.5 h.

Beiges Pulver (Ethanol), Schmp. 180 °C, Ausb.: 12.6 g (48 %). - C₁₉H₁₇ClFN₃O₄S (437.1) Ber. C 52.1 H 3.91 N 9.6 Gef. C 52.3 H 3.91 N 9.5. - **IR** (KBr): $\nu = 3285 \text{ cm}^{-1}$; 3051; 2944; 2856;

2755; 2447; 2388; 2254; 1889; 1734; 1655 (C=O); 1608; 1512; 1434; 1415; 1358; 1318; 1297; 1239; 1158; 1095; 1042; 1016; 963; 930; 855; 819; 773; 690. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.00 (t, *J* = 7.1 Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 3.69 (q, *J* = 7.1 Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.27 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.19-7.30 (m, 4H, Ph-H), 7.58 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.61 („d“, *J* = 8.7 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.87 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.49 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 60 °C): *m/z* (%) = 437 (7) [M⁺], 262 (36) [C₁₃H₁₃N₃FO₂⁺], 216 (7) [C₁₁H₇FN₃O⁺], 109 (100) [C₇H₆F⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethyl-ester (6g)

Aus 17.3 g (61.9 mmol) (**4g**), 100 mL getrocknetem Pyridin, 14.4 g (68 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode B**, 24 h.

Beige Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 187 °C, Ausb.: 11.4 g (40 %). - C₁₉H₁₇Cl₂N₃O₄S (454.3) Ber. C 50.2 H 3.77 N 9.3 Gef. C 50.2 H 3.85 N 9.4. - **IR** (KBr): ν = 3420 cm⁻¹; 3094; 2983; 2743; 1913; 1717 (C=O); 1573; 1524; 1498; 1475; 1449; 1396; 1344; 1258; 1169; 1091; 1033; 1016; 875; 828; 756; 705; 667; 618. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.00 (t, *J* = 7.1 Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 3.69 (q, *J* = 7.1 Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.28 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.20 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.43 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.57 („d“, *J* = 8.7 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.62 („d“, *J* = 8.7 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.88 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.46 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 70 °C): *m/z* (%) = 453 (8) [M⁺], 278 (40) [C₁₃H₁₃ClN₃O⁺], 232 (8) [C₁₁H₇ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

1-(3-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethyl-ester (6h)

Aus 15.2 g (54.3 mmol) (**4h**), 70 mL getrocknetem Pyridin, 12.6 g (59.8 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode B**, 24 h.

Gelbliche Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 182 °C, Ausb.: 12.27 g (50 %). - C₁₉H₁₇Cl₂N₃O₄S (454.3) Ber. C 50.2 H 3.77 N 9.3 Gef. C 50.4 H 3.72 N 9.2. - **IR** (KBr): ν = 3423 cm⁻¹; 3127; 3101, 3058; 2979; 2821; 2734; 1960; 1913; 1712 (C=O); 1635; 1599; 1573; 1503; 1475; 1435; 1401; 1379; 1349; 1341; 1302; 1279; 1264; 1212; 1195; 1167; 1091; 1036; 1012; 995; 954; 901; 862; 846; 829; 801; 779; 757; 703; 681; 668; 616. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.01 (t, *J* = 7.1 Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 3.70 (q, *J* = 7.0 Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 5.30 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.15-7.18 (m, 1H, 4-Ph-H), 7.25 (s, 1H, 2-Ph-H), 7.38-7.43 (m, 2H, 5-Ph-H, 6-Ph-H), 7.58

(„d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.62 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.91 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.51 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 35 °C): m/z (%) = 453 (18) [M^{+}], 278 (76) [$C_{13}H_{13}ClN_3O^+$], 232 (38) [$C_{11}H_7ClN_3O^+$], 125 (100) [$C_7H_6Cl^+$].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethyl-ester (6i)

Aus 7.9 g (28.1 mmol) (**4i**), 50 mL getrocknetem Pyridin, 6.0 g (28.5 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode B**, 25 h.

Weißer Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 185 °C, Ausb.: 6.9 g (54 %). - $C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_4S$ (454.3) Ber. C 50.2 H 3.77 N 9.3 Gef. C 50.3 H 3.96 N 9.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3422$ cm^{-1} ; 3237; 3090; 3064; 2980; 2904; 2819; 2728; 2364; 1905; 1843; 1717 (C=O); 1574; 1503; 1476; 1444; 1402; 1381; 1343; 1274; 1167; 1092; 1037; 1015; 905; 828; 754; 707; 669; 620. - **1H -NMR** / 400 MHz ([D_6] DMSO): δ (ppm) = 1.04 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O- CH_2-CH_3), 3.75 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O- CH_2-CH_3), 5.34 (s, 2H, CH_2 -Ph), 6.85 (dd, $J = 7.5$ Hz, $J = 1.8$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.32-7.40 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.49 (dd, $J = 7.6$ Hz, $J = 1.5$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.56 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.59 („d“, $J = 8.8$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.79 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.47 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 160 °C): m/z (%) = 453 (14) [M^{+}], 278 (70) [$C_{13}H_{13}ClN_3O^+$], 232 (20) [$C_{11}H_7ClN_3O^+$], 125 (100) [$C_7H_6Cl^+$].

2-Butyl-1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (6j)

Aus 12.7 g (37.8 mmol) (**4k**), 100 mL getrocknetem Pyridin, 8.1 g (38.5 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, **Methode B**, 24 h.

Grauweiße Kristalle (Ethanol/Ethylacetat 8 : 2), Schmp. 253 °C, Ausb.: 7.7 g (40 %). - $C_{23}H_{25}Cl_2N_3O_4S$ (510.4) Ber. C 54.1 H 4.94 N 8.2 Gef. C 54.0 H 5.12 N 8.1. - **IR** (KBr): $\nu = 3473$ cm^{-1} ; 3228; 3093; 3062; 3020; 2960; 2935; 2870; 2764; 2359; 2342; 1917; 1715 (C=O); 1635; 1578; 1519; 1476; 1459; 1445; 1411; 1381; 1342; 1279; 1253; 1211; 1169; 1134; 1091; 1041; 1015; 973; 944; 910; 859; 826; 783; 755; 727; 706; 680; 648; 620; 606. - **1H -NMR** / 400 MHz ([D_6] DMSO): δ (ppm) = 0.76 (t, $J = 7.3$ Hz, 3H, R- $CH_2-CH_2-CH_2-CH_3$), 1.06 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O- CH_2-CH_3), 1.15-1.25 (m, 2H, R- $CH_2-CH_2-CH_2-CH_3$), 1.46-1.50 (m, 2H, R- $CH_2-CH_2-CH_2-CH_3$), 2.44 (t, $J = 7.7$ Hz, R- $CH_2-CH_2-CH_2-CH_3$), 3.78 (q, $J = 7.2$ Hz, 2H, O- CH_2-CH_3), 5.27 (s, 2H, CH_2 -Ph), 6.43 („d“, $J = 7.2$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.27-7.36 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.50 („d“, $J = 7.8$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.55 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.59 („d“, J

= 8.8 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 10.46 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 170 °C): m/z (%) = 509 (8) [M⁺], 334 (88) [C₁₇H₂₁ClN₃O₂⁺], 288 (12) [C₁₅H₁₅ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

4.2.5 5-[Bis-(4-chlorphenylsulfonyl)-amino]-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (Typ 7)

Allgemeine Arbeitsvorschrift: *Hultquist et al.*^[63], modifiziert nach *Wamhoff, Berressem, Herrmann*^[64]

In 100 mL frisch destilliertem, getrocknetem Pyridin werden 30 mmol Produkt **4** suspendiert. Das Reaktionsgemisch wird auf 75 °C erwärmt und portionsweise 12.6 g (60 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid vorsichtig unter Rühren dazugegeben. Die Temperatur wird auf 120 °C erhöht und 6 h bis 26 h gehalten. Der Verlauf der Reaktion wird mittels Dünnschichtchromatographie (Fließmittel: Ethylacetat) kontrolliert. Das Lösungsmittel wird unter Vakuum eingengt. Der pH-Wert wird mit Salzsäure (6 mol/L) zwischen 6 und 7 eingestellt. Der Niederschlag wird abfiltriert und dreimal mit wenig Wasser gewaschen. In einer Mischung aus Ethanol/Ethylacetat 1:1 wird der Rückstand umkristallisiert. Das Produkt wird abgesaugt und gegebenenfalls säulenchromatographisch gereinigt.

5-[Bis-(4-chlorphenylsulfonyl)-amino]-1-(2-phenylethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (**7a**)

Aus 5 g (19.3 mmol) (**4b**), 65 mL getrocknetem Pyridin, 13.8 g (65.3 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, 8 h.

Weißes Pulver (SC ϕ 5 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 150 g : 6 g, FM: Ethylacetat/Cyclohexan 7 : 3), Schmp. 169 °C, Ausb.: 5.3 g (45 %). - C₂₆H₂₃Cl₂N₃O₆S₂ (607.0) Ber. C 51.3 H 3.81 N 6.9 Gef. C 51.4 H 3.92 N 6.8. - **IR** (KBr): ν = 3306 cm⁻¹; 3085; 3060; 3030; 2967; 2940; 2871; 2359; 2341; 1946; 1872; 1805; 1723; 1655 (C=O); 1603; 1585; 1522; 1476; 1453; 1440; 1397; 1359; 1333; 1280; 1227; 1191; 1171; 1151; 1089; 1044; 1027; 1012; 906; 878; 850; 826; 807; 756; 742; 699; 669; 639; 618. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.97 (t, J = 7.1 Hz, 3H, O-CH₂-CH₃), 3.11-3.15 (m, 2H, Ph-CH₂-CH₂-N), 3.68-3.73 (m, 2H, Ph-CH₂-CH₂-N), 3.74 (q, J = 7 Hz, 2H, O-CH₂-CH₃), 7.11 (d, J = 7 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.24 (t, J = 7.3 Hz, 1H, 4-Ph-H), 7.31 (t, J = 7.3 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.77 („d“, J = 8.7 Hz, 4H, 3-Suph-

H, 5-Suph-H, 3'-Suph-H, 5'-Suph-H), 7.90 („d“, $J = 8.7$ Hz, 4H, 2-Suph-H, 6-Suph-H, 2'-Suph-H, 6'-Suph-H), 8.17 (s, 1H, 2-Imid-H). - **MS** ([+]-FAB, $\text{CH}_2\text{Cl}_2/m\text{-NO}_2\text{-Benzylalkohol}$): m/z (%) = 608 (26) [$\text{M}^{+\bullet} + \text{H}$], [$\text{M}^{+\bullet} - \text{C}_8\text{H}_8$], 258 (6) [$\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{O}_2^+$], 388 (5) [$\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{ClN}_3\text{O}_3\text{S}^+$], 297 (35) [$\text{C}_{11}\text{H}_8\text{ClN}_3\text{O}_3\text{S}^{+\bullet}$], 105 (100) [C_8H_9^+], 104 (31) [C_8H_8^+], 91 (4) [C_7H_7^+].

5-[Bis-(4-chlorphenylsulfonyl)-amino]-1-(2,6-dichlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (7b)

Aus 6.9 g (22 mmol) (**4j**), 65 mL getrocknetem Pyridin, 9.3 g (44 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, 6 h.

Weißer Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 244 °C, Ausb.: 5.6 g (39 %). - $\text{C}_{25}\text{H}_{19}\text{Cl}_4\text{N}_3\text{O}_6\text{S}_2$ (660.9) Ber. C 45.3 H 2.89 N 6.3 Gef. C 45.3 H 2.93 N 6.3.- **IR** (KBr): $\nu = 3442$ cm^{-1} ; 3096; 2983; 2902; 2767; 2666; 2564; 2359; 2340; 1918; 1838; 1721 (C=O); 1636; 1582; 1565; 1495; 1476; 1461; 1396; 1371; 1335; 1303; 1283; 1250; 1185; 1093; 1031; 1015; 963; 914; 875; 834; 785; 755; 704; 670; 637; 615. - **$^1\text{H-NMR}$** / 400 MHz ($[\text{D}_6]$ DMSO): δ (ppm) = 0.99 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 3.72 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 5.09 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Ph}$), 7.22 (s, 1H, 2-Imid-H), 7.54-7.58 (m, 1H, 4-Ph-H), 7.63 (d, $J = 7.6$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.81 („d“, $J = 8.7$ Hz, 4H, 3-Suph-H, 5-Suph-H, 3'-Suph-H, 5'-Suph-H), 7.96 („d“, $J = 8.5$ Hz, 4H, 2-Suph-H, 6-Suph-H, 2'-Suph-H, 6'-Suph-H). - **MS** (70 eV, 140 °C): m/z (%) = 661 (5) [$\text{M}^{+\bullet}$], 486 (24) [$\text{M}^{+\bullet} - \text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{Cl}^{\bullet}$], 312 (26) [$\text{M}^{+\bullet} - 2 \cdot \text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{Cl}^{\bullet}$], 159 (100) [$\text{C}_7\text{H}_5\text{Cl}_2^+$].

5-[Bis-(4-chlorphenylsulfonyl)-amino]-1-(2-chlorphenylmethyl)-2-phenyl-1H-imidazol-4-carbonsäure-ethylester (7c)

Aus 5.5 g (15.5 mmol) (**4i**), 60 mL getrocknetem Pyridin, 6.6 g (31 mmol) 4-Chlorbenzolsulfonsäurechlorid, 19 h.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 200 °C, Ausb.: 4.4 g (40 %). - $\text{C}_{31}\text{H}_{24}\text{Cl}_3\text{N}_3\text{O}_6\text{S}_2$ (705.0) Ber. C 52.8 H 3.43 N 6.0 Gef. C 53.0 H 3.51 N 6.0.- **IR** (KBr): $\nu = 3425$ cm^{-1} ; 3094; 3069; 3032; 2981; 2937; 2902; 2769; 2662; 2564; 2390; 2339; 2262; 2200; 1955; 1918; 1839; 1727 (C=O); 1638; 1573; 1475; 1447; 1392; 1373; 1340; 1281; 1264; 1244; 1204; 1185; 1171; 1124; 1092; 1044; 1013; 968; 916; 872; 844; 827; 782; 755; 703; 666; 637; 612. - **$^1\text{H-NMR}$** / 400 MHz ($[\text{D}_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.04 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 3.78 (q, $J = 7.1$ Hz, 2H, O- $\text{CH}_2\text{-CH}_3$), 5.07 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Ph}$), 6.43 („d“, $J = 7.1$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.10 (t, $J = 7.4$ Hz, 1H, 4-Ph-H), 7.17 (t, $J = 7.2$ Hz, 1H, 5-Ph-H), 7.30 („d“, $J = 8$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.35-7.36 (m, 3H, 3'-Ph-H, 4'-Ph-H, 5'-Ph-H), 7.65-7.67 (m, 2H, 2'-Ph-H, 6'-Ph-H), 7.71 („d“, $J = 8.6$ Hz, 4H, 3-Suph-H, 5-Suph-H,

3'-Suph-H, 5'-Suph-H), 7.88 („d“, $J = 8.5$ Hz, 4H, 2-Suph-H, 6-Suph-H, 2'-Suph-H, 6'-Suph-H).
 - **MS** (70 eV, 140 °C): m/z (%) = 703 (0.9) [$M^{+\bullet}$], 528 (29) [$M^{+\bullet}-C_6H_4SO_2Cl^+$], 354 (11) [$M^{+\bullet}-C_6H_4SO_2Cl^+$], 175 (11) [$C_6H_4ClSO_2^+$], 125 (100) [$C_7H_6Cl^+$].

4.2.6 Dinatrium-5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-4-carboxylat (Typ 8)

Allgemeine Arbeitsvorschrift: Jones^[66], Buchmann^[44]

In 100 mL Natronlauge (3 mol/L) werden 10 mmol Produkt (**6**) suspendiert. Das Reaktionsgemisch wird auf 100 °C erwärmt und die Temperatur 20 h bis 24 h gehalten. Der Verlauf der Reaktion wird mittels Dünnschichtchromatographie (Fließmittel: CH_2Cl_2 /Ethanol 2 : 1) kontrolliert. Das Reaktionsgemisch wird auf 0 °C abgekühlt. Das Produkt wird abgesaugt, dreimal mit wenig Eiswasser gewaschen und gegebenenfalls in Wasser umkristallisiert.

Dinatrium-5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-4-carboxylat (8a)

Aus 0.7 g (1.7 mmol) (**6a**), 14 mL Natronlauge (3 mol/L), 24 h.

Weißer Kristalle (H_2O), Schmp. >298 °C, Ausb.: 0.7 g (96 %). - $C_{17}H_{12}ClN_3Na_2O_4S$ (435.8) Ber. C 46.9 H 2.78 N 9.6 Gef. C 46.8 H 2.77 N 9.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3433$ cm^{-1} ; 3111; 3088; 3064; 3031; 2936; 2783; 2386; 2270; 1948; 1910; 1803; 1570 (C=O); 1534; 1505; 1476; 1437; 1389; 1356; 1249; 1202; 1191; 1133; 1092; 1026; 1013; 979; 826; 795; 754; 725; 705; 673; 632. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 4.88 (s, 2H, CH_2 -Ph), 6.98 (d, $J = 7.3$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 6.98 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.20-7.21 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.28 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.75 („d“, $J = 8.2$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H). - **MS** (70eV, 40 °C): m/z (%) = 391 (0.2) [$M^{+\bullet}$], (175), 91 (100) [$C_7H_7^+$].

Dinatrium-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1-(4-chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-4-carboxylat Sesquihydrat (8b)

Aus 4 g (8.8 mmol) (**6g**), 87 mL Natronlauge (3 mol/L), 20 h.

Weißer Kristalle (H_2O), Schmp. >298 °C, Ausb.: 4.0 g (92 %). - $C_{17}H_{14}Cl_2N_3Na_2O_{5.5}S$ (495.8) Ber. C 41.2 H 2.85 N 8.5 Gef. C 41.3 H 2.59 N 8.4. - **IR** (KBr): $\nu = 3434$ cm^{-1} ; 2930; 1910; 1572 (C=O); 1532; 1494; 1476; 1437; 1390; 1353; 1243; 1202; 1191; 1133; 1092; 1014; 978; 880; 827; 807; 782; 753; 708; 670; 651; 632. - **¹H-NMR** / 400 MHz (CF_3COOD): δ (ppm) = 5.69 (s, 2H, CH_2 -Ph), 7.42 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.51 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H),

7.62 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.80 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H)
8.63 (s, 1H, 2-Imidazol-H). - **MS** ([+]-FAB, DMSO/m-NO₂-Benzylalkohol): m/z (%) = 470 (44)
[M^{•+}+H], 448 (43) [C₁₇H₁₃Cl₂N₃NaO₄S⁺], 125 (4) [C₇H₆Cl⁺].

4.2.7 N-Alkyl-propan-1,3-diamin und N-Alkyl-ethan-1,2-diamin

4.2.7.1 Vorstufen: 3-(1-Alkylamino)-propionitrile (Typ 9)

Allgemeine Arbeitsvorschrift: *Calis*^[79], (vgl. *Möller*^[78])

In 200 mL Acrylsäurenitril werden 200 mmol Amin und 3 mL Wasser gegeben. Das Reaktionsgemisch wird auf 80 °C erhitzt und 16 h bis 24 h gehalten. Danach wird das überschüssige Acrylsäurenitril unter Vakuum entfernt. In einer Hochvakuumdestillation wird das entstandene Produkt gereinigt.

3-(1-Butylamino)-propionitril (9a)

Aus 14.6 g (200 mmol, 19.8 mL) 1-Butylamin, 161.2 g (3 mol, 200 mL) Acrylsäurenitril, 3 mL Wasser, 24 h.

Gelboranges Öl, Ausb.: 20.0 g (79 %). - C₁₇H₁₄N₂ (126.2). - **IR** (KBr): $\nu = 3464$ cm⁻¹; 3435; 3062; 2957; 2932; 2865; 2655; 2246 (CN); 2172; 2100; 2037; 1774; 1617; 1459; 1375; 1249; 1174; 1126; 1084; 953; 878; 831; 788; 766; 706. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.85 (t, 3H, $J = 7.2$ Hz, -CH₂-CH₃), 1.25-1.32 (m, 2H, -CH₂-CH₂-CH₃), 1.33-1.41 (m, -CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 2.10 (br. s, 1H, austauschbar, -CH₂-NH-CH₂-), 2.47 (t, $J = 6.9$ Hz, 2H, -CH₂-NH-CH₂-CH₂-CN), 2.53 (t, $J = 6.6$ Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN), 2.70 (t, $J = 6.7$ Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN). - **MS** (70 eV, 35 °C): m/z (%) = 126 (3) [M^{•+}], 86 (18) [C₅H₁₂N₁⁺], 83 (100) [C₄H₇N₂⁺], 30 (24) [CH₄N⁺].

3-(3-Pentylamino)-propionitril (9b)

Aus 13.1 g (150 mmol, 17.5 mL) 3-Pentylamin, 161.2 g (3 mol, 200 mL) Acrylsäurenitril, 2.3 mL Wasser, 24 h.

Gelbes Öl, Ausb.: 20.0 g (98 %). - C₈H₁₆N₂ (140.2). - **IR** (KBr): $\nu = 3583$ cm⁻¹; 3339; 3116; 3068; 2964; 2933; 2876; 2655; 2359; 2341; 2247 (CN); 2228; 2172; 1936; 1651; 1608; 1462; 1415; 1381; 1349; 1301; 1246; 1214; 1161; 1149; 1108; 1033; 1013; 971; 921; 871; 841; 782; 766; 687. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.81 (t, 3H, $J = 7.4$ Hz, (-CH₂-CH₃)₂),

1.28-1.36 (m, 2H, (-CH₂-CH₃)₂), 1.61 (br. s, 1H, austauschbar, -CH-NH-CH₂-), 2.25 (quint, *J* = 5.9 Hz, 1H, -NH-CH(-CH₂-CH₃)₂), 2.52 (t, *J* = 6.6 Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN), 2.69 (t, *J* = 6.6 Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN). - **MS** (70 eV, 30 °C): *m/z* (%) = 140 (1) [M⁺], 111 (100) [C₆H₁₁N₂⁺], 70 (93) [C₃H₆N₂⁺], 30 (22) [CH₄N⁺].

3-(1-Cyclopentylamino)-propionitril (**9c**)

Aus 16.2 g (197 mmol, 18.7 mL) Cyclopentylamin, 217.5 g (4 mol, 250 mL) Acrylsäurenitril, 3 mL Wasser, 24 h.

Farbloses Öl, Ausb.: 27.0 g (99 %). - C₈H₁₄N₂ (138.2). - **IR** (KBr): ν = 3580 cm⁻¹; 3313; 2953; 2865; 2247 (CN); 1728; 1590; 1467; 1350; 1247; 1209; 1170; 1125; 1040; 1003; 976; 941; 866; 751. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.21-1.30 (m, 2H, 2a-Cypent-H, 5a-Cypent-H), 1.40-1.50 (m, 2H, 3a-Cypent-H, 4a-Cypent-H), 1.52-1.64 (m, 2H, 3e-Cypent-H, 4e-Cypent-H), 1.65-1.74 (m, 2H, 2e-Cypent-H, 5e-Cypent-H), 1.78 (br. s, 1H, austauschbar, -CH₂-NH-Cypent), 2.52 (t, *J* = 6.6 Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN), 2.68 (t, *J* = 6.6 Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN), 2.96 (tt, *J* = 6.3 Hz, 1H, 1-Cypent-H). - **MS** (70 eV, 30 °C): *m/z* (%) = 138 (15) [M⁺], 109 (100) [C₆H₉N₂⁺], 98 (48) [C₆H₁₂N₂⁺], 70 (37) [C₃H₆N₂⁺], 30 (70) [CH₄N⁺].

3-(1-Cycloheptylamino)-propionitril (**9d**)

Aus 22.3 g (197 mmol, 25 mL) Cycloheptylamin, 217.5 g (4 mol, 250 mL) Acrylsäurenitril, 3 mL Wasser, 24 h.

Farbloses Öl, Ausb.: 27.9 g (85 %). - C₁₀H₁₈N₂ (166.1). - **IR** (KBr): ν = 3579 cm⁻¹; 3318; 2924; 2854; 2686; 2247 (CN); 1727; 1637; 1586; 1460; 1422; 1360; 1276; 1209; 1246; 1206; 1119; 1027; 975; 948; 827; 747; 712. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.27-1.76 (m, 12H, 2-7-Cyhept-H), 2.51 (t, *J* = 6.7 Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN), 2.56-2.61 (m, 1H, 1-Cyhept-H), 2.69 (t, *J* = 6.6 Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN). - **MS** (70 eV, 40 °C): *m/z* (%) = 166 (7) [M⁺], 126 (11) [C₈H₁₆N⁺], 123 (12) [C₇H₁₁N⁺], 109 (100) [C₆H₉N₂⁺], 30 (19) [CH₄N⁺].

3-(Cyclohexylmethyl-amino)-propionitril (**9e**)

Aus 25 g (220.8 mmol, 28.7 mL) (Aminomethyl)-cyclohexan, 217.5 g (4 mol, 250 mL) Acrylsäurenitril, 3.3 mL Wasser, 24 h.

Farbloses Öl, Ausb.: 31 g (84 %). - C₁₀H₁₈N₂ (166.1). - **IR** (KBr): ν = 3329 cm⁻¹; 3176; 3067; 2923; 2849; 2667; 2523; 2479; 2390; 2247 (CN); 2228; 1936; 1649; 1608; 1464; 1449; 1421; 1357; 1262; 1210; 1179; 1131; 1093; 1062; 1031; 971; 892; 859; 844; 747; 690. - **¹H-NMR** / 400

MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 0.81-0.90 (m, 2H, 2a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.07-1.24 (m, 3H, 3a-Cyhex-H, 4a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H), 1.29-1.39 (m, 1H, 1-Cyhex-H), 1.60-1.78 (m, 5H, 2e-Cyhex-H, 3e-Cyhex-H, 4e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.33 (d, $J = 6.6$ Hz, 2H, -NH-CH₂-Cyhex), 2.54 (t, $J = 6.6$ Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN), 2.69 (t, $J = 6.6$ Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN). - **MS** (70 eV, 30 °C): m/z (%) = 166 (2) [$M^{+\bullet}$], 126 (6) [$C_8H_{16}N^+$], 111 (20) [$C_7H_{13}N^{+\bullet}$], 83 (100) [$C_7H_{11}N^+$], , 70 (17) [$C_3H_6N_2^{+\bullet}$], 30 (14) [CH_4N^+].

3-(1-Adamantylamino)-propionitril (**9f**)

Aus 20 g (132 mmol) 1-Adamantylamin, 170 g (3.2 mol, 200 mL) Acrylsäurenitril, 2 mL Wasser, 24 h.

Farbloses Öl, Schmp. 39 °C, Ausb.: 27.9 g (94 %). - $C_{13}H_{20}N_2$ (204.2) Ber. C 76.4 H 9.87 N 13.71 Gef. C 76.5 H 9.72 N 13.8. - **IR** (KBr): $\nu = 3306$ cm⁻¹; 2901; 2846; 2668; 2652; 2631; 2421; 2246 (CN); 1626; 1507; 1496; 1470; 1450; 1428; 1417; 1357; 1342; 1313; 1286; 1258; 1243; 1211, 1185; 1154; 1112; 1099; 1056; 1037; 987; 973; 935; 886; 876; 818; 795; 770; 715; 642; 630. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.54-2.00 (m, 16 H, Ada-H), 2.46 (t, $J = 6.7$ Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN), 2.70 (t, $J = 6.6$ Hz, 2H, -NH-CH₂-CH₂-CN). - **MS** (70 eV, 35 °C): m/z (%) = 204 (21) [$M^{+\bullet}$], 164 (30) [$C_{11}H_{18}N^+$], 123 (12) [$C_7H_{11}N^+$], 135 (34) [$C_{10}H_{15}^+$], 106 (100) [$C_8H_{10}^{+\bullet}$].

4.2.7.2 N-Alkyl-propan-1,3-diamine (Typ 10)

Allgemeine Arbeitsvorschrift (*Calis*^[79]):

In 100 mL eisgekühltem Diethylether werden vorsichtig 320 mmol LiAlH₄ unter schnellem Rühren suspendiert. Danach wird sehr vorsichtig unter Rühren tropfenweise 160 mmol Produkt **9**, das in wenig eisgekühltem Diethylether gelöst ist, dazugegeben. Dann wird das Reaktionsgemisch langsam auf Raumtemperatur erwärmt und weitere 3 h gerührt. Nach den 3 h werden nacheinander vorsichtig 26 mL Wasser, 15 mL 5 N NaOH und 64 mL Wasser zu dem Reaktionsgemisch getropft. Das Reaktionsgemisch wird filtriert und fünfmal mit wenig Diethylether gewaschen. Die organischen Phasen werden zusammengefaßt und über MgSO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird entfernt und das entstandene Produkt wird in einer Hochvakuumdestillation gereinigt.

N-Butyl-propan-1,3-diamin (10a)

Aus 20 g (159 mmol) (**9a**), 11.4 g (300 mmol) LiAlH₄, 100 mL Diethylether, 90 mL Wasser und 15 mL 5 N NaOH.

Gelbliches Öl, Ausb.: 10.0 g (48 %). - C₇H₁₈N₂ (130.1). - **IR** (KBr): $\nu = 3360 \text{ cm}^{-1}$; 3284; 2926; 2865; 2815; 1597; 1463; 1376; 1306; 1128; 1032; 822; 754. - **¹H-NMR** / 400 MHz (CF₃COOD): δ (ppm) = 1.02 (t, 3H, $J = 7.4 \text{ Hz}$, -CH₂-CH₃), 1.45-1.55 (m, 2H, -CH₂-CH₂-CH₃), 1.77-1.85 (m, -CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 2.42-2.49 (m, 2H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-CH₂-), 3.26-3.30 (m, 2H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-), 3.41-3.48 (m, 4H, -CH₂-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 35 °C): m/z (%) = 130 (2) [M⁺], 113 (11) [C₇H₁₅N⁺], 87 (9) [C₄H₁₁N₂⁺], 86 (14) [C₅H₁₂N⁺], 70 (11) [C₃H₆N⁺], 58 (4) [C₃H₈N⁺], 57 (16) [C₃H₇N⁺], 44 (100) [C₂H₆N⁺], 30 (60) [CH₄N⁺].

N-3-Pentyl-propan-1,3-diamin (10b)

Aus 20 g (142.6 mmol) (**9b**), 13.7 g (360 mmol) LiAlH₄, 120 mL Diethylether, 108 mL Wasser und 18 mL 5 N NaOH.

Gelbliches Öl, Ausb.: 15 g (73 %). - C₈H₂₀N₂ (144.2). - **IR** (KBr): $\nu = 3362 \text{ cm}^{-1}$; 3290; 2958; 2927; 2873; 1596; 1462; 1378; 1302; 1156; 1102; 910; 838; 767; 712. - **¹H-NMR** / 400 MHz (CF₃COOD): δ (ppm) = 1.05 (t, 3H, $J = 7.5 \text{ Hz}$, (-CH₂-CH₃)₂), 1.81-1.90 (m, 2H, (-CH₂-CH₃)₂), 2.40-2.48 (m, 2H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-CH-), 3.40-3.44 (m, 4H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-). - **MS** (70 eV, 35 °C): m/z (%) = 144 (1) [M⁺], 115 (33) [C₆H₁₅N⁺], 100 (6) [C₆H₁₄N⁺], 72 (100) [C₃H₈N⁺], 58 (11) [C₃H₈N⁺], 57 (5) [C₃H₇N⁺], 44 (13) [C₂H₆N⁺], 30 (18) [CH₄N⁺].

N-Cyclopentyl-propan-1,3-diamin (10c)

Aus 20 g (147.7 mmol) (**9c**), 13.7 g (360 mmol) LiAlH₄, 120 mL Diethylether, 108 mL Wasser und 18 mL 5 N NaOH.

Gelbliches Öl, Ausb.: 5 g (23 %). - C₈H₁₈N₂ (142.1). - **IR** (KBr): $\nu = 3358 \text{ cm}^{-1}$; 3279; 2949; 2863; 2369; 2320; 2180; 1594; 1453; 1349; 1122; 824. - **¹H-NMR** / 400 MHz (CF₃COOD): δ (ppm) = 1.81-2.27 (m, 8H, Cypent-H), 2.41-2.48 (m, 2H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-), 3.40-3.44 (m, 4H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-), 3.74-3.76 (m, 1H, 1-Cypent-H). - **MS** (70 eV, 35 °C): m/z (%) = 142 (1) [M⁺], 115 (33) [C₆H₁₅N⁺], 100 (6) [C₆H₁₄N⁺], 98 (27) [C₆H₁₂N⁺], 84 (36) [C₅H₁₀N⁺], 70 (29) [C₄H₈N⁺], 58 (12) [C₃H₈N⁺], 57 (24) [C₃H₇N⁺], 44 (7) [C₂H₆N⁺], 30 (90) [CH₄N⁺].

N-Cycloheptyl-propan-1,3-diamin (10d)

Aus 23 g (138 mmol) (**9d**), 13.7 g (360 mmol) LiAlH₄, 120 mL Diethylether, 108 mL Wasser und 18 mL 5 N NaOH.

Gelbliches Öl, Ausb.: 11 g (47 %). - C₁₀H₂₂N₂ (170.3). - **IR** (KBr): $\nu = 3351 \text{ cm}^{-1}$; 3283; 2968; 2856; 2140; 1927; 1600; 1459; 1376; 1275; 1207; 1095; 1052; 949; 881; 828; 803; 753. - **¹H-NMR** / 400 MHz (CF₃COOD): δ (ppm) = 1.57-2.23 (m, 12H, Cyhept-H), 3.40-3.47 (m, 5H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-, 1-Cyhept-1H). - **MS** (70 eV, 35 °C): m/z (%) = 170 (11) [M⁺], 126 (30) [C₈H₁₆N⁺], 112 (100) [C₇H₁₄N⁺], 98 (11) [C₆H₁₂N⁺], 97 (8) [C₇H₁₃⁺], 84 (23) [C₅H₁₂N⁺], 70 (94) [C₃H₆N⁺], 58 (15) [C₃H₈N⁺], 57 (34) [C₃H₇N⁺], 44 (89) [C₂H₆N⁺], 30 (93) [CH₄N⁺].

N-Cyclohexylmethyl-propan-1,3-diamin (10e)

Aus 23 g (138.3 mmol) (**9e**), 13.7 g (360 mmol) LiAlH₄, 120 mL Diethylether, 108 mL Wasser und 18 mL 5 N NaOH.

Gelbliches Öl, Ausb.: 8 g (34 %). - C₁₀H₂₂N₂ (170.3). - **IR** (KBr): $\nu = 3365 \text{ cm}^{-1}$; 3291; 2866; 2667; 2414; 2231; 2180; 1889; 1598; 1449; 1370; 1349; 1308; 1262; 1210; 1182; 1128; 1031; 963; 890; 843; 753. - **¹H-NMR** / 400 MHz (CF₃COOD): δ (ppm) = 1.37-2.04 (m, 11H, Cyhex-H), 2.57-2.62 (m, 2H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-), 3.25 (d, $J = 6.5 \text{ Hz}$, 2H, NH-CH₂-Cyhex), 3.56-3.62 (m, 4H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-). - **MS** (70 eV, 50 °C): m/z (%) = 170 (4) [M⁺], 126 (8) [C₈H₁₆N⁺], 87 (61) [C₄H₁₁N₂⁺], 70 (11) [C₄H₈N⁺], 58 (9) [C₃H₈N⁺], 57 (8) [C₃H₇N⁺], 44 (100) [C₂H₆N⁺], 30 (42) [CH₄N⁺].

N-1-Adamantyl-propan-1,3-diamin (10f)

Aus 16 g (78.4 mmol) (**9f**), 6.9 g (180 mmol) LiAlH₄, 60 mL Diethylether, 108 mL Wasser und 18 mL 5 N NaOH.

Gelbliches Öl, Ausb.: 9.8 g (60 %). - C₁₃H₂₄N₂ (208.2) Ber. C 74.9 H 11.61 N 13.5 Gef. C 74.7 H 11.79 N 13.5. - **IR** (KBr): $\nu = 3362 \text{ cm}^{-1}$; 3279; 2900; 2846; 2749; 2676; 2655; 2634; 2446; 2180; 2156; 1929; 1600; 1451; 1356; 1343; 1311; 1286; 1257; 1208; 1185; 1149; 1099; 1038; 977; 933; 921; 881; 815; 766; 734; 697, 641. - **¹H-NMR** / 400 MHz (CF₃COOD): δ (ppm) = 1.75-2.34 (m, 15H, Ada-H), 2.38-2.44 (m, 2H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-), 3.36 (t, $J = 7.9 \text{ Hz}$, 2H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-), 3.44 (t, $J = 7.4 \text{ Hz}$, 2H, NH₂-CH₂-CH₂-CH₂-NH-). - **MS** (70 eV, 35 °C): m/z (%) = 208 (18) [M⁺], 164 (32) [C₁₁H₁₈N⁺], 151 (36) [C₁₀H₁₇N⁺], 135 (95) [C₈H₁₀N⁺], 106 (15) [C₈H₁₀⁺], 94 (38) [C₇H₁₀⁺], 73 (100) [C₃H₉N₂⁺], 58 (20) [C₃H₈N⁺], 57 (16) [C₃H₇N⁺], 44 (73) [C₂H₆N⁺], 30 (36) [CH₄N⁺].

4.2.7.3 N-Alkyl-ethan-1,2-diamin (Typ 11)

N-Cyclohexyl-ethan-1,2-diamin (**11a**)

Arbeitsvorschrift (*Bruno*^[81], modifiziert nach *Abdel-Magid*^[82]):

In 30 g (0.5 mol, 33.4 mL) wasserfreiem Ethylendiamin werden vorsichtig 25 g (0.25 mol, 26.4 mL) Cyclohexanon dazugetrocft und 1 h bei Raumtemperatur stehengelassen. Das Reaktionsgemisch wird mit 250 mL CH₂Cl₂ verdünnt. Danach werden 74 g (0.35 mol) NaBH(OAc)₃ und 15 g (0.25 mol, 99.8 %) Essigsäure zu der Reaktionslösung gegeben. Der Ansatz wird 24 h bei Raumtemperatur unter Stickstoffatmosphäre gerührt. Das Gemisch wird mit 1N Natronlauge auf pH = 8 neutralisiert. Das Rohprodukt wird fünfmal mit Diethylether extrahiert. Die organischen Phasen werden zusammengefaßt, mit einer gesättigten NaCl-Lösung gewaschen und über MgSO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird abgezogen und das gewünschte Produkt mit einer fraktionierten Destillation unter vermindertem Druck als farbloses Öl gewonnen.

Farbloses Öl, Ausb.: 22 g (56 %). - C₈H₁₈N₂ (142.1). - IR (KBr): ν = 3365 cm⁻¹; 3293; 2926; 2851; 2661; 2594; 2359; 2322; 1596; 1450; 1368; 1349; 1306; 1258; 1132; 1073; 969; 890; 799. - ¹H-NMR / 400 MHz (CF₃COOD): δ (ppm) = 1.26-1.35 (m, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.40-1.58 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.82-1.86 (m, 1H, 4e-Cyhex-H), 2.01-2.04 (m, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 2.22-2.24 (m, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 3.33-3.41 (m, 1H, 1-Cyhex-H), 3.81-3.85 (m, 4H, NH₂-CH₂-CH₂-NH-). - MS (70 eV, 30 °C): m/z (%) = 142 (6) [M⁺], 112 (100) [C₇H₁₄N⁺], 98 (12) [C₆H₁₂N⁺], 83 (38) [C₆H₁₁⁺], 55 (45) [C₄H₇⁺], 44 (16) [C₂H₆N⁺], 30 (10) [CH₄N⁺].

4.2.8 1H-Imidazol-4-carboxamide (Typ 12-20)

Allgemeine Arbeitsvorschrift der Aminolyse:

In 5-10 mL gewünschtem Amin wird 0.5 g Produkt **5a**, **5b**, **6a-i** oder **6j** suspendiert und bei einer Temperatur von 100 °C bis 120 °C 4 h bis 96 h gerührt. Der Reaktionsverlauf wird mittels Dünnschichtchromatographie (Fließmittel CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Ethanol 7 : 3) kontrolliert. Nach dem Ende der Reaktion wird der Ansatz auf Raumtemperatur abgekühlt und dann auf eine Mischung aus 10 mL 6 N Salzsäure und Eis gegeben. Danach wird der pH-Wert mit 6 N Natronlauge oder 6 N Salzsäure auf pH = 6 eingestellt. Das Rohprodukt wird fünfmal mit wenig CH₂Cl₂ extrahiert. Die organischen Phasen werden zusammengefaßt, mit Na₂SO₄ getrocknet und unter

Vakuum eingengt. Das Gemisch wird 24 h im Kühlschrank gelagert. Entstehen nach einem Tag Kristalle, werden diese abgesaugt und dreimal mit dem gleichen Lösungsmittelgemisch gewaschen. Das Produkt wird umkristallisiert oder gegebenenfalls säulenchromatographisch gereinigt. Wenn sich nach 24 h keine Kristalle bilden, wird das Lösungsmittel unter Vakuum entfernt und andere Lösungsmittel zur Kristallisation getestet. Wird kein geeignetes Lösungsmittel zur Kristallbildung gefunden, wird das Produkt säulenchromatographisch isoliert.

4.2.8.1 Alkoholderivate (Typ 12)

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(2-hydroxyethyl)-4-carboxamid (12a)

Aus 1 g (2.4 mmol) (**6a**), 10 mL (10.1 g, 166 mmol) 2-Hydroxyethylamin, 17 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (2-Propanol), Schmp. 191 °C, Ausb.: 0.9 g (87 %). - $C_{19}H_{19}ClN_4O_4S$ (434.9)
Ber. C 52.5 H 4.40 N 12.9 Gef. C 52.3 H 4.26 N 12.9. - **IR** (KBr): $\nu = 3395\text{ cm}^{-1}$; 3092; 2941; 2878; 2834; 2756; 1906; 1645 (C=O); 1585; 1507; 1473; 1452; 1426; 1397; 1343; 1262; 1167; 1087; 1014; 884; 825; 758; 718; 661. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 2.94 („q“, $J = 6.1$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-OH), 3.69 (t, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-OH), 5.29 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.21-7.23 (m, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.29-7.39 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.53 („d“, $J = 8.8$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.57 („d“, $J = 8.8$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.57 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.87 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 10.28 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 200 °C): m/z (%) = 434 (14) $[M^{+\bullet}]$, 374 (4) $[C_{17}H_{13}ClN_3O_3S^+]$, 259 (37) $[C_{13}H_{15}N_4O_2^+]$, 200 (7) $[C_{11}H_{10}N_3O^+]$, 91 (100) $[C_7H_7^+]$.

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-hydroxyethyl)-4-carboxamid Semihydrat (12b)

Aus 1 g (2.2 mmol) (**6i**), 10 mL (10.1 g, 166 mmol) 2-Hydroxyethylamin, 20 h, 100 °C.

Beige Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 202 °C, Ausb.: 0.9 g (87 %). - $C_{19}H_{19}Cl_2N_4O_{4.5}S$ (478.4)
Ber. C 47.7 H 4.00 N 11.7 Gef. C 48.0 H 3.84 N 11.7. - **IR** (KBr): $\nu = 3559\text{ cm}^{-1}$; 3400; 3282; 3108; 3064; 2936; 2877; 2840; 2757; 2359; 1905; 1642 (C=O); 1588; 1526; 1503; 1476; 1444; 1397; 1378; 1345; 1260; 1200; 1165; 1090; 1054; 1014; 947; 892; 824; 755; 705; 655; 618. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 2.97 („q“, $J = 6.1$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-OH), 3.23 (m, verdeckt unter H₂O, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-OH), 4.64 (t, $J = 5.3$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-CH₂-OH), 5.36 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.82 („d“, $J = 6.9$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.31-7.39

(m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.50 (dd, $J = 7.6$ Hz, $J = 1.5$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.51 („d“, $J = 8.8$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.55 („d“, $J = 8.8$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.64 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 7.77 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.31 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 160 °C): m/z (%) = 468 (16) [M⁺], 408 (6) [C₁₇H₁₂Cl₂N₃O₃S⁺], 293 (37) [C₁₃H₁₄ClN₄O₂⁺], 234 (7) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(3-hydroxypropyl)-4-carboxamid (12c)

Aus 1 g (2.4 mmol) (**6a**), 10 mL (9.9 g, 132 mmol) 3-Hydroxypropylamin, 26 h, 105 °C.

Weißer Kristalle (2-Propanol), Schmp. 145 °C, Ausb.: 0.6 g (56 %). - C₂₀H₂₁ClN₄O₄S (448.9) Ber. C 53.5 H 4.72 N 12.5 Gef. C 53.6 H 4.61 N 12.5. - **IR** (KBr): $\nu = 3544$ cm⁻¹; 3383; 3325; 3090; 3064; 2948; 2868; 2832; 2752; 2338; 1949; 1900; 1800; 1772; 1713; 1642 (C=O); 1586; 1527; 1503; 1476; 1450; 1428; 1397; 1376; 1343; 1270; 1241; 1165; 1091; 1050; 1014; 982; 934; 891; 860; 824; 757; 720; 696; 662. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.39-1.45 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.94 („q“, $J = 6.3$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.34 (t, $J = 6.0$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-OH), 5.29 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.21 (d, $J = 7.8$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.30-7.39 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.52 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.57 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.77 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.82 (t, $J = 7.7$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 10.23 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 140 °C): m/z (%) = 448 (11) [M⁺], 273 (23) [C₁₄H₁₇N₄O₂⁺], 200 (9) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-hydroxypropyl)-4-carboxamid (12d)

Aus 0.5 g (1.1 mmol) (**6g**), 5 mL (4.95 g, 66 mmol) 3-Hydroxypropylamin, 26 h, 105 °C.

Beige Kristalle (2-Propanol), Schmp. 212 °C, Ausb.: 0.3 g (56 %). - C₂₀H₂₀Cl₂N₄O₄S (483.4) Ber. C 49.7 H 4.17 N 11.6 Gef. C 49.7 H 4.08 N 11.5. - **IR** (KBr): $\nu = 3391$ cm⁻¹; 3094; 2941; 2871; 2743; 1910; 1785; 1649 (C=O); 1588; 1524; 1504; 1476; 1428; 1397; 1377; 1342; 1299; 1273; 1230; 1165; 1091; 1014; 973; 963; 930; 882; 824; 797; 755; 705; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.38-1.45 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.94 („q“, $J = 6.9$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.15 (m, 2H, verdeckt unter H₂O, -CH₂-CH₂-OH), 4.40 (s, 1H, austauschbar, -CH₂-OH), 5.28 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.22 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.43 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.52 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.57 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.70 (br. s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.80 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-

NH-CH₂-), 10.23 (s, 1H, austauschbar, R-*NH*-Suph). - **MS** (70 eV, 220 °C): *m/z* (%) = 482 (13) [*M*⁺], 307 (24) [*C*₁₄*H*₁₆*ClN*₄*O*₂⁺], 234 (11) [*C*₁₁*H*₉*ClN*₃*O*⁺], 125 (100) [*C*₇*H*₆*Cl*⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-hydroxypropyl)-4-carboxamid (12e)

Aus 0.5 g (1.1 mmol) (**6i**), 5 mL (4.95 g, 66 mmol) 3-Hydroxypropylamin, 15 h, 110 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 182 °C, Ausb.: 0.4 g (75 %). - *C*₂₀*H*₂₀*Cl*₂*N*₄*O*₄*S* (483.4) Ber. *C* 49.7 *H* 4.17 *N* 11.6 Gef. *C* 49.8 *H* 4.28 *N* 11.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3413 \text{ cm}^{-1}$; 3065; 2948; 2878; 2758; 2341; 1923; 1642 (C=O); 1587; 1526; 1505; 1476; 1445; 1397; 1378; 1346; 1257; 1237; 1196; 1167; 1133; 1090; 1053; 1013; 992; 967; 929; 880; 828; 755; 705; 654; 620. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([*D*₆] DMSO): δ (ppm) = 1.40-1.47 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.98 („q“, *J* = 6.9 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.35 (m, 2H, verdeckt unter H₂O, -CH₂-CH₂-OH), 4.40 (s, 1H, austauschbar, -CH₂-OH), 5.35 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.82 („d“, *J* = 8.0 Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.32-7.39 (m, 3H, 4-Ph-H, 5-Ph-H, 6-Ph-H), 7.50 („d“, *J* = 9.1 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.55 („d“, *J* = 8.6 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.73 (br. s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.73 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 10.30 (s, 1H, austauschbar, R-*NH*-Suph). - **MS** (70 eV, 200 °C): *m/z* (%) = 482 (14) [*M*⁺], 307 (38) [*C*₁₄*H*₁₆*ClN*₄*O*₂⁺], 234 (12) [*C*₁₁*H*₉*ClN*₃*O*⁺], 125 (100) [*C*₇*H*₆*Cl*⁺].

2-Butyl-1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-hydroxypropyl)-4-carboxamid (12f)

Aus 1.0 g (1.96 mmol) (**6j**), 10 mL (9.89 g, 131.6 mmol) 3-Hydroxypropylamin, 21 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 272 °C, Ausb.: 0.3 g (28 %). - *C*₂₄*H*₂₈*Cl*₂*N*₄*O*₄*S* (539.5) Ber. *C* 53.4 *H* 5.22 *N* 10.4 Gef. *C* 53.1 *H* 5.19 *N* 10.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3402 \text{ cm}^{-1}$; 3091; 3069; 2957; 2932; 2871; 1961; 1917; 1844; 1792; 1772; 1836 (C=O); 1594; 1523; 1475; 1445; 1386; 1339; 1279; 1253; 1169; 1139; 1091; 1051; 1040; 971; 932; 888; 851; 824; 755; 705; 678; 648; 619. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([*D*₆] DMSO): δ (ppm) = 0.75 (t, *J* = 7.0 Hz, 3H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.21-1.23 (m, 2H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.45 (m, 4H, -CO-NH-CH₂-CH₂-, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 2.99 („q“, *J* = 5.2 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.12 (m, 2H, verdeckt unter H₂O, -CH₂-CH₂-OH), 4.42 (s, 1H, austauschbar, -CH₂-OH), 5.30 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.43 („d“, *J* = 7.1 Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.27-7.36 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.51-7.54 (m, 3H, 6-Ph-H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.54 („d“, *J* = 8.6 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.61 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 10.24 (s, 1H, austauschbar, R-*NH*-Suph). - **MS** (70 eV, 100 °C): *m/z* (%) = 538 (9) [*M*⁺], 363 (44) [*C*₁₈*H*₂₄*ClN*₄*O*₂⁺], 125 (100) [*C*₇*H*₆*Cl*⁺].

5-Chlor-1-(2-Chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-N-(3-hydroxypropyl)-4-carboxamid (12g)

Aus 1.0 g (3.34 mmol) (**5a**), 10 mL (9.89 g, 131.6 mmol) 3-Hydroxypropylamin, 2 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 182 °C, Ausb.: 0.7 g (64 %). - $C_{14}H_{15}Cl_2N_3O_2$ (328.2) Ber. C 51.2 H 4.61 N 12.8 Gef. C 51.3 H 4.57 N 12.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3382\text{ cm}^{-1}$; 3106; 3063; 2929; 2870; 2811; 2735; 2694; 2605; 2563; 2497; 2435; 2398; 2359; 1985; 1936; 1916; 1890; 1860; 1841; 1810; 1721; 1648 (C=O); 1566; 1507; 1494; 1444; 1429; 1380; 1355; 1300; 1226; 1205; 1187; 1161; 1126; 1083; 1048; 1040; 1012; 985; 973; 925; 864; 830; 811; 782; 758; 699; 662; 643; 616. - **1H -NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 0.75 (t, $J = 7.0$ Hz, 3H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.21-1.23 (m, 2H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.60 (quint, $J = 6.5$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.25 („q“, $J = 6.6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.43 („q“, $J = 5.9$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-OH), 4.50 (t, $J = 5.3$ Hz, 1H, austauschbar, -CH₂-OH), 5.36 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.83 (dd, $J = 7.3$ Hz, $J = 1.9$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.32-7.41 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.53 (dd, $J = 7.6$ Hz, $J = 1.5$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.96 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 8.07 (t, $J = 5.9$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 327 (6) $[M^{+\bullet}]$, 125 (100) $[C_7H_6Cl^+]$.

2-Butyl-5-chlor-1-(2-Chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-N-(3-hydroxypropyl)-4-carboxamid (12h)

Aus 0.7 g (2.0 mmol) (**5b**), 10 mL (9.89 g, 131.6 mmol) 3-Hydroxypropylamin, 2 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 192 °C, Ausb.: 0.3 g (39 %). - $C_{18}H_{23}Cl_2N_3O_2$ (384.3) Ber. C 56.3 H 6.03 N 10.9 Gef. C 56.3 H 5.99 N 10.8. - **IR** (KBr): $\nu = 3357\text{ cm}^{-1}$; 3069; 3023; 2959; 2937; 2870; 2822; 2732; 2633; 2552; 2416; 2354; 2056; 1975; 1931; 1890; 1851; 1807; 1784; 1727; 1643 (C=O); 1567; 1507; 1475; 1464; 1446; 1407; 1376; 1356; 1326; 1299; 1267; 1243; 1216; 1203; 1175; 1120; 1083; 1050; 1041; 981; 945; 915; 891; 863; 837; 802; 757; 700; 689; 671; 634; 607. - **1H -NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 0.79 (t, $J = 7.4$ Hz, 3H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.23-1.32 (m, 2H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.48-1.56 (m, 2H, R-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.61-1.67 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-OH), 2.58 (t, $J = 7.8$ Hz, 2H, R-CH₂-CH₂-CH₂-), 3.26 („q“, $J = 6.6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.43 („q“, 2H, $J = 5.9$ Hz, -CH₂-CH₂-OH), 4.51 (t, $J = 5.3$ Hz, 1H, austauschbar, -CH₂-OH), 5.30 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.49 (dd, $J = 7.4$ Hz, $J = 1.3$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.30-7.38 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.54 (dd, $J = 7.7$ Hz, $J = 1.0$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.94 (t, $J = 6.0$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 383 (11) $[M^{+\bullet}]$, 309 (22) $[C_{15}H_{15}Cl_2N_2O^+]$, 125 (100) $[C_7H_6Cl^+]$.

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-[2-(2-hydroxyethoxy)-ethyl]-4-carboxamid (12i)

Aus 1 g (2.3 mmol) (**6a**), 15 mL (21.9 g, 208 mmol) 2-(2-Hydroxyethoxy)-ethylamin, 43 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (2-Propanol), Schmp. 108 °C, Ausb.: 0.4 g (37 %). - $C_{21}H_{23}ClN_4O_5S$ (478.7) Ber. C 52.7 H 4.84 N 11.7 Gef. C 52.4 H 4.89 N 11.7. - **IR** (KBr): $\nu = 3409\text{ cm}^{-1}$; 3355; 3092; 3064, 2937; 2866; 2756; 2361; 1645 (C=O); 1587; 1521; 1475; 1449; 1397; 1343; 1270; 1166; 1124; 1088; 1014; 891; 828; 757; 722; 658; 623. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 3.04 („q“, $J = 6.0$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.25 (t, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.38 (t, $J = 5.2$ Hz, 2H, -O-CH₂-CH₂-OH), 3.48 (br. s, 2H, -CH₂-OH), 4.59 (br. s, 1H, austauschbar, -CH₂-OH), 5.29 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.21 (d, $J = 7.2$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.29-7.39 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.54 („d“, $J = 8.8$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.58 („d“, $J = 8.8$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.60 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.80 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 10.29 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 190 °C): m/z (%) = 478 (12) [M⁺], 374 (10) [C₁₇H₁₃ClN₃O₃S⁺], 303 (20) [C₁₅H₁₉N₄O₃⁺], 200 (8) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-[2-(2-hydroxyethoxy)-ethyl]-4-carboxamid (12j)

Aus 1 g (2.2 mmol) (**6i**), 10 mL (14.6 g, 139 mmol) 2-(2-Hydroxyethoxy)-ethylamin, 21 h, 110 °C.

Weißer Kristalle (2-Propanol), Schmp. 218 °C, Ausb.: 0.8 g (71 %). - $C_{21}H_{22}Cl_2N_4O_5S$ (513.4) Ber. C 49.1 H 4.32 N 10.9 Gef. C 49.3 H 4.47 N 10.8. - **IR** (KBr): $\nu = 3408\text{ cm}^{-1}$; 3091; 3065, 2940; 2867; 2757; 2354; 1644 (C=O); 1588; 1524; 1504; 1476; 1444; 1398; 1377; 1343; 1276; 1196; 1167; 1126; 1091; 1056; 1014; 884; 853; 827; 755; 706; 660; 620. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 3.06 („q“, $J = 5.9$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.24 (m, 2H, verdeckt unter H₂O, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.39 (t, $J = 5.1$ Hz, 2H, O-CH₂-CH₂-OH), 3.46-3.49 (m, 2H, -CH₂-OH), 5.37 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.83 („d“, $J = 7.2$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.32-7.40 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.50 (dd, $J = 7.6$ Hz, $J = 1.1$ Hz, 2H, 6-Ph-H), 7.53 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.55 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.65 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 7.75 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.31 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV,

190 °C): m/z (%) = 512 (18) [M^{+}], 408 (15) [$C_{17}H_{12}Cl_2N_3O_3S^+$], 337 (31) [$C_{15}H_{18}ClN_4O_3^+$], 234 (9) [$C_{11}H_9ClN_3O^+$], 125 (100) [$C_7H_6Cl^+$].

5-Chlor-1-(2-Chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-N-[2-(2-hydroxyethoxy)-ethyl]-4-carboxamid (12k)

Aus 0.7 g (2.2 mmol) (**5a**), 10 mL (14.6 g, 139 mmol) 2-(2-Hydroxyethoxy)-ethylamin, 4 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 91 °C, Ausb.: 0.4 g (49 %). - $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_3$ (358.2) Ber. C 50.3 H 4.78 N 11.7 Gef. C 50.6 H 4.86 N 11.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3402\text{ cm}^{-1}$; 3096; 2990; 2939; 2876; 1972; 1920; 1791; 1743; 1649 (C=O); 1563; 1502; 1474; 1444; 1428; 1387; 1355; 1311; 1267; 1219; 1197; 1128; 1071; 1051; 1010; 970; 939; 883; 849; 812; 780; 754; 701; 659. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 3.37 („q“, $J = 5.9$ Hz, 2H, -CO-NH- CH_2 - CH_2 -), 3.42-3.45 (m, 2H, -CO-NH- CH_2 - CH_2 -), 3.48-3.52 (m, 4H, O- CH_2 - CH_2 -OH), 4.60 (t, $J = 5.5$ Hz, 2H, - CH_2 -OH), 5.36 (s, 2H, CH_2 -Ph), 6.83 (dd, $J = 6.8$ Hz, $J = 1.8$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.33-7.41 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.53 (dd, $J = 7.6$ Hz, $J = 1.6$ Hz, 2H, 6-Ph-H), 7.97 (s, 1H, austauschbar, -CO-NH- CH_2 -), 7.97 (s, 1H, 2-Imidazol-H). - **MS** ([+]-FAB, CH_2Cl_2/m -NO₂-Benzylalkohol): m/z (%) = 358 (85) [M^+H], 296 (14) [$C_{13}H_{12}Cl_2N_3O^+$], 253 (23) [$C_{11}H_7Cl_2N_2O^+$], 125 (100) [$C_7H_6Cl^+$].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-[2-(2-hydroxyethylamino)-ethyl]-4-carboxamid (12l)

Aus 1 g (2.4 mmol) (**6a**), 10 mL (10.3 g, 99 mmol) 2-(2-Hydroxyethylamino)-ethylamin, 44 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (2-Propanol), Schmp. 212 °C, Ausb.: 0.5 g (44 %). - $C_{21}H_{24}ClN_5O_4S$ (477.9) Ber. C 52.8 H 5.06 N 14.7 Gef. C 52.9 H 4.91 N 14.4. - **IR** (KBr): $\nu = 3390\text{ cm}^{-1}$; 3087; 3063, 3032; 2955; 2849; 2533; 2370; 1955; 1916; 1634 (C=O); 1551; 1475; 1454; 1392; 1361; 1254; 1131; 1088; 1031; 1011; 969; 827; 791; 755; 726; 707; 660; 625. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 2.84 (t, $J = 5.7$ Hz, 2H, -CO-NH- CH_2 - CH_2 -), 2.93 (t, $J = 5.3$ Hz, 2H, - CH_2 - CH_2 -OH), 3.08 („q“, $J = 5.7$ Hz, 2H, -CO-NH- CH_2 - CH_2 -), 3.60 (br. s, 2H, - CH_2 -OH), 5.06 (s, 2H, CH_2 -Ph), 5.13 (s, 1H, austauschbar, - CH_2 -OH), 7.17 (d, $J = 6.9$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.22-7.29 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.30 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.40 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.54 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.11 (t, $J = 5.7$ Hz, 2H, austauschbar, -CO-NH- CH_2 -, - CH_2 -NH₂⁺- CH_2 -). - **MS** (70 eV, 210 °C): m/z (%) = 477 (1)

[M⁺], 374 (8) [C₁₇H₁₃ClN₃O₃S⁺], 229 (23) [C₁₂H₁₃N₄O⁺], 200 (53) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-[3-(2-hydroxyethylamino)-propyl]-4-carboxamid (12m)

Aus 1.2 g (2.9 mmol) (**6a**), 10 mL (10 g, 85 mmol) 3-(2-Hydroxyethylamino)-propylamin, 21 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (2-Propanol), Schmp. 148 °C, Ausb.: 0.8 g (56 %). - C₂₁H₂₄ClN₅O₄S (492.0) Ber. C 53.7 H 5.33 N 14.2 Gef. C 53.5 H 5.10 N 14.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3343 \text{ cm}^{-1}$; 3086; 3061; 3031; 2954; 2875; 2525; 1951; 1910; 1808; 1633 (C=O); 1554; 1475; 1454; 1392; 1361; 1255; 1204; 1132; 1088; 1014; 969; 826; 791; 754; 726; 708; 661; 625. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.61-1.64 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.80 (t, $J = 5.7 \text{ Hz}$, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.94-2.97 (m, 4H, -CO-NH-CH₂-CH₂-, CH₂-CH₂-OH), 3.54 (br. s, 2H, -CH₂-OH), 5.03 (s, 2H, CH₂-Ph), 5.18 (s, 1H, austauschbar, -CH₂-OH), 7.15 (d, $J = 6.9 \text{ Hz}$, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.22-7.29 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.31 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.40 („d“, $J = 8.5 \text{ Hz}$, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.54 („d“, $J = 8.5 \text{ Hz}$, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.15 (t, $J = 5.8 \text{ Hz}$, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.66 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH₂). - **MS** (70 eV, 220 °C): m/z (%) = 491 (2) [M⁺], 374 (8) [C₁₇H₁₃ClN₃O₃S⁺], 460 (19) [C₂₁H₂₃ClN₅O₃S⁺], 200 (53) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-[3-(2-hydroxyethylamino)-propyl]-4-carboxamid Semihydrat (12n)

Aus 1.0 g (2.2 mmol) (**6i**), 10 mL (10 g, 85 mmol) 3-(2-Hydroxyethylamino)-propylamin, 17 h, 110 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol/Wasser 1 : 2), Schmp. 156 °C, Ausb.: 0.9 g (76 %). - C₂₂H₂₆Cl₂N₅O_{4.5}S (534.5) Ber. C 49.3 H 4.89 N 13.1 Gef. C 49.4 H 4.83 N 13.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3399 \text{ cm}^{-1}$; 3301; 3061, 2956; 2816; 2554; 1910; 1625 (C=O); 1556; 1475; 1445; 1389; 1235; 1205; 1172; 1131; 1088; 1052; 1040; 1012; 967; 826; 788; 753; 707; 658; 616. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.66-1.69 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.84-2.88 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.96-2.99 (m, 2H, CH₂-CH₂-OH), 3.00 („q“, $J = 6.2 \text{ Hz}$, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.62 („t“, $J = 5.1 \text{ Hz}$, 2H, -CH₂-OH), 5.06 (s, 2H, CH₂-Ph), 5.15 (br. s, 1H, austauschbar, -CH₂-OH), 6.68 („d“, $J = 7.2 \text{ Hz}$, 1H, 3-Ph-H), 7.22-7.29 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.27 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.34 („d“, $J = 8.5 \text{ Hz}$, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.41 (dd, $J = 6.9 \text{ Hz}$, $J = 1 \text{ Hz}$, 1H,

6-Ph-H), 7.48 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.21 (t, $J = 5.8$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.30 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH₂). - **MS** (70 eV, 250 °C): m/z (%) = 525 (2) [M⁺], 494 (15) [C₂₁H₂₂Cl₂N₅O₃S⁺], 332 (11) [C₁₆H₁₉ClN₅O⁺], 234 (24) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

4.2.8.2 Etherderivate (Typ 13)

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(2-methoxyethyl)-4-carboxamid (13a)

Aus 1 g (2.4 mmol) (6a), 10 mL (10.1 g, 115 mmol) 2-Methoxyethylamin, 24 h, 95 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 140 °C, Ausb.: 0.7 g (66 %). - C₂₀H₂₁ClN₄O₄S (434.9) Ber. C 53.5 H 4.71 N 12.5 Gef. C 53.4 H 4.61 N 12.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3420$ cm⁻¹; 3346; 3089; 3064; 2993; 2932; 2885; 2830; 2759; 2393; 2341; 1964; 1912; 1646 (C=O); 1587; 1524; 1504; 1476; 1454; 1397; 1377; 1344; 1271; 1196; 1167; 1122; 1091; 1029; 1014; 1002; 899; 875; 828; 756; 720; 703; 659. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 3.03 („q“, $J = 5.9$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.17 (t, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-O-CH₃), 3.22 (s, 2H, -CH₂-O-CH₃), 5.30 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.21 (d, $J = 7.1$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.29-7.39 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.54 („d“, $J = 8.9$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.57 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.54-7.60 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 7.78 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.27 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 170 °C): m/z (%) = 448 (14) [M⁺], 374 (7) [C₁₇H₁₃ClN₃O₃S⁺], 273 (17) [C₁₄H₁₇N₄O₂⁺], 259 (37) [C₁₃H₁₅N₄O₂⁺], 200 (6) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-methoxyethyl)-4-carboxamid (13b)

Aus 1 g (2.2 mmol) (6i), 10 mL (10.1 g, 115 mmol) 2-Methoxyethylamin, 20 h, 95 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 184 °C, Ausb.: 0.6 g (56 %). - C₂₀H₂₀Cl₂N₄O₄S (483.4) Ber. C 49.7 H 4.17 N 11.6 Gef. C 49.7 H 4.12 N 11.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3409$ cm⁻¹; 3343; 3281; 3091; 3064; 2986; 2933; 2890; 2831; 2758; 2340; 1910; 1644 (C=O); 1588; 1523; 1503; 1476; 1445; 1397; 1378; 1345; 1270; 1198; 1167; 1121; 1091; 1054; 1041; 1014; 958; 896; 874; 826; 756; 706; 661; 620. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 3.05 („q“, $J = 5.8$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.19 (t, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-O-CH₃), 3.23 (s, 2H, -CH₂-O-CH₃), 5.37 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.82 („d“, $J = 6.2$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.31-7.40 (td, $J = 7.8$ Hz, $J = 1.6$ Hz, 2H, 4-Ph-H, 5-

Ph-H), 7.50 (dd, $J = 7.6$ Hz, $J = 1.5$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.55 („d“, $J = 8.4$ Hz, 4H, 2-Suph-H, 3-Suph-H, 5-Suph-H, 6-Suph-H), 7.62 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 7.75 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.31 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 200 °C): m/z (%) = 482 (15) [M⁺•], 408 (10) [C₁₇H₁₂Cl₂N₃O₃S⁺], 307 (22) [C₁₄H₁₆ClN₄O₂⁺], 234 (6) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(3-methoxypropyl)-4-carboxamid (13c)

Aus 0.8 g (1.9 mmol) (**6a**), 10 mL (8.7 g, 98 mmol) 3-Methoxypropylamin, 24 h, 100 °C.

Gelbe Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 88 °C, Ausb.: 0.4 g (45 %). - C₂₁H₂₃ClN₄O₄S (462.9) Ber. C 54.5 H 5.01 N 12.1 Gef. C 54.7 H 4.91 N 12.2. - **IR** (KBr): $\nu = 3428$ cm⁻¹; 3345; 3116; 3092; 3063; 3035; 2984; 2932; 2877; 2861; 2828; 2746; 2041; 1966; 1919; 1879; 1823; 1731; 1662 (C=O); 1651; 1586; 1503; 1476; 1454; 1432; 1397; 1374; 1339; 1268; 1235; 1193; 1167; 1125; 1089; 1025; 1012; 961; 919; 891; 870; 833; 757; 724; 695; 665; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.47 (tt, $J = 6.6$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-CH₂-O-CH₃), 2.92 („q“, $J = 6.4$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.21 (s, 2H, -CH₂-O-CH₃), 3.24 (t, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-O-CH₃), 5.28 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.21 (d, $J = 7.1$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.29-7.39 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.52 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.58 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.67 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 7.77 (br. s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.23 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 160 °C): m/z (%) = 462 (11) [M⁺•], 287 (15) [C₁₅H₁₉N₄O₂⁺], 259 (37) [C₁₃H₁₅N₄O₂⁺], 200 (9) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-methoxypropyl)-4-carboxamid (13d)

Aus 1 g (2.2 mmol) (**6i**), 10 mL (8.7 g, 98 mmol) 3-Methoxypropylamin, 16 h, 110 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 225 °C, Ausb.: 0.8 g (73 %). - C₂₁H₂₂Cl₂N₄O₄S (497.4) Ber. C 50.7 H 4.46 N 11.3 Gef. C 50.5 H 4.67 N 11.1. - **IR** (KBr): $\nu = 3409$ cm⁻¹; 3343; 3281; 3091; 3064; 2986; 2933; 2890; 2831; 2758; 2340; 1910; 1644 (C=O); 1588; 1523; 1503; 1476; 1445; 1397; 1378; 1345; 1270; 1198; 1167; 1121; 1091; 1054; 1041; 1014; 958; 896; 874; 826; 756; 706; 661; 620. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.49 (tt, $J = 6.6$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-CH₂-O-CH₃), 2.95 („q“, $J = 5.9$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.21 (s, 2H, -CH₂-O-CH₃), 3.25 (t, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-O-CH₃), 5.36 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.83 („d“, $J = 7.1$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.31-7.39 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.50 („d“, $J = 8$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.52

(dd, $J = 7.6$ Hz, $J = 1.5$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.55 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.73 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 7.73 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.26 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 180 °C): m/z (%) = 496 (14) [M⁺], 321 (21) [C₁₅H₁₈ClN₄O₂⁺], 234 (14) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(3-ethoxypropyl)-4-carboxamid (13e)

Aus 0.8 g (1.9 mmol) (**6a**), 10 mL (8.6 g, 83 mmol) 3-Ethoxypropylamin, 48 h, 120 °C.

Gelbliche Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 246 °C, Ausb.: 0.3 g (33 %). - C₂₂H₂₅ClN₄O₄S (477.0) Ber. C 55.4 H 5.28 N 11.8 Gef. C 55.7 H 5.26 N 11.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3414$ cm⁻¹; 3323; 3090; 3063; 3033; 2975; 2934; 2863; 2752; 2360; 2340; 1956; 1909; 1649 (C=O); 1587; 1523; 1504; 1475; 1455; 1439; 1397; 1377; 1346; 1269; 1217; 1195; 1165; 1114; 1091; 1029; 1014; 988; 958; 900; 826; 756; 720; 697; 662; 617. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.08 (t, $J = 7$ Hz, 3H, -O-CH₂-CH₃), 2.92 („q“, $J = 6.6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.20 (m, verdeckt unter H₂O, 2H, -CH₂-CH₂-O-CH₂-), 3.35 (q, $J = 7$ Hz, 2H, -CH₂-O-CH₂-CH₃), 5.27 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.21 (d, $J = 7$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.27-7.38 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.52 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.57 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.69 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 7.78 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.42 (s, 1H, austauschbar, R-NH-Suph). - **MS** (70 eV, 70 °C): m/z (%) = 476 (17) [M⁺], 301 (15) [C₁₆H₂₁N₄O₂⁺], 200 (16) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

4.2.8.3 Dimethylaminoderivate (Typ 14)

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(2-dimethylaminoethyl)-4-carboxamid (14a)

Aus 1 g (2.4 mmol) (**6a**), 10 mL (8.1 g, 92 mmol) 2-Dimethylaminoethylamin, 24 h, 105 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 204 °C, Ausb.: 1 g (91 %). - C₂₁H₂₄ClN₅O₃S (462.0) Ber. C 54.6 H 5.24 N 15.2 Gef. C 54.4 H 5.33 N 15.1. - **IR** (KBr): $\nu = 3417$ cm⁻¹; 3311; 3059; 3031; 2957; 2939; 2764; 2714; 2659; 2465; 2344; 2330; 1963; 1914; 1759; 1643 (C=O); 1536; 1475; 1456; 1391; 1360; 1257; 1227; 1204; 1177; 1135; 1089; 1030; 1013; 963; 921; 870; 824; 795; 755; 722; 700; 658; 628. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.55 [s, 6H, -N(CH₃)₂], 2.70 [t, $J = 6$ Hz, 2H, -CH₂-N(CH₃)₂], 3.10 („q“, $J = 6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.14 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.19 (d, $J = 7$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.25-7.34 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-

H), 7.44 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.48 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.57 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.93 (t, $J = 5.7$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 220 °C): m/z (%) = 461 (14) [M⁺], 391 (82) [C₁₇H₁₆N₄O₃SCl⁺], 374 (17) [C₁₄H₁₇N₄O₂⁺], 374 (17) [C₁₇H₁₃ClN₃O₃S⁺], 200 (6) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (26) [C₇H₇⁺], 71 (28) [C₄H₉⁺], 58 (100) [C₃H₈N⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-dimethylaminoethyl)-4-carboxamid Monohydrat (14b)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6i**), 5 mL (8.1 g, 46 mmol) 2-Dimethylaminoethylamin, 24 h, 110 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 173 °C, Ausb.: 0.5 g (55 %). - C₂₁H₂₃Cl₂N₅O₄S (514.4) Ber. C 49.0 H 4.90 N 13.6 Gef. C 49.0 H 5.01 N 13.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3432$ cm⁻¹; 3038; 2956; 2766; 2726; 2524; 2480; 1917; 1643 (C=O); 1550; 1475; 1445; 1391; 1362; 1255; 1206; 1171; 1132; 1088; 1051; 1040; 1012; 991; 965; 828; 790; 754; 708; 660; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.59 [s, 6H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 2.77 [t, schlecht aufgelöst, 2H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 3.15 („q“, $J = 6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.16 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.74 (dd, $J = 7.3$ Hz, $J = 1.7$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.25-7.34 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.41 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.42 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.44 (dd, $J = 7.7$ Hz, $J = 1.4$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.51 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.01 (t, $J = 6.1$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 175 °C): m/z (%) = 495 (1) [M⁺], 425 (7) [C₁₇H₁₅Cl₂N₄O₃S⁺], 125 (8) [C₇H₆Cl⁺], 71 (22) [C₄H₉⁺], 58 (100) [C₃H₈N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-dimethylaminoethyl)-4-carboxamid Semihydrat (14c)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6g**), 10 mL (8.1 g, 92 mmol) 2-Dimethylaminoethylamin, 18 h, 110 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 242 °C, Ausb.: 0.4 g (44 %). - C₂₁H₂₄Cl₂N₅O_{3.5}S (514.4) Ber. C 49.9 H 4.79 N 13.9 Gef. C 49.9 H 4.79 N 13.9. - **IR** (KBr): $\nu = 3414$ cm⁻¹; 3314; 3088; 3048; 2955; 2886; 2820; 2766; 2714; 2467; 1910; 1641 (C=O); 1541; 1493; 1475; 1391; 1356; 1257; 1229; 1176; 1134; 1089; 1014; 986; 964; 871; 827; 790; 780; 752; 731; 709; 663; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.55 [s, 6H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 2.70-2.72 [m, 2H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 3.08 („q“, $J = 6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.13 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.19 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.37 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.44 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.47 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.56 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H),

7.93 (t, $J = 5.4$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 175 °C): m/z (%) = 495 (<1) [M⁺•], 425 (2) [C₁₇H₁₅Cl₂N₄O₃S⁺], 125 (12) [C₇H₆Cl⁺], 71 (22) [C₄H₉⁺], 58 (100) [C₃H₈N⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-2-phenyl-1H-imidazol-N-(2-dimethyl-aminoethyl)-4-carboxamid Semihydrat (14d)

Aus 1.0 g (1.4 mmol) (**7c**), 5 mL (8.1 g, 46 mmol) 2-Dimethylaminoethylamin, 15 h, 110 °C.

Weißer Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 272 °C, Ausb.: 0.3 g (48 %). - C₂₇H₂₇Cl₂N₅O_{3.5}S (581.5) Ber. C 55.8 H 4.88 N 12.0 Gef. C 55.8 H 4.79 N 11.9. - **IR** (KBr): $\nu = 3393$ cm⁻¹; 3059; 2949; 2860; 2767; 2486; 1960; 1910; 1649 (C=O); 1549; 1475; 1446; 1392; 1352; 1247; 1167; 1129; 1086; 1050; 1040; 1014; 992; 964; 827; 786; 754; 701; 618. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.70 [s, 6H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 2.95 [br. s, 2H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 3.28 („q“, verdeckt durch H₂O, nach D₂O-Austausch sichtbar, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.18 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.40 („d“, $J = 7.5$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.14-7.23 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.31-7.36 (m, 6H, 6-Ph-H, Ph'-H), 7.38 („d“, $J = 8.5$ Hz, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.13 (t, $J = 5.5$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 260 °C): m/z (%) = 571 (<1) [M⁺•], 125 (8) [C₇H₆Cl⁺], 71 (14) [C₄H₉⁺], 58 (100) [C₃H₈N⁺].

5-Chlor-1-(2-chlorphenylmethyl)-1H-imidazol-N-(2-dimethyl-aminoethyl)-4-carboxamid (14e)

Aus 0.4 g (1.3 mmol) (**5a**), 5 mL (8.1 g, 46 mmol) 2-Dimethylaminoethylamin, 20 h, 100 °C.

Gelbe Kristalle (Ethanol), Schmp. 204 °C, Ausb.: 0.3 g (57 %). - C₁₅H₁₈Cl₂N₄O₁ (341.2) Ber. C 52.8 H 5.32 N 16.4 Gef. C 52.7 H 5.26 N 16.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3389$ cm⁻¹; 3345; 3156; 3124; 3059; 2985; 2968; 2940; 2885; 2863; 2819; 2772; 2358; 2342; 1944; 1906; 1827; 1787; 1641 (C=O); 1565; 1497; 1469; 1444; 1379; 1349; 1330; 1308; 1253; 1219; 1188; 1162; 1121; 1093; 1049; 1040; 1024; 982; 932; 857; 843; 827; 813; 782; 745; 699; 644. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.19 [s, 6H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 2.40 [t, $J = 6$ Hz, 2H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 3.30 („q“, verdeckt durch H₂O, nach D₂O-Austausch sichtbar, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.36 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.83 (dd, $J = 7$ Hz, $J = 1.8$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.33-7.40 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.53 („d“, $J = 7.5$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.89 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 7.96 (s, 1H, 2-Imidazol-H). - **MS** (70 eV, 135 °C): m/z (%) = 340 (<1) [M⁺•], 125 (11) [C₇H₆Cl⁺], 71 (36) [C₄H₉⁺], 58 (100) [C₃H₈N⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-dimethylaminopropyl)-4-carboxamid (14f)

Aus 1.0 g (2.2 mmol) (**6i**), 10 mL (8.1 g, 79 mmol) 3-Dimethylamino-1-propylamin, 14 h, 110 °C.

Weißer Kristalle (SC ϕ 5 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 100 g : 0.5 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 8 : 2), Schmp. 289 °C, Ausb.: 0.4 g (39 %). - C₂₂H₂₅Cl₂N₅O₃S (510.4) Ber. C 51.8 H 4.94 N 13.7 Gef. C 51.6 H 5.04 N 13.7. - **IR** (KBr): ν = 3400 cm⁻¹; 3021; 2961; 2868; 2776; 2704; 2539; 2477; 2066; 1910; 1636 (C=O); 1552; 1474; 1445; 1393; 1361; 1251; 1234; 1208; 1174; 1131; 1088; 1050; 1010; 969; 826; 787; 753; 707; 665; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.64-1.73 [m, 2H, -CH₂-CH₂-CH₂-N(-CH₃)₂], 2.68 [s, 6H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 2.91 [t, J = 6.9 Hz, 2H, -CH₂-N(-CH₃)₂], 2.99 („q“, J = 5.9 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.07 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.70 („d“, J = 7 Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.24-7.32 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.37 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.39 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.42 („d“, J = 7.5 Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.49 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.14 (t, J = 5.6 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 175 °C): m/z (%) = 495 (1) [M⁺], 509 (2) [C₁₇H₁₅Cl₂N₄O₃S⁺], 125 (9) [C₇H₆Cl⁺], 85 (11) [C₅H₁₁N⁺], 58 (100) [C₃H₈N⁺].

4.2.8.4 Amide des Typs 15 mit einem Heterocyclus in der Seitenkette

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-pyrrolidin-1-ylpropyl)-4-carboxamid (15a)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6g**), 10 mL (9 g, 70 mmol) 1-(3-Aminopropyl)-pyrrolidin, 24 h, 100 °C. Beige Kristalle (Ethanol), Schmp. 203 °C, Ausb.: 0.5 g (52 %). - C₂₄H₂₇Cl₂N₅O₃S (536.5) Ber. C 53.7 H 5.07 N 13.1 Gef. C 53.8 H 5.05 N 12.8. - **IR** (KBr): ν = 3407 cm⁻¹; 3330; 3086; 3017; 2965; 2940; 2877; 2617; 2498; 1908; 1784; 1636 (C=O); 1538; 1523; 1492; 1474; 1409; 1390; 1345; 1299; 1253; 1226; 1169; 1135; 1088; 1014; 967; 912; 852; 820; 790; 772; 751; 710; 665; 630. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.61-1.66 (m, 4H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 1.89 (br. s, 4H, 3-Pyrrolidin-H, 4-Pyrrolidin-H), 2.95-2.99 (m, 4H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 3.15 (br. s, 4H, 2-Pyrrolidin-H, 5-Pyrrolidin-H), 5.03 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.16 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.35 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.37 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.41 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.54 („d“, J = 8.6 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.08 (t, J = 5.4 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 230 °C): m/z (%) = 535 (2) [M⁺],

360 (14) [C₁₈H₂₃ClN₅O₁S⁺], 125 (37) [C₇H₆Cl⁺], 111 (7) [C₇H₁₃Cl⁺], 110 (37) [C₇H₁₃Cl⁺], 84 (100) [C₅H₁₀⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(3-imidazol-1-yl-propyl)-4-carboxamid (15b)

Aus 1.2 g (2.9 mmol) (6a), 10 mL (10.5 g, 84 mmol) 3-Aminopropylimidazol, 96 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 152 °C, Ausb.: 0.8 g (56 %). - C₂₃H₂₃ClN₆O₃S (499.0) Ber. C 55.4 H 4.63 N 16.8 Gef. C 55.2 H 4.58 N 16.8. - **IR** (KBr): ν = 3402 cm⁻¹; 3281; 3109; 2945; 2880; 2742; 2563; 1964; 1645 (C=O); 1558; 1474; 1451; 1395; 1342; 1255; 1164; 1133; 1089; 1013; 969; 828; 755; 728; 661; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.68 (quint, J = 6.7 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.87 („q“, J = 6.4 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.87 (t, J = 6.8 Hz, 2H, -CH₂-Imidazol'), 5.25 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.99 (s, 1H, 5-Imidazol'-H), 7.20 (d, J = 7 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.24 (s, 1H, 4-Imidazol'-H), 7.29-7.38 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.49 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.58 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.82 (s, 1H, 2-Imidazol'-H), 7.83 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.93 (t, J = 5.9 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 240 °C): m/z (%) = 498 (36) [M⁺], 323 (10) [C₁₇H₁₉N₆O₁⁺], 255 (17) [C₁₄H₁₅N₄O⁺], 200 (7) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺], 81 (5) [C₄H₅N₂⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-imidazol-1-yl-propyl)-4-carboxamid (15c)

Aus 1.1 g (2.4 mmol) (6g), 10 mL (10.4 g, 83 mmol) 3-Aminopropylimidazol, 25 h, 110 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 273 °C, Ausb.: 0.8 g (62 %). - C₂₃H₂₂Cl₂N₆O₃S (533.4) Ber. C 51.8 H 4.16 N 15.8 Gef. C 51.6 H 4.25 N 15.8. - **IR** (KBr): ν = 3407 cm⁻¹; 3300; 3110; 3062; 2940; 2880; 2741; 2593; 1992; 1929; 1647 (C=O); 1555; 1494; 1475; 1440; 1396; 1376; 1345; 1256; 1233; 1205; 1164; 1133; 1089; 1015; 972; 879; 827; 809; 754; 707; 661; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.68 (tt, J = 6.7 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.86 („q“, J = 6.5 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.86 (t, J = 6.8 Hz, 2H, -CH₂-Imidazol'), 5.24 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.98 (s, 1H, 5-Imidazol'-H), 7.21 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.23 (s, 1H, 4-Imidazol'-H), 7.42 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.48 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.57 („d“, J = 8.6 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.80 (s, 1H, 2-Imidazol'-H), 7.82 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.93 (t, J = 5.4 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 250 °C): m/z (%) = 532 (23) [M⁺], 357 (7) [C₁₇H₁₈ClN₆O⁺], 234 (6) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 206 (28) [C₁₀H₉ClN₃⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 81 (18) [C₄H₅N₂⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-imidazol-1-yl-propyl)-4-carboxamid (15d)

Aus 1.2 g (2.6 mmol) (**6i**), 10 mL (10.4 g, 83 mmol) 3-Aminopropylimidazol, 20 h, 110 °C.

Gelbliche Kristalle (Ethanol), Schmp. 232 °C, Ausb.: 0.8 g (57 %). - $C_{23}H_{22}Cl_2N_6O_3S$ (533.4) Ber. C 51.8 H 4.16 N 15.8 Gef. C 51.8 H 4.54 N 15.7. - **IR** (KBr): $\nu = 3406\text{ cm}^{-1}$; 3311; 3117; 3061; 2950; 2880; 2813; 2730; 2610; 2558; 2460; 1992; 1772; 1741; 1641 (C=O); 1546; 1505; 1475; 1445; 1397; 1345; 1276; 1250; 1205; 1164; 1131; 1088; 1050; 1040; 1014; 977; 827; 753; 707; 661; 620. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.70 (tt, $J = 6.7$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.90 („q“, $J = 6.3$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.89 (t, $J = 6.8$ Hz, 2H, -CH₂-Imidazol‘), 5.30 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.80 (dd, $J = 7.1$ Hz, $J = 1.6$ Hz, 2H, 3-Ph-H), 6.99 (s, 1H, 5-Imidazol‘-H), 7.25 (s, 1H, 4-Imidazol‘-H), 7.31-7.38 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.46 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 6.48 (dd, $J = 8.9$ Hz, $J = 1.3$ Hz, 2H, 6-Ph-H), 7.55 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.74 (s, 1H, 2-Imidazol‘-H), 7.82 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.99 (t, $J = 5.4$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 220 °C): m/z (%) = 532 (17) [M⁺], 357 (7) [C₁₇H₁₈ClN₆O⁺], 289 (6) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 234 (6) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 206 (14) [C₁₀H₉ClN₃⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 81 (16) [C₄H₅N₂⁺].

1-(3-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-pyridin-2-yl-ethyl)-4-carboxamid (15e)

Aus 1 g (2.4 mmol) (**6h**), 10 mL (10.2 g, 83 mmol) 2-(2-Aminoethyl)-pyridin, 7 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 179 °C, Ausb.: 0.5 g (53 %). - $C_{24}H_{21}Cl_2N_5O_3S$ (529.1) Ber. C 54.34 H 3.99 N 13.2 Gef. C 54.4 H 3.95 N 13.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3395\text{ cm}^{-1}$; 3343; 3203; 3081; 3008; 2947; 2842; 2749; 1955; 1911; 1643 (C=O); 1587; 1513; 1476; 1434; 1397; 1372; 1341; 1266; 1208; 1164; 1091; 1052; 1014; 996; 977; 887; 867; 827; 755; 703; 681; 664; 635; 618. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.72 (t, $J = 7.4$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.23 („q“, $J = 6.9$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.30 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.16-7.23 (m, 3H, 4-Ph-H, 3-Pyr-H, 5-Pyr-H), 7.25 (s, 1H, 2-Ph-H), 7.37-7.42 (m, 2H, 5-Ph-H, 6-Ph-H), 7.54 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.58 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.68 (td, 1H, $J = 7.7$ Hz, $J = 1.6$ Hz, 4-Pyr-H), 7.84 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.84 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.48 („d“, $J = 4.4$ Hz, 1H, 6-Pyr-H). - **MS** (70 eV, 150 °C): m/z (%) = 529 (32) [M⁺], 354 (13) [C₁₈H₁₇ClN₅O⁺], 234 (6) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 149 (21) [C₈H₉N₂O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 106 (64) [C₆H₇N⁺], 93 (43) [C₆H₇N⁺].

4.2.8.5 Cycloaminoderivate (Typ 16)

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid (16a)

Aus 0.7 g (1.7 mmol) (**6a**), 10 mL (9.2 g, 84 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 48 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (SC ϕ 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 22 g : 0.3 g, FM: CHCl₃/mit NH₃ gesättigtes Methanol 8 : 2), Schmp. 141 °C, Ausb.: 0.2 g (23 %). - C₂₆H_{32.5}ClN₆O_{3.5}S (533.7) Ber. C 58.5 H 6.45 N 13.1 Gef. C 58.5 H 6.45 N 13.1. - **IR** (KBr): ν = 3395 cm⁻¹; 2939; 2858; 2800; 1648 (C=O); 1586; 1506; 1473; 1453; 1396; 1343; 1259; 1165; 1088; 1014; 970; 892; 827; 756; 722; 701; 656; 623. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.03-1.15 (m, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.21-1.28 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.58-1.62 (m, 3H, 4e-Cyhex-H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 1.73 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.97 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.77 (t, J = 6.9 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.91 (br. s, 1H, 1-Cyhex-H), 2.96 („q“, J = 6.2 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.03 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.15 (d, J = 7 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.23 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.26-7.31 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.54 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.17 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex), 8.22 (t, J = 6 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 529 (7) [M⁺•], 354 (25) [C₂₀H₂₈N₅O⁺], 200 (34) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 139 (9) [C₉H₁₇N⁺•], 138 (47) [C₉H₁₆N⁺], 112 (12) [C₇H₁₄N⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(2-phenylethyl)-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid Dihydrat (16b)

Aus 1.2 g (2.9 mmol) (**6b**), 10 mL (9.2 g, 84 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 48 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 157 °C, Ausb.: 1.1 g (69 %). - C₂₇H₃₈ClN₅O₅S (579.2) Ber. C 56.0 H 6.61 N 12.1 Gef. C 56.3 H 6.29 N 12.0. - **IR** (KBr): ν = 3399 cm⁻¹; 3059; 3026; 2939; 2859; 2800; 2752; 2528; 2433; 2363; 2043; 1953; 1914; 1644 (C=O); 1586; 1506; 1475; 1455; 1396; 1342; 1259; 1222; 1197; 1167; 1133; 1089; 1031; 1014; 968; 896; 828; 755; 702; 660; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.08-1.11 (m, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.18-1.29 (m, 5H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 4e-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.63-1.68 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 1.74 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.98 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-

Cyhex-H), 2.83 (br. s, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.95-3.01 (m, 3H, CH₂-Ph, 1-Cyhex-H), 3.02 („q“, $J = 6.3$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 4.04 (br. s, 2H, -CH₂-CH₂-Ph), 7.14 (d, $J = 7$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.18-7.23 (m, 2H, 4-Ph-H, 2-Imidazol-H), 7.27-7.31 (m, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.48 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.61 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.13 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.27 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 40 °C): m/z (%) = 543 (24) [M⁺], 500 (15) [C₂₄H₂₇ClN₅O₃S⁺], 405 (13) [C₁₈H₁₈ClN₄O₃S⁺], 388 (13) [C₁₈H₁₅ClN₃O₃S⁺], 368 (72) [C₂₁H₃₀N₅O⁺], 271 (15) [C₁₅H₁₉N₄O⁺], 257 (43) [C₁₄H₁₇N₄O⁺], 243 (16) [C₁₃H₁₅N₄O⁺], 214 (85) [C₁₂H₁₂N₃O⁺], 186 (14) [C₁₁H₁₂N₃⁺], 139 (25) [C₉H₁₇N⁺], 138 (100) [C₉H₁₆N⁺], 112 (38) [C₇H₁₄N⁺], 105 (97) [C₈H₉⁺], 104 (97) [C₈H₈⁺], 98 (34) [C₆H₁₂N⁺], 91 (6) [C₇H₇⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid (16c)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6c**), 10 mL (9.2 g, 84 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 5 h, 120 °C.

Beige Kristalle (2-Propanol), Schmp. 123 °C, Ausb.: 0.3 g (30 %). - C₂₈H₃₆ClN₅O₃S (557.2) Ber. C 60.3 H 6.50 N 12.6 Gef. C 59.9 H 6.22 N 12.4. - **IR** (KBr): $\nu = 3401$ cm⁻¹; 3060; 3026; 2936; 2859; 2669; 2542; 1954; 1909; 1634 (C=O); 1551; 1474; 1453; 1391; 1364; 1254; 1132; 1088; 1053; 1029; 1014; 962; 913; 827; 788; 754; 701; 662; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.03-1.10 (m, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.17-1.22 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.57-1.67 (m, 3H, -CO-NH-CH₂-CH₂-, 4e-Cyhex-H), 1.73 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.84-1.91 (m, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 1.97 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.39 (t, $J = 7.9$ Hz, 2H, CH₂-Ph), 2.80 (t, $J = 7$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.91 (s, 1H, 1-Cyhex-H), 3.01 („q“, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.68 (t, $J = 7.5$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-CH₂-Ph), 7.14-7.27 (m, 5H, Ph-H), 7.29 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.41 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.54 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.30 (t, $J = 6.2$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.32 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 70 °C): m/z (%) = 557 (21) [M⁺], 402 (13) [C₁₉H₁₇N₃O₃S⁺], 382 (86) [C₂₂H₃₂N₅O⁺], 228 (100) [C₁₃H₁₄N₃O⁺], 200 (54) [C₁₂H₁₄N₃⁺], 139 (51) [C₉H₁₇N⁺], 138 (98) [C₉H₁₆N⁺], 119 (7) [C₉H₁₁⁺], 118 (11) [C₉H₁₀⁺], 112 (38) [C₇H₁₄N⁺], 98 (42) [C₆H₁₂N⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(4-phenylbutyl)-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid Semihydrat (16d)

Aus 1.2 g (2.6 mmol) (**6d**), 10 mL (9.2 g, 84 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 5 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 119 °C, Ausb.: 1.0 g (66 %). - $C_{28}H_{39}ClN_5O_{3.5}S$ (581.2) Ber. C 59.9 H 6.76 N 12.1 Gef. C 60.0 H 7.07 N 11.9. - **IR** (KBr): $\nu = 3418\text{ cm}^{-1}$; 3060; 3025; 2936; 2859; 2673; 2538; 1949; 1911; 1631 (C=O); 1551; 1474; 1453; 1391; 1365; 1255; 1224; 1132; 1088; 1050; 1029; 1014; 971; 917; 896; 827; 788; 753; 701; 667; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.10 (m, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.20-1.29 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.31-1.38 (m, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 1.50-1.57 (m, 3H, CH₂-CH₂-CH₂-Ph, 4e-Cyhex-H), 1.61-1.64 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 1.73 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.98 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.50 (m, verdeckt unter H₂O, nach D₂O-Austausch sichtbar, 2H, CH₂-Ph), 2.79 (t, $J = 6.9$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.91 (s, 1H, 1-Cyhex-H), 3.00 („q“, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.67 (t, $J = 7.3$ Hz, 2H, -CH₂-CH₂-CH₂-Ph), 7.14-7.28 (m, 6H, Ph-H, 2-Imidazol-H), 7.41 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.55 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.00-8.20 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex), 8.30 (t, $J = 6$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 60 °C): m/z (%) = 571 (30) [M⁺], 528 (19) [C₂₆H₃₁ClN₅O₃S⁺], 433 (15) [C₂₀H₂₂ClN₄O₃S⁺], 416 (12) [C₂₀H₁₉ClN₃O₃S⁺], 396 (100) [C₂₃H₃₄N₅O₁⁺], 299 (18) [C₁₇H₂₃N₄O⁺], 242 (81) [C₁₄H₁₆N₃O⁺], 214 (25) [C₁₃H₁₆N₃⁺], 139 (47) [C₉H₁₇N⁺], 138 (87) [C₉H₁₆N⁺], 112 (29) [C₇H₁₄N⁺], 98 (32) [C₆H₁₂N⁺], 91 (70) [C₇H₇⁺].

1-Biphenyl-4-ylmethyl-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid (16e)

Aus 0.3 g (0.6 mmol) (**6e**), 5 mL (4.6 g, 42 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 4 h, 120 °C.

Braune Kristalle (Ethanol), Schmp. 157 °C, Ausb.: 0.2 g (56 %). - $C_{32}H_{36}ClN_5O_3S$ (605.2) Ber. C 63.4 H 5.99 N 11.6 Gef. C 63.5 H 6.14 N 11.4. - **IR** (KBr): $\nu = 3430\text{ cm}^{-1}$; 3315; 3059; 3028; 2933; 2856; 2661; 2442; 1949; 1806; 1757; 1617 (C=O); 1547; 1488; 1475; 1450; 1391; 1363; 1352; 1254; 1228; 1194; 1129; 1088; 1010; 995; 977; 964; 938; 895; 856; 825; 785; 757; 697; 668; 620. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.10 (br. s, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.14-1.28 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 4e-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.57-1.67 (m,

3H, -CO-NH-CH₂-CH₂-, 4e-Cyhex-H), 1.73 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.97 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.79-2.81 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.91 (br. s, 1H, 1-Cyhex-H), 2.97 („q“, $J = 5.6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.11 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.24 (d, $J = 8.1$ Hz, 2H, 2-Biph-H, 6-Biph-H), 7.34 (t, $J = 7.4$ Hz, 1H, 4'-Biph-H), 7.40-7.56 (m, 7H, 2'-Biph-H, 3'-Biph-H, 5'-Biph-H, 6'-Biph-H, 3-Biph-H, 5-Biph-H, 2-Imidazol-H), 7.27-7.31 (m, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.58 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.62 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.19 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex), 8.28 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 80 °C): m/z (%) = 605 (3) [M⁺], 430 (10) [C₂₆H₃₂N₅O⁺], 319 (5) [C₁₉H₁₉N₄O⁺], 276 (8) [C₁₇H₁₄N₃O⁺], 167 (75) [C₁₃H₁₁⁺], 139 (48) [C₉H₁₇N⁺], 138 (23) [C₉H₁₆N⁺], 112 (24) [C₇H₁₄N⁺], 98 (21) [C₆H₁₂N⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(4-fluorphenylmethyl)-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid Sesquihydrat (16f)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6f**), 10 mL (9.2 g, 84 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 24 h, 120 °C.

Beige Kristalle (SC ϕ 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 30 g : 0.4 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 8 : 2), Schmp. 159 °C, Ausb.: 0.3 g (33 %). - C₂₆H₃₄ClFN₅O_{4.5}S (575.0) Ber. C 54.6 H 5.75 N 12.1 Gef. C 54.6 H 5.75 N 12.1. - **IR** (KBr): $\nu = 3393$ cm⁻¹; 2939; 2857; 2520; 2431; 2366; 2045; 1917; 1883; 1650 (C=O); 1512; 1476; 1451; 1397; 1378; 1342; 1261; 1227; 1165; 1090; 1044; 1033; 1014; 973; 890; 826; 755; 705; 660; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.03 (br. s, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.21-1.27 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.58-1.65 (m, 3H, 4e-Cyhex-H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 1.74 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.97 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.81 (br. s, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.93 (br. s, 1H, 1-Cyhex-H), 2.97 („q“, $J = 6.4$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.11 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.14-7.18 (m, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.24-7.27 (m, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.47 („d“, $J = 8.2$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.57 („d“, $J = 8.2$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.57 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 8.12 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.34 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 40 °C): m/z (%) = 547 (1) [M⁺], 304 (9) [C₁₅H₁₉FN₅O⁺], 195 (42) [C₈H₁₃N₅O⁺], 109 (100) [C₇H₆F⁺], 98 (19) [C₆H₁₂N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid Monohydrat (16g)

Aus 0.7 g (1.5 mmol) (**6g**), 10 mL (9.2 g, 84 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 30 h, 120 °C.

Beige Kristalle (SC ϕ 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 30 g : 0.4 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 8 : 2), Schmp. 158 °C, Ausb.: 0.3 g (33 %). - C₂₆H₃₃Cl₂N₅O₄S (582.6) Ber. C 53.6 H 5.36 N 12.0 Gef. C 53.8 H 5.63 N 12.3. - **IR** (KBr): ν = 3420 cm⁻¹; 3299; 3061; 3028; 2936; 2858; 2533; 1912; 1732; 1627 (C=O); 1555; 1493; 1474; 1455; 1393; 1380; 1353; 1252; 1204; 1165; 1131; 1088; 1048; 1015; 971; 826; 780; 753; 707; 664; 649; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.03-1.14 (m, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.18-1.32 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.58 (br. s, 1H, 4e-Cyhex-H), 1.65-1.69 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 1.74 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.98 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.82 (br. s, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.94 (br. s, 1H, 1-Cyhex-H), 3.00 („q“, J = 5.9 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.24 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.21 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.43 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.55 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.60 („d“, J = 8.6 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.83 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 8.00 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.52 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 40 °C): m/z (%) = 563 (3) [M⁺], 388 (11) [C₂₀H₂₇ClN₅O⁺], 277 (7) [C₁₃H₁₄ClN₄O⁺], 234 (15) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 139 (25) [C₉H₁₇N⁺], 138 (30) [C₉H₁₆N⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 112 (31) [C₇H₁₄N⁺], 98 (28) [C₆H₁₂N⁺].

1-(3-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid Monohydrat (16h)

Aus 0.7 g (1.5 mmol) (**6h**), 10 mL (9.2 g, 84 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 3 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol/Ethylacetat 1 : 1), Schmp. 186 °C, Ausb.: 0.6 g (65 %). - C₂₆H₃₃Cl₂N₅O₄S (582.6) Ber. C 53.6 H 5.73 N 12.0 Gef. C 53.5 H 5.46 N 12.0. - **IR** (KBr): ν = 3319 cm⁻¹; 3088; 2939; 2859; 2778; 2740; 2557; 2436; 1941; 1914; 1663 (C=O); 1582; 1542; 1475; 1453; 1434; 1394; 1379; 1345; 1243; 1197; 1166; 1135; 1088; 1047; 1033; 1015; 973; 898; 822; 804; 771; 754; 708; 680; 670; 623. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.07-1.12 (m, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.17-1.30 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.58 (br. s, 1H, 4e-Cyhex-H), 1.64-1.69 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 1.73 (br. s, 2H,

3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.97 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.79 (br. s, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.93 (br. s, 1H, 1-Cyhex-H), 2.97 („q“, $J = 6.3$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.16 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.14-7.16 (m, 1H, 4-Ph-H), 7.20 (s, 1H, 2-Ph-H), 7.33-7.39 (m, 2H, 5-Ph-H, 6-Ph-H), 7.47 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.57 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.64 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 8.10 (t, $J = 5.2$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.51 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 80 °C): m/z (%) = 563 (15) [M⁺], 520 (8) [C₂₃H₂₄Cl₂N₅O₃S⁺], 388 (34) [C₂₀H₂₇ClN₅O⁺], 277 (20) [C₁₃H₁₄ClN₄O⁺], 234 (35) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 139 (77) [C₉H₁₇N⁺], 138 (80) [C₉H₁₆N⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 112 (27) [C₇H₁₄N⁺], 98 (44) [C₆H₁₂N⁺].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid (16i)

Aus 1.0 g (2.2 mmol) (**6i**), 10 mL (9.2 g, 84 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 8 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol/Ethylacetat 1 : 1), Schmp. 145 °C, Ausb.: 1.0 g (81 %). - C₂₆H₃₁Cl₂N₅O₃S (564.5) Ber. C 55.3 H 5.54 N 12.4 Gef. C 55.4 H 5.24 N 12.2. - **IR** (KBr): ν = 3410 cm⁻¹; 3062; 2937; 2859; 2552; 2363; 1629 (C=O); 1552; 1474; 1447; 1392; 1357; 1253; 1199; 1131; 1088; 1045; 1015; 972; 826; 788; 754; 706; 663; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.11 (br. s, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.17-1.25 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.58 (br. s, 1H, 4e-Cyhex-H), 1.64-1.69 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 1.73 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.98 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.83 (t, $J = 7.0$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.94 (br. s, 1H, 1-Cyhex-H), 3.03 („q“, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.05 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.69 („d“, $J = 7$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.23-7.30 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.25 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.34 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.41 („d“, $J = 7.7$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.48 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.28 (t, $J = 6$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.29 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 563 (2) [M⁺], 388 (6) [C₂₀H₂₇ClN₅O⁺], 277 (4) [C₁₃H₁₄ClN₄O⁺], 234 (15) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 139 (6) [C₉H₁₇N⁺], 138 (16) [C₉H₁₆N⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 112 (13) [C₇H₁₄N⁺], 98 (8) [C₆H₁₂N⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(2,6-dichlorphenylmethyl)-1H-imidazol-N-(3-cyclohexylamino-propyl)-4-carboxamid Sesquihydrat (16j)

Aus 0.7 g (1.1 mmol) (**7b**), 10 mL (9.2 g, 84 mmol) N-(3-Aminopropyl)-cyclohexylamin, 8 h, 100 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 182 °C, Ausb.: 1.0 g (72 %). - C₂₆H₃Cl₃N₅O_{4.5}S (623.0) Ber. C 49.9 H 5.31 N 11.2 Gef. C 49.8 H 5.24 N 11.1. - **IR** (KBr): ν = 3401 cm⁻¹; 3262; 3061; 2938; 2859; 2555; 1914; 1752; 1632 (C=O); 1582; 1561; 1503; 1475; 1438; 1391; 1356; 1313; 1255; 1198; 1167; 1132; 1088; 1014; 958; 896; 826; 764; 754; 710; 666; 645; 620. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.11 (br. s, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.18-1.28 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.58-1.65 (m, 3H, 4e-Cyhex-H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 1.73 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.98 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.81 (br. s, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.94 (br. s, 1H, 1-Cyhex-H), 2.99 („q“, J = 6.4 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.03 (s, 2H, -CH₂-Ph), 6.65 (br. s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.43-7.46 (m, 3H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.55 („d“, J = 8 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.59 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.24 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.33 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 597 (9) [M⁺], 422 (22) [C₂₀H₂₆Cl₂N₅O⁺], 268 (36) [C₁₁H₈Cl₂N₃O⁺], 311 (15) [C₁₃H₁₃Cl₂N₄O⁺], 159 (76) [C₇H₅Cl₂⁺], 139 (100) [C₉H₁₇N⁺], 138 (68) [C₉H₁₆N⁺], 112 (64) [C₇H₁₄N⁺], 98 (39) [C₆H₁₂N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-cyclohexylaminoethyl)-4-carboxamid (16k)

Aus 0.7 g (1.5 mmol) (**6g**) und 6 g (42 mmol) (**11a**), 18 h, 120 °C.

Beige Kristalle (SC ϕ 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 37 g : 0.5 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 85 : 15), Schmp. 158 °C, Ausb.: 0.4 g (48 %). - C₂₅H₂₉Cl₂N₅O₃S (549.2) Ber. C 54.5 H 5.31 N 12.7 Gef. C 54.5 H 5.34 N 12.6. - **IR** (KBr): ν = 3677 cm⁻¹; 3434; 3057; 2937; 2859; 2671; 2521; 2419; 1910; 1637 (C=O); 1545; 1496; 1476; 1451; 1391; 1357; 1254; 1231; 1131; 1088; 1013; 969; 826; 789; 755; 709; 663; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.10 (br. s, 1H, 4a-Cyhex-H), 1.16-1.24 (m, 4H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H), 1.56 (br. s, 1H, 4e-Cyhex-H), 1.71 (br. s, 2H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H), 1.93 (br. s, 2H, 2e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.79 (br. s, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.87 (br. s, 1H, 1-Cyhex-H), 3.08 („q“, J = 6.6 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.05 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.17 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.28 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.34 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-

Ph-H), 7.39 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.11 (t, $J = 5$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.17 (br. s, 2H, austauschbar, CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 549 (1) [M⁺], 374 (9) [C₁₉H₂₅ClN₅O⁺], 263 (22) [C₁₂H₁₂ClN₄O⁺], 234 (26) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 112 (75) [C₇H₁₄N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-cyclopentylamino-propyl)-4-carboxamid (16l)

Aus 0.5 g (1.1 mmol) (**6g**) und 6 g (42 mmol) (**10c**), 48 h, 120 °C.

Beige Kristalle (SC ϕ 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 30 g : 0.4 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 8 : 2), Schmp. 132 °C, Ausb.: 0.3 g (50 %). - C₂₅H₂₉Cl₂N₅O₃S (549.1) Ber. C 54.5 H 5.31 N 12.7 Gef. C 54.8 H 5.60 N 12.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3410$ cm⁻¹; 3057; 2960; 2870; 1910; 1630 (C=O); 1553; 1493; 1475; 1445; 1392; 1358; 1255; 1200; 1133; 1088; 1014; 966; 826; 790; 772; 753; 708; 664; 649; 623. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.51-1.59 (m, 6H, 2a-Cypent-H, 3a-Cypent-H, 4a-Cypent-H, 5a-Cypent-H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 1.67 (br. s, 2H, 3e-Cypent-H, 4e-Cypent-H), 1.89 (br. s, 2H, 2e-Cypent-H, 5e-Cypent-H), 2.72 (t, $J = 6.9$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.95 („q“, $J = 5.9$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.34 (br. s, 1H, verdeckt unter H₂O, nach Zugabe von D₂O sichtbar, 1-Cypent-H), 5.05 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.17 („d“, $J = 8.3$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.26 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.35 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.52 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.15 (t, $J = 5.9$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.17 (br. s, 2H, austauschbar, CH₂-NH₂⁺-Cypent). - **MS** (70 eV, 220 °C): m/z (%) = 549 (9) [M⁺], 374 (47) [C₁₉H₂₅ClN₅O⁺], 277 (25) [C₁₃H₁₄ClN₄O⁺], 251 (12) [C₁₁H₁₂ClN₄O⁺], 234 (38) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 124 (82) [C₈H₁₄N⁺], 98 (26) [C₆H₁₂N⁺], 84 (26) [C₅H₁₀N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-cycloheptylamino-propyl)-4-carboxamid (16m)

Aus 0.7 g (1.5 mmol) (**6g**) und 9 g (53 mmol) (**10d**), 20 h, 120 °C.

Beige Kristalle (SC ϕ 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 44 g : 0.6 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 85 : 15), Schmp. 137 °C, Ausb.: 0.5 g (58 %). - C₂₇H₃₃Cl₂N₅O₃S (577.2) Ber. C 56.1 H 5.75 N 12.1 Gef. C 56.1 H 5.94 N 12.2. - **IR** (KBr): $\nu = 3417$ cm⁻¹; 3298; 2928; 2858; 2510; 1916; 1890; 1626 (C=O); 1555; 1492; 1474; 1391; 1359; 1253; 1204; 1129; 1088; 1013; 964; 824; 809; 790; 753; 706; 666; 649; 611. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ

(ppm) = 1.35-1.58 (m, 11H, 2a-Cyhept-H, 3a-Cyhept-H, 4a-Cyhept-H, 5a-Cyhept-H, 6a-Cyhept-H, 7a-Cyhept-H, 4e-Cyhept-H, 5e-Cyhept-H, 6e-Cyhept-H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 1.63-1.65 (m, 2H, 3e-Cyhept-H, 6e-Cyhept-H), 1.91-1.93 (m, 2H, 2e-Cyhept-H, 7e-Cyhept-H), 2.72 (t, $J = 6.4$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.92 („q“, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.03 (br. s, 1H, 1-Cyhept-H), 5.06 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.17 („d“, $J = 8.3$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.26 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.34 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.52 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.15 (t, $J = 5.7$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.17 (br. s, 2H, austauschbar, CH₂-NH₂⁺-Cyhept). - **MS** (70 eV, 130 °C): m/z (%) = 577 (3) [M⁺], 402 (6) [C₂₁H₂₉ClN₅O⁺], 277 (7) [C₁₃H₁₄ClN₄O⁺], 251 (7) [C₁₁H₁₂ClN₄O⁺], 234 (13) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 152 (22) [C₉H₁₇N⁺], 139 (63) [C₉H₁₇N⁺], 126 (56) [C₈H₁₆N⁺], 125 (81) [C₇H₆Cl⁺], 112 (56) [C₇H₁₄N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-[3-(cyclohexylmethylamino)-propyl]-4-carboxamid (16n)

Aus 0.8 g (1.5 mmol) (**6g**) und 7 g (41 mmol) (**10e**), 24 h, 120 °C.

Beige Kristalle (SC ϕ 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 73 g : 1 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 85 : 15), Schmp. 162 °C, Ausb.: 0.9 g (88 %). - C₂₇H₃₃Cl₂N₅O₃S (577.2) Ber. C 56.1 H 5.75 N 12.1 Gef. C 56.2 H 5.97 N 12.2. - **IR** (KBr): $\nu = 3370$ cm⁻¹; 3316; 3056; 2926; 2852; 2399; 1905; 1635 (C=O); 1551; 1496; 1473; 1449; 1392; 1358; 1254; 1202; 1131; 1088; 1014; 966; 892; 825; 786; 755; 708; 664; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.88-0.97 (m, 2H, 1a-Cyhex-H, 4a-Cyhex-H), 1.07-1.23 (m, 4H, 1e-Cyhex-H, 4e-Cyhex-H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 1.60-1.75 (m, 8H, 2a-Cyhex-H, 3a-Cyhex-H, 5a-Cyhex-H, 6a-Cyhex-H, 2e-Cyhex-H, 3e-Cyhex-H, 5e-Cyhex-H, 6e-Cyhex-H), 2.70 (d, $J = 6.9$ Hz, 2H, -CO-NH₂⁺-CH₂-), 2.75 (t, $J = 7$ Hz, 2H, CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.94 („q“, $J = 6.2$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.06 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.17 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.29 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.35 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.17 (t, $J = 6.3$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.32 (br. s, 2H, austauschbar, CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 110 °C): m/z (%) = 577 (6) [M⁺], 494 (69) [C₂₁H₂₂Cl₂N₅O₃S⁺], 402 (13) [C₂₁H₂₉ClN₅O⁺], 234 (25) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 152 (31) [C₁₀H₁₈N⁺], 126 (14) [C₈H₁₆N⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 112 (14) [C₇H₁₄N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-(adamantan-1-yl-amino)-propyl)-4-carboxamid (160)

Aus 0.8 g (1.5 mmol) (**6g**) und 7 g (48 mmol) (**10f**), 24 h, 120 °C.

Beige Kristalle (SC ϕ 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 22 g : 0.3 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 85 : 15), Schmp. 212 °C, Ausb.: 0.2 g (21 %). - C₃₀H₃₅Cl₂N₅O₃S (615.2) Ber. C 58.4 H 5.72 N 11.4 Gef. C 58.7 H 5.83 N 11.1. - **IR** (KBr): ν = 3433 cm⁻¹; 2914; 2852; 1898; 1629 (C=O); 1553; 1515; 1493; 1474; 1453; 1392; 1363; 1309; 1251; 1178; 1132; 1088; 1030; 1015; 969; 834; 787; 753; 708; 663; 647; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.88-0.97 (m, 2H, 1a-Cyhex-H, 4a-Cyhex-H), 1.56-1.78 (m, 17H, Ada-H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.70 (d, J = 6.9 Hz, 2H, -CO-NH₂⁺-CH₂-), 2.75 (t, J = 7 Hz, 2H, CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.97 („q“, J = 6 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.07 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.17 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.28 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.35 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.26 (t, J = 6.1 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.36 (br. s, 2H, austauschbar, CH₂-NH₂⁺-Cyhex). - **MS** (70 eV, 140 °C): m/z (%) = 615 (1) [M⁺], 278 (9) [C₁₃H₁₅ClN₄O⁺], 234 (29) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 190 (16) [C₁₃H₂₀N⁺], 177 (36) [C₁₂H₁₉N⁺], 164 (19) [C₁₁H₁₈N⁺], 151 (20) [C₁₀H₁₇N⁺], 135 (74) [C₁₀H₁₅⁺], 125 (66) [C₇H₆Cl⁺].

4.2.8.6 Verzweigte Alkylaminderivate (Typ 17)

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(2-isopropylamino-ethyl)-4-carboxamid (17a)

Aus 0.8 g (1.9 mmol) (**6a**), 10 mL (8 g, 80 mmol) 2-(Isopropylamino)-ethylamin, 23 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 262 °C, Ausb.: 0.7 g (77 %). - C₂₂H₂₆ClN₅O₃S (475.1) Ber. C 55.5 H 5.51 N 14.7 Gef. C 55.7 H 5.65 N 14.7. - **IR** (KBr): ν = 3434 cm⁻¹; 3332; 3174; 3086; 3031; 3007; 2941; 2852; 2511; 1911; 1660 (C=O); 1636; 1545; 1475; 1454; 1393; 1361; 1260; 1224; 1206; 1172; 1155; 1130; 1089; 1046; 1013; 970; 826; 795; 784; 757; 726; 708; 698; 655; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.15 [d, J = 6.4 Hz, 6H, -CH(-CH₃)₂], 2.81 (t, J = 5.4 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.08 („q“, J = 5.8 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.24 [m, verdeckt unter H₂O, nach D₂O-Austausch sichtbar, 1H, -CH(-CH₃)₂], 5.02 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.15 (d, J = 6.8 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.22-7.31 (m, 4H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H, 2-Imidazol-H), 7.40 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.55 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H),

8.10 (t, $J = 5.8$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.15 [br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH(-CH₃)₂]. - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 475 (2) [M⁺], 374 (13) [C₁₇H₁₃ClN₃O₃S⁺], 300 (10) [C₁₆H₂₂ClN₅O⁺], 229 (55) [C₁₂H₁₃N₄O⁺], 200 (100) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 91 (79) [C₇H₇⁺], 85 (26) [C₅H₁₁N⁺], 72 (42) [C₄H₁₀N⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-(2-phenylethyl)-1H-imidazol-N-(2-isopropylamino-ethyl)-4-carboxamid (17b)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6b**), 5 mL (4 g, 40 mmol) 2-(Isopropylamino)-ethylamin, 6 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 239 °C, Ausb.: 0.5 g (62 %). - C₂₃H₂₈ClN₅O₃S (489.2) Ber. C 56.4 H 5.76 N 14.3 Gef. C 56.4 H 5.66 N 14.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3399$ cm⁻¹; 3060; 3028; 2982; 2940; 2857; 2510; 2365; 1949; 1911; 1642 (C=O); 1546; 1499; 1475; 1455; 1393; 1359; 1255; 1222; 1131; 1088; 1012; 969; 827; 788; 755; 701; 657; 626. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.16 [d, $J = 6.4$ Hz, 6H, -CH(-CH₃)₂], 2.83 (t, $J = 5.7$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.91 (t, $J = 7.8$ Hz, 2H, CH₂-Ph), 3.12 („q“, $J = 5.7$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.21-3.26 [m, 1H, -CH(-CH₃)₂], 3.94 (t, $J = 7.8$ Hz, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 7.13 (d, $J = 7.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.19 (t, $J = 7.3$ Hz, 1H, 4-Ph-H), 7.22 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.26 (t, $J = 7.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.41 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.58 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.15 (t, $J = 5.8$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.27 [br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH(-CH₃)₂]. - **MS** (70 eV, 230 °C): m/z (%) = 489 (2) [M⁺], 388 (13) [C₁₈H₁₅ClN₃O₃S⁺], 314 (15) [C₁₇H₂₄ClN₅O⁺], 243 (58) [C₁₃H₁₅N₄O⁺], 214 (100) [C₁₂H₁₂N₃O⁺], 105 (43) [C₈H₉⁺], 104 (15) [C₈H₈⁺], 91 (32) [C₇H₇⁺], 85 (38) [C₅H₁₁N⁺], 72 (67) [C₄H₁₀N⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-N-(2-isopropylamino-ethyl)-4-carboxamid (17c)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6c**), 5 mL (4 g, 40 mmol) 2-(Isopropylamino)-ethylamin, 7 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (2-Propanol), Schmp. 194 °C, Ausb.: 0.5 g (63 %). - C₂₄H₃₀ClN₅O₃S (503.2) Ber. C 57.2 H 6.00 N 13.9 Gef. C 57.4 H 6.29 N 14.0. - **IR** (KBr): $\nu = 3390$ cm⁻¹; 3083; 3027; 2981; 2940; 2859; 2505; 1948; 1911; 1642 (C=O); 1546; 1474; 1453; 1393; 1365; 1254; 1222; 1130; 1088; 1012; 969; 827; 788; 755; 701; 658; 625. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.17 [d, $J = 6.5$ Hz, 6H, -CH(-CH₃)₂], 1.83 (tt, $J = 7.6$ Hz, 2H, CH₂-CH₂-CH₂-Ph), 2.40 (t, $J = 7.9$ Hz, 2H, CH₂-Ph), 2.86 (t, $J = 5.6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 3.16 („q“, $J = 5.7$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.21-3.26 [m, verdeckt unter H₂O, nach D₂O-Austausch sichtbar, 1H, -

$CH(-CH_3)_2$], 3.67 (t, $J = 7.4$ Hz, 2H, $CH_2-CH_2-CH_2-Ph$), 7.14 (d, $J = 7.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.16 (t, $J = 7.3$ Hz, 1H, 4-Ph-H), 7.26 (t, $J = 7.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.31 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.41 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.55 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.16 (t, $J = 5.8$ Hz, 1H, austauschbar, $-CO-NH-CH_2-$), 8.18 [br. s, 2H, austauschbar, $-CH_2-NH_2^+-CH(-CH_3)_2$]. - **MS** (70 eV, 150 °C): m/z (%) = 503 (1) $[M^{+\bullet}]$, 419 (21) $[C_{19}H_{20}N_4O_3ClS^+]$, 402 (10) $[C_{19}H_{17}ClN_3O_3S^+]$, 310 (28) $[C_{12}H_9ClN_3O_3^+]$, 257 (51) $[C_{14}H_{17}N_4O^+]$, 228 (100) $[C_{13}H_{14}N_3O^+]$, 91 (51) $[C_7H_7^+]$, 85 (29) $[C_5H_{11}N^{+\bullet}]$, 72 (56) $[C_4H_{10}N^+]$, 58 (12) $[C_3H_8N^+]$, 43 (11) $[C_3H_7^+]$.

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-isopropyl-amino-ethyl)-4-carboxamid (17d)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6g**), 10 mL (8 g, 80 mmol) 2-(Isopropylamino)-ethylamin, 23 h, 120 °C. Weiße Kristalle (Ethanol), Schmp. 242 °C, Ausb.: 0.7 g (77 %). - $C_{22}H_{25}Cl_2N_5O_3S$ (509.1) Ber. C 51.8 H 4.94 N 13.7 Gef. C 51.8 H 4.93 N 13.8. - **IR** (KBr): $\nu = 3433$ cm^{-1} ; 3063; 2941; 2851; 1643 (C=O); 1548; 1496; 1476; 1393; 1253; 1229; 1204; 1131; 1088; 1013; 971; 826; 787; 757; 708; 652; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[D_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.15 [d, $J = 6.4$ Hz, 6H, $-CH(-CH_3)_2$], 2.81 (t, $J = 5.8$ Hz, 2H, $-CO-NH-CH_2-CH_2-$), 3.07 („q“, $J = 5.8$ Hz, 2H, $-CO-NH-CH_2-$), 3.20-3.24 [m, verdeckt unter H_2O , nach D_2O -Austausch sichtbar, 1H, $-CH(-CH_3)_2$], 5.04 (s, 2H, $-CH_2-Ph$), 7.17 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.29 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.34 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.08 (t, $J = 5.8$ Hz, 1H, austauschbar, $-CO-NH-CH_2-$), 8.08 [br. s, 2H, austauschbar, $-CH_2-NH_2^+-CH(-CH_3)_2$]. - **MS** (70 eV, 230 °C): m/z (%) = 509 (3) $[M^{+\bullet}]$, 425 (19) $[C_{17}H_{15}Cl_2N_4O_3S^+]$, 408 (8) $[C_{17}H_{12}Cl_2N_3O_3S^+]$, 263 (52) $[C_{12}H_{12}ClN_4O^+]$, 234 (71) $[C_{11}H_9ClN_3O^+]$, 125 (81) $[C_7H_6Cl^+]$, 85 (66) $[C_5H_{11}N^{+\bullet}]$, 72 (100) $[C_4H_{10}N^+]$, 30 (55) $[C_1H_4N^+]$.

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-phenylmethyl-1H-imidazol-N-(3-isopropylamino-propyl)-4-carboxamid (17e)

Aus 0.7 g (1.7 mmol) (**6a**), 10 mL (8.3 g, 72 mmol) 3-(Isopropylamino)-propylamin, 4 h, 120 °C. Beige Kristalle (Ethanol), Schmp. 224 °C, Ausb.: 0.7 g (84 %). - $C_{23}H_{28}ClN_5O_3S$ (489.2) Ber. C 56.4 H 5.76 N 14.3 Gef. C 56.6 H 5.98 N 14.1. - **IR** (KBr): $\nu = 3327$ cm^{-1} ; 3287; 3045; 2978; 2942; 2870; 2854; 2784; 2574; 2095; 2055; 1949; 1904; 1880; 1810; 1773; 1759; 1636 (C=O); 1547; 1500; 1475; 1455; 1394; 1379; 1361; 1259; 1242; 1225; 1196; 1171; 1132; 1088; 1028;

1014; 964; 827; 793; 754; 725; 695; 672; 655; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.17 [d, *J* = 6.5 Hz, 6H, -CH(-CH₃)₂], 1.59-1.62 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.76 (t, *J* = 6.9 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.97 („q“, *J* = 6.2 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.24 [m, verdeckt unter H₂O, nach D₂O-Austausch sichtbar, 1H, -CH(-CH₃)₂], 5.01 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.14 (d, *J* = 6.7 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.22-7.31 (m, 4H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H, 2-Imidazol-H), 7.39 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.22 (t, *J* = 6.1 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 200 °C): *m/z* (%) = 489 (5) [M⁺•], 474 (8) [C₂₂H₂₅ClN₅O₃S⁺], 374 (8) [C₁₇H₁₃ClN₃O₃S⁺], 314 (25) [C₁₇H₂₄N₅O⁺], 257 (9) [C₁₄H₁₇N₄O⁺], 243 (21) [C₁₃H₁₅N₄O⁺], 200 (46) [C₁₁H₁₀N₃O⁺], 98 (39) [C₆H₁₂N⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺], 72 (15) [C₄H₁₀N⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-(2-phenylethyl)-1H-imidazol-N-(3-isopropylamino-propyl)-4-carboxamid Semihydrat (17f)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6b**), 10 mL (8.3 g, 72 mmol) 3-(Isopropylamino)-propylamin, 6 h, 120 °C. Weiße Kristalle (Ethanol), Schmp. 179 °C, Ausb.: 0.8 g (96 %). - C₂₄H₃₁ClN₅O_{3.5}S (512.2) Ber. C 56.3 H 6.11 N 13.7 Gef. C 56.3 H 5.94 N 13.8. - **IR** (KBr): ν = 3401 cm⁻¹; 3344; 3060; 3027; 2982; 2939; 2867; 2523; 2365; 1910; 1635 (C=O); 1552; 1474; 1454; 1394; 1359; 1251; 1222; 1133; 1089; 1013; 961; 826; 788; 754; 701; 669; 657; 626. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.18 [d, *J* = 6.5 Hz, 6H, -CH(-CH₃)₂], 1.60 (tt, *J* = 6.6 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.78 (t, *J* = 7 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.90 (t, *J* = 7.8 Hz, 2H, CH₂-Ph), 2.99 („q“, *J* = 6.1 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.20-3.26 [m, 1H, -CH(-CH₃)₂], 3.93 (t, *J* = 7.9 Hz, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 7.13 (d, *J* = 7.1 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.18-7.22 (m, 2H, 4-Ph-H, 2-Imidazol-H), 7.26 (t, *J* = 7.5 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.41 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.58 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.26 (t, *J* = 5.8 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.28 [br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH(-CH₃)₂]. - **MS** (70 eV, 200 °C): *m/z* (%) = 503 (10) [M⁺•], 488 (13) [C₂₃H₂₇ClN₅O₃S⁺], 388 (17) [C₁₈H₁₅ClN₃O₃S⁺], 328 (45) [C₁₈H₂₆N₅O⁺], 271 (14) [C₁₅H₁₉N₄O⁺], 257 (39) [C₁₄H₁₇N₄O⁺], 214 (98) [C₁₂H₁₂N₃O⁺], 105 (100) [C₈H₉⁺], 104 (22) [C₈H₈⁺], 98 (64) [C₆H₁₂N⁺], 91 (9) [C₇H₇⁺], 98 (64) [C₆H₁₂N⁺], 72 (31) [C₄H₁₀N⁺], 58 (23) [C₃H₈N⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-N-(3-isopropylamino-propyl)-4-carboxamid (17g)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6c**), 5 mL (4.2 g, 36 mmol) 3-(Isopropylamino)-propylamin, 7 h, 120 °C.

Gelbe Kristalle (SC \varnothing 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 37 g : 0.5 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 8 : 2), Schmp. 108 °C, Ausb.: 0.4 g (48 %). - C₂₅H₃₂ClN₅O₃S (517.2) Ber. C 58.0 H 6.23 N 13.5 Gef. C 58.0 H 6.51 N 13.7. - **IR** (KBr): ν = 3434 cm⁻¹; 3339; 3110; 3086; 3061; 3025; 2978; 2938; 2878; 2832; 2550; 2478; 1961; 1940; 1916; 1629 (C=O); 1555; 1528; 1474; 1453; 1395; 1362; 1255; 1221; 1173; 1133; 1088; 1011; 968; 906; 890; 826, 790; 753; 707; 672; 609. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.19 [d, J = 6.5 Hz, 6H, -CH(-CH₃)₂], 1.60 (tt, J = 6.6 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 1.82 (tt, J = 7.7 Hz, 2H, CH₂-CH₂-CH₂-Ph), 2.38 (t, J = 7.9 Hz, 2H, CH₂-Ph), 2.80 (t, J = 7.1 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 3.02 („q“, J = 6.3 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.19-3.26 [m, 1H, -CH(-CH₃)₂], 3.66 (t, J = 7.5 Hz, 2H, CH₂-CH₂-CH₂-Ph), 7.14-7.27 (m, 5H, Ph-H), 7.28 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.41 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.55 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.31 (t, J = 6.1 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.30 [br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH(-CH₃)₂]. - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 517 (9) [M⁺], 502 (16) [C₂₄H₂₉ClN₅O₃S⁺], 402 (16) [C₁₉H₁₇ClN₃O₃S⁺], 342 (48) [C₁₉H₂₈N₅O⁺], 285 (14) [C₁₆H₂₁N₄O⁺], 271 (39) [C₁₅H₁₉N₄O⁺], 245 (30) [C₁₃H₁₇N₄O⁺], 228 (100) [C₁₃H₁₄N₃O⁺], 117 (16) [C₉H₉⁺], 98 (66) [C₆H₁₂N⁺], 91 (64) [C₇H₇⁺], 72 (23) [C₄H₁₀N⁺], 58 (19) [C₃H₈N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-isopropylamino-propyl)-4-carboxamid (17h)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6g**), 10 mL (8.4 g, 72 mmol) 3-(Isopropylamino)-propylamin, 21 h, 120 °C.

Gelbe Kristalle (Ethanol), Schmp. 134 °C, Ausb.: 0.3 g (37 %). - C₂₃H₂₇Cl₂N₅O₃S (523.1) Ber. C 52.7 H 5.19 N 13.4 Gef. C 52.6 H 5.15 N 13.3. - **IR** (KBr): ν = 3428 cm⁻¹; 3058; 2982; 2940; 2869; 2518; 2056; 1910; 1631 (C=O); 1553; 1493; 1475; 1441; 1395; 1357; 1254; 1201; 1173; 1132; 1088; 1015; 973; 826; 789; 771; 753; 709; 664; 648; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.23 [d, J = 6.5 Hz, 6H, -CH(-CH₃)₂], 2.81 (t, J = 5.8 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 3.07 („q“, J = 5.8 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.20-3.24 [m, verdeckt unter H₂O, nach D₂O-Austausch sichtbar, 1H, -CH(-CH₃)₂], 5.04 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.17 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.29 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.34 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.08 (t, J = 5.8 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.08 [br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH(-CH₃)₂]. - **MS** (70 eV, 130 °C): m/z (%) = 523 (10) [M⁺], 508 (13) [C₂₂H₂₄Cl₂N₅O₃S⁺], 408 (7)

[C₁₇H₁₂Cl₂N₃O₃S⁺], 348 (28) [C₁₇H₂₃ClN₅O⁺], 277 (23) [C₁₃H₁₄ClN₄O⁺], 234 (37) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 98 (86) [C₆H₁₂N⁺], 72 (24) [C₄H₁₀N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-[3-(1-ethylpropyl-amino)-ethyl]-4-carboxamid (17i)

Aus 0.4 g (1.5 mmol) (**6g**) und 10 g (69 mmol) (**10b**), 23 h, 120 °C.

Gelbe Kristalle (SC ϕ 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 37 g : 0.5 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 85 : 15), Schmp. 84 °C, Ausb.: 0.4 g (49 %). - C₂₅H₃₁Cl₂N₅O₃S (551.2) Ber. C 54.4 H 5.66 N 12.7 Gef. C 54.5 H 5.75 N 12.6. - **IR** (KBr): ν = 3432 cm⁻¹; 3085; 3058; 2969; 2938; 2878; 2556; 2362; 2057; 2031; 1915; 1630 (C=O); 1553; 1493; 1474; 1459; 1392; 1357; 1256; 1198; 1168; 1133; 1088; 1014; 962; 826; 789; 752; 708; 664; 648; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.87 [t, J = 7.5 Hz, 6H, -CH(-CH₂-CH₃)₂], 1.51-1.58 [m, 6H, -CO-NH-CH₂-CH₂-, -CH(-CH₂-CH₃)₂], 2.73 (br. s, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.85 [br. s, 1H, -CH(-CH₃)₂], 2.95 („q“, J = 6.3 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.06 (s, 2H, -CH₂-Ph), 7.17 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.26 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.35 („d“, J = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.52 („d“, J = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.18 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 80 °C): m/z (%) = 551 (4) [M⁺], 522 (100) [C₂₃H₂₆Cl₂N₅O₃S⁺], 408 (4) [C₁₇H₁₂Cl₂N₃O₃S⁺], 376 (6) [C₁₉H₂₇ClN₅O⁺], 234 (18) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (70) [C₇H₆Cl⁺], 126 (26) [C₈H₁₆N⁺], 100 (6) [C₆H₁₄N⁺], 86 (7) [C₆H₁₄N⁺].

4.2.8.7 Unverzweigte Alkylaminoderivate (Typ 18)

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-N-(2-butylamino-ethyl)-4-carboxamid (18a)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6c**), 10 mL (8.4 g, 72 mmol) 2-(Butylamino)-ethylamin, 6 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 194 °C, Ausb.: 0.4 g (48 %). - C₂₅H₃₂ClN₅O₃S (517.2) Ber. C 58.0 H 6.23 N 13.5 Gef. C 58.0 H 6.21 N 13.6. - **IR** (KBr): ν = 3430 cm⁻¹; 3061; 3026; 2958; 2935; 2871; 2348; 2330; 1648 (C=O); 1550; 1533; 1474; 1455; 1392; 1366; 1258; 1245; 1222; 1172; 1129; 1088; 1013; 967; 911; 895; 828; 787; 753; 701; 666; 625. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.85 (t, J = 7.1 Hz, 3H, -CH₂-CH₃), 1.28-1.33 (m, -CH₂-CH₂-CH₃), 1.50-1.52 (m, -CH₂-CH₂-CH₃), 1.88 (m, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 2.40 (t, J = 7.5 Hz, 2H, -CH₂-Ph), 2.86 (br. s, 4H, -CO-NH-CH₂-CH₂-NH₂⁺-CH₂-), 3.16 (br. s, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.70 (t, J = 6.7

Hz, 2H, $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$), 7.15-7.20 (m, 3H, 2-Ph-H, 4-Ph-H, 6-Ph-H), 7.26 (t, $J = 7.2$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.32 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.41 („d“, $J = 7.8$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.54 („d“, $J = 8$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.18 (br. s, 1H, austauschbar, $\text{-CO-NH-CH}_2\text{-}$), 8.40 (br. s, 2H, austauschbar, $\text{-CH}_2\text{-NH}_2^+\text{-CH}_2\text{-}$). - **MS** (70 eV, 100 °C): m/z (%) = 517 (1) [$\text{M}^{+\bullet}$], 419 (27) [$\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{ClN}_4\text{O}_3\text{S}^+$], 402 (13) [$\text{C}_{19}\text{H}_{17}\text{ClN}_3\text{O}_3\text{S}^+$], 257 (63) [$\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{N}_4\text{O}^+$], 228 (100) [$\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{O}^+$], 99 (29) [$\text{C}_6\text{H}_{13}\text{N}^+$], 91 (33) [C_7H_7^+], 86 (31) [$\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}^+$].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-butylamino-ethyl)-4-carboxamid (18b)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6g**), 10 mL (8.4 g, 72 mmol) 2-(Butylamino)-ethylamin, 4 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 190 °C, Ausb.: 0.4 g (42 %). - $\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{Cl}_2\text{N}_5\text{O}_3\text{S}$ (523.1) Ber. C 52.7 H 5.19 N 13.4 Gef. C 52.5 H 5.13 N 13.2. - **IR** (KBr): $\nu = 3332$ cm^{-1} ; 3061; 2961; 2934; 2872; 1910; 1649 (C=O); 1537; 1494; 1474; 1392; 1254; 1227; 1132; 1088; 1015; 970; 826; 790; 751; 709; 664; 647; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[\text{D}_6]$ DMSO): δ (ppm) = 0.85 (t, $J = 7.3$ Hz, 3H, $\text{-CH}_2\text{-CH}_3$), 1.25-1.34 (m, 2H, $\text{-CH}_2\text{-CH}_3$), 1.46-1.54 (m, 2H, $\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$), 2.81-2.85 (m, 4H, $\text{-CO-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2^+\text{-CH}_2\text{-}$), 3.06 („q“, $J = 5.8$ Hz, 2H, $\text{-CO-NH-CH}_2\text{-}$), 5.06 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Ph}$), 7.17 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.29 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.35 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.08 (t, $J = 6$ Hz, 1H, austauschbar, $\text{-CO-NH-CH}_2\text{-}$), 8.15 (br. s, 2H, austauschbar, $\text{-CH}_2\text{-NH}_2^+\text{-CH}_2\text{-}$). - **MS** (70 eV, 50 °C): m/z (%) = 523 (3) [$\text{M}^{+\bullet}$], 425 (24) [$\text{C}_{17}\text{H}_{15}\text{Cl}_2\text{N}_4\text{O}_3\text{S}^+$], 408 (9) [$\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_3\text{S}^+$], 263 (67) [$\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{ClN}_4\text{O}^+$], 234 (67) [$\text{C}_{11}\text{H}_9\text{ClN}_3\text{O}^+$], 125 (100) [$\text{C}_7\text{H}_6\text{Cl}^+$], 99 (85) [$\text{C}_6\text{H}_{13}\text{N}^+$], 86 (69) [$\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}^+$].

1-(3-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-butylamino-ethyl)-4-carboxamid (18c)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6h**), 10 mL (8.4 g, 72 mmol) 2-(Butylamino)-ethylamin, 7 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 212 °C, Ausb.: 0.9 g (94 %). - $\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{Cl}_2\text{N}_5\text{O}_3\text{S}$ (523.1) Ber. C 52.7 H 5.19 N 13.4 Gef. C 52.6 H 5.12 N 13.1. - **IR** (KBr): $\nu = 3385$ cm^{-1} ; 3343; 3210; 3061; 2959; 2935; 2871; 1732; 1599 (C=O); 1547; 1496; 1475; 1454; 1435; 1397; 1378; 1348; 1254; 1228; 1199; 1170; 1131; 1088; 1013; 971; 865; 827; 788; 753; 730; 708; 670; 657; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[\text{D}_6]$ DMSO): δ (ppm) = 0.85 (t, $J = 7.4$ Hz, 3H, $\text{-CH}_2\text{-CH}_3$), 1.23-1.34 (m, 2H, $\text{-CH}_2\text{-CH}_3$), 1.47-1.55 (m, 2H, $\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$), 2.82-2.86 (m, 4H, $\text{-CO-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2^+\text{-CH}_2\text{-}$), 3.08 („q“, $J = 5.5$ Hz, 2H, $\text{-CO-NH-CH}_2\text{-}$), 5.09 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Ph}$), 7.14 („d“, $J = 6.6$ Hz,

2H, 4-Ph-H), 7.18 (s, 1H, 2-Ph-H), 7.32 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.33-7.34 (m, 2H, 5-Ph-H, 6-Ph-H), 7.39 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.54 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.09 (t, $J = 6$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.26 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-). - **MS** (70 eV, 160 °C): m/z (%) = 523 (5) [M⁺], 425 (29) [C₁₇H₁₅Cl₂N₄O₃S⁺], 408 (16) [C₁₇H₁₂Cl₂N₃O₃S⁺], 348 (13) [C₁₇H₂₃ClN₅O⁺], 263 (74) [C₁₂H₁₂ClN₄O⁺], 234 (100) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (71) [C₇H₆Cl⁺], 99 (55) [C₆H₁₃N⁺], 86 (64) [C₅H₁₂N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-hexylamino-ethyl)-4-carboxamid (18d)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6g**), 10 mL (8.3 g, 57 mmol) 2-(Hexylamino)-ethylamin, 4 h, 100 °C.

Beige Kristalle (Ethanol), Schmp. 230 °C, Ausb.: 0.4 g (41 %). - C₂₅H₃₁Cl₂N₅O₃S (551.1) Ber. C 54.4 H 5.66 N 12.7 Gef. C 54.4 H 5.79 N 12.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3420$ cm⁻¹; 3060; 2958; 2931; 2858; 1643 (C=O); 1544; 1494; 1474; 1393; 1359; 1256; 1229; 1131; 1088; 1015; 969; 826; 790; 753; 708; 664; 648; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.83 (t, $J = 6.7$ Hz, 3H, -CH₂-CH₃), 1.25-1.29 (m, 6H, -CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃), 1.50-1.52 (m, 2H, -CH₂-CH₂-CH₃), 2.81-2.85 (m, 4H, -CO-NH-CH₂-CH₂-NH₂⁺-CH₂-), 3.07 („q“, $J = 5.7$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.05 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.17 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.30 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.35 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.08 (t, $J = 5.9$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.15 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-). - **MS** (70 eV, 200 °C): m/z (%) = 551 (1) [M⁺], 408 (6) [C₁₇H₁₂Cl₂N₃O₃S⁺], 263 (22) [C₁₂H₁₂ClN₄O⁺], 234 (30) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (91) [C₇H₆Cl⁺], 127 (50) [C₈H₁₇N⁺], 114 (25) [C₇H₁₆N⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-N-(3-methylamino-propyl)-4-carboxamid Semihydrat (18e)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6c**), 10 mL (8.4 g, 95 mmol) 3-(Methylamino)-propylamin, 6 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 143 °C, Ausb.: 0.7 g (88 %). - C₂₃H₂₉ClN₅O_{3.5}S (498.2) Ber. C 55.5 H 5.87 N 14.6 Gef. C 55.2 H 5.72 N 14.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3410$ cm⁻¹; 3297; 3026; 2943; 2859; 2782; 2739; 2362; 1649 (C=O); 1586; 1528; 1472; 1455; 1395; 1366; 1338; 1260; 1201; 1166; 1135; 1088; 1013; 966; 907; 828; 755; 701; 657; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.61-1.64 (m, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 1.85-1.91 (m, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 2.39-2.43 (m, 2H, CH₂-Ph), 2.52 (s, verdeckt unter H₂O, nach D₂O-Austausch sichtbar, 3H, -CH₃), 2.80 (t, $J = 7$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 3.01 („q“, $J = 6.3$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.66 (t, $J = 7.4$

Hz, 2H, $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$), 7.14-7.25 (m, 5H, Ph-H), 7.27 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.41 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.55 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.15 (br. s, 2H, austauschbar, $-\text{CH}_2\text{-NH}_2^+\text{-CH}_2\text{-}$), 8.26 (t, $J = 5.9$ Hz, 1H, austauschbar, $-\text{CO-NH-CH}_2\text{-}$). - **MS** (70 eV, 70 °C): m/z (%) = 489 (11) [M^+], 314 (9) [$\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_5\text{O}^+$], 271 (26) [$\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{N}_4\text{O}^+$], 257 (13) [$\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{N}_4\text{O}^+$], 228 (100) [$\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{O}^+$], 117 (21) [C_9H_9^+], 91 (100) [C_7H_7^+], 70 (42) [$\text{C}_4\text{H}_8\text{N}^+$], 44 (75) [$\text{C}_2\text{H}_6\text{N}^+$].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-methylamino-propyl)-4-carboxamid Hydrat (18f)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6g**), 10 mL (8.4 g, 95 mmol) 3-(Methylamino)-propylamin, 6 h, 120 °C. Braune Kristalle (Ethanol), Schmp. 204 °C, Ausb.: 0.6 g (88 %). - $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{Cl}_2\text{N}_5\text{O}_4\text{S}$ (514.4) Ber. C 49.0 H 4.90 N 13.6 Gef. C 49.2 H 5.22 N 13.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3431$ cm^{-1} ; 3089; 2957; 2791; 1631 (C=O); 1557; 1496; 1473; 1392; 1254; 1201; 1167; 1132; 1089; 1013; 972; 826; 791; 755; 707; 623. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[\text{D}_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.58 (tt, $J = 6.9$ Hz, 2H, $-\text{CO-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-}$), 2.52 (s, 3H, $-\text{CH}_3$), 2.77 (t, $J = 6.9$ Hz, 2H, $-\text{CO-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-}$), 2.96 („q“, $J = 6.4$ Hz, 2H, $-\text{CO-NH-CH}_2\text{-}$), 5.19 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Ph}$), 7.19 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.40 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.50 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.57 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.73 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 8.02 (t, $J = 6$ Hz, 1H, austauschbar, $-\text{CO-NH-CH}_2\text{-}$), 8.48 (br. s, 2H, austauschbar, $-\text{CH}_2\text{-NH}_2^+\text{-CH}_2\text{-}$). - **MS** (70 eV, 280 °C): m/z (%) = 495 (9) [M^+], 320 (5) [$\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{ClN}_5\text{O}^+$], 277 (22) [$\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{ClN}_4\text{O}^+$], 251 (39) [$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{ClN}_4\text{O}^+$], 234 (68) [$\text{C}_{11}\text{H}_9\text{ClN}_3\text{O}^+$], 125 (100) [$\text{C}_7\text{H}_6\text{Cl}^+$], 70 (33) [$\text{C}_4\text{H}_8\text{N}^+$], 57 (7) [$\text{C}_3\text{H}_7\text{N}^+$], 44 (52) [$\text{C}_2\text{H}_6\text{N}^+$].

1-(2-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-methylamino-propyl)-4-carboxamid Hydrat (18g)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6i**), 10 mL (8.4 g, 95 mmol) 3-(Methylamino)-propylamin, 6 h, 120 °C. Weiße Kristalle (Ethylacetat), Schmp. 212 °C, Ausb.: 0.7 g (77 %). - $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{Cl}_2\text{N}_5\text{O}_4\text{S}$ (514.4) Ber. C 49.0 H 4.90 N 13.6 Gef. C 49.3 H 4.53 N 13.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3402$ cm^{-1} ; 3358; 3064; 2955; 2803; 2363; 1624 (C=O); 1552; 1475; 1447; 1390; 1360; 1250; 1173; 1132; 1088; 1048; 1015; 972; 828; 790; 753; 705; 663; 626. - **¹H-NMR** / 400 MHz ($[\text{D}_6]$ DMSO): δ (ppm) = 1.61 (tt, $J = 6.7$ Hz, 2H, $-\text{CO-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-}$), 2.55 (s, 3H, $-\text{CH}_3$), 2.82 (t, $J = 7.2$ Hz, 2H, $-\text{CO-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-}$), 3.00 („q“, $J = 6.2$ Hz, 2H, $-\text{CO-NH-CH}_2\text{-}$), 5.05 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{-Ph}$), 6.69 („d“, $J = 7.3$ Hz, 1H, 3-Ph-H), 7.23-7.31 (m, 2H, 4-Ph-H, 5-Ph-H), 7.27 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.33 („d“, J

= 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.41 („d“, $J = 7.6$ Hz, 1H, 6-Ph-H), 7.48 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.21 (t, $J = 6$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.50 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-). - **MS** (70 eV, 80 °C): m/z (%) = 495 (27) [M⁺], 408 (8) [C₁₇H₂₂Cl₂N₃O₃S⁺], 320 (9) [C₁₅H₁₉ClN₅O⁺], 277 (33) [C₁₃H₁₄ClN₄O⁺], 251 (64) [C₁₁H₁₂ClN₄O⁺], 234 (100) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (80) [C₇H₆Cl⁺], 70 (5) [C₄H₈N⁺], 44 (5) [C₂H₆N⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-N-(3-propylamino-propyl)-4-carboxamid Dihydrat (18h)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6c**), 10 mL (8.4 g, 72 mmol) 3-(Propylamino)-propylamin, 5 h, 120 °C. Weiße Kristalle (Ethanol), Schmp. 150 °C, Ausb.: 0.4 g (45 %). - C₂₃H₃₆ClN₅O₅S (553.2) Ber. C 54.3 H 6.56 N 12.7 Gef. C 54.3 H 6.18 N 12.4. - **IR** (KBr): $\nu = 3399$ cm⁻¹; 3025; 2965; 2940; 2879; 2792; 2524; 2420; 1954; 1911; 1643 (C=O); 1586; 1535; 1506; 1475; 1454; 1397; 1367; 1341; 1262; 1197; 1167; 1089; 1029; 1014; 969; 950; 894; 828; 755; 703; 659; 621. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.89 (t, $J = 7.4$ Hz, 3H, -CH₂-CH₃), 1.56-1.63 (m, 2H, -CH₂-CH₃), 1.66-1.69 (m, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 1.95-2.10 (m, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 2.42 (t, $J = 7.6$ Hz, verdeckt unter H₂O, nach D₂O-Austausch sichtbar, 2H, CH₂-Ph), 2.81 (br. s, 4H, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-), 3.04 (br. s, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.92 (br. s, 2H, CH₂-CH₂-CH₂-Ph), 7.18-7.21 (m, 3H, 2-Ph-H, 4-Ph-H, 6-Ph-H), 7.27 (t, $J = 7.5$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.55 („d“, $J = 8.7$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.60 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.83 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 8.01 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.51 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-). - **MS** (70 eV, 80 °C): m/z (%) = 517 (20) [M⁺], 488 (23) [C₂₃H₂₇ClN₅O₃S⁺], 402 (12) [C₁₉H₁₇ClN₃O₃S⁺], 342 (40) [C₁₉H₂₈N₅O⁺], 271 (35) [C₁₅H₁₉N₄O⁺], 245 (43) [C₁₃H₁₇N₄O⁺], 228 (100) [C₁₃H₁₄N₃O⁺], 117 (16) [C₉H₉⁺], 98 (62) [C₆H₁₂N⁺], 91 (68) [C₇H₇⁺], 72 (20) [C₄H₁₀N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-propylamino-propyl)-4-carboxamid (18i)

Aus 0.6 g (1.3 mmol) (**6g**), 10 mL (8.4 g, 72 mmol) 3-(Propylamino)-propylamin, 6 h, 120 °C. Weiße Kristalle (SC \varnothing 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 37 g : 0.5 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 85 : 15), Schmp. 202 °C, Ausb.: 0.3 g (44 %). - C₂₃H₂₇Cl₂N₅O₃S (523.1) Ber. C 52.7 H 5.19 N 13.4 Gef. C 52.7 H 5.11 N 13.1. - **IR** (KBr): $\nu = 3428$ cm⁻¹; 3060; 2967; 2936; 2877; 2856; 2537; 2448; 2360; 2341; 1910; 1631 (C=O); 1554; 1493; 1474; 1392;

1358; 1256; 1200; 1132; 1088; 1015; 967; 826; 790; 753; 708; 664, 649; 623. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.88 (t, *J* = 7.5 Hz, 3H, -CH₂-CH₃), 1.53-1.60 (m, 4H, -CO-NH-CH₂-CH₂-, -CH₂-CH₃), 2.74-2.81 (m, 4H, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-), 2.94 („q“, *J* = 6.2 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.04 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.16 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.26 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.34 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.38 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.14 (t, *J* = 6 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.15 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-). - **MS** ([+]-FAB, CH₃OH/m-NO₂-Benzylalkohol): *m/z* (%) = 524 (100) [M⁺+H], 234 (34) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (95) [C₇H₆Cl⁺].

1-(3-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-propylamino-propyl)-4-carboxamid (18j)

Aus 0.6 g (1.3 mmol) (**6h**), 10 mL (8.4 g, 72 mmol) 3-(Propylamino)-propylamin, 6 h, 120 °C. Gelbe Kristalle (2-Propanol), Schmp. 144 °C, Ausb.: 0.3 g (44 %). - C₂₃H₂₇Cl₂N₅O₃S (523.1) Ber. C 52.7 H 5.19 N 13.4 Gef. C 52.6 H 5.01 N 13.1. - **IR** (KBr): ν = 3310 cm⁻¹; 3059; 2965; 2937; 2876; 2536; 2434; 1910; 1727; 1631 (C=O); 1600; 1553; 1474; 1392; 1354; 1255; 1230; 1198; 1170; 1132; 1088; 1013; 969; 866; 827; 786; 753; 707; 669, 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.88 (t, *J* = 7.5 Hz, 3H, -CH₂-CH₃), 1.52-1.64 (m, 4H, -CO-NH-CH₂-CH₂-, -CH₂-CH₃), 2.77-2.84 (m, 4H, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-), 2.95 („q“, *J* = 6.3 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.06 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.12 („d“, *J* = 5.4 Hz, 1H, 4-Ph-H), 7.16 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.30-7.33 (m, 3H, 2-Ph-H, 5-Ph-H, 6-Ph-H), 7.38 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.16 (t, *J* = 6.2 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.35 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-). - **MS** (70 eV, 50 °C): *m/z* (%) = 523 (15) [M⁺], 494 (20) [C₂₁H₂₂Cl₂N₅O₃S⁺], 408 (10) [C₁₇H₁₂Cl₂N₃O₃S⁺], 348 (24) [C₁₇H₂₃ClN₅O⁺], 277 (31) [C₁₃H₁₄ClN₄O⁺], 251 (22) [C₁₁H₁₂ClN₄O⁺], 234 (67) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (94) [C₇H₆Cl⁺], 98 (100) [C₆H₁₂N⁺], 72 (30) [C₄H₁₀N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-butylamino-propyl)-4-carboxamid (18k)

Aus 0.6 g (1.3 mmol) (**6g**), 10 g (77 mmol) (**10a**), 6 h, 120 °C. Weiße Kristalle (SC ø 2 cm, Kieselgel/aufgetragene Substanzmenge 37 g : 0.5 g, FM: CH₂Cl₂/mit NH₃ gesättigtes Methanol 85 : 15), Schmp. 196 °C, Ausb.: 0.3 g (44 %). - C₂₄H₂₉Cl₂N₅O₃S (538.5) Ber. C 53.5 H 5.43 N 13.0 Gef. C 53.5 H 5.45 N 12.9. - **IR** (KBr): ν = 3398 cm⁻¹; 3327;

3052; 2961; 2934; 2871; 2799; 2739; 2566; 2492; 2467; 2050; 1911; 1841; 1784; 1630 (C=O); 1553; 1528; 1494; 1474; 1441; 1393; 1378; 1358; 1255; 1195; 1131; 1088; 1015; 973; 896; 852; 826; 789; 753; 730; 708; 653; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 0.86 (t, *J* = 7.3 Hz, 3H, -CH₂-CH₃), 1.24-1.36 (m, 2H, -CH₂-CH₃), 1.49-1.54 (m, 2H, -CH₂-CH₂-CH₃), 1.56-1.61 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.76 (t, *J* = 7 Hz, 2H, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-), 2.82 (t, *J* = 7.7 Hz, 2H, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-), 2.94 („q“, *J* = 6.3 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.04 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.16 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.27 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.35 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.53 („d“, *J* = 8.5 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.15 (t, *J* = 6.2 Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 8.29 (br. s, 2H, austauschbar, -CH₂-NH₂⁺-CH₂-). - **MS** (70 eV, 100 °C): *m/z* (%) = 537 (11) [M⁺], 494 (20) [C₂₁H₂₂Cl₂N₅O₃S⁺], 408 (5) [C₁₇H₁₂Cl₂N₃O₃S⁺], 362 (22) [C₁₈H₂₅ClN₅O⁺], 277 (23) [C₁₃H₁₄ClN₄O⁺], 251 (15) [C₁₁H₁₂ClN₄O⁺], 234 (37) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 112 (66) [C₇H₁₄N⁺], 86 (17) [C₅H₁₂N⁺].

4.2.8.8 Phenyl- und Phenylmethyaminoderivate (Typ 19)

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(2-phenylethyl)-1H-imidazol-N-(2-phenylamino-ethyl)-4-carboxamid (**19a**)

Aus 1.2 g (2.8 mmol) (**6b**), 10 mL (10.5 g, 77 mmol) 2-(Phenylamino)-ethylamin, 6 h, 120 °C.

Gelbe Kristalle (Ethanol), Schmp. 139 °C, Ausb.: 1.1 g (78 %). - C₂₆H₂₆ClN₅O₃S (523.1) Ber. C 59.6 H 5.00 N 13.4 Gef. C 59.6 H 5.14 N 13.3. - **IR** (KBr): ν = 3393 cm⁻¹; 3086; 3058; 3026; 2936; 2836; 2763; 1910; 1824; 1774; 1648 (C=O); 1622; 1603; 1588; 1506; 1475; 1454; 1438; 1396; 1331; 1274; 1260; 1233; 1219; 1195; 1167; 1133; 1089; 1029; 1013; 992; 916; 902; 872; 826; 801; 755; 696; 661; 626. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.91 (t, *J* = 6.3 Hz, 2H, CH₂-NH-Ph'), 3.05-3.12 (m, 4H, -CO-NH-CH₂-, CH₂-Ph), 4.21 (t, *J* = 7.6 Hz, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 5.63 (s, 1H, austauschbar, CH₂-NH-Ph'), 6.50-6.60 (m, 3H, 2-Ph'-H, 4-Ph'-H, 6-Ph'-H), 7.04-7.09 (m, 2H, 3-Ph'-H, 5-Ph'-H), 7.17-7.32 (m, 5H, Ph-H), 7.51 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.61 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.88 (br. s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.88 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 10.32 (s, 1H, austauschbar, NH-Suph). - **MS** (70 eV, 50 °C): *m/z* (%) = 523 (17) [M⁺], 418 (6) [C₁₉H₁₉ClN₄O₃S⁺], 405 (30) [C₁₈H₁₈ClN₄O₃S⁺], 388 (23) [C₁₈H₁₅ClN₃O₃S⁺], 348 (5) [C₂₀H₂₂N₅O⁺], 243 (51)

[C₁₃H₁₅N₄O⁺], 214 (100) [C₁₂H₁₂N₃O⁺], 119 (43) [C₈H₉N⁺], 106 (70) [C₇H₈N⁺], 105 (70) [C₈H₉⁺], 104 (21) [C₈H₈⁺], 91 (8) [C₇H₇⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-N-(2-phenylamino-ethyl)-4-carboxamid (**19b**)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6c**), 10 mL (10.5 g, 77 mmol) 2-(Phenylamino)-ethylamin, 6 h, 120 °C. Braune Kristalle (2-Propanol), Schmp. 132 °C, Ausb.: 0.4 g (47 %). - C₂₇H₂₈ClN₅O₃S (537.2) Ber. C 60.3 H 5.25 N 13.0 Gef. C 60.2 H 5.18 N 12.9. - IR (KBr): ν = 3393 cm⁻¹; 3087; 3058; 3025; 2938; 2849; 2757; 2359; 2342; 1912; 1646 (C=O); 1603; 1587; 1506; 1475; 1453; 1436; 1397; 1371; 1342; 1260; 1234; 1215; 1196; 1167; 1135; 1089; 1029; 1014; 992; 969; 894; 873; 827; 755; 696; 659; 637. - ¹H-NMR / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.02-2.10 (m, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 2.53 (t, *J* = 7.6 Hz, 2H, CH₂-Ph), 2.92 (t, *J* = 6.3 Hz, 2H, -CH₂-NH-Ph'), 3.07 („q“, *J* = 6.4 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 4.00 (t, *J* = 7.2 Hz, 2H, CH₂-CH₂-CH₂-Ph), 5.60 (s, 1H, austauschbar, CH₂-NH-Ph'), 6.50 (t, *J* = 7.2 Hz, 1H, 4-Ph'-H), 6.56 („d“, *J* = 7.9 Hz, 2H, 2-Ph'-H, 6-Ph'-H), 7.04 (t, *J* = 7.9 Hz, 2H, 3-Ph'-H, 5-Ph'-H), 7.17-7.22 (m, 3H, 2-Ph-H, 4-Ph-H, 6-Ph-H), 7.27 (t, 2H, *J* = 7.5 Hz, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.51 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.58 („d“, *J* = 8.6 Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.83 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 7.91 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 10.24 (s, 1H, austauschbar, NH-Suph). - MS (70 eV, 100 °C): *m/z* (%) = 537 (20) [M⁺], 419 (33) [C₁₈H₁₈ClN₅O₃S⁺], 402 (24) [C₁₉H₁₇ClN₃O₃S⁺], 362 (6) [C₂₁H₂₄N₅O⁺], 257 (51) [C₁₄H₁₇N₄O⁺], 228 (100) [C₁₃H₁₄N₃O⁺], 119 (45) [C₈H₉N⁺], 106 (64) [C₇H₈N⁺], 91 (46) [C₇H₇⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-phenylamino-ethyl)-4-carboxamid Monohydrat (**19c**)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6g**), 10 mL (10.5 g, 77 mmol) 2-(Phenylamino)-ethylamin, 30 h, 120 °C. Weiße Kristalle (2-Propanol), Schmp. 132 °C, Ausb.: 0.4 g (39 %). - C₂₅H₂₅Cl₂N₅O₄S (561.1) Ber. C 53.5 H 4.49 N 12.5 Gef. C 53.8 H 4.23 N 12.7. - IR (KBr): ν = 3395 cm⁻¹; 3091; 3054; 3025; 2939; 2841; 2753; 2362; 2338; 1911; 1769; 1646 (C=O); 1602; 1587; 1504; 1475; 1434; 1397; 1375; 1343; 1258; 1235; 1165; 1132; 1091; 1015; 992; 873; 826; 755; 694; 661; 622. - ¹H-NMR / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.89 (t, *J* = 6.6 Hz, 2H, -CH₂-NH-Ph'), 3.06 („q“, *J* = 6.6 Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 5.29 (s, 2H, CH₂-Ph), 6.49-6.56 (m, 3H, 2-Ph'-H, 4-Ph'-H, 6-Ph'-H), 7.04 (t, *J* = 7.9 Hz, 2H, 3-Ph'-H, 5-Ph'-H), 7.22 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.43 („d“, *J* = 8.4 Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.51 („d“, *J* = 8.1 Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.58

(,d“, $J = 8.6$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.81 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.89 (t, $J = 6$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-), 10.30 (br. s, 1H, austauschbar, -NH-Suph). - **MS** (70 eV, 80 °C): m/z (%) = 543 (14) [M⁺], 408 (11) [C₁₇H₁₂Cl₂N₃O₃S⁺], 425 (16) [C₁₇H₁₅Cl₂N₄O₃S⁺], 263 (47) [C₁₂H₁₂ClN₄O⁺], 234 (65) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 125 (100) [C₇H₆Cl⁺], 119 (73) [C₈H₉N⁺], 106 (73) [C₇H₈N⁺], 91 (46) [C₇H₇⁺].

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-1-(3-phenylpropyl)-1H-imidazol-N-(2-benzylamino-ethyl)-4-carboxamid (**19d**)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6c**), 10 g (66 mmol) 2-(Benzylamino)-ethylamin, 4 h, 120 °C.

Braune Kristalle (2-Propanol), Schmp. 182 °C, Ausb.: 0.4 g (40 %). - C₂₈H₃₀ClN₅O₃S (551.2) Ber. C 60.9 H 5.48 N 12.7 Gef. C 60.8 H 5.45 N 12.6. - **IR** (KBr): $\nu = 3371$ cm⁻¹; 3343; 3083; 3061; 3028; 2938; 2857; 2819; 2662; 2414; 2348; 1952; 1902; 1810; 1651 (C=O); 1550; 1534; 1475; 1455; 1392; 1377; 1259; 1245; 1221; 1171; 1130; 1088; 1028; 1014; 967; 826; 788; 753; 700; 659; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.88-1.95 (m, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 2.42 (t, $J = 7.9$ Hz, 2H, CH₂-Ph), 2.80 (t, $J = 5.7$ Hz, 2H, -CH₂-NH-CH₂-Ph'), 3.14 (,q“, $J = 5.6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 3.77 (t, $J = 7.3$ Hz, 2H, CH₂-CH₂-CH₂-Ph), 4.04 (s, 2H, -CH₂-Ph'), 7.15 (d, $J = 6.9$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.20 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.26 (t, $J = 7.4$ Hz, 2H, 4-Ph-H, 4-Ph'-H), 7.36-7.45 (m, 8H, 2-Ph'-H, 3-Ph'-H, 5-Ph'-H, 6-Ph'-H, 3-Ph-H, 5-Ph-H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.54 (,d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.15 (t, $J = 5.6$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 120 °C): m/z (%) = 551 (1) [M⁺], 402 (6) [C₁₉H₁₇ClN₃O₃S⁺], 376 (9) [C₂₂H₂₆N₅O⁺], 257 (26) [C₁₄H₁₇N₄O⁺], 228 (100) [C₁₃H₁₄N₃O⁺], 133 (10) [C₉H₁₁N⁺], 120 (31) [C₈H₁₀N⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(2-benzylamino-ethyl)-4-carboxamid (**19e**)

Aus 0.8 g (1.8 mmol) (**6g**), 10 g (66 mmol) 2-(Benzylamino)-ethylamin, 6 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 211 °C, Ausb.: 0.4 g (40 %). - C₂₆H₂₅Cl₂N₅O₃S (557.1) Ber. C 55.9 H 4.51 N 12.5 Gef. C 55.9 H 4.64 N 12.5. - **IR** (KBr): $\nu = 3431$ cm⁻¹; 3347; 3061; 2959; 2832; 2446; 2365; 1909; 1643 (C=O); 1631; 1547; 1494; 1475; 1457; 1433; 1394; 1358; 1257; 1229; 1168; 1129; 1088; 1015; 972; 826; 790; 753; 701; 664; 649; 622. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 2.80 (t, $J = 6.6$ Hz, 2H, -CH₂-NH-CH₂-Ph'), 3.08 (,q“, $J = 5.8$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-), 4.06 (s, 2H, -CH₂-Ph'), 5.10 (s, 2H, CH₂-Ph), 7.18 (,d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.35-7.41 (m, 4H, 3-Ph'-H, 4-Ph'-H, 5-Ph'-H, 2-Imidazol-H), 7.36 (,d“, $J = 8.4$ Hz, 2H,

3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.39 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.44 („d“, $J = 7$ Hz, 2H, 2-Ph'-H, 6-Ph'-H), 7.53 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 8.10 (t, $J = 5.6$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 80 °C): m/z (%) = 557 (1) [M⁺], 382 (12) [C₂₀H₂₁ClN₅O⁺], 263 (20) [C₁₂H₁₂ClN₄O⁺], 234 (33) [C₁₁H₉ClN₃O⁺], 133 (23) [C₉H₁₁N⁺], 125 (68) [C₇H₆Cl⁺], 120 (22) [C₈H₁₀N⁺], 91 (100) [C₇H₇⁺].

4.2.8.9 Primäre Aminoalkylderivate (Typ 20)

5-(4-Chlorphenylsulfonylamino)-(2-phenylethyl)-1H-imidazol-N-(3-amino-propyl)-4-carboxamid Sesquihydrat (20a)

Aus 0.7 g (1.6 mmol) (**6b**), 10 mL (8.9 g, 118 mmol) 3-Amino-propylamin, 18 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (2-Propanol), Schmp. 268 °C, Ausb.: 0.2 g (25 %). - C₂₁H₂₇ClN₅O_{4.5}S (488.2) Ber. C 51.7 H 5.57 N 14.3 Gef. C 52.0 H 5.37 N 14.2. - **IR** (KBr): $\nu = 3401$ cm⁻¹; 3260; 3087; 3062; 3028; 2936; 2253; 2091; 2054; 1627 (C=O); 1556; 1533; 1499; 1475; 1455; 1439; 1392; 1356; 1254; 1227; 1201; 1163; 1131; 1088; 1031; 1012; 1003; 967; 912; 828; 788; 754; 701; 664; 627. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.55-1.58 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.67 (t, $J = 6.6$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-CH₂-), 2.92-2.99 (m, 4H, CH₂-Ph, -CO-NH-CH₂-), 3.96 (t, $J = 7.8$ Hz, 2H, CH₂-CH₂-Ph), 7.14 (d, $J = 7.3$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.19-7.30 (m, 4H, 3-Ph-H, 4-Ph-H, 5-Ph-H, 2-Imidazol-H), 7.41 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.57 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.75 (br. s, 3H, austauschbar, -CH₂-NH₃⁺), 8.22 (br. s, 1H, austauschbar, -CO-NH-CH₂-). - **MS** (70 eV, 45 °C): m/z (%) = 461 (34) [M⁺], 388 (7) [C₁₈H₁₅ClN₃O₃S⁺], 286 (5) [C₁₅H₂₀N₅O⁺], 257 (19) [C₁₄H₁₇N₄O⁺], 231 (47) [C₁₂H₁₅N₄O⁺], 214 (97) [C₁₂H₁₂N₃O⁺], 105 (100) [C₈H₉⁺], 104 (30) [C₈H₈⁺], 91 (10) [C₇H₇⁺], 56 (13) [C₃H₆N⁺], 30 (32) [CH₄N⁺].

1-(4-Chlorphenylmethyl)-5-(4-chlorphenylsulfonylamino)-1H-imidazol-N-(3-amino-propyl)-4-carboxamid Semihydrat (20b)

Aus 0.6 g (1.3 mmol) (**6g**), 10 mL (8.9 g, 118 mmol) 3-Amino-propylamin, 18 h, 120 °C.

Weißer Kristalle (Ethanol), Schmp. 252 °C, Ausb.: 0.3 g (47 %). - C₂₀H₂₁Cl₂N₅O_{3.5}S (490.1) Ber. C 49.0 H 4.52 N 14.3 Gef. C 48.8 H 4.43 N 14.3. - **IR** (KBr): $\nu = 3411$ cm⁻¹; 3367; 3060; 3025; 2982; 2341; 1916; 1627 (C=O); 1554; 1493; 1477; 1437; 1392; 1355; 1253; 1201; 1171; 1131; 1089; 1015; 961; 826; 790; 754; 708; 666; 649; 624. - **¹H-NMR** / 400 MHz ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 1.51-1.57 (m, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-), 2.64 (t, $J = 6.8$ Hz, 2H, -CO-NH-CH₂-CH₂-

CH_2^-), 2.92 („q“, $J = 6.3$ Hz, 2H, -CO-NH- CH_2^-), 5.07 (s, 2H, CH_2 -Ph), 7.17 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 2-Ph-H, 6-Ph-H), 7.26 (s, 1H, 2-Imidazol-H), 7.35 („d“, $J = 8.4$ Hz, 2H, 3-Ph-H, 5-Ph-H), 7.38 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 3-Suph-H, 5-Suph-H), 7.52 („d“, $J = 8.5$ Hz, 2H, 2-Suph-H, 6-Suph-H), 7.60 (br. s, 3H, austauschbar, - $CH_2-NH_3^+$), 8.13 (t, $J = 6.1$ Hz, 1H, austauschbar, -CO-NH- CH_2^-).

- **MS** (70 eV, 60 °C): m/z (%) = 481 (19) [M^{+}], 277 (13) [$C_{13}H_{14}ClN_4O^+$], 251 (31) [$C_{11}H_{12}ClN_4O^+$], 234 (48) [$C_{11}H_9ClN_3O^+$], 125 (100) [$C_7H_6Cl^+$], 56 (10) [$C_3H_6N^+$], 30 (20) [CH_4N^+].