

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56994

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12 p, 8/01

Zgłoszono: 05.I.1967 (P 118 334)

Pierwszeństwo:

MKP C 07 d

49/14

Opublikowano: 31.III.1969

UKD

Twórca wynalazku: Stanisław Pizoń

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania pochodnych 1-arylo-3-metylopirazolonu-5

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania pochodnych 1-arylo-3-metylopirazolonu-5 o wzorze ogólnym 1, w którym A oznacza rodnik aromatyczny taki, jak fenylen, naftylen lub antranylen względnie rodnik heterocykliczny, ewentualnie podstawiony atomami chlorowców, grupami karboksyarylowymi, karboksyalkilowymi, sulfonowymi i karboksylowymi, a B oznacza resztę fenylową, dwufenylową lub naftylową, ewentualnie podstawioną grupami alkilowymi, alkoksylowymi, arylooksyłowymi, alkiloaminowymi, aryloaminowymi, benzoiloaminowymi, sulfonamidowymi, mono- i dwu-alkilosulfonamidowymi, alkilosulfonyłowymi, hydroksyalkilosulfonyłowymi, atomami chlorowców oraz grupami sulfonowymi i karboksylowymi i w których pierścien pirazolonowy występuje w rodniku A w położeniu orto do grupy -CO-NH-B.

Stwierdzono, że związek o wzorze ogólnym 2, w którym A i B mają wyżej podane znaczenie, ulega pod wpływem środków redukujących reakcji otwarcia pierścienia triazonowego z wytworzeniem odpowiedniej hydrazyny o wzorze ogólnym 3, w którym A i B mają wyżej podane znaczenie i w której grupa -NH-NH₂ występuje w rodniku A w położeniu orto do grupy -CO-NH-B. Otrzymaną hydrazynę o wzorze ogólnym 3 kondensuje się następnie w znany sposób z estrem metylowym lub etylowym kwasu acetylooctowego, przy czym

2

otrzymuje się nowe pochodne 1-arylo-3-metylopirazolonu-5 o wzorze ogólnym 1.

Według wynalazku związek o wzorze 2 poddaje się reakcji otwarcia pierścienia triazonowego za pomocą środków redukujących takich, jak żelazo lub chlorek cynawy.

Otrzymaną hydrazynę o wzorze 3 kondensuje się, jak już wspomniano, w znany sposób z estrem acetylooctowym.

Otrzymane sposobem według wynalazku nowe pochodne 1-arylo-3-metylopirazolonu-5 o wzorze 1 można stosować jako składniki bierne do otrzymywania barwników azowych.

Przykład I. 40 g 80% soli sodowej 2'-metylofenylo-7-sulfobenzotriazonu rozpuszcza się w 500 ml wody, zakwasza 100 ml 30% kwasu solnego i dodaje w temperaturze 20°C porcjami około 50 g krystalicznego chlorku cynawego. Redukcję prowadzi się do całkowitego zaniku żółtego zabarwienia wydzielającego się z roztworu osadu. Wydzielony biały krystaliczny osad hydrazyny odsącza się i przemywa od kwasu solnego 10% wodnym roztworem chlorku sodowego. Następnie rozbełtuje się osad hydrazyny w 500 ml wody, dodaje 15 g estru etylowego kwasu acetylooctowego, miesza, zobojętnia węglanem sodowym do wartości pH = 7 i ogrzewa stopniowo do temperatury 70°C. Utworzony 1-[2'-(o-tolilokarbamyl)-5'-sulfo]-fenylo-3-metylopirazolon-5 wydzielą się z roztworu przez zakwa-

szenie 10% kwasem solnym, po uprzednim odsączeniu nierozpuszczalnych zawiesin.

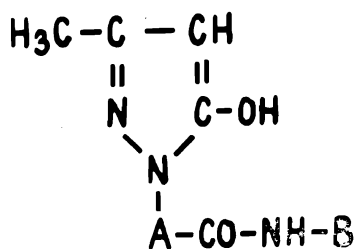
Przykład II. Postępując według przykładu I, lecz stosując jako produkt wyjściowy 36 g 87,5% 2'-sulfo- 4'-metylofenylobenzotriazonu otrzymuje się 1-[2'-(2"-sulfo-4"-metylofenylokarbamyl)-fenylo-3-metylopirazon-5.

Zastrzeżenia patentowe

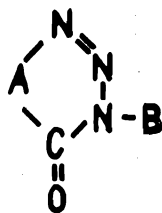
1. Sposób wytwarzania pochodnych 1-arylo-3-metylopirazonu-5 o wzorze ogólnym 1, w którym A oznacza rodnik aromatyczny taki, jak fenylen, naftylen, antranylen względnie rodnik heterocykliczny, ewentualnie podstawiony atomami chlorowców, grupami karboksyarylowymi, karboksyalkilowymi, sulfonowymi i karboksylowymi, a B oznacza resztę fenylową, dwufenylową lub naftylową, ewentualnie podstawioną grupami alkilowymi, alkoksylowymi, arylooksylo-

mi, alkiloaminowymi, aryloaminowymi, benzoiloaminowymi, sulfonamidowymi, mono- i dwualkilosulfonamidowymi, mono- i dwuarylosulfonamidowymi, alkilosulfonylowymi, hydroksyalkilosulfonylowymi, atomami chlorowców oraz grupami sulfonowymi i karboksylowymi i w którym pierścień pirazonowy występuje w rodniku A w położeniu orto do grupy -CO-NH-B, **znamienny tym**, że związek o wzorze 2, w którym A i B mają wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji otworzenia pierścienia triazonowego w środowisku redukującym, po czym otrzymaną hydrazynę o wzorze ogólnym 3, w którym A i B mają wyżej podane znaczenie, kondensuje się z estrem metylowym lub etylowym kwasu acetylooctowego.

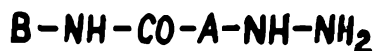
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję otworzenia pierścienia triazonowego prowadzi się za pomocą środków redukujących takich, jak żelazo lub chlorek cynawy.



Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3