



## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

027d 51/04

Nr 44960

Kl. 12 p, 6

VEB Farbenfabrik Wolfen\*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

### Sposób wytwarzania 3-(4'-aminobenzenosulfonamido)-6-alkoksypirydazyn

Patent trwa od dnia 9 października 1959 r.

Pierwszeństwo: 28 lutego 1959 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Wiadomo, że 3-(4'-aminobenzenosulfonamido)-6-metoksypirydazynę otrzymuje się przez stapianie 4-acetyloaminobenzenosulfochloru z węglanem potasowym i traktowanie powstałego produktu reakcją pod ciśnieniem metylanem sodowym. Dalej możliwa jest kondensacja 3-amino-6-metoksypirydazyny z 4-acetyloaminobenzenosulfochlorkiem w obecności pirydyny z utworzeniem 3-(4'-aminobenzenosulfonamido)-6-metoksypirydazyny. W tej znanej metodzie, szczególnie przy kondensacji za pomocą pirydyny, nie otrzymuje się czystego produktu tak, że wymagane jest kilkakrotne rozpuszczenie i ponowne wytrącenie.

Stwierdzono, że 3-(4'-aminobenzenosulfonamido)-6-alkoksypirydazynę otrzymać można,

jeżeli poddaje się reakcji 1 mol 3-amino-6-alkoksypirydazyny z 2 molami 4-acetyloaminobenzenosulfochloru w obecności mieszaniny trójmetyloaminy i trójetyloaminy jako środka wiążącego HCl. Powstaje przede wszystkim 3-[bis-(4'-acetyloaminobenzenosulfonylo)-amino]-6-alkoksypirydazyna, którą można łatwo wydzielić i poddać zmydleniu do odpowiednich 3-(4'-aminobenzenosulfonamido)-6-alkoksypirydazyn.

Przy otrzymywaniu metoksypochodnych produkt końcowy wytrąca się albo w postaci odmiany A o temperaturze topnienia 157,5—158,5°C, albo odmiany B o temperaturze topnienia 179—180°C (temperatury topnienia podano według Boetiusa). Przez zaszczepienie odpowiednich kryształów można otrzymać odpowiednią odmianę. Odmiana A jest nieco łatwiej rozpuszczalna w wodzie i rozpuszczalnikach organicznych od odmiany B.

Zaletą sposobu według wynalazku jest to,

\*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są dr Erich Brand, dr Günther Pellmann i dypl. chem. Kurt Rieckhoff.

że przy wytwarzaniu 3-(4'-aminobenzenosulfonoamido)-6-alkoksypirydazyn poprzez odpowiednie bis-połączenia, powstałe produkty wytrącają się w postaci czystej. Również wydajności, otrzymywane przy stosowaniu sposobu według wynalazku są wyższe, niż przy dotychczasowych metodach otrzymywania.

Przykład. Do mieszaniny 12.5 g (0.1 mola) 3-amino-6-metoksypirydazyny, 46.7 g (0.2 mola) 4-(acetyloaminobenzenosulfochloru i 90 ml chloru metylenu wkrapla się, mieszając w temperaturze 39—40°C w ciągu 30 minut 20.4 g bezwodnej mieszaniny 75 części wagowych trójetyloaminy i 25 części wagowych trójmetyloaminy. Mieszaninę reakcyjną miesza się ponownie w ciągu 2 godzin, zadaje powtórnie 3.6 g mieszaniny amin i miesza dalej w ciągu 4 godzin w tej samej temperaturze. Po 12 godzinach stania odsącza się bis-związek i zalewa 50—100 ml chloru metylenu. Powstałe przy kondensacji produkty uboczne pozostają w przesączu. Bis-związek ogrzewa się z 200 ml wody destylowanej do temperatury 80—90°C, po ochłodzeniu odsącza się, zalewa się dwukrotnie 50 ml wody destylowanej i suszy w próżni w temperaturze 45—50°C.

Wydajność wynosi 37.5 g 3-bis-(4'-acetyloaminobenzenosulfonylo) - amino - 6-metoksypirydazyny, co odpowiada 72% wydajności teoretycznej. Produkt topnieje z rozkładem w temperaturze około 230°C. Bis-związek poddaje się zmydleniu za pomocą 175 ml 2 n ługu sodowego, mieszając i ogrzewając do wrzenia w ciągu 50 minut, przy czym roztwór zabarwia się na kolor jasno-żółty. Roztwór zadaje się energicznie mieszając w temperaturze 70—80°C ma-

łą ilością 30%-owego kwasu octowego aż do początku zmetnienia i w końcu dodaje się kroplami 2 n kwasu solnego, przy czym końcowa wartość pH wynosi około 7. Wytrąca się kryształiczna 3-(4'-aminobenzenosulfonoamido) - pirydazyna (jasnożółte słupki). Miesza się jeszcze w ciągu 2—3 godzin do ostygnięcia, po czym oziębia lodem do temperatury 0°C, odsącza, dwukrotnie zalewa 50 ml wody z lodem i suszy w próżni w temperaturze 45—50°C. Wydajność wynosi 17 g 3-(4'-aminobenzenosulfonoamido)-6-metoksypirydazyny, 84% wydajności teoretycznej w stosunku do bis-związku, ewentualnie 60.5% wydajności teoretycznej w stosunku do 3-amino-6-metoksypirydazyny (teoretyczna = 28 g).

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 3-(4'-aminobenzenosulfonoamido) - 6 - alkoksypirydazyn z 3-amino-6-alkoksypirydazyny i 4 - acetyloaminobenzenosulfochloru, znamienny tym, że poddaje się kondensacji 1 mol 3-amino-6-alkoksypirydazyny z 2 moli 4-acetyloaminobenzenosulfochloru w obecności mieszaniny trójmetyloaminy i trójetyloaminy, powstałą 3-[bis-(4'-acetyloaminobenzenosulfonylo)-amino]-6-alkoksypirydazynę wydziela się i przeprowadza przez zmydlenie w 3-(4'-aminobenzenosulfonoamido) - 6-alkoksypiradazynę.

VEB Farbenfabrik Wolfen

Zastępca: dr Andrzej Au

rzecznik patentowy