



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

226916

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 253/06

[22] Prihlášené 24 11 81

[21] [PV 8609-81]

[40] Zverejnené 24 06 83

[45] Vydané 15 05 86

(75)
Autor vynálezu

BEŠKA EMANUEL ing. CSc., KURUC LUDOVÍT RNDr. CSc., KONEČNÝ
VÁCLAV RNDr. CSc., VARKONDA ŠTEFAN RNDr. CSc., BRATISLAVA

(54) N-arénsulfonyl-N'-[1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močoviny a spôsob ich prípravy

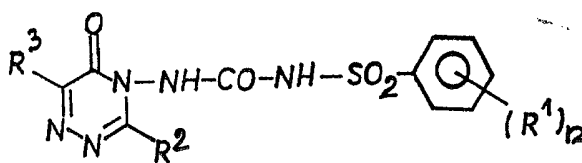
1

Vynález sa týka N'-[1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovín a spôsobu ich prípravy. Uvedené zlúčeniny sa môžu použiť ako her-

2

bicídy a regulátory rastu rastlín.

Teraz sa zistili zlúčeniny všeobecného vzorca I



(I)

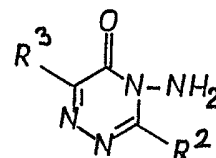
v ktorom

R¹ znamená atóm vodíka, halogén ako chlór alebo fluór, methylskupinu, nitroskupinu, trifluórmethylskupinu,

R² znamená methylthioskupinu, methoxy-skupinu, methylskupinu, anilínoskupinu, morfolínoskupinu,

R³ znamená alkyl s 1 až 4 atómami uhlíka, fenyl alebo cyklohexylskupinu a

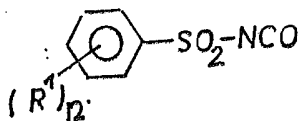
n znamená celé číslo 0 až 3 a spôsob ich prípravy reakciou 4-amino-1,2,4-triazín-5(4H)-ónov všeobecného vzorca II



(II)

v ktorom

R^2 a R^3 majú už uvedený význam s aryl-sulfonylizokyanátmi všeobecného vzorca III



(III)

v ktorom

R^1 a n majú už uvedený význam v prostredí inertných organických aprotických rozpúšťadiel ako je benzén, toluén, xylén, chlórbenzén, dichlórmetán, chloroform, acetonitril, tetrahydrofurán, diethylether pri teplote 20 až 140 °C, prípadne za prítomnosti katalyzátora.

Reakcia je zväčša exotermická. Produkty reakcie sú väčšinou v reakčnom prostredí nerozpustné a už za horúca vypadnú v kryštalickej forme. Izolácia sa v tomto prípade uskutoční odsatím kryštalickej látky z reakčnej zmesi. V prípade, že produkt je rozpustný v reakčnom prostredí, izoluje sa po zahustení rozpúšťadla a pridaním vhodného rozpúšťadla, z ktorého produkt kryštalizuje.

Zlúčeniny všeobecného vzorca II na prípravu zlúčenín podľa vynálezu je možno pripraviť postupmi známymi z literatúry, ako napríklad A. Dornow a spol.: Chem. Ber. **97**, 2173, 2640 (1964), ibid **100**, 2585 (1967), DOS 2 107 757, DOS 2 138 031, čs. patent číslo 179 931.

Východzie zlúčeniny všeobecného vzorca III možno pripraviť taktiež postupmi známymi z literatúry, a to reakciou sulfónamidov s fosgénom, ako napríklad popísali H. Ulrich a spol.: J. Org. Chem. **31**, 2658 (1966), G. King: J. Org. Chem. **25**, 352 (1960), F. Effenberger a spol.: Chem. Ber. **97**, 1576 (1964), USA patent 3 371 114, DOS 2 152 971.

Príprava zlúčenín podľa vynálezu prebieha bez katalyzátorov, do reakcie však je možné použiť katalyzátory, ako triethylamín, pyridín a podobne.

Uvedené príklady ilustrujú, ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Príklad 1

N-(p-toluénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-[1,1-dimethylethyl]-1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina.

Za miešania pri normálnej teplote sa do roztoku 4,3 g 2-methylthio-4-amino-6-[1,1-dimethylethyl]-1,2,4-triazín-5(4H)-ónu v 30 ml bezvodého benzénu pridával roztok 4,0 g p-toluénsulfonylizokyanátu v 15 ml bezvodého benzénu. Zmes sa miešala 15 minút, potom sa vyhriala na teplotu refluxu. Pri tejto teplote sa udržiavala 15 minút. Po ochladení sa pevná látka odsala a premyla benzénom.

Výťažok:

8,0 g (96,3 %),

Teplota topenia:

180 až 183 °C.

Analýza pre $C_{16}H_{21}N_5O_4S_2$ (411,5)

Zistené:

N 17,04 S 15,05 %

Vypočítané:

N 17,02 S 15,58 %.

Príklad 2

N-(o-toluénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-[1,1-dimethylethyl]-1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina.

Za miešania pri normálnej teplote sa do roztoku 4,3 g 2-methylthio-4-amino-6-[1,1-dimethylethyl]-1,2,4-triazín-5(4H)-ónu v 30 ml bezvodého benzénu pridával roztok 4,0 g o-toluénusulfonylizokyanátu v 15 ml bezvodého benzénu. Po 15 minútach miešania sa zmes vyhriala na teplotu refluxu. Pri tejto teplote sa udržiavala 15 minút. Po ochladení produkt zkryštalizoval, odsal sa a premyl benzénom.

Výťažok:

7,9 g (95,1 %)

Teplota topenia:

165 až 167 °C.

Analýza pre $C_{16}H_{21}N_5O_4S_2$ (411,5)

Zistené:

N 17,02 S 15,75 %

Vypočítané:

N 17,02 S 15,58 %

Analogicky boli pripravené ďalšie zlúčeniny uvedené v tabuľke 1.

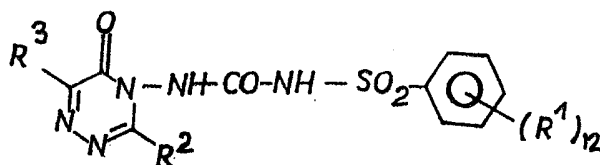
Tabuľka 1

Zlúčenina	t. t. °C	Výťažok %	Elementárna analýza				zistené	
			Cl	vypočítané N	S	Cl	N	S
N-(p-toluénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-fenyl-1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina	141 až 145	97,7	—	16,23	14,86	—	16,29	14,69
N-(p-toluénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-cyklohexyl-1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina	147 až 150	90,9	—	16,00	14,65	—	15,89	14,40
N-(o-toluénsulfonyl)-N'-[3-morfolíno-6-(1,1-dimethylethyl)-1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina	156 až 159	95,5	—	18,65	7,17	—	18,89	7,04
N-(o-toluénsulfonyl)-N'-[3-methoxy-6-(1,1-dimethylethyl)-1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina	168 až 171	82,1	—	17,71	8,11	—	17,88	7,80
N-(p-toluénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-methyl-1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina	172 až 175	89,1	—	18,96	17,35	—	18,55	17,01
N-(o-toluénsulfonyl)-N'-[3-anilíno-6-(1,1-dimethylethyl)-1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina	125 až 127	69,7	—	18,41	7,02	—	18,12	6,95
N-benzénsulfonyl-N'-[3-methylthio-6-(1,1-dimethylethyl)-[1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina	180 až 182	88,3	—	17,62	16,13	—	17,32	16,01
N-(p-toluénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-fenyl-1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močovina	141 až 145	97,7	—	16,23	14,86	—	16,29	14,69

Zlúčenina	t. t. °C	Výťažok %	Elementárna analýza				zistené	S
			Cl	vypočítané N	S	Cl	N	S
N-(o-toluénsulfonyl)-N'-[3-methoxy-6-(1,1-dimethylethyl)-1,2,4-triazin-5(4H)-ón-4-yl]-močovina	168 až 171	82,1	—	17,71	8,11	—	17,88	7,82
N-(3-trifluórmetylbenzénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-(1,1-dimethylethyl)-1,2,4-triazin-5(4H)-ón-4-yl]močovina	73 až 75	91,4	—	15,04	13,77	—	15,16	13,34
N-(2-chlórbenzénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-(1,1-dimethylethyl)-1,2,4-triazin-5(4H)-ón-4-yl]močovina	173 až 176	85,7	8,21	16,21	14,84	8,23	15,89	14,70
N-(4-fluorbenzénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-(1,1-dimethylethyl)-1,2,4-triazin-5(4H)-ón-4-yl]močovina	177 až 180	88	—	16,86	15,44	—	16,56	15,43
N-(4-chlórbenzénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-(1,1-dimethylethyl)-1,2,4-triazin-5(4H)-ón-4-yl]močovina	171 až 173	84,7	8,21	16,21	14,84	8,52	15,92	14,50
N-(2-nitrobenzénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-(1,1-dimethylethyl)-1,2,4-triazin-5(4H)-ón-4-yl]močovina	130 až 132	95,5	—	18,88	14,38	—	18,62	14,71
N-(4-chlórbenzénsulfonyl)-N'-[3-methylthio-6-fenyl]-1,2,4-triazin-5(4H)-ón-4-yl]močovina	180 až 182	95,5	7,84	15,49	14,18	7,65	15,06	14,22

PREDMET VYNÁLEZU

1. N-arénsulfonyl-N'-[1,2,4-triazín-5(4H)-ón-4-yl]močoviny všeobecného vzorca I



(I)

v ktorom

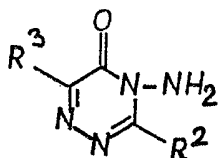
R¹ znamená atóm vodíka, chlór alebo fluór, methylskupinu, nitroskupinu alebo trifluór-methylskupinu,

R² znamená methylthioškupinu, methoxy-skupinu, methylskupinu, anilínoskupinu alebo morfolínoskupinu,

R³ znamená alkyl s 1 až 4 atómami uhlí-ka, fenyl alebo cyklohexylskupinu a

n znamená celé číslo 0 až 3.

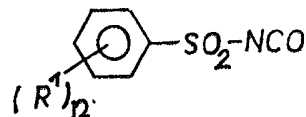
2. Spôsob prípravy zlúčenín podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že 4-amino-1,2,4-tria-zín-5(4H)-óny všeobecného vzorca III



(II)

v ktorom

R² a R³ majú už uvedený význam reagujú s arylsulfoizokyanátom všeobecného vzor-ca III



(III)

v ktorom

R¹ a n majú už uvedený význam v pro-stredí inertného organického aprotického rozpúšťadla ako je benzén, toluén, xylén, chlórbenzén, acetonitril, chloroform pri tep-lote 20 až 140 °C.

3. Spôsob podľa bodu 2 vyznačujúci sa tým, že reakcia prebieha prípadne za prítomnosti katalyzátora.