



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

255243

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 237/10
C 07 D 237/14

(22) Přihlášeno 18 10 86

(21) PV 7564-86.F

(40) Zveřejněno 11 06 87

(45) Vydáno 15 11 88

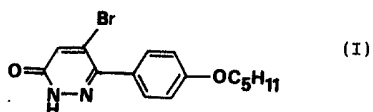
(75)

Autor vynálezu

ZIKÁN VIKTOR ing. CSc., VOSÁTKA VÁCLAV ing., PRAHA

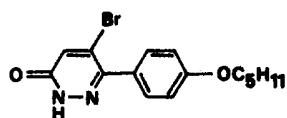
(54) 5-Brom-6-(4-pentyloxyfenyl)-3(2H)-pyridazinon a způsob jeho přípravy

Řešení se týká 5-brom-6-(4-pentyloxy-
fenyl)-3(2H)-pyridazinonu vzorce I



a způsobu přípravy, který spočívá
v reakci metylesteru kyseliny 3-brom-4-
-oxo-4-(4-pentyloxyfenyl)-2-butenové
s hydrazinem nebo hydrazinhydrátem.
Tato látka slouží jako meziprodukt pro
přípravu anthelmintik.

Vynález se týká 5-brom-6-(4-pentyloxyfenyl)-3(2H)-pyridazinonu vzorce I



(I)

a způsobu jeho přípravy.

Tato nová dosud nepopsaná látka slouží jako meziprodukt pro přípravu substituovaných 5-amino-6-(4-pentyloxyfenyl)-3(2H)-pyridazinonů s anthelmintickým účinkem čs. AO č. 255 242.

Sloučeninu vzorce I lze připravit reakcí podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že o sobě známý metylester kyseliny 3-brom-4-oxo-4-(4-pentyloxyfenyl)-2-butenové (Zikán V., Semonský M., Škvorová H., Kakáč B., Holubek J., Veselá H.: Collection Czechoslovak Chem. Commun. 41, 3 113 (1976)) reaguje s hydrazinem nebo hydrazinhydrátem nebo vodným roztokem hydrazinhydrátu v prostředí netečného organického rozpouštědla, výhodně alkanolu s 1 až 4 atomy uhlíku, při teplotě -10 až 40 °C, výhodně při -5 až 20 °C.

Látka podle vynálezu byla připravena tak, že reagoval metylester kyseliny 3-brom-4-oxo-4-(4-pentyloxyfenyl)-2-butenové s hydrazinhydrátem nebo hydrazinem nebo vodným roztokem hydrazinhydrátu při teplotě -5 až 5 °C v etanolu, načež se teplota reakční směsi nechala stoupnout na 20 °C. Při použití hydrazinu nebo hydrazinhydrátu bylo získáno přes 90 % teorie látky vzorce I o vyhovující čistotě; při použití vodného roztoku hydrazinhydrátu byl výtěžek nižší.

Bližší podrobnosti plynou z následujících příkladů provedení, které vynález pouze ilustrují, nikoliv omezují.

P ř í k l a d 1

K roztoku 6,4 g (186 mmol) 93% hydrazinu v 80 ml etanolu se za míchání přikape roztok 35,5 g (100 mmol) metylesteru kyseliny 3-brom-4-oxo-4-(4-pentyloxyfenyl)-2-butenové v 80 ml etanolu při teplotě 1 až 5 °C a suspenze se míchá po dobu 1 h při teplotě místnosti. Odsátím reakční směsi a zpracováním matečných louhů po odsátí se získá celkem 32,28 g (96 %) produktu, který po krystalizaci z etanolu poskytne látku o t.t. 198 až 199 °C a složení $C_{15}H_{17}BrN_2O_2$.

P ř í k l a d 2

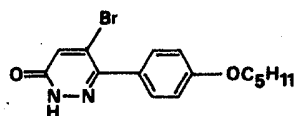
K roztoku 42 g (0,839 mol) 100% hydrazinhydrátu v 500 ml etanolu se za míchání přidá roztok 231 g (0,650 mol) metylesteru kyseliny 3-brom-4-oxo-4-(4-pentyloxyfenyl)-2-butenové v 500 ml etanolu tak, aby teplota reakční směsi byla v rozmezí -10 až -6 °C. Směs se dále míchá po dobu 1 h při teplotě -6 až -3 °C a pak ještě 1 h při teplotě místnosti. Zpracováním uvedeným v příkladu 1 se získá 199,1 g (91 %) produktu, který po krystalizaci z etanolu taje při 198,2 až 199,4 °C.

P ř í k l a d 3

K roztoku 12 g (0,192 mol) 80% vodného hydrazinhydrátu ve 100 ml etanolu se přikape roztok 53,25 g (0,15 mol) metylesteru kyseliny 3-brom-4-oxo-4-(4-pentyloxyfenyl)-2-butenové ve 120 ml etanolu při teplotě -2 až 0 °C. Suspenze se míchá 1 h při teplotě 0 °C a pak 1 h při teplotě místnosti. Zpracováním podle příkladu 1 se získá 38 g (75 %) produktu, který po krystalizaci z etanolu taje při 198,3 až 199 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. 5-brom-6-(4-pentyloxyfenyl)-3(2H)-pyridazinon vzorce I



(I).

2. Způsob přípravy sloučeniny podle bodu 1, vzorce I, vyznačující se tím, že se na metylester kyseliny 3-brom-4-oxo-4-(4-pentyloxyfenyl)-2-butenové působí hydrazinem nebo hydrazinhydrátem nebo vodným roztokem hydrazinhydrátu v prostředí netečného organického rozpouštědla při teplotě -10 až 40 °C.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačující se tím, že jako organické rozpouštědlo se užije alkohol s 1 až 4 atomy uhlíku, zejména etanol, při teplotě -5 až 20 °C.