



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

225882

(11) (B1)

(22) Prihlásené 22 10 81
(21) (PV 7736-81)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 237/20

(40) Zverejnené 29 07 83

(45) Vydané 15 10 85

(75)
Autor vynálezu

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

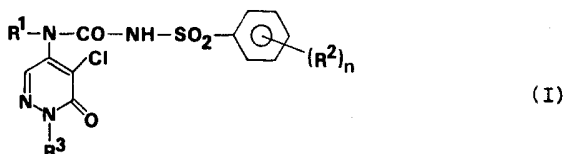
(54) N-arénsulfonyl-N'-(2-substituované-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl)močoviny a spôsob ich prípravy

1

Vynález sa týka N-arénsulfonyl-N'-(2-substituovaných-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl)/močovín a spôsobu ich prípravy. Uvedené zlúčeniny možno použiť ako herbicídy.

Z literatúry sú známe spôsoby prípravy N-arénsulfonyl-N'-alkyl-N'-(2-m-trifluormetyl/-fenyl-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl)/močovín (Franc. patent č. 2 122 943) a spôsoby prípravy analogických N'-fenyl a N',N'-diallylmočovín (Franc. pat. č. 1 321 672 a 1 507 607).

Teraz sa zistilo, že N-arénsulfonyl-N'-(2-substituované-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl)/močoviny všeobecného vzorca I,



v ktorom R¹ znamená atóm vodíka, R² znamená atóm chlóru, fluóru, metylskupinu, trifluormetylskupinu alebo nitroskupinu, R³ znamená fenyl alebo metylskupinu, n znamená celé číslo 0, 1, 2 alebo 3, je možné pripraviť spôsobom podľa vynálezu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že 2-substituovaný-5-amino-4-chlór-3/2H/-pyridazinón všeobecného vzorca II



v ktorom R^1 a R^3 majú už uvedený význam,

reaguje s arénsulfonylizokyanátom všeobecného vzorca III



v ktorom R^2 a n majú už uvedený význam,

v inertných aprotických organických rozpúšťadlách ako je benzén, toluén, xylén, chlórbenzén, dichlórmetán, chloroform, acetonitril, tetrahydrofurán, dietyléter za normálnej alebo zvýšenej teploty do 140 °C.

Reakciu je možné tiež katalyzovať napríklad butylamínom, pyridínom a podobne. Reakčné produkty sú v reakčnom prostredí nerozpustné, preto sa dajú dobre oddeliť od rozpúšťadla napríklad odsátím.

Medziprodukty všeobecného vzorca II na prípravu zlúčenín podľa vynálezu je možné pripraviť postupmi známymi z literatúry /napr. P. Rapoš a kol.: Chem. zvesti 19, 403 až 412 (1965), DAS 1 105 232, Belg. pat. 651 803/.

Východzie zlúčeniny (III) možno pripraviť taktiež postupmi známymi z literatúry napr. reakciou sulfónamidov s fosgénom alebo reakciou sulfónamidov s chlórulfonylizokyanátom.

Nasledujúce príklady ilustrujú ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Pr í k l a d 1

Spôsob prípravy N-/p-toluénsulfonyl/-N'-/2-fenyl-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl/ močoviny

4,4 g 2-fenyl-4-chlór-5-amino-3/2H/-pyridazinónu sa suspendovalo v 30 ml bezvodého benzénu. K suspenzii sa za stáleho miešania pridával roztok 4,0 g p-toluénsulfonylizokyanátu v 20 ml bezvodého benzénu, potom sa reakčná zmes vyhriala na teplotu refluxu a udržiavala sa pri nej 2 hod. Produkt sa vylučoval z reakčnej zmesi ako kvapalina neskôr kryštalizujúca, izoloval sa odsátím za horúca a premytím benzénom. Výťažok: 8,0 g, t. j. 95,2 %, teplota topenia 155 až 159 °C.

Analýza pre $C_{18}H_{15}ClN_4O_4S$ /418,9/:

Vypočítané:	8,46 % Cl,	13,36 % N,	7,65 % S;
Zistené:	8,82 % Cl,	12,94 % N,	7,44 % S.

Pr í k l a d 2

Spôsob prípravy N-/o-toluénsulfonyl/-N'-/2-fenyl-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl/ močoviny.

4,4 g 2-fenyl-4-chlór-5-amino-3/2H/-pyridazinónu sa suspendovalo v 40 ml bezvodého benzénu a za miešania sa k suspenzii pridával roztok 4,0 g o-toluénsulfonylizokyanátu v 20 ml bezvodého benzénu. Reakčná zmes sa vyhriala na teplotu refluxu a udržiavala sa pri nej 3 hod. Vylúčila sa objemná kryštalická látka, ktorá sa po ochladení reakčnej zmesi odsala a premyla benzénom. Výťažok: 8,3 g, t. j. 98,8 %, teplota topenia 156 až 157 °C.

Analýza pre $C_{18}H_{15}ClN_4O_4S$ /418,9/:

Vypočítané:	8,46 % Cl,	13,97 % N,	7,65 % S;
Zistené:	8,88 % Cl,	12,97 % N,	7,72 % S.

P r í k l a d 3

Spôsob prípravy N-benzénsulfonyl-N'-/2-fenyl-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl/ močoviny

Postup bol rovnaký ako v predchádzajúcich príkladoch. Výťažok: 89,7 %, teplota topenia 144 až 146 °C.

Analýza pre $C_{17}H_{13}ClN_4O_4S$:

Vypočítané: 8,76 % Cl, 13,85 % N, 7,92 % S;

Zistené: 9,12 % Cl, 14,09 % N, 7,30 % S.

P r í k l a d 4

Spôsob prípravy N-benzénsulfonyl-N'-/2-metyl-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl/ močoviny

Postup rovnaký ako v predchádzajúcich príkladoch. Výťažok: 95,1 %, teplota topenia 153 až 154 °C.

Analýza pre $C_{12}H_{11}ClN_4O_4S$:

Vypočítané: 10,34 % Cl, 16,35 % N, 9,36 % S;

Zistené: 10,81 % Cl, 16,31 % N, 9,32 % S.

P r í k l a d 5

Spôsob prípravy N-/3-trifluórmetylbenzénsulfonyl/-N'-/2-fenyl-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl/ močoviny

Postup rovnaký ako v predchádzajúcich príkladoch. Výťažok: 74 %, teplota topenia 126 °C.

Analýza pre $C_{18}H_{12}F_3ClN_4O_4S$

Vypočítané: 7,49 % Cl, 11,84 % N, 6,78 % S;

Zistené: 7,83 % Cl, 12,09 % N, 6,88 % S.

P r í k l a d 6

Spôsob prípravy N-/4-fluórbenzénsulfonyl/-N'-/2-fenyl-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl/ močoviny

Postup rovnaký ako v predchádzajúcich príkladoch. Výťažok: 81,8 %, teplota topenia 136 °C.

Analýza pre: $C_{17}H_{12}FCIN_4O_4S$

Vypočítané: 13,26 % N, 7,59 % S, 16,15 % Cl;

Zistené: 13,60 % N, 7,10 % S, 15,69 % Cl

P r í k l a d 7

Spôsob prípravy N-/4-chlórbenzénsulfonyl/-N'-/2-fenyl-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl/ močoviny.

Postup rovnaký ako v predchádzajúcich príkladoch. Výťažok: 84,1 %, teplota topenia 119 °C.

Analýza pre: $C_{17}H_{12}Cl_2N_4O_4S$

Vypočítané: 12,76 % N, 7,30 % S, 16,15 % Cl;
Zistené: 12,20 % N, 6,90 % S, 15,70 % Cl.

Pr í k l a d 8

Spôsob prípravy N-/2-nitrobenzénsulfonyl/-N'-/2-fenyl-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl/ močoviny

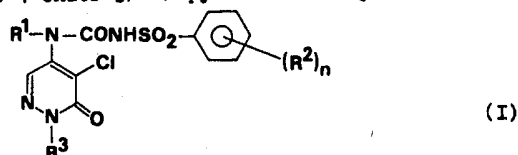
Postup bol rovnaký ako v predchádzajúcich príkladoch. Výťažok: 67,2 %, teplota topenia 182 až 183 °C.

Analýza pre $C_{17}H_{12}ClN_5O_6S$:

Vypočítané: 7,88 % Cl, 15,56 % N, 7,12 % S;
Zistené: 7,92 % Cl, 15,14 % N, 7,25 % S.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. N-arénsulfonyl-N'-/2-substituované-4-chlór-3/2H/-pyridazinón-5-yl/ močoviny všeobecného vzorca I



v ktorom R^1 znamená atóm vodíka, R^2 znamená atóm chlóru, fluóru, metylskupinu, trifluórmetylskupinu, nitroskupinu, R^3 znamená fenyl alebo metylskupinu a n znamená celé číslo 0, 1, 2 alebo 3.

2. Spôsob prípravy zlúčenín všeobecného vzorca I, v ktorom R^1 , R^2 , R^3 a n majú už uvedený význam, vyznačujúci sa tým, že na 2-substituované-4-chlór-3/2H/-pyridazinóny všeobecného vzorca II



v ktorom R^1 a R^3 má už uvedený význam

sa pôsobí arénsulfonylizokyanátmi všeobecného vzorca III



v ktorom R^2 a n majú už uvedený význam

v prostredí inertného rozpúšťadla ako je benzén, toluén, xylén, chlórbenzén, acetonitril, chloroform, dichlórmetán, tetrahydrofurán, dietyléter pri teplote do 140 °C.