

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 144 920

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11) 144 920 (44) 12.11.80 3(51) C 07 D 487/04
(21) WP C 07 D / 214 388 (22) 17.07.79

(71) siehe (72)

(72) Peseke, Klaus, Dr.sc.nat.; Bohn, Inge, DD

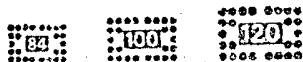
(73) siehe (72)

(74) Wilhelm-Pieck-Universität Rostock, Direktorat für Forschung,
Büro für Schutzrechte, 2500 Rostock 1, Universitätsplatz 1

(54) Verfahren zur Herstellung von Pyrazolo[3,4-c]pyrazolen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Pyrazolo[3,4-c]pyrazolen. Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung von 2-Aroyl-3-imino-2,3,5,6-tetrahydro-1H,4H-pyrazolo[3,4-c]pyrazol-4-onen zu entwickeln. Die Pyrazolo[3,4-c]pyrazole der allgemeinen Formel II, in der R² für ein Wasserstoff-, ein Halogenatom, eine Alkyl- oder eine Alkoxygruppe steht, können durch Umsetzung der Pyrazolincarbonsäureester der allgemeinen Formel I, in der R und R¹ für einen Alkylrest stehen und R² wie oben definiert ist, mit Hydrazinhydrat hergestellt werden. Die Pyrazolo[3,4-c]pyrazole der allgemeinen Formel II können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden.

5 Seiten



AFEP 857

Verfahren zur Herstellung von Pyrazolo[3,4-c]pyrazolen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von
5 2-Aroyl-3-imino-2,3,5,6-tetrahydro-1H,4H-pyrazolo[3,4-c]
pyrazol-4-onen.

Diese Pyrazolo[3,4-c]pyrazole können als organische Zwischenprodukte für weitere Synthesen verwendet werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

10 2-Aroyl-3-imino-2,3,5,6-tetrahydro-1H,4H-pyrazolo[3,4-c]
pyrazol-4-one sind bisher noch nicht bekannt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung dieser Pyrazolo[3,4-c]pyrazole zu entwickeln.

Darlegung des Wesens der Erfindung

15 Die Pyrazolo[3,4-c]pyrazole der allgemeinen Formel II, in
der R^2 für ein Wasserstoff-, ein Halogenatom, eine Alkyl-
oder eine Alkoxygruppe steht, können durch Umsetzung der
Pyrazolincarbonsäureester der allgemeinen Formel I, in
20 der R und R^1 für einen Alkylrest stehen und R^2 wie oben
definiert ist, mit Hydrazinhydrat hergestellt werden.
Die Umsetzungen werden in einem organischen Lösungsmittel,

vorzugsweise in Alkoholen, bei den Siedetemperaturen dieser Lösungsmittel durchgeführt. Das Hydrazinhydrat wird im Überschuß eingesetzt, da bei der Anwendung einer äquimolaren Menge lediglich Hydrazinopyrazolincarbonsäureester entstehen. Die Reaktionszeiten betragen 5 Minuten bis zu 2 Stunden. Die Reaktionsprodukte kristallisieren beim Abkühlen der Reaktionsmischungen auf 20°C aus. Sie enthalten neben den Pyrazolo [3,4-c]pyrazolen noch Hydrazinopyrazolincarbonsäureester, die durch Auskochen mit heißem Ethanol entfernt werden.

Ausführungsbeispiel

2-(p-Anisoyl)-3-imino-2,3,5,6-tetrahydro-1H,4H-pyrazolo-[3,4-c]pyrazol-4-on

0,01 Mol 1-(p-Anisoyl)-5-imino-3-methylthio- Δ^3 -pyrazolin-4-carbonsäure-ethylester und 0,05 Mol Hydrazinhydrat werden in 20 ml Ethanol 30 Minuten unter Rückflußkühlung erhitzt. Man läßt auskristallisieren, filtriert ab, erhitzt den Niederschlag kurz in 60 ml heißem Ethanol, filtriert ab und kristallisiert den Rückstand aus Ethanol um.

20 Ausbeute: 45% d.Th. Schmelzpunkt: 312-315°C

Erfindungsansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Pyrazolo [3,4-c] pyra-
zolen der allgemeinen Formel II, in der R^2 für ein
Wasserstoff-, ein Halogenatom, eine Alkyl- oder Alk-
oxygruppe steht, gekennzeichnet dadurch, daß Pyrazo-
lincarbonsäureester der allgemeinen Formel I, in der
R und R^1 für einen Alkylrest stehen und R^2 wie oben
definiert ist, mit Hydrazinhydrat umgesetzt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch,
daß Hydrazinhydrat im Überschuß eingesetzt wird.

Hierzu 1 Seiten Formeln

