

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45018

Kl. 12 p, 8/01

VEB Farbenfabrik Wolfen*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania różnorodnie podstawionych w położeniu 1 i 3 związków pirazolonu —(5)

Patent trwa od dnia 29 lipca 1959 r.

Pierwszeństwo: 17 lutego 1959 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Wiadomo, że ester kwasu acetylooctowego reaguje z aromatycznymi hydrazydami kwasów sulfonowych tworząc odpowiednie sulfonohydrazony, które w znany sposób przeprowadza się w związki pirazolonu —(5).

Obecnie stwierdzono, że można wytwarzać w jednostopniowej reakcji związki pirazolonu —(5) o ogólnym wzorze (1), w którym R_1 oznacza rodnik metylowy, fenylowy albo karboalkoksylowy, a R_2 oznacza dowolnie podstawiony rodnik aryłowy albo alkilowy, jeśli 1 mol estru kwasu β -ketokarboksylowego kondensuje się z 1 molem hydrazidu kwasu sulfonowego, we wrzącym roztworze alkoholowym i w obecności równoważnej ilości kwaśnego węgla amonowego albo węgla potasowca, albo innego związku o słabo zasadowej reakcji.

Odpowiednimi estrami kwasu β -ketokarboksylowego są estry kwasu acetylooctowego, estry kwasu benzoilooctowego, ester kwasu szczawiooctowego. Jako hydrazydy kwasu sulfonowego odpowiednie są np. hydrazydy kwasu alkilosulfonowego, hydrazyd kwasu benzeno- i naftalenosulfonowego oraz ich pochodne podstawione w pierścieniu.

Otrzymane w myśl wynalazku nowe N-sulfonopirazolony — (5), są odpowiednie do takich samych reakcji jak dotychczas znane bezpośrednio podstawione związki pirazolonu —(5). Nadają się one do takich samych celów co pochodne pirazonolowe wytwarzane znanymi sposobami, jak np. jako produkty pośrednie do wytwarzania barwników i jako środki lecznicze. **Przykład I.** W kolbie z trzema szyjkami, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i mieszałkę, ogrzewa się do wrzenia w 200 ml etanolu 13.2 części wagowe hydrazidu kwasu n-dodekanosulfonowego —(1) i 6.5 części wagowych acety-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są prof. dr Seidel i dypł. Chem. Junghans,

looctanu etylu w ciągu 30 minut pod chłodnicą zwrotną. Następnie dodaje się do klarownego, jeszcze gorącego roztworu 5.3 części wagowych węglanu sodowego, ogrzewa mieszając 1 godzinę do wrzenia i oddestylowuje w końcu połowę rozpuszczalnika. Odsączony i ochłodzony do temperatury pokojowej roztwór miesza się i zadaje rozcieńczonym kwasem solnym, przy czym po niedługim staniu wydziela się śluzowy osad. Produkt surowy poddaje się krystalizacji. Otrzymuje się bezbarwną drobno-krystaliczną masę, o temperaturze topnienia 88°C. Wydajność wynosi 84%.

Przykład II. W 300 ml etanolu ogrzewa się 24.6 części wagowych hydrazidu kwasu naftalenosulfonowego —(2) i 13.0 części wagowych estru kwasu acetylooctowego w ciągu 30 minut z chłodnicą zwrotną. Następnie dodaje się do gorącego roztworu wodorowęglanu amonowego, ogrzewa do wrzenia mieszając jednocześnie w ciągu 1 godziny i następnie zagęszcza

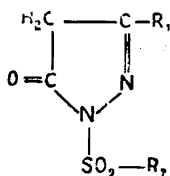
roztwór do połowy. Mieszaninę reakcyjną sączy się na gorąco i po ochłodzeniu zadaje rozcieńczonym kwasem solnym stale mieszając. Po przekrystalizowaniu otrzymuje się 76% 1-β-naftalenosulfonylo-3-metylopirazon —(5), o temperaturze topnienia 163—164°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania różnorodnie podstawionych w położeniu 1 i 3 związków pirazonu —(5), znamienny tym, że ester kwasu β-ketokarboksylowego poddaje się reakcji z hydrazidami kwasów sulfonowych w procesie jednostopniowym, we wrzącym roztworze alkoholowym i w słabo alkalicznym środowisku.

VEB Farbenfabrik Wolfen

Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy



Wzór 1