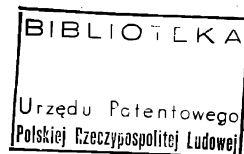


Opublikowano dnia 4 kwietnia 1960 r.



C07d 49/20

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42935

Kl. 12 p, 8/01

Instytut Farmaceutyczny*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania 3-amino-2-fenylopirazolu

Patent trwa od dnia 23 stycznia 1959 r.

3-amino 2-fenylopirazol otrzymuje się przez utlenienie N-fenylo N'-cyjanoetylohydrazyny za pomocą siarczanu żelazowego oraz zalkalizowanie wytworzonego roztworu azo-N-fenylo-N-cyjanoetylu i ogrzanie. przy czym następuje izomeryzacja związku (P. Schmidt, J. Druey, Helv. chim. Acta 41, 306, 1958).

Synteza 3-amino-2-fenylopirazolu tą drogą jest bardzo trudna do przeprowadzenia i nie nadaje się do produkcji przemysłowej. Przy alkalizowaniu roztworu zawierającego znaczne ilości soli żelazowych wytrąca się wodorotlenek w postaci koloidalnej utrudniający ekstrakcję produktu. W związku z tym osiąga się praktycznie poniżej 40% wydajności teoretycznej.

Sposób wytwarzania 3-amino-2-fenylopirazo-

lu stanowiący przedmiot niniejszego wynalazku zapewnia nie tylko lepszą wydajność produktu, lecz upraszcza w dużym stopniu proces technologiczny.

Sposób według wynalazku polega na utlenianiu N-fenylo-N-cyjanoetylohydrazyny za pomocą wodnego roztworu nadtlenu wodoru w środowisku kwaśnym lub obojętnym. Po zalkalizowaniu ekstrahuje się 3-amino-2-fenylopirazol benzenem lub chloroformem.

Przykład: 64 g (0,4 mola) N-fenylo-N-cyjanoetylohydrazyny rozpuszczono w 700 ml 0,5n kwasu siarkowego i dodano w ciągu godziny 45,3 ml 30% wodnego roztworu nadtlenu wodoru. Mieszaninę reakcyjną mieszano w ciągu 3 godzin i dodano 40% roztwór wodorotlenku sodowego do reakcji silnie alkalicznej. Powstały 3-amino-2-fenylopirazol ekstrahowano 3-krotnie 100 ml benzenu.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. mgr Jan Wojciechowski.

Ekstrakt benzenowy po osuszeniu siarczanem sodowym destylowano pod zmniejszonym ciśnieniem. Frakcja wrząca w temperaturze 170-175°C przy 0,3 mm Hg zawierała czysty 3-amino-2-fenylpirazol. Wydajność 52-54%.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e
Sposób wytwarzania 3-amino 2-fenylpirazo-

lu przez utlenianie N-fenyl-N-cyanoetylohydrazyny, znamienny tym, że jako środek utleniający stosuje się nadtlenek wodoru w środowisku wodnym kwaśnym lub obojętnym.

Instytut Farmaceutyczny
Zastępca: inż. mgr Witold Hennel,
rzecznik patentowy