



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 197 126

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 10 07 78
(21) PV 4574-78

(11)

(B1)

(51) Int. Cl. 07 D 231/38

C opu

(40) Zveřejněno 31 07 79
(45) Vydáno 30 04 82

(75)

Autor vynálezu ARIENT JOSEF ing. Dr. DrSc., PARDUBICE a ŠIMKOVÁ LUDMILA, CEREKVICE

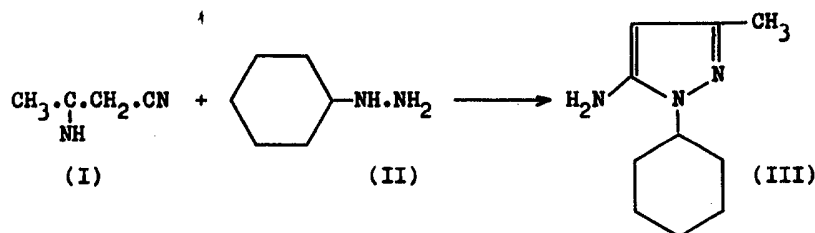
(54) Způsob izolace 5-amino-3-methyl-1-fenylpyrazolu

1

Vynález se týká způsobu izolace 5-amino-3-methyl-1-fenylpyrazolu z reakční směsi po kondenzaci fenylhydrazinu a diacetonitrilu.

Příprava 5-amino-3-methyl-1-fenylpyrazolu se provádí kondenzační cyklisací fenylhydrazinu s diacetonitrilem v prostředí kyseliny uhlovodíkové a kondenzační produkt se izoluje vysrážením z roztoku plynným amoniakem. Závěrečná fáze přípravy, neutralisace reakčního roztoku plynným amoniakem za účelem vysrážení a izolace 5-amino-3-methyl-1-fenylpyrazolu je i v laboratorním měřítku nepříjemná, zdlouhavá a špatně reprodukovatelná. Pro přípravu většího množství event. pro přípravu v průmyslovém měřítku je vůbec nepoužitelná.

Podle předloženého postupu přípravy 5-amino-3-methyl-1-fenylpyrazolu vzorce III provádí se kondenzace diacetonitrilu vzorce I a fenylhydrazinu vzorce II v prostředí zředěné kyseliny chlorovodíkové krátkodobým zahřetím k varu.



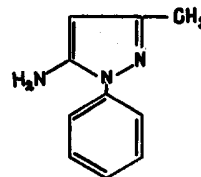
Neutralisace a izolace produktu se provádí tak, že se reakční směs nejprve zneutralisuje 2,5N hydroxidem sodným a neutralisace se ukončí přidáním vodného roztoku amoniaku. Prakticky veškeré množství konečného produktu se získá odsátím vychlazené suspenze. Malé množství produktu (cca 3,5% je možno získat ještě dodatečným zahuštěním matečných louhů. Získá se produkt o b.t. 100-117° C, který po přesrážení z horkého ethanolu vodou se přečistí na produkt o b.t. 114-115° C v 80%ním výtěžku teorie. Látka se používá jako mezi-produkt pro výrobu barviv. Nový postup je technicky i ekonomicky výhodnější.

Příklad

Do tříhrdlé baňky bylo předloženo 66 g fenyldiazinu, 60,5 ml konc. kyseliny chlorovodíkové, 243 ml vody a 50 g diacetonitrilu. Po desetiminutovém míchání bylo přidáno 121 ml konc. kyseliny chlorovodíkové a směs byla vyhřáta k varu na 15 minut. Po ukončení reakce byla směs mírně ochlazená a částečně zalkalísována 100 ml 2,5N hydroxidu sodného. Vodným amoniakem byla směs zneutralisována na pH 12. V průběhu neutralisace se počal vylučovat kondenzační produkt, který se po dosažení uvedené alkality a po ochlazení zcela vyloučil z roztoku. Po odsátí a promytí filtračního koláče vodou bylo získáno 100 g 5-amino-3-methyl-1-fenylpyrazolu o b.t. 100-117° C. Filtráty po odsátí hlavního množství produktu byly zahuštěny a znovu ponechány v lednici ku krystalizaci, bylo získáno dalších 3,5 g látky. 100 g surového produktu bylo za horka rozpuštěno v 500 ml ethanolu a roztok byl srážen vodou. Vzniklá suspenze byla ponechána volně krystalovat při 0° C, potom byla odsáta a filtrační koláč byl promyt vodou. Bylo získáno 78 g t.j. 80% teorie 5-amino-3-methyl-1-fenylpyrazolu o b.t. 114 - 115° C.

P ř e d m ě t v y n á l e z u

Způsob izolace 5-amino-3-methyl-1-fenylpyrazolu vzorce



z reakční směsi po kondensaci fenyldiazinu a diacetonitrilem vyznačený tím, že vzniklý 5-amino-3-methyl-1-fenylpyrazol se izoluje neutralisací reakčního roztoku postupně roztokem hydroxidu sodného a vodným roztokem amoniaku.