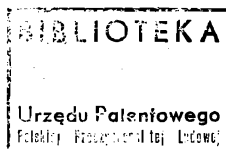




cořd 49/14



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 48087

Kl. 12 p, 8/01
Kl. internat. C 07 d

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania pochodnych 1-fenylo-3-metylo-5-pirazolonu

Patent trwa od dnia 24 kwietnia 1961 r.

Znane są sposoby otrzymywania pochodnych 1-fenylo-3-metylo-5-pirazolonu zawierających rdzeń ftalocyjaniny metalu na drodze kondensacji pochodnych aminowych 1-fenylo-3-metylo-5-pirazolonu z czterosulfochlorkiem ftalocyjaniny metalu.

Stwierdzono, że nowe pochodne 1-fenylo-3-metylo-5-pirazolonu o ogólnym wzorze 1, w którym $MeFc$ oznacza ftalocyjaninę metalu, n oznacza 1, 2, 3 lub 4, X — fenylen, dwufenylen, 1,2-dwufenylenoetylen, dwufenylenomocznik, dwufenylenometan, dwufenylenosulfon lub produkty ich podstawienia, otrzymuje się, kondensując 1 gramocząsteczkę czterosulfochlorku ftalocyjaniny metalu z 1—4 gramocząsteczkami pochodnej dwuhydrazynowej o ogólnym wzorze 2, w którym X ma wyżej podane znaczenie, a następnie otrzymany produkt kondensuje się

z estrem kwasu acetylooctowego i cyklizuje, w wyniku czego w każdej wolnej grupie hydrazyny powstaje pochodna 1-fenylo-3-metylo-5-pirazolonu.

Kondensację sulfochlorku ftalocyjaniny metalu z pochodną dwuhydrazyny o ogólnym wzorze 2 prowadzi się w środowisku wodnym lub rozpuszczalników organicznych lub w mieszaninie wody i rozpuszczalników organicznych w zależności od właściwości stosowanej pochodnej, w wyniku czego otrzymuje się związek o ogólnym wzorze 3, w którym $MeFc$, X , n mają znaczenie jak we wzorze 1.

Otrzymane sposobem według wynalazku związki znajdują zastosowanie do barwienia włókien celulozowych metodą barwienia lodowego i do druku w mieszaninie ze stabilizowanymi związkami dwuazoniowymi.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są: Andrzej Kujawski i Krystyna Lewicka.

Przykład. 42,8 g (0,2 mola) dwufenyleno-4,4'-dwuhydrazyny rozpuszcza się w 500 g acetonu i 100 g pirydyny. Do tego roztworu dodaje się

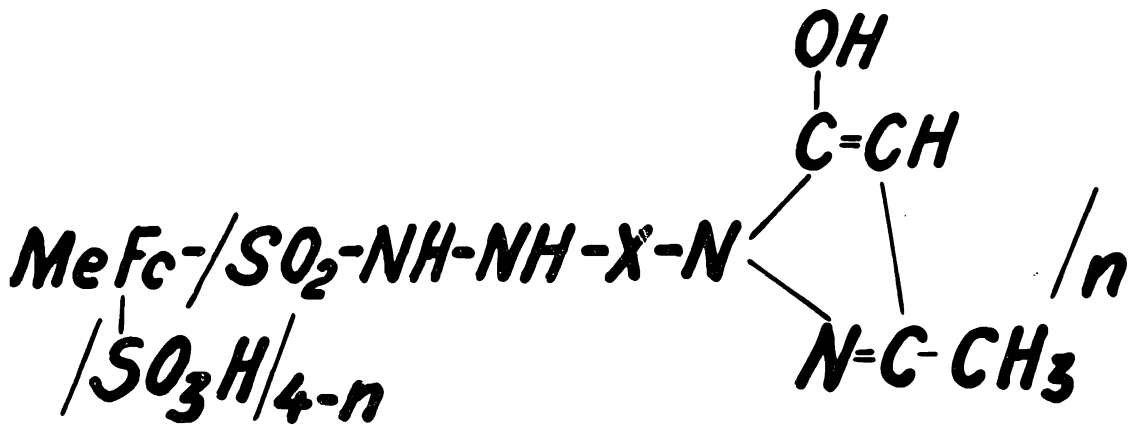
0,05 mola czterosulfochlorku ftalocyjaniny miedzi. Kondensację prowadzi się w ciągu 12 godzin w temperaturze około 20°C. Po zakończeniu reakcji poddestylowuje się aceton, a pozostałość rozcieńcza gorącą wodą, odsącza i przemywa gorącą wodą celem odmycia dwufenyleno-4,4'-dwyhydrazyny. Uzyskuje się 51,5 g związku o wzorze 1 (82% wydajności), w którym X oznacza dwufenylen, $n = 2$, Fc ftalocyjaninę miedzi.

0,02 mola związku o wzorze 1, w którym X, n , Fc oznacza jak wyżej, rozpuszcza się w 500 ml wody z dodatkiem ługu sodowego i w temperaturze 60°C wkrapla się 0,06 mola = 7,9 g estru acetylooctowego w ciągu 1/2 godz. Po wkropleniu dodaje się 10 g 40%-owego ługu sodowego, ogrzewa do wrzenia i utrzymuje w tej temperaturze w ciągu 1 godziny celem przeprowadzenia cyklizacji uprzednio wytworzonego hydrazonu. Wykwasza się w temperaturze 60 — 70°C, odsącza i przemywa gorącą wodą. Uzyskuje się 23,6 g związku o wzorze 3, w którym Fc, X, n oznaczają jak wyżej. Uzyskany produkt daje przy barwieniu lodowym czyste zielenie, trwałe na światło i czynniki mokre.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania pochodnych 1-fenilo-3-metylo-5-pirazolonu o ogólnym wzorze 1, w którym MeFc oznacza ftalocyjaninę metalu, n oznacza 1, 2, 3 lub 4, X — fenylen, dwufenylen, 1,2-dwufenylenoetylen, dwufenylenomocznik, dwufenylenometan, dwufenylenosulfon lub produkty ich podstawienia, znamieny tym, że 1 gramocząsteczkę czterochlorku ftalocyjaniny metalu kondensuje się z 1—4 gramocząsteczkami pochodnej dwuhydrazyny o ogólnym wzorze 2, w którym X ma znaczenie takie jak we wzorze 1, a następnie otrzymaną pochodną ftalocyjaniny metalu o ogólnym wzorze 3, w którym X, n i MeFc mają znaczenie takie jak we wzorze 1, kondensuje się z równoważną ilością estru acetylooctowego i wreszcie produkt kondensacji alkalizuje się i poddaje cyklizacji przez ogrzewanie w temperaturze wrzenia w środowisku wody lub organicznego rozpuszczalnika lub mieszaniny wody i organicznego rozpuszczalnika.

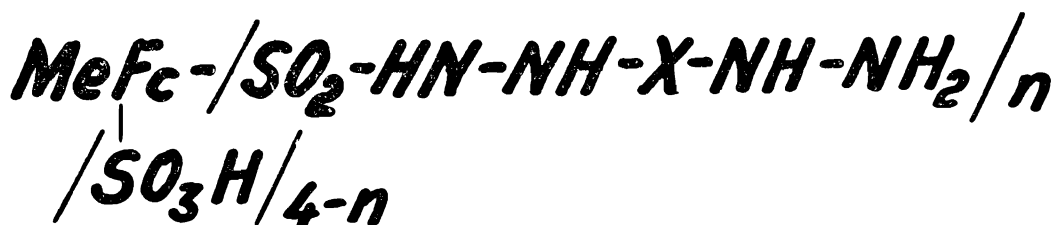
Instytut Przemysłu
Organicznego



Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3