



Patent dodatkowy
do patentu

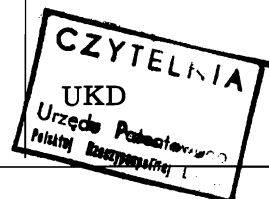
Zgłoszono: 27.XII.1965 (P 112 222)

Pierwszeństwo: 28.XII.1964
Niemiecka
Republika
Demokratyczna

Opublikowano: 10.III.1969

Kl. 12 q, 13

MKP C 07 c 109/02



Współtwórcy wynalazku: dr inż. Wolfgang Schindler, dr inż. Hubertus Pietrzok

Właściciel patentu: VEB Filmfabrik Wolfen, Wolfen (Niemiecka Republika Demokratyczna)

Sposób wytwarzania związków hydrazyny

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania związków hydrazyny o wzorze $\text{HO}_3\text{S}(\text{CH}_2)_n\text{—NH—NH—R}$, w którym R oznacza wodór, rodnik —CONH_2 , —CSNH_2 lub rodnik amidynowy, zaś n oznacza 2—4.

Znany jest sposób wytwarzania kwasu hydrazyno-alkanosulfonowego przez tworzenie związku addycyjnego wodzianu hydrazyny z kwasem alkanosulfonowym. Otrzymane w ten sposób związki hydrazyny mogą być jednak wyosobnione tylko w postaci ich związku benzylidenowego, który dopiero po rozszczepieniu stężonym kwasem solnym daje wolny związek hydrazyny. Znany sposób jest więc skomplikowany i pracochłonny.

Sposób według wynalazku usuwa tę niedogodność, umożliwiając wytwarzanie łatwych do wyosobnienia związków hydrazyny.

Stwierdzono, że związki hydrazyny można wytwarzać przez wymianę sultonów o wzorze podanym na rysunku w którym n ma wyżej podane znaczenie z wodzianem hydrazyny ($\text{N}_2\text{H}_4\text{—H}_2\text{O}$) lub ze związkiem hydrazyny o wzorze $\text{NH}_2\text{—NH—R}$, w którym R ma wyżej podane znaczenie, przy czym otrzymuje się związki hydrazyny o dużej czystości i z dobrą wydajnością.

Reakcja przebiega w warunkach normalnych pod normalnym ciśnieniem. Gwałtowny przebieg reakcji egzotermicznej zwalnia się przez zewnętrzne chłodzenie naczynia reakcyjnego. Po zakończe-

2

niu reakcji pozostawia się mieszaninę na okres około 2—20 godzin.

Sposobem według wynalazku oddzielenie związków następuje poprzez strącenie za pomocą organicznych rozpuszczalników lub poprzez oddestylowanie rozpuszczalników z masy reakcyjnej i następnie przekrystalizowanie produktu w znany sposób.

Otrzymane związki hydrazyny mają duże zastosowanie w przemyśle farmaceutycznym i fotograficznym jako produkty pośrednie do wytwarzania pirazolonów (5)-pirazolidynodionów-(3,5) lub pochodnych tych związków.

Warunki prowadzenia procesu i sposób wydzielania produktu końcowego ilustrują niżej podane przykłady.

Przykład I. Do 100 g 60%-wego wodnego roztworu wodzianu hydrazyny dodaje się podczas wstrząsania 28 g sultonów butanowego w małych porcjach.

Gwałtowny przebieg reakcji egzotermicznej zwalnia się przez chłodzenie wodą naczynia reakcyjnego. Po zakończeniu reakcji pozostawia się mieszaninę na 2 godziny po czym nadmiar wodzianu hydrazyny oddestylowuje się w próżni. Syropowatą pozostałość rozpuszcza się w 300 ml metanolu, roztwór ochładza się do temperatury 0° , po czym wytrąca się związek hydrazyny przez dodanie czterochlorku węgla. Otrzymuje się 33,5 g produktu (wydajność teoretyczna). Po oczyszczeniu

metanolem bezbarwne kryształy mają temperaturę topnienia 163—165°C.

Przykład II. Do 50 g wodnego 50%-owego wodzianu hydrazyny dodaje się podczas wstrząsania 12,2 g sultonopropanowego. Po zakończeniu silnie egzotermicznej reakcji, której przebieg zwalnia się przez zewnętrzne chłodzenie, mieszaninę traktuje się dalej jak w przykładzie I. Otrzymuje się 12 g (78% wydajności teoretycznej) bezbarwnych kryształów, które po przekrystalizowaniu z mieszaniny metanolu i propanolu (1:1) topnieją w temperaturze 195—197°C.

Przykład III. 9,1 g tiosemikarbazydu rozpuszcza się w 100 ml wodnego 50%-owego metanolu. Do roztworu dodaje się 14 g sultonobutanowego, w temperaturze pokojowej i podczas wstrząsania. Mieszaninę pozostawia się na okres co najmniej 20 godzin, po czym rozpuszczalnik oddestylowuje się w próżni. Do otrzymanej przezroczystej i lepkiej pozostałości, dodaje się po kilku dniach ponownie 100 ml metanolu. Mieszaninę gotuje się krótko. Po ochłodzeniu otrzymuje się 12 g (53% wydajności te-

oretycznej) bezbarwnych kryształów, które po przekrystalizowaniu z alkoholu etylowego topnieją w temperaturze 195—196°C.

Przykład IV. 12,5 g azotanu guanidyny podaje się reakcji z 14,0 sultonobutanowego w obecności 8,5 g octanu sodu zachowując warunki jak w przykładzie III. Otrzymuje się 10,8 g (51% wydajności teoretycznej) bezbarwnych kryształów, które po przekrystalizowaniu z alkoholu etylowego topnieją w temperaturze 162—163°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania związków hydrazyny o wzorze $\text{HO}_2\text{S}-(\text{CH}_2)_n-\text{NH}-\text{NH}-\text{R}$, w którym R oznacza wodór, rodnik $-\text{CONH}_2$, $-\text{CSNH}_2$ lub rodnik amidynowy, zaś n oznacza 2—4, **znamienny tym**, że sulton o wzorze podanym na rysunku, w którym n ma wyżej podane znaczenie wprowadza się w reakcję z wodzianem hydrazyny lub związkami hydrazyny o wzorze $\text{NH}_2\text{NH}-\text{R}$, w którym R ma wyżej podane znaczenie.

