

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

64146

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 p, 10/01

Zgłoszono: 20.XII.1967 (P 124 211)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 d, 51/06

Opublikowano: 30.X.1971

UKD

Współtwórcy wynalazku: Helena Jóźwiak, Zbigniew Ludwicki, Stefan Łabędzki

Właściciel patentu: Pabianickie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa” Przedsiębiorstwo Państwowe, Pabianice (Polska)

Sposób wytwarzania chlorowodoru 1-hydrazynoftalazyny

1 Wynałazek dotyczy sposobu wytwarzania chlorowodoru 1-hydrazynoftalazyny przez kondensację 1-chloroftalazyny z wodzianem hydrazyny.

Sposób wytwarzania chlorowodoru 1-hydrazynoftalazyny, znany z opisu patentowego nr 33 980 polega na tym, że 1-chloroftalazynę kondensuje się w środowisku alkoholowym z wodzianem hydrazyny. W wyniku reakcji powstaje 1-hydrazynoftalazyna i produkt uboczny, który odsącza się na gorąco.

Przesącz chłodzi się celem wykrystalizowania 1-hydrazynoftalazyny, następnie odsącza się ją i przeprowadza w chlorowodorek przez ogrzewanie z alkoholowym lub wodnym roztworem kwasu solnego.

Wadą tego sposobu jest konieczność stosowania do kondensacji bardzo dużych nadmiarów drogiego wodzianu hydrazyny gdyż na 1 mol 1-chloroftalazyny stosuje się 9 moli wodzianu hydrazyny.

Znany jest również sposób, opisany w Med. Promysl. SSSR Nr 2 1960 r. polegający na kondensacji 1-chloroftalazyny z wodzianem hydrazyny w alkoholu, przy jednoczesnym wkraplaniu alkoholowego roztworu wodorotlenku sodowego.

Po kondensacji produkt uboczny odsącza się na gorąco, a z przesączu wydziela się 1-hydrazynoftalazynę przez krystalizację a następnie przeprowadza się w chlorowodorek przez ogrzewanie z wodnym roztworem kwasu solnego.

Metoda ta umożliwia stosowanie 1 mola chloro-

2 ftalazyny na 3 mole wodzianu hydrazyny, jednakże stwierdzono, że alkoholowy roztwór wodorotlenku sodowego powoduje częściowy rozkład 1-chloroftalazyny.

5 Wadą tych znanych sposobów jest także to, że 1-hydrazynoftalazyna będąca związkiem nietrwałym, w czasie krystalizacji i sączenia ulega rozkładowi, co obniża wydajność procesu i powoduje zanieczyszczenie ostatecznego produktu.

10 Obecnie stwierdzono, że znacznie korzystniejsze wyniki osiąga się, jeżeli proces kondensacji 1-chloroftalazyny z wodzianem hydrazyny prowadzi się w obecności gazowego amoniaku a powstała w wyniku kondensacji 1-hydrazynoftalazynę wydziela się z roztworu pokondensacyjnego przez bezpośrednie przeprowadzanie jej w tym samym środowisku w chlorowodorek i następnie oczyszczanie go przez krystalizację z wody. Prowadzenie kondensacji 1-chloroftalazyny z wodzianem hydrazyny w obecności gazowego amoniaku pozwala na zmniejszenie ilości nadmiaru drogiego wodzianu hydrazyny na skutek wiązania chlorowodoru wydzielającego się w etapie kondensacji, a jednocześnie roztwory wodzianu hydrazyny w obecności amoniaku stabilizują nietrwałą 1-chloroftalazynę oraz bardzo nie-
15 trwałą 1-hydrazynoftalazynę w momencie jej powstawania a co za tym idzie zwiększa się wydajność końcowego produktu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że 1-chloroftalazynę kondensuje się z wodzianem

hydrazyny w środowisku alkoholowym w obecności gazowego amoniaku, zaś wytworzoną 1-hydrazynoftalazynę wydziela się z roztworu pokondensacyjnego przez silne zakwaszenie kwasem solnym. Wytrącony chlorowodorek 1-hydrazynoftalazyny odsącza się i oczyszcza przez krystalizację z wody.

Sposób według wynalazku przedstawia schemat podany na rysunku a szczegóły wykonania wyjaśniają poniższe przykłady.

Przykład I. W kolbie trójszyjnej o pojemności 0,25 l zaopatrzonej w mieszadło z zamknięciem hydraulicznym i chłodnicę zwrotną, umieszcza się wilgotną 1-chloroftalazynę, otrzymaną w sposób znany z 14,6 g (0,1 mola) ftalazonu, 55,5 ml alkoholowego roztworu wodzianu hydrazyny wysyczonego gazowym amoniakiem, otrzymanego według opisu patentowego nr 47 337 (o stężeniu 225 g/l czyli 12,5 g (0,25 mola) w przeliczeniu na 100% wodzian hydrazyny oraz 50 ml bezwodnego alkoholu etylowego. Uruchamia się mieszadło i ogrzewa zawartość kolby na łaźni wodnej do wrzenia. Temperaturę wrzenia utrzymuje się przez 2 godziny. Następnie odsącza się produkt uboczny. Przesącz przy chłodzeniu i mieszaniu zakwasza się stężonym kwasem solnym wobec czerwieni Kongo, celem przeprowadzenia 1-hydrazynoftalazyny w chlorowodorek. Wytrącony osad odsącza się, przemywa 10 ml bezwodnego alkoholu etylowego i suszy w temperaturze 55–60°C.

Otrzymuje się około 18 g surowego chlorowodoru 1-hydrazynoftalazyny, który dla oszczędzenia rozpuszcza się na gorąco w 144 ml wody podwójnie destylowanej, dodaje 1 g węgla aktywnego, przesącza i pozostawia do powolnej krystalizacji. Po 5 godzinach odsącza się wykrystalizowany produkt, przemywa 10 ml bezwodnego alkoholu etylowego i suszy w temperaturze 55–60°C.

Otrzymuje się 14 g czystego chlorowodoru 1-hydrazynoftalazyny, to jest 0,071 mola, co stanowi 71% wydajności teoretycznej.

Przykład II. W kolbie trójszyjnej o pojemności 0,25 l zaopatrzonej w mieszadło z zamknięciem hydraulicznym i chłodnicę zwrotną umieszcza się wilgotną 1-chloroftalazynę otrzymaną

w sposób znany z 14,6 g (0,1 mola) ftalazonu, 15,6 g (0,25 mola) 80% wodzianu hydrazyny i 100 ml bezwodnego alkoholu etylowego.

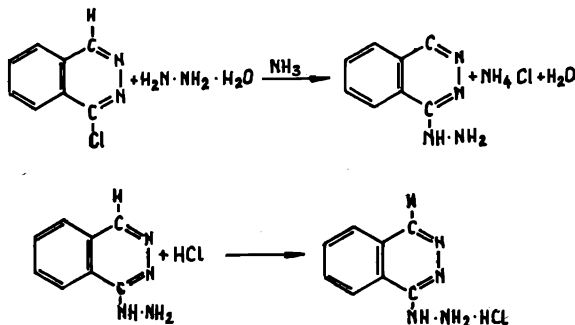
Uruchamia się mieszadło i wysycza zawartość kolby gazowym amoniakiem przez 15 minut. Następnie rozpoczyna się ogrzewanie na łaźni wodnej do wrzenia przy dalszym przepuszczaniu gazowego amoniaku przez masę reakcyjną.

Temperaturę wrzenia przy jednoczesnym przepuszczaniu gazowego amoniaku utrzymuje się przez okres 1 godziny, po czym przerywa się dopływ gazowego amoniaku i utrzymuje wrzenie przez następną godzinę. Produkt uboczny odsącza się. Przesącz przy chłodzeniu i mieszaniu zakwasza się stężonym kwasem solnym wobec czerwieni Kongo, celem przeprowadzenia 1-hydrazynoftalazyny w chlorowodorek.

Wytrącony osad odsącza się, przemywa 10 ml bezwodnego alkoholu etylowego i suszy w temperaturze 55–60°C. Otrzymuje się około 18 g surowego chlorowodoru 1-hydrazynoftalazyny, który dla oczyszczenia rozpuszcza się w 144 ml gorącej wody podwójnie destylowanej, dodaje 1 g węgla aktywnego, przesącza na gorąco i pozostawia do powolnej krystalizacji. Po 5 godzinach odsącza się wykrystalizowany produkt, przemywa go 10 ml bezwodnego alkoholu etylowego i suszy w temperaturze 55–60°C. Otrzymuje się 14 g czystego chlorowodoru 1-hydrazynoftalazyny, to jest 0,071 mola, co stanowi 71% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania chlorowodoru 1-hydrazynoftalazyny przez kondensację 1-chloroftalazyny z wodzianem hydrazyny w środowisku alkalicznym **znamienny tym**, że proces kondensacji z wodzianem hydrazyny prowadzi się w obecności amoniaku, a powstałą w wyniku reakcji 1-hydrazynoftalazynę wydziela się w postaci chlorowodoru bezpośrednio przez zakwaszenie roztworu pokondensacyjnego kwasem solnym, po czym surowy chlorowodorek 1-hydrazynoftalazyny oczyszcza się przez krystalizację z wody.



SCHEMAT