

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

66 243

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12p,8/01

Zgłoszono: 21.XI.1968 (P 130 170)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07d 49/14

Opublikowano: 30.X.1972

UKD

Współtwórcy wynalazku: Leonard Smolarski, Jan Mikołajewski, Anna Galewicz, Paweł Guzicki, Jerzy Kurowski

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

Sposób otrzymywania 1-/p-tolilo/-3-metylopirazolonu-5

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 1-/p-tolilo/-3-metylopirazolonu-5.

1-/p-tolilo/-3-metylopirazolonu-5 używany jest jako półprodukt do syntezy barwników i znane są sposoby jego otrzymywania np. przez utlenianie 1-/p-tolilo/-3-metylopirazolidonu-5 chlorkiem żelazowym w środowisku kwasu solnego z wydajnością około 92% (niemiecki opis patentowy nr 524 638), lub przez kondensację odwodnionej p-tolilohydrazyny z dwuketenem w środowisku benzenowym z wydajnością około 57—58% (opis patentowy St. Zjedn. Am. nr 2 017 815).

Z literatury znany jest również sposób polegający na kondensacji p-talilohydrazyny z estrem acetylooctowym w środowisku alkoholowym z wydajnością około 43% (Chemical Abstract 49 str. 11629 rok 1955).

W ostatnim z podanych sposobów wyodrębnianie wolnej p-tolilohydrazyny jest niekorzystne ze względu na jej duże skłonności do utlenienia się pod wpływem tlenu z powietrza jak również straty w ługu macierzystym, co w połączeniu przyczynia się do uzyskiwania niskiej wydajności i zanieczyszczania otrzymanego z niej 1-/p-tolilo/-3-metylopirazolonu-5 produktami utleniania.

Istota wynalazku polega na zabezpieczeniu p-tolilohydrazyny przed utlenieniem tlenem z powietrza przez wydzielenie jej z chlorowodoru w wodno-amoniakalnym środowisku reakcji konden-

2

sacji z estrem acetylooctowym bez wyodrębniania jej z tego środowiska.

Zastosowanie środowiska wodno-amoniakalnego tworzącego naturalną ochronę przed dostępem tlenu z powietrza przez prężność par wytworzoną nad powierzchnią cieczy w warunkach prowadzenia procesu powoduje podwyższenie jakości oraz wydajności produktu o około 37% w porównaniu z opisaną w literaturze metodą kondensacji w środowisku alkoholowym.

Sposób otrzymywania 1-/p-tolilo/-3-metylopirazolonu-5 według wynalazku polega na tym, że p-tolilohydrazynę używa się w postaci chlorowodoru, z którego po rozpuszczeniu w rozcieńczonym wodnym roztworze amoniaku uwolnioną zasadę bez wyodrębnienia ze środowiska reakcji kondensuje się z estrem acetylooctowym w temperaturze 60—80°C. Z powstałej w ten sposób soli amonowej 1-/p-tolilo/-3-metylopirazolonu-5 wydziela się gotowy produkt przez wykwaszenie rozcieńczonym kwasem mineralnym np. kwasem siarkowym lub kwasem solnym.

Przykład. 1 mol chlorowodoru p-tolilohydrazyny rozpuszcza się w 725 ml 10%-wej wody amoniakalnej przy czym w środowisku reakcji powstaje p-tolilohydrazyna w postaci wolnej zasady. Po rozpuszczeniu osadu całość rozcieńcza się wodą do objętości 2 litrów. Do roztworu wkrapla się przy mieszaniu 130 g estru acetylooctowego. Po wkropleniu estru masę reakcyjną podgrzewa się do

temperatury 67—70°C i w tej temperaturze utrzymuje przez 1 godzinę. Po tym czasie roztwór oczyszcza się przy pomocy 6 g węgla aktywnego i filtruje.

Z przesączu wytrąca się 1-/p-tolilo/-3-metylopirazon-5 30%-owym kwasem siarkowym. Po odsączeniu i wysuszeniu otrzymuje się produkt o zawartości 95—97% czystego 1-/p-tolilo/-3-metylopirazonu-5 z wydajnością około 80% wydajności teoretycznej w przeliczeniu na ester acetylooctowy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania 1-/p-tolilo/-3-metylopirazonu-5 przez kondensację p-tolilohydrazyny z estrem acetylooctowym, **znamienny tym**, że p-tolilohydrazynę użytą w postaci chlorowodoru traktuje się rozcieńczonym wodnym roztworem amoniaku, po czym tak uwolnioną zasadę bez wyodrębnienia kondensuje się z estrem acetylooctowym w temperaturze 60—80°C i gotowy produkt wytrąca się kwasem mineralnym.