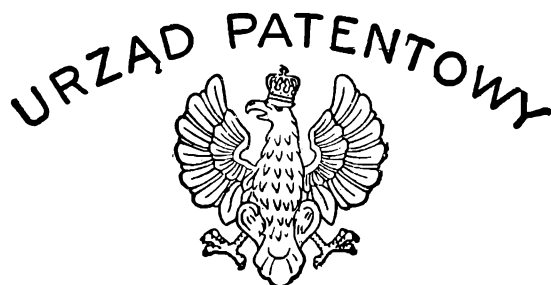


15 lipca 1925 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 1677.

Georg Lockemann
(Berlin—Grunewald, Niemcy)
Wilhelm Neumann
(Berlin, Niemcy)
i Hermann Kügler
(Glauchau, Niemcy).

Kl. 12 p 8.

MKP cotd 49/16

MS

Sposób otrzymywania 1-fenylo — 2.3 — dwumetylo—4—dwumetyloamino—5—pyrazolonu.

Zgłoszono 9 kwietnia 1924 r.

Udzielono 27 lutego 1925 r.

Pierwszeństwo: 10 kwietnia 1923 r. dla zastrz. 1; 11 października 1923 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

Według dotychczas znanych sposobów otrzymywania 1-fenylo-2.3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu, trzeba było najpierw otrzymać odpowiednie połączenie 4-aminowe z 1-fenylo—2.3-dwumetylo-4-nitrozo-5-pyrazolonu. Wolną zasadę 4-aminową, której oczyszczenie jest uciążliwe, przeprowadzało się następnie w połączenie 4-dwumetyloaminowe.

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest sposób otrzymania bezpośredniego, w jednej tylko operacji, w dobrej wydajności, 1-fenylo-2.3-dwumetylo-4-dwumetyloamino - 5-pyrazolonu z odpowiedniego 4-nitrozo-

związku. Sposób ten polega na działaniu redukujących środków na 1-fenylo-2.3-dwumetylo-4-nitrozo-5-pyrazolonu, w obecności aldehydu mrówkowego albo jego spolimerizowanych pochodnych. Jako środki redukujące wchodzi w rachubę np. metale, nadające się do tego celu, jak cynk albo żelazo, w roztworach kwasów mineralnych lub organicznych. Można też dodać odpowiedni katalizator, jak np. siarczan miedziowy.

Sposób ten można jeszcze uprościć, otrzymując żądany produkt końcowy bezpośrednio z 1-fenylo — 2.3-dwumetylo-5-

pyrazolonu przez działanie azotynu w kwaśnym roztworze. Na otrzymany w ten sposób 1-fenilo — 2.3-dwumetylo-4-nitrozo-5-pyrazolon, działa się, nie oddzielając go od pozostałych produktów reakcji, środkami redukującymi w obecności aldehydu mrówkowego lub jego spolimeryzowanych pochodnych.

Przykład I.

22 części 1-fenilo — 2.3-dwumetylo-4-nitrozo-5-pyrazolonu rozrabia się w 100 częściach 50-cio procentowego kwasu octowego i mieszając silnie (zapomocą turbiny) w ciągu 15 minut przy 40° C, dodaje się stopniowo 30 części pyłu cynkowego, celowo w obecności małej ilości siarczanu miedziowego.

Następnie dodaje się stopniowo 25 części octu lodowatego i 80 części 10-cio procentowego roztworu aldehydu mrówkowego i, podwyższając powoli temperaturę, dodaje się stopniowo dalsze 40 części pyłu cynkowego. Mieszanie odbywa się jeszcze przez jakieś 1 $\frac{1}{4}$ godziny. Następnie zobojętnia się roztwór aż do odczynu zasadowego, wytrząsa się benzolem powstałe połączenie 4-dwumetylo-aminowe i przekryształizowuje się z ligroiny i tem podobnych.

Przykład II.

3,8 części 1-fenilo-2.3-dumetylo-5-pyrazolonu rozpuszcza się w 10 częściach 40% kwasu siarkowego, dodając 50 części wody, oziębiając i mieszając zapomocą turbiny, dodaje się stopniowo roztwór 1,55 części azotynu sodu w 15 częściach wody. Przytem osadza się zielony 1-fenilo-2.3-dwumetylo-

4-nitrozo-5-pyrazolon. Wówczas dodaje się 40 części 40-to procentowego kwasu siarkowego i oziębiając dodaje się stopniowo 6 części pyłu cynkowego i trochę siarczanu miedzi. Miesza się tak długo, póki płyn nie zostanie prawie odbarwiony. Wówczas ogrzewa się do 70° C i dodaje się stopniowo 16 części 10-cio procentowego roztworu aldehydu mrówkowego i 12 części pyłu cynkowego oraz trochę siarczanu miedziowego. Miesza się tak długo, póki zauważyć można tylko słabe wywiązywanie się wodoru. Wówczas przesącza się i przesącze zobojętnia się aż do zasadowego odczynu 1-fenilo — 2.3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolon wytrząsa się benzolem i oczyszcza przez krystalizację.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymania 1-fenole — 2.3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu, znamieny działaniem środków redukujących na 1-fenilo-2.3-dwumetylo-4-nitrozo-5-pyrazolon, w obecności aldehydu mrówkowego, lub jego spolimeryzowanych pochodnych.

2. Dalsze ulepszenie sposobu według zastrz. 1, znamienne otrzymywaniem 1-fenilo — 2.3-dwumetylo-4-nitrozo-5-pyrazolonu z 1-fenilo — 2.3-dwumetylo-5-pyrazolonu i, nie oddzielając związku nitrozowego od mieszaniny reakcyjnej, poddaniem tego ostatniego działaniu środków redukujących w obecności aldehydu mrówkowego, lub jego spolimeryzowanych pochodnych.

Georg Lockemann, Wilhelm
Neumann, Hermann Kügler.
Zastępca: Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.