

ČESkoslovenská
Socialistická
Republika
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

190055

(11) (B1)

(51) Int. Cl.²
C 07 D 257/04

(22) Přihlášeno 11 01 77
(21) (PV 162-77)

(40) Zveřejněno 31 08 78

(45) Vydáno 15 09 81

(75)
Autor vynálezu

Dr. ing. JOSEF ARIENT, DrSc., PARDUBICE
a IVAN VOBOŘIL, HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Způsob přípravy 5-aminotetrazolu

1

Vynález se týká způsobu přípravy 5-aminotetrasolu.

Podle dosavadních literárních údajů se 5-aminotetrazol připavuje několikastupňovou syntézou z aminoguanidinkarbonátu. Aminoguanidinkarbonát se převede, dle těchto údajů, kyselinou dusičnou na aminoguanidinnitrát, který se po isolaci diazotuje dusitanem sodným v prostředí kyseliny dusičné na diazoguanidinium. Vzniklá diazoniová sůl se zářevem převede na 5-aminotetrazol.

Tento postup přípravy 5-aminotetrazolu není průmyslově použitelný jak pro složitost celého postupu, jak pro antikorosivní náročnost výrobního zařízení.

Výše uvedené nedostatky jsou odstraněny postupem přípravy 5-aminotetrazolu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se získá uvedený produkt ve vyhovujícím výtěžku a čistotě povařením diazoguanidiniumchloridu. Diazoguanidiniumchlorid se připraví diazotací komerčně běžně dostupného aminoguanidinsulfátu nebo aminoguanidinkarbonátu nebo jiné soli aminoguanidinu s minerální kyselinou dusitanem sodným v prostředí kyseliny chlorovodíkové.

Odpadá tím převádění aminoguanidinkarbonátu nebo aminoguanidinsulfátu na aminoguanidinnitrát a diazotace se neprovádí

2

v kyselině dusičné nýbrž v kyselině chlorovodíkové.

Celý proces se provádí v jedné operaci. Aminoguanidinová sulfátová nebo karbonátová sůl se převede na odpovídající diazoniovou sůl diazotační reakcí. Roztok diazoniové soli se zneutralisuje octanem sodným a zahřátím k varu se převede na konečný 5-aminotetrazol. Po ochlazení se 5-aminotetrazol isoluje odsátipem z reakční směsi vyloženého produktu na nuči a promytem vodou. Získá se produkt o t. t. 199—200 °C v 83%ním výtěžku, vztaženo na teoretický výtěžek.

15 Cistota produktu vyhovuje dalšímu použití.

Příklad 1

164 g aminoguanidinsulfátu se za horka rozpustí ve 250 ml 2,5 N kyseliny chlorovodíkové. Po rozpuštění se roztok ochladí na 20 °C a příkape se roztok 72 g dusitanu sodného ve 100 ml vody tak, aby teplota ne-přestoupila 40 °C. Po vkapání dusitanu se roztokem ještě jednu hodinu míchá a přidá se 100 g pevného octanu sodného. Roztok se vyhřeje k varu a za varu se udržuje 20 minut. Získá se bílá krystalická látka, která se po ochlazení ostře odsaje na nuči a promyje malým množstvím studené vody. T. t. 199 až 200 °C.

18 Výtěžek reakce činí 69 g t. j. 83 % teorie.

190055