



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

229443

(11) (B1)

(22) Prihlásené 20 12 82
(21) (PV 9349-82)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 237/10
(C 07 D 237/10,
237/12, 237/14)

(40) Zverejnené 15 09 83

(45) Vydané 15 04 86

(75)
Autor vynálezu

SOHLER ERVÍN RNDr. CSc., TRUCHLIK ŠTEFAN ing. CSc.,
VANEK JURAJ ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu

1

Vynález sa týka spôsobu výroby 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu.

4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazín je medziprodukt pri výrobe herbicídneho prípravku (Burex, Pyramín).

Doteraz sú známe viaceré spôsoby prípravy 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu. Podľa DAS 1,086238 príprava sa uskutoční reakciou kyseliny mukochlórovej a fenylhydrazínu v prostredí organického rozpúšťadla, pričom reakciou vytvorená voda sa odstraňuje z reakčného prostredia vo forme azeotropu. Čs. AO 205 592 popisuje reakciu kyseliny mukochlórovej s fenylhydrazínom v zmesi organického nepochlárneho rozpúšťadla a vody.

Ďalšie známe spôsoby sú založené na reakcii kyseliny mukochlórovej a fenylhydrazínhydrochloridu vo vodnom prostredí. Podľa USA pat. č. 2,628,181 sa uskutoční reakcia mukochlórovej kyseliny a fenylhydrazínhydrochloridu vo vode za prítomnosti uhličitánu sodného, pričom vzniknutý produkt fenylhydrazón kyseliny mukochlórovej sa izoluje a varom v ladovej kyseline octovej sa prevedie na 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazín.

Ďalší spôsob výroby sa uskutoční reakciou mukochlórovej kyseliny a fenylhydrazínu v prostredí zriedenej minerálnej kyseliny (Brit. pat. č. 881.616).

Predmetom Čs. AO 220 299 je príprava 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu reakciou kyseliny mukochlórovej a fenylhydrazínu v prostredí zriedenej kyseliny chlorovodíkovej pri prísne vymedzenom mólovom pomere fenylhydrazínu k chlorovodíku, pri ktorom sa dosiahne vysoký výťažok 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu.

Príprava 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu podľa uvedeného AO sa uskutočňuje šaržovite t. j. diskontinuálne.

Teraz sa našiel spôsob výroby 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu reakciou kyseliny mukochlórovej a fenyhydrazínu v prostredí zriedenej kyseliny chlorovodíkovej pri teplote 30 až 100 °C podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že reakcia sa uskutoční kontinuálne v prietokovom reaktore pri vzájomnom mólovom pomere chlorovodíka k fenyhydrazínu 2,2 až 2,5.

Výhoda nového postupu výroby 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu spočíva v jednoduchosť uskutočnenia, v energetickej výhodnosti voči diskontinuálnemu spôsobu výroby s možnosťou kontinuálnej separácie produktu z reakčného prostredia, čím sa zamedzí styk pracovníkov s uvedenou látkou vyvolávajúcu kožné ochorenie.

Následujúci príklad ilustruje, ale neobmedzuje predmet vynálezu.

P r í k l a d

Do prietokového reaktora pozostávajúceho z troch kotlov vzájomne spojených v kaskáde a opatrených miešadlom sa dávkovalo hodinove 12,5 kg 7 %-ného vodného roztoku kyseliny mukochlórovej o teplote 70 °C, 10,6 kg vodného roztoku 7 % fenyhydrazínhydrochloridu a 0,8 kg 31 %-nej kyseliny chlorovodíkovej. Reakčná zmes sa udržiavala v reaktore pri teplote 95 °C a zadrž bola 1 h. Technický produkt 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu sa izoloval filtráciou.

Za 1 h sa získalo 1,22 kg produktu o čistote 99,1 %. Výťažok predstavuje 96,03 % teórie.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby 4,5-dichlór-1-fenyl-6-oxo-1H-pyridazínu reakciou kyseliny mukochlórovej a fenyhydrazínu v prostredí zriedenej kyseliny chlorovodíkovej pri teplote 30 až 100 °C vyznačujúci sa tým, že reakcia sa uskutočňuje kontinuálne v prietokovom reaktore pri vzájomnom mólovom pomere chlorovodíka k fenyhydrazínu 2,2 až 2,5.