



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196105

(11)

(B1)

/22/ Prihlášené 24 03 78
/21/ /PV 1890-78/

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

(40) Zverejnené 31 05 79

(45) Vydané 15 06 82

(75)

Autor vynálezu

SOHLER ERVÍN RNDr., RAPOŠ PAVOL ing. CSc., BRATISLAVA, ĽULÁK
KAROL ing., TRNAVA, SEIDLER ĽUDOVÍT a MACKO JOZEF ing. CSc.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu

1

Predmetom vynálezu je spôsob výroby 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu.

2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín je východiskovým produktom pri výrobe herbicídneho prípravku /čs. pat. 120 858/.

Až doteraz boli známe spôsoby prípravy 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu napríklad reakciou mukochlórovej kyseliny a fenylhydrazínu hydrochloridu vo vode za prítomnosti uhličitanu sodného, ďalej reakciou mukochlórovej kyseliny a fenylhydrazínu v prostredí zriedenej kyseliny soľnej /brit.pat. 881 616, franc. pat. 1 216 605/ pričom sa vzniknutý produkt izoluje filtráciou.

Postupom podľa vynálezu sa 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ón pripravuje z 2-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazín-3-ónu, ktorý sa izoluje ako odpad /čs. pat. 122 103/ pri výrobe herbicídneho prípravku do cukrovej repy s účinnou látkou 2-fenyl-4-chlór-5-aminopyridazín-3-ónu /čs. pat. 120 858/.

Technicky sa odpad jednoduchou operáciou dá prečistiť a tak získať 2-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazín-3-ón o vysokej čistote. Je známe, že pôsobením dusitanu sodného v prostredí kyseliny chlorovodíkovej na 2-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazín-3-ón vzniká 2-fenyl-3,5-dioxo-4-diazopyridazín, z ktorého pôsobením chloridu medi sa získa 2-fenyl-4-chlór-5-hydroxypyridazín-3-ón.

Teraz sa zistil spôsob výroby 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu pôsobením dusitanu sodného na 2-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazín-3-ón v prostredí kyseliny chlorovodíkovej alebo jej zmesi s kyselinou octovou pri teplote -15°C až +50°C za prítomnosti chloridu medi v množstve 0,1 až

2

1,5 mólov na 1 mól 2-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazín-3-ónu.

Najväčší význam výroby 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu spôsobom podľa vynálezu spočíva v jednoduchšej príprave a hlavne vo využití odpadového 2-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazín-3-ónu pre túto výrobu.

Následujúce príklady ozrejmuju, ale v ničom neobmedzujú predmet vynálezu.

P r í k l a d 1

Zmes 11,1 g 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazín-3-ónu, 100 ml kyseliny chlorovodíkovej a 2,5 g chloridu medi sa ochladilo na -15°C. Za intenzívneho miešania sa po častiach pridalo 10,3 g práškoveho dusitanu sodného počas 2 hodín pri teplote -15°C až -10°C reakčnej zmesi.

Reakčná zmes sa potom postupne vyhriala na 20 až 25°C a udržiavala sa pri uvedenej teplote 2 hodiny. Ďalšiu 1 hodinu sa udržiavala reakčná zmes pri teplote 90°C po predchádzajúcom vyhriatí. Po ochladení reakčnej zmesi na 20°C pridalo sa 100 ml vody a pevný podiel sa odfiltraval. Z technického produktu prítomný 2-fenyl-4-chlór-5-hydroxypyridazín-3-ón vznikajúci ako vedľajší produkt sa odstránil rozpustením vo vodnom roztoku NaOH. Týmto spôsobom sa získalo 4,8 gramu technického 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu s b. t. 156 až 162°C čistoty 94,1%.

P r í k l a d 2

K zmesi 11,1 g 2-fenyl-4-amino-5-chlór-

pyridazín-3-ónu, 100 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej, 50 ml kyseliny octovej a 5,4 g chloridu meďného, za intenzívneho miešania pri teplote zmesi 20 až 25 °C po častiach sa pridalo 10,3 g dusitanu sodného počas 2 hodín. Reakčná zmes sa potom miešala ďalšie 2 hodiny pri uvedenej teplote. Po zriedení s 100 ml vody pevný podiel sa odfiltraval. Získalo sa 8,6 g technického 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu s b. t. 158 až 162 °C o čistote 96,17 %.

P r í k l a d 3

K zmesi 11,1 g 2-fenyl-4-amino-5-chlór-

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu vyznačujúci sa tým, že sa na 2-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazín-3-ón pôsobí dusitanom sodným v prostredí kyseliny chlorovodíkovej alebo jej zmesi s kyselinou octo-

pyridazín-3-ónu, 100 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej a 5,4 g chloridu meďného sa po častiach pridalo 10,3 g dusitanu sodného počas 2 hodín pri teplote reakčnej zmesi 40 až 45 °C. Potom reakčná zmes sa miešala pri uvedenej teplote 1 hodinu a po vyhriatí na 90 °C zase 1 hodinu. Ďalší postup ako v príklade 1. Získalo sa 4,9 g technického 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu s b. t. 155 až 161 °C, 93-%nej čistoty.

vou pri teplote -15 °C až +50 °C za prítomnosti chloridu meďného v množstve 0,1 až 1,5 mólov na 1 mól 2-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazín-3-ónu.