



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

220299

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 22 01 82

(21) [PV 442-82]

(40) Zverejnené 27 08 82

(45) Vydané 15 02 86

{51} Int. Cl.³

C 07 D 237/10

{C 07 D 237/10,
237/12, 237/14}

(75)

Autor vynálezu

SOHLER ERVÍN RNDr. CSc., TRUCHLIK ŠTEFAN ing. CSc., BRATISLAVA,
KOVAČIČ HENRICH, PEZINOK, LACKO JURAJ, SEIDLER EUDOVÍT,
BRATISLAVA

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

1

2

Spôsob výroby 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu reakciou kyseliny mukochlórovej a fenyhydrazínu v prostredí zriedenej kyseliny chlorovodíkovej pri vzájomnom mólovom pomere chlorovodíka k fenyhydrazínu 2,2 až 2,5 : 1.

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

1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazín je východiskovým produktom pri výrobe herbicídneho prípravku (čsl. patent 120 858).

Doteraz boli známe spôsoby prípravy 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu z kyseliny mukochlórovej a fenylyhydrazínu v prostredí organického rozpúšťadla, pričom reakciou vytvorená voda sa odstraňuje z reakčného prostredia vo forme azeotropu (DAS 1 086 238). Podľa čsl. aut. osvedčenia 205 592 reakcia kyseliny mukochlórovej a fenylyhydrazínu prebieha v zmesi organického nepolárneho rozpúšťadla a vody. Ďalšie známe spôsoby sú založené na reakcii kyseliny mukochlórovej a fenylyhydrazínhydrochloridu vo vodnom prostredí. Podľa USA patentu č. 2 628 181 sa uskutoční reakcia mukochlórovej kyseliny a fenylyhydrazínhydrochloridu vo vode za prítomnosti uhličitanu sodného, pričom vzniknutý produkt fenylyhydrazón kyseliny mukochlórovej sa izoluje a varom v ľadovej kyseline octovej sa prevedie na 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazín. Ďalší známy spôsob výroby sa uskutoční reakciou mukochlórovej kyseliny a fenylyhydrazínu v prostredí zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (brit. patent č. 881 616). Ako je zrejmé z príkladovej časti tohto patentu, patent nevystihuje skutočnosť, že vysoké výťažky reakcie fenylyhydrazínu s mukochlórovou kyselinou možno dosiahnuť len v prísne vymedzenom mólovom pomere medzi fenylyhydrazínom a chlorovodíkom. Tak v príklade prevedenou reakciou medzi fenylyhydrazínom a mukochlórovou kyselinou, v prostredí kyseliny soľnej, pri trojhodinovej reakčnej dobe a teplote reakčnej zmesi 90 až 100 °C dosahuje sa iba 78,5%-ný výťažok 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu.

Teraz sa zistilo, že pre dosiahnutie optimálneho výťažku ako i ovplyvnenie reakčnej rýchlosti pri príprave 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu reakciou kyseliny mukochlórovej a fenylyhydrazínu v rovnakých mólových pomeroch v prostredí zriedenej kyseliny chlorovodíkovej, najdôležitejším faktorom je vzájomný pomer chlorovodíka k fenylyhydrazínu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že vzájomný mólový pomer chlorovodíka k fenylyhydrazínu je 2,2 až 2,5 : 1.

Hlavnou výhodou spôsobu prípravy 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu je vy-

soký výťažok 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu za pomerne krátku reakčnú dobu.

Vplyv vzájomného mólového pomeru chlorovodíka (HCl) k fenylyhydrazínu (FH) na výťažok 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu (PCC) pri reakcii kyseliny mukochlórovej a fenylyhydrazínu v ekvimolových pomeroch pri reakčnej teplote 90 až 95 °C po dobu 10 minút uvádza nasledujúca tabuľka.

Mólový pomer HCl : FH Výťažok PCC (%)

1,02	81,9
1,05	83,4
2,0	86,9
2,2	90,8
2,5	90,8
3,0	86,1
3,5	85,0
4,0	83,4

Nasledujúce príklady ilustrujú ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Príklad 1

Do banky opatrenej miešadlom a spätným chladičom sa predložilo 36,3 g 93%-nej kyseliny mukochlórovej, 400 ml vody a 52,4 g 32%-nej kyseliny chlorovodíkovej. Potom za miešania sa pridalo 21,6 g fenylyhydrazínu a reakčná zmes sa vyhriala na 90 až 95 °C a pri tejto teplote sa udržala po dobu 30 minút. Po ochladení na 20 °C sa produkt izoloval filtráciou. Získalo sa 47,1 g 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu o čistote 98,4 percenta. Výťažok predstavuje 96,05 % teórie.

Príklad 2

Do kotla sa predložilo 187 kg 93%-nej kyseliny mukochlórovej a 300 l vody. Za miešania sa pridalo 212,6 kg 7%-ného vodného roztoku fenylyhydrazínhydrochloridu a 136 kg 36%-nej kyseliny chlorovodíkovej. Reakčná zmes sa vyhriala na 95 až 100 °C a udržiavala sa pri tejto teplote po dobu 45 minút. Po ochladení zmesi na 20 až 25 °C sa pevný produkt odfiltroval. Získalo sa 247 kg technického 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu o čistote 96,7 %.

Výťažok predstavuje 96,2 % teórie.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby 1-fenyl-4,5-dichlór-6-oxo-1H-pyridazínu reakciou kyseliny mukochlórovej a fenylyhydrazínu v prostredí zriedenej kyseliny chlorovodíkovej vyznačujúci sa tým,

že sa používa kyselina chlorovodíková a fenylyhydrazín v molárnom pomere 2,2 až 2,5 : 1.