



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

223089
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 237/22

{22} Přihlášeno 21 12 81
{21} {PV 9574-81}

{40} Zverejnené 30 11 82

{45} Vydané 15 03 86

[75]

Autor vynálezu

POÖR RÖBERT ing. CSc., LACKO JURAJ, BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu

1

2

Predmetom vynálezu je spôsob výroby 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu amináciou 1-fenyl-4,5-chlór-6-pyridazónu amoniakom, vyznačený tým, že získaná zmes po aminácii, obsahujúca hlavne 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón, 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazón, 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazón i NH_4Cl , sa pridáva roztavená do vody alebo do roztoku chloridu amónneho, pričom technický 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón sa izoluje z roztoku a získaný filtrát sa recykluje do procesu extrakcie a po opätovnom použití sa získava chlorid amónny kryštalizáciou.

Predmetom vynálezu je spôsob spracovávania reakčnej zmesi po aminácii 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazónu obsahujúcej hlavne NH_4Cl , 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón, 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazón a 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazón, pričom sa roztavená zmes uvedených uvedených látok extrahuje vo vode alebo v roztoku chloridu amónneho za vzniku technického 1-fenyl-5-amíno-5-chlór-6-pyridazónu a získaný filtrát sa recirkuluje do procesu extrakcie a po opätovnom použití sa z neho kryštalizáciou získava chlorid amónny.

Doteraz známy spôsob spracovania reakčnej zmesi 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu po aminácii využíva použitie organického rozpúšťadla na extrakciu neúčinného izoméru, pričom sa roztavená tavenina vypúšťa do nopolárneho rozpúšťadla, napríklad xylénu, a ďalej sa zmes spracováva azeotropickou destiláciou s vodnou parou, pričom chlorid amónny prechádza do vodného roztoku. Zaužívaný spôsob spracovávania reakčnej zmesi 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu má niekoľko nevýhod. Nevýhodou je vypúšťanie roztavenej taveniny pri teplote 180°C až 200°C do organického rozpúšťadla. Tento postup je z hľadiska požiarnej ochrany nevyhovujúci pretože je sprevádzaný možnosťou požiaru, v prípade ak sa nepracuje v inertnej atmosfére dusíka. Zavádzanie dusíka do procesu extrakcie taveniny v organickom rozpúšťadle komplikuje technologický postup výroby. Ďalšou nevýhodou je, že pri azeotropickej destilácii a extrakcii neúčinného izoméru, odchádza vo forme neúčinného izoméru 2 % až 4 % účinnej látky 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu. Zaužívaný postup má tiež nevýhodu v tom, že odpadné vody získané z azeotropického odstraňovania organického rozpúšťadla obsahujúce chlorid amónny v nízkej koncentrácii sa ďalej nevyužívajú, pričom tieto vody obsahujú aj malé množstvo organického rozpúšťadla, napríklad xylénu.

Zistili sme, že proces spracovávania reakčnej zmesi po aminácii 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazónu možno upraviť podľa predmetu vynálezu tak, že zmes získaná po aminácii 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazónu obsahujúca hlavne 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón, 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazón, 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazón a chlorid amónny sa roztaví na teplotu 170°C až 200°C a ďalej sa vypúšťa do vody alebo do roztoku chloridu amónneho za intenzívneho miešania vody alebo chloridu amónneho v roztoku, pričom počiatočná teplota vody alebo roztoku chloridu amónneho je 20°C až 70°C . Po ukončení pridávania taveniny sa zmes mieša 5 až 120 minút a ďalej sa izoluje tuhá fáza od roztoku chloridu amónneho. Pridávanie taveniny ako aj proces extrakcie do vody alebo do roztoku chloridu amónneho možno viesť kontinuálne alebo diskontinuálne. Získaný roztok

chloridu amónneho možno recirkulovať do procesu spracovania reakčnej zmesi po aminácii, pričom dochádza k príprave nasýteného roztoku chloridu amónneho.

Výhodou postupu je, že sa v procese extrakcie chloridu amónneho vodou alebo roztokom chloridu amónneho nevyžaduje inertné dusíkové prostredie, čím sa technologický postup výroby zjednodušuje. Ďalšou výhodou je, že sa získava postupne nasýtený roztok chloridu amónneho, z ktorého možno získať kryštalizáciou chlorid amónny a odpadný filtrát sa opätovne dá použiť do procesu extrakcie, čím sa zníži objem odpadových vôd na minimum. Výhodou je, že postup podľa postupu vynálezu neobsahuje odpadnú vodu s organickým rozpúšťadlom. Jeho veľkou výhodou je, že nedochádza k stratám účinnej látky, pretože sa neoddeľuje neúčinný izomér od účinnej látky.

Predmet vynálezu dokumentujú nasledujúce príklady, ktoré však vôbec nevyčerpávajú jeho rozsah.

Príklad 1

Pro laboratórny pokus bola odobratá vzorka reakčnej zmesi po ukončení aminácie, pričom priemerné zloženie tejto zmesi bolo 19,91 % chloridu amónneho, 70,45 % hmot. 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, 25,8 percenta hmot. 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazónu a 3,75 % hmot. 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazónu. Reakčná zmes v množstve 35 g sa udržiavala v roztavenom stave v dvojhrdlej sklenenej baňke vlozenej v kúpeli teplonosného média, ktorého teplota bola 180°C do 220°C . Roztavená reakčná zmes sa preliala do 300 ml vody, ktorá bola predom vyhriata na 50°C a intenzívne sa miešala. Doba pridávania roztavenej reakčnej zmesi trvala cca 10 minút. Teplota vodného roztoku počas pridávania reakčnej zmesi pozvoľne vystúpila na 80°C . Po 10 minútach miešania sa tuhá fáza odfiltrovala a vysušila v sušiarňi pri 105°C do konštantnej hmotnosti. Získalo sa 24 g technického produktu 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, ktorého zloženie odpovedalo 70 % hmot. 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, 26 % hmot. 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazónu a 3,75 % hmot. 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazónu, ktorý obsahoval stopové množstvo chloridu amónneho. Pri prelievaní taveniny do vody vznikli straty na produkte, ktorý ostal zatuhnutý na stenách baniek. Vo vodnom roztoku získanom po filtrácii bolo zistené 2,15 % hmot. chloridu amónneho.

Príklad 2

V laboratórnom pokuse bola použitá vzorka reakčnej zmesi získanej po ukončení aminácie, pričom obsahovala 18,12 % hmot. chloridu amónneho a zbytok tvorila zmes

obsahujúca hlavne 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón, 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazón a 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazón. 100 g roztavenej zmesi, ktorej teplota bola 180 °C, sa prelialo za intenzívneho miešania do 500 ml vody po dobu 5 minút, teplota vody bola 70 °C. Ďalej sa tuhá fáza odfiltrovala, premyla 150 ml vody a technický 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón sa pri teplote 105 °C vysušil do konštantnej hmotnosti. Získalo sa 76 g technického 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu obsahujúceho 75,5 % hmot. 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón, 24,3 % 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazónu a 0,2 % hmot. 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazónu. Získaný filtrát z pokusu č. 2 sa použil v pokuse č. 3.

Príklad 3

Extrakcii sa podrobilo 140 g roztavenej reakčnej zmesi získanej z procesu výroby 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, obsahujúceho 18,92 % hmot. chloridu amónneho, ďalej 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón, 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazón a 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazón. Roztavená tavenina pri teplote 180 °C sa vliala do 800 ml roztoku, získaného z pokusu 1 a 2, uvedených v príklade 1 a 2, pričom počiatočná teplota roztoku chloridu amónneho bola 65° Celsia. Tavenina sa prelievala do roztoku

chloridu amónneho za intenzívneho miešania. Tuhá, vyzrážaná fáza sa odfiltrovala za tepla a po vysušení do konštantnej hmotnosti sa získalo 110 g technického 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, obsahujúceho 72,3 % hmot. 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón, 25,4 % hmot. 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazónu a 2,4 % hmot. 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazónu.

Príklad 4

V príklade 4 sa postupovalo ako v príklade 3, pričom na extrakciu sa použilo 172 g roztavenej zmesi chloridu amónneho, 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazón a 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazón, obsahujúcej 20,92 % chloridu amónneho, ktorá sa vliala do 850 ml chloridu amónneho, získaného z príkladu 1 až 3 a získalo sa 130 g technického 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, obsahujúceho 72,3 % 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, 25,3 % hmot. 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazónu a 2,3 % hmot. 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazónu. Filtrát sa ochladil zo 60 °C na 20 °C, pričom sa kryštalizáciou získalo 8,0 g chloridu amónneho.

Spôsob výroby podľa predmetu vynálezu možno využiť pri výrobe selektívneho herbicídneho prípravku na báze 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu amináciou 1-fenyl-4,5-chlór-6-pyridazónu amoniakom, vyznačený tým, že sa roztavená zmes, získaná po aminácii 1-fenyl-4,5-chlór-pyridazónu amoniakom, obsahujúca hlavne 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón, 1-fenyl-5-amíno-4-chlór-6-pyridazón, 1-fenyl-4,5-dichlór-6-pyridazón a NH_4Cl , pridáva za miešania do vody, alebo do roztoku chloridu amónneho,

pričom počiatočná teplota vody je 20 až 80° Celsia a ďalej sa izoluje 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón technický od vodného roztoku, získaný roztok chloridu amónneho sa recykluje opätovne na extrakciu technickej zmesi po aminácii 1-fenyl-4,5-chlór-6-pyridazónu a po opakovanom použití sa získava z neho chlorid amónny kryštalizáciou.