



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

195128

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 237/06

/22/ Prihlášené 25 10 77
/21/ /PV 6915-77/

(40) Zverejnené 28 04 79

(45) Vydané 15 04 82

(75)

Autor vynálezu

LEŠKA ŠTEFAN, SVITEK IMRICH ing. a KOPINIČ VLADIMÍR ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 4,5-dichlór-2-fenylpyridazín-3-onu

I

Vynález sa týka spôsobu výroby 4,5-dichlór-2-fenylpyridazín-3-onu zo základnej suroviny anilínu bez izolácie technického fenylhydrazínu alebo fenylhydrazínu hydrochloridu kondenzáciou s kyselinou mukochlórovou priamo v prítomnosti reakčných splodín vznikajúcich pri syntéze fenylhydrazínu hydrochloridu.

Uvedené látky sú meziproduktmi pri výrobe 5-amino-4-chlór-2-fenylpyridazín-3-onu, ktorý je biologicky aktívnu zložkou selektívneho herbicídneho prípravku na ošetrovanie cukrovej repy.

Podľa doteraz známych patentov a výrobných postupov bolo nevyhnuté pre účely výroby 4,5-dichlór-2-fenylpyridazín-3-onu izolovať fenylhydrazín alebo fenylhydrazín hydrochlorid, pričom sa odstránili separačnými procesmi ostatné reakčné splodiny.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob výroby 4,5-dichlór-2-fenylpyridazín-3-onu diazotáciou anilínu, redukciou vzniklého benzéndiazóniumchloridu roztokom kyslého a normálneho siričitanu sodného a hydrolyzou fenylhydrazínu disulfonátu sodného kyselinou solnou, ktorého podstata je, že sa reakcia fenylpyridazínu hydrochloridu s kyselinou mukochlórovou rozpustenou priamo v reakčnom roztoku prevádza v prítomnosti vzniklých reakčných splodín v roztoku o koncentrácii 2,5 až 3,5 % hmotn. fenylhydrazínu hydrochloridu.

Výhodou uvedeného postupu je zníženie počtu operácií pri príprave fenylhydrazínu hydrochloridu po hydrolyze, vysočovanie a kryštalizácie fenylhydrazínu hydrochloridu, rozpúšťania a prípravy roztoku pre kondenzá-

2

ciu s kyselinou mukochlórovou, čím vznikajú pri priemyselnej výrobe úspory na investíciách, energiách a pracovných silách, pri podstatne zvýšenej výťažnosti základných surovín. Nový spôsob výroby umožňuje zásadné zníženie množstva fenylhydrazínu hydrochloridu v odpadných vodách, ktoré u doteraz známych spôsoboch výroby boli toxikologicky závažné.

P r í k l a d

Do predlohy 800 ml vody sa postupne nadvakovalo za intenzívneho miešania a chladenia 825 ml 32% kyseliny solnej, takou rýchlosťou, aby teplota neprestúpila 30 °C. Po ochladení obsahu reakčnej zmesi na 10 °C sa začalo postupne pridávať 372,5 ml anilínu takou rýchlosťou, aby sa teplota udržala v rozmedzí 10 až 15 °C. Pri pridaní anilínu sa reakčná zmes ochladila na +2 °C a pod hladinu sa začalo dávkovať 520 ml 40% dusitanu sodného. Reakčná zmes sa napustila do predlohy redukčnej zmesi pozostávajúcej z 1760 ml bisulfitu sodného s obsahom 22,87 % hmotnostného kyslíčnika siričitého a 350 ml 45 % luhu sodného. Rýchlosť napúšťanej reakčnej zmesi do predlohy redukčnej zmesi sa riadila tak, aby sa teplota zmesi udržala v rozmedzí 30 až 35 °C. Po vyhriatí na 85 °C sa pridali 3 g zinkového prachu a teplota sa zvýšila na 90 °C, pri ktorej sa za stáleho miešania udržala 60 min. Prefiltrovaná reakčná zmes sa v priebehu 60 min. dávkovala do 865 ml 32% kyseliny solnej. Získaný roztok fenylhydrazínu hydrochloridu sa zriedil pridaním 10 700 ml

vody na koncentráciu 3,11 % hmot.

Z roztoku sa odobralo 1000 ml, ku ktorým sa pridalo 37,65 g kryštalickej kyseliny mukochlórovej. Roztok sa vyhrial v priebehu 30 min na 90 °C, pri ktorej teplota sa za neustáleho miešania udržiavala

60 minút. Vzniklá suspenzia sa po ochladení na 20 °C filtrovala a získaný dichlórpyridazón sa sušil pri teplote 80 °C po dobu 300 min. Získalo sa 52 g dichlórpyridazónu o čistote 98,54 % hmot.

P R E D M E T . V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby 4,5-dichlór-2-fenylpyridazín-3-onu diazotáciou anilínu, redukciou vzniklého benzéndiazóniumchloridu roztokom kyslého a normálneho siričitanu sodného a hydrolýzou fenylhydrazínu disulfonátu sodného kyselinou soľnou a následnou kondenzáciou fenylhydrazínu hydrochloridu s kyselinou mukochlórovou pri teplote 50

až 100 °C po dobu 30 až 90 minút vyznačujúci sa tým, že reakcia fenylhydrazínu hydrochloridu s kyselinou mukochlórovou, rozpustenou v molárnom pomere priamo v reakčnom roztoku, sa prevádza v prítomnosti vzniklých reakčných spodín v roztoku o koncentrácii 2,5 až 3,5 % hmotn. fenylhydrazínu hydrochloridu.