



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

197 937

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 28 06 78

(21) PV 4236-78

(51) Int. Cl. C 07 D 237/10

(C 07 D 237/10

237/12

237/14)

(40) Zverejnené 31 08 79

(45) Vydané 01 6 82

(75)

Autor vynálezu

SOHLER ERVÍN RNDr.

RAPOŠ PAVEL ing. CSc.

HUTÁR EDUARD ing.

SEIDLER LUDOVÍT, BRATISLAVA

(54)

Spôsob separácie 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu

1

Predmetom vynálezu je spôsob separácie 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu z jeho roz-
toku v inertnom nepochlárnom rozpustidle.

2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ón je východiskovým produktom pri výrobe herbicídneho
prípravku do cukrovky s účinnou látkou 2-fenyl-4-chlór-5-amínopyridazín-3-ón.

Podľa doteraz známych postupov výroby sa 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ón izoloval
z reakčného prostredia filtráciou (USA pat. 2,628.181, Brit. pat. 881.616, Franc. pat.
1.261.605).

Podľa čs. autorského osvedčenia č. 192 282 sa výroba 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-
3-ónu uskutočňuje reakciou mukochlórovej kyseliny a fenylydrazínhydrochloridu vo vodnom
prostredí za prítomnosti inertného nepochlárneho rozpustidla.

Vzniknutý 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ón rozpustený v inertnom nepochlárnom rozpus-
tidle sa oddelí od vody a izoluje sa z rozpustidla napríklad azeotropickou destiláciou
s vodou, alebo priamym oddestilovaním pokiaľ rozpustidlo je z radu alifatických uhľovodí-
kov.

Je známe, že aromatické uhľovodíky a halogenované aromatické uhľovodíky sa nedajú od-
destilovať z 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu asi pri teplote do 250 °C.

197 937

Pri výrobe 2-fenyl-4-chlór-5-aminopyridazín-3-ónu napríklad podľa čs. pat. 120.858 je žiadúce, aby východiskový 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ón neobsahoval aromatické uhľovodíky, ktoré brzdia priebeh reakcie.

Teraz sa zistilo, že postupom podľa vynálezu je možné separovať 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ón z roztoku v inertnom nepolárnom rozpustidle zo skupiny zahrňujúcej aromatické uhľovodíky a halogenované aromatické uhľovodíky, ak sa do zahusteného 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu s obsahom 30 až 1 % rozpustidla pri teplote 160 až 230 °C pod hladinu zavádza vodná para o teplote 100 až 180 °C. Zmes destilačných pár rozpúšťadla sa odvádza z prostredia separácie a získaný 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ón odteká vo forme taveniny.

Izolovaný 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ón vo forme taveniny je možné okamžite použiť pre prípravu 2-fenyl-4-chlór-5-aminopyridazín-3-ónu podľa čs. patentu č. 120858.

Separácia je jednoduchá a je možné uskutočniť ju aj kontinuálne. Postupom podľa vynálezu sa odstráni nepríjemná manipulácia pri filtrácii 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu, ktorého toxické účinky sú známe.

Nasledujúce príklady osvetľujú, ale v ničom neobmedzujú predmet vynálezu.

P r í k l a d 1

Zmes 33,9 g mukochlórovej kyseliny 99 %nej, 392 g vodného roztoku fenylylhydrazínhydrochloridu 7,75 %ného a 250 ml chlórbenzénu sa udržiava pri teplote refluxu za miešania po dobu 2 hodín. Zmes sa ochladí na 80 °C a chlórbenzénový roztok 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu sa oddelí od vodnej vrstvy. Chlórbenzénový roztok sa zahustí za miešania na olejovom kúpeli. Po dosiahnutí 200 °C teploty vo varníku zavádza sa vodná para, predohriata na 150 °C pod hladinu. Tým sa odstránia posledné zvyšky chlórbenzénu z taveniny 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu, ktorý sa získa vo výťažku 46,5 g čistoty 96,3 %.

P r í k l a d 2

Zmes 33,9 g mukochlórovej kyseliny 99 %nej, 50 g vody a 392 g vodného roztoku fenylylhydrazínhydrochloridu 7,75 %ného sa udržiava za miešania pri teplote 90 až 100 °C po dobu 2 hodín. Po uplynutí reakčnej doby pridá sa 250 g xylénu a upraví sa teplota zmesi na 85 °C. Vodný podiel sa oddelí od xylénového roztoku 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu, ktorý sa zahustí na olejovom kúpeli do dosiahnutia teploty vo varníku 190 °C. K zvyšku pod hladinu za miešania sa zavádza mokrá vodná para teploty 100 °C, čím sa vydestiluje zvyškový xylén v množstve 10 g. Získa sa 47,2 g taveniny 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu čistoty 96,5 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob separácie 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu z roztoku v inertnom nepolárnom rozpustidle zo skupiny zahrňujúcej aromatické uhľovodíky a halogenované aromatické uhľovodíky, vyznačujúci sa tým, že po zahustení roztoku 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ónu na obsah 30 až 1 % rozpustidla sa pri teplote 160 až 230 °C zavádza pod hladinu vodná para o teplote 100 až 180 °C, zmes destilačných pár rozpúšťadla a vody sa odvádza z prostredia separácie a získaný 2-fenyl-4,5-dichlórpyridazín-3-ón odteká vo forme taveniny.