



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

208446

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 25 03 80

(21) (PV 2053-80)

(40) Zverejnené 31 12 80

(45) Vydané 01 02 84

(51) Int. Cl.³

C 07 D 237/10

(C 07 D 237/10,
237/12, 237/22)

(75)

Autor vynálezu

TRUCHLIK ŠTEFAN ing. CSc., SOHLER ERVÍN RNDr., SEIDLER
LUDOVÍT, VRZGULA DIONÝZ ing., RAPOŠ PAVEL ing. CSc.,
BRATISLAVA, ĎULÁK KAROL ing. TRNAVA, MACKO JOZEF ing.
CSc., PEZINOK, HUSÁR ŠTEFAN dipl. tech. a HUTÁR EDUARD, ing.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6

Spôsob výroby 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyrida-
zónu-6 reakciou 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6
s plynným amoniakom za prítomnosti močoviny.
Reakcia prebieha pri teplote 170 až 220 °C.
Molárny pomer 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6
ku amoniaku a močovine je 1 : 1 až 1,3 : 0,04 až
1.

Spôsob výroby dosahuje sa zvýšenie reakčnej
rýchlosti čo súčasne dáva možnosť zvýšiť kapacitu
výroby a znížiť spotrebu energie.

Predmetom vynálezu je spôsob výroby 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6 reakciou 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 s plynným amoniakom za prítomnosti močoviny.

1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazón-6 je účinnou látkou herbicídneho prípravku (Burex, Pyramín), ktorý sa používa na selektívne ničenie burín v cukrovej repe.

Jedným zo známych spôsobov výroby 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu je aminácia 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 plynným amoniakom pri teplote udržiavajúcej reakčnú zmes vo forme taveniny (čsl. pat. 120 858), pričom reakcia je ukončená za 6–7 hodín. Nedostatkom uvedeného spôsobu prípravy je napríklad postupné vylučovanie sa chloridu amónneho, ktorého po ukončení aminácie reakčná zmes obsahuje do 20 hmot. % a ktorý počas aminácie spôsobuje postupné hustnutie reakčnej zmesi. To má za následok zhoršenie podmienok reakcie medzi amoniakom a 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónom-6, čo sa prejaví prítomnosťou nezreagovaného 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 v technickom produkte 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6 (čsl. pat. 122 103). Uvedené nedostatky sa odstránia prítomnosťou sulfitového výluhu, éterov alebo esterov celulózy počas aminácie (čsl. aut. osv. 189538), pričom reakčná doba ostáva nezmenená, t. j. 7 hodín. Dôkazom sú príklady v uvedenom čsl. aut. osvedčení.

Teraz sa zistil nový spôsob výroby 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6 reakciou 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 s plynným amoniakom za prítomnosti katalytického množstva močoviny pri teplote 170 až 220 °C, pričom molárny pomer 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 ku amoniaku a močovine je 1 : 1 až 1,3 : 0,04 až 1.

Výhodou nového spôsobu výroby je skutočnosť, že sa zvýši reakčná rýchlosť oproti doterajším spôsobom prípravy 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6 vo forme taveniny, pričom obdobne tekutosť reakčnej zmesi na počas aminácie nemení. Reakčná rýchlosť sa zvýši aj v prípade, keď močovina sa použije za prítomnosti iného stekucovadla ako napr. sulfitového výluhu (čsl. aut. osv. 189538).

Skrátenie reakčnej doby dáva možnosť zvyšovania kapacity výroby súčasne znižuje spotrebu energie.

Nasledujúce príklady ozrejmuju, ale v ničom neobmedzujú spôsob výroby 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6 podľa vynálezu.

Príklad 1

Do reaktora valcovitého tvaru o objeme 100 ml sa nadávkovalo 60 g 96 %-ného 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 a 0,6 g močoviny. Pri 200 °C sa zavádzal amoniak do reakčnej zmesi takou rýchlosťou, aby dávkované množstvo bolo v malom prebytku voči spotrebe.

Po 5 h bola reakcia ukončená. Ochladená tavenina sa rozdrtila a prítomný chlorid amonný sa vymyl s vodou.

Výsledný technický produkt mal nasledovné zloženie 76,4 % 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6, 18,8 % 1-fenyl-5-amino-4-chlórpyridazónu-6 a 1,9 % nezreagovaného 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6.

Príklad 2

Do aparatury popísanej v príklade 1 sa nadávkovalo 60 g 96,2 %-ného 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 a 3 g močoviny. Pri teplote 190–195 °C sa zavádzal amoniak do reakčnej zmesi. Reakcia bola ukončená po 4 hodinách. Získalo sa 71 g taveniny o zložení: 60,6 % 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6, 17,1 % 1-fenyl-5-amino-4-chlórpyridazónu-6, 19,9 % chloridu amonného. V tavenine nebol prítomný nezreagovaný 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6.

Výťažok 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6 predstavoval 81,1 % teórie.

Príklad 3

Do aparatury popísanej v príklade 1 sa nadávkovalo 60 g 96,2 %-ného 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 a 6 g močoviny. Pri teplote 200 °C sa zavádzal amoniak do reakčnej zmesi. Reakcia bola ukončená po 3,5 hodinách. Ochladená tavenina sa rozdelila a prítomný chlorid amonný sa vymyl s vodou. Obdržalo sa 54,2 g technického produktu o zložení 76,7 % 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6, 20,9 % 1-fenyl-5-amino-4-chlórpyridazónu-6, 0 % 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6.

Výťažok 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6 predstavoval 78,4 %.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby 1-fenyl-4-amino-5-chlórpyridazónu-6 reakciou 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 s plynným amoniakom vyznačujúci sa tým, že reakcia sa uskutočňuje za prítomnosti močoviny

pri teplote 170 až 220 °C, pričom molárny pomer 1-fenyl-4,5-dichlórpyridazónu-6 ku amoniaku a močovine je 1 : 1 až 1,3 : 0,04 až 1.