



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 940648

(61) Дополнительный к патенту -

(22) Заявлено 12.09.80 (21) 2980754/23-04

(23) Приоритет - (32) 15.09.79

(31) Р 2937421.8 (33) ФРГ

(51) М. Кл.³

С 07 В 237/14

//А 01 N 43/58

Опубликовано 30.06.82. Бюллетень № 24

(53) УДК 547.852.
.2.07(088.8)

Дата опубликования описания 30.06.82

(72) Авторы
изобретения

Иностранцы
Винфрид Рихарц, Гельмут Фрелих, Харальд Шредер
(ФРГ)

(71) Заявитель

Иностранная фирма
"Басф АГ"
(ФРГ)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 4-АМИНО-5-ХЛОР-
-1-ФЕНИЛПИРИДАЗОНА-(6)

РРФК

1

2

Изобретение относится к способу получения 4-амино-5-хлор-1-фенилпиридазона-6, который может найти применение в качестве гербицида.

Известен способ получения 4-амино-5-хлор-1-фенилпиридазона-(6), заключающийся в том, что 4,5-дихлор-1-фенилпиридазон-(6) подвергают взаимодействию с водным аммиаком при 120°C и давлении 40 атм с последующим выделением целевого продукта [1].

Недостатком известного способа является невысокий выход целевого продукта, который составляет максимум 65%.

Цель изобретения - повышение выхода целевого продукта.

Поставленная цель достигается способом получения 4-амино-5-хлор-1-фенилпиридазона-(6) взаимодействием 4,5-дихлор-1-фенилпиридазона-(6) с 15%-ным водным аммиаком при 130°C и давлении 6 бар в присутствии фенол-4-сульфоновой кислоты, взятой в мольном соотношении к исходному

фенилпиридазону и аммиаку, равном 0,5:1:2,5-14.

Отличительными признаками способа является проведение процесса в присутствии фенол-4-сульфоновой кислоты, взятой в мольном соотношении к исходному фенилпиридазону и аммиаку, равном 0,5:1:2,5-14.

Пример 1. В автоклав, емкостью 300 об.ч. снабженный нагревательной рубашкой, подают 85 об.ч. 15%-ного водного аммиака (14 моль аммиака), 12,05 вес.ч. (1 моль) 4,5-дихлор-1-фенилпиридазона-(6) и 6,2 вес.ч. 70%-ного водного раствора фенол-4-сульфоновой кислоты (0,5 моля кислоты). Реакционный раствор при размешивании нагревают до 130°C и эту температуру поддерживают в течение 4 ч. При этом создается давление 6 бар. Затем реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры (20°C) и маточный раствор полностью отсасывают от реакционной смеси. Затем отделяют маточный раст-

вор, твердый продукт реакции промывают водой и сушат в вакууме при 100°C. Получают 9,8 вес.ч. (89% теории) 4-амино-5-хлор-1-фенилпиридазона-(6) с т.пл. 205-206°C (согласно газовой хроматографии содержание 5-амино-4-хлор-1-фенилпиридазона-(6) составляет 1%, а содержание 4-аминопроизводного 99%)

Пример 2. Маточный раствор примера 1, содержащий 0,5 моль фенол-4-сульфоновой кислоты, 12,05 весч (1 моль) 4,5-дихлор-1-фенилпиридазона-(6) и 15 об.ч. 15%-ного водного аммиака (2,5 моль аммиака) перемешивают и в течение 6 ч поддерживают при 130°C, описанным в примере 1 образом. После переработки получают 10,1 вес.ч. (91% теории) 4-амино-5-хлор-1-фенилпиридазона-(6) с т.пл. 202-204°C (согласно газовой хроматографии содержание 5-амино-4-хлор-1-фенилпиридазона-(6) сос-

тавляет 2,3%, а содержание 4-аминопроизводного 96%.

Формула изобретения

Способ получения 4-амино-5-хлор-1-фенилпиридазона-(6) взаимодействием 4,5-дихлор-1-фенилпиридазона-(6) с водным аммиаком при повышенных температурах и давлении с последующим выделением целевого продукта, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта, процесс проводят в присутствии фенол-4-сульфоновой кислоты, взятой в мольном соотношении к исходному фенилпиридазону и аммиаку, равном 0,5:1:2,5-14, при 130°C и давлении 6 бар с использованием 15%-ного водного аммиака.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе
1. Патент Великобритании № 871674, кл. 2/3/, опублик. 28 июня 1961.

Составитель Т.Якунина

Редактор Н.Ковалева

Техред И. Гайду

Корректор Г.Решетник

Заказ 4700/80

Тираж 445

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4