

(19) Országkód

**HU**



**MAGYAR  
KÖZTÁRSASÁG  
ORSZÁGOS  
TALÁLMÁNYI  
HIVATAL**

## **SZABADALMI LEÍRÁS**

(11) Lajstromszám

**201741 B**

(22) Bejelentés napja: 1987. 09. 18. (21) (4175/87)

Bejelentés elsőbbsége: (33) US  
(32) 1986. 09. 19.  
(31) 909 443

(51)

NSZO<sub>5</sub>  
C07D 213/61

(41) (42) Közzététel napja: 1989. 05. 29.

(45) Megadás meghirdetésének dátuma  
a Szabadalmi Közlönyben: 1990. 12. 28.

(72) Feltaláló(k):  
MURPHY Frank H., Alvin Texas, US

(73) Szabadalmas:  
The Dow Chemical Co., Midland  
Michigan, US

### **(54) ÚJ ELJÁRÁS 2,3,5,6-TETRAKLÓR-PIRIDIN ELŐÁLLÍTÁSÁRA**

#### **(57) KIVONAT**

A találmány szerint 2,3,5,6-tetraklór-piridin előállítására előnyösen pentaklór-piridint reagáltatnak alkilnitril, víz, alkil-szulfoxid, tetrametil-szulfon, 1-5 szénatomos alkohol, alkil-3-karbonát vagy ezek elegyéből álló oldószerben, szerves vagy szervetlen savval képzett ammóniumsó jelenlétében 1 mól pentaklór-piridinre számított 0,7-1,1 g atom cinkkel.

*A leírás terjedelme: 8 oldal, 1 ábra*

**HU 201741 B**

A találmány tárgya új eljárás 2,3,5,6-tetraklór-piridin előállítására pentaklór-piridinből. A 2,3,5,6-tetraklór-piridin inszekticid készítmények előállítására használható értékes, kereskedelmi forgalomban beszerezhető anyag. A 2,3,5,6-tetraklór-piridint alkalmazták továbbá a herbicid hatású  $\alpha$ -[4-(3',5'-6'-triklór-pirid-2'-il-oxi)-fenoxi]-alkánkarbonsavak és származékaik előállításának közti-termékeként. Az ilyen  $\alpha$ -[4-(3',5',6'-triklór-pirid-2'-il-oxi)-fenoxi]-alkánkarbonsavak és származékaik előállítását és alkalmazását például a 4 133 675 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetik.

A 2,3,5,6-tetraklór-piridinnek pentaklór-piridinből való előállítását például a 3 993 654 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban írják le, az ismertetett eljárás szerint pentaklór-piridint reagáltatnak cinkkel és hidrogén-kloriddal vizes közegben legalább 110 °C hőmérsékleten és legalább légköri nyomáson.

A 4 259 495 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetett eljárás szerint a 2,3,5,6-tetraklór-piridin előállítására pentaklór-piridint cinkkel reagáltatnak alkánfoszforsav-dialkil-észter oldószerben egy ammóniumsó jelenlétében. Bár az eljárás jó hozammal hajtható végre, azzal a komoly hátránnyal jár, hogy az alkánfoszforsav-dialkil-észter oldószernek a kívánt 2,3,5,6-tetraklór-piridin terméktől való elkülönítése különlegesen bonyolult elválasztó berendezés hiányában igen nehéz. További hátrányt jelent, hogy az alkalmazott alkánfoszforsav-dialkil-észter oldószer magas forráspontja nehezen megoldhatóvá teszi az oldószer ipari folyamatokba való reciklizálását, ami az egyébként költséges és szennyező oldószer elégetését vagy hulladékként való elhelyezését teszi szükségessé.

A 4 259 495 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban azt is ismertetik, hogy az eljárás szerint 1,2–1,6 g atom cinket alkalmaznak egy mól pentaklór-piridinre számítva. A cink a 2,3,5,6-tetra-klór-piridinnek pentaklór-piridinből való előállítási eljárásában a legdrágább reagens. Egyértelműen kívánatos az eljárás olyan oldószerben való végrehajtása, amely oldószer könnyen reciklizálható, és amelynek jelenlétében a cink hatékonyabban hasznosul, mint a fenti anterioritásban, így a cink költségének és a hulladékanyag elhelyezésével kapcsolatos üzemelési költségek mérséklése révén az eljárás költségei csökkenthetők.

Célul tűztük ki a fenti kívánalmakat kielégítő eljárás megvalósítását.

A találmány szerinti pentaklór-piridint reagáltatunk cinkkel ammónium-halogenid-só jelenlétében oldószerben, ahol oldószerként 1–5 szénatomos alkil-nitrilt, vizet, 1–5 szénatomos alkil-szulfoxidot, tetrametilén-szulfont, egy 1–5 szénatomos alkoholt, vagy ezek elegyeit alkalmazzuk, ammóniumsóként kvaterner ammóniumsót alkalmazzuk, a cinket 1,2 g atom/mól pentaklór-piridin alatti mennyiségben, előnyösen 0,7–1,1 g atom/mól pentaklór-piridin, még előnyösebben mintegy 1,0 g atom/mól pentaklór-piridin mennyiségben alkalmazzuk, és az elegyet 60–145 °C-ra melegítjük.

Oldószerként előnyösen alkilnitrilt, alkil-szulfidot vagy ezek vízzel alkotott elegyeit alkalmazzuk. Még előnyösebben alkilnitrilként acetonnitrilt, alkil-szulfoxidként dimetil-szulfoxidot (DMSO) alkalma-

zunk. Ammóniumsóként előnyösen ammónium-kloridot használunk. Ugyancsak előnyös, ha az eljárásban ~ 1,0 g atom cinket alkalmazunk egy mól pentaklór-piridinre vonatkoztatva.

5 A találmány szerinti eljárás előnye abban áll, hogy olyan oldószereket alkalmazunk, amelyek a kívánt terméktől könnyen elkülöníthetők és célszerűen visszacirkuláltathatók az eljárásba. A találmány további nem várt előnye, hogy a cinket a találmány szerinti eljárásban hatékonyabban használjuk mint az ismert eljárásokban.

10 A pentaklór-piridinnek a szükséges ammónium-sóval és cink-reagenssel való érintkezésbe hozásánál alkalmas, a reakcióba könnyen visszacirkuláltatható oldószerek közé tartoznak azok, amelyek a reakció lejártszódása után könnyen elválaszthatók a reakcióelegyből. Ilyen oldószerek például az (1–5 szénatomos alkil)-nitrilek, a víz, az 1–5 szénatomos alkil-szulfoxidok, a tetrametilén-szulfon, az 1–5 szénatomos alkoholok, az alkil-karbonátok és ezek elegyei.

20 A találmány szerinti eljárásban oldószerként alkalmazható megfelelő alkilnitrilek az R-C≡N általános képlettel jellemezhető, ahol R jelentése 1–5 szénatomos alkilcsoport.

25 A találmány szerinti eljárásban oldószerként alkalmazható megfelelő alkil-szulfoxidok az (I) általános képlettel jellemezhető. A képletben az R helyettesítők jelentése egymástól függetlenül 1–5 szénatomos alkilcsoport, előnyösen 1–3 szénatomos alkilcsoport, még előnyösebben metilcsoport, amely utóbbi esetben az alkil-szulfoxid a dimetil-szulfoxid (DMSO) néven ismert vegyület.

30 A találmány szerinti eljárásban oldószerként alkalmazott víznek legalább ipari célra alkalmas minőségűnek kell lennie.

35 A találmány szerinti eljárásban oldószerként alkalmazható 1–5 szénatomos alkoholok közé tartoznak például a metanol, az etanol, a n-propanol, az n-butanol, az izobutanol és n-pentanol, előnyösen az izobutanol.

40 A találmány szerinti eljárásnál az előzőekben említett oldószereket technikai vagy annál tisztább minőségben alkalmazhatjuk. Bizonyos esetekben előnyös a fenti oldószerek elegyeinek alkalmazása. Az előnyös elegyek közé tartoznak például az acetonnitril – víz és a dimetil-szulfoxid – víz elegy.

45 A találmány szerinti eljárásban alkalmazott oldószer mennyiségét a pentaklór-piridin:oldószer tömegarányal fejezzük ki. Az eljárást általában 1:2 – 1:200 vagy annál nagyobb, előnyösen 1:4 – 1:20 pentaklór-piridin:oldószer tömegarány mellett hajtjuk végre. Még előnyösebben az eljárást pentaklór-piridinnel telített oldószeroldat alkalmazásával végezzük, azaz annyi oldószert alkalmazunk, amennyi a pentaklór-piridin oldásához éppen elegendő.

50 A találmány szerinti eljárást 60–145 °C közötti, előnyösen 78–120 °C közötti hőmérsékleten végezhetjük.

55 A találmány szerinti eljárásban alkalmazható kvaterner ammóniumsók kationja ammóniumion anionja halogénatom, például klór-, bróm- vagy jódatom, előnyösen klóratom.

60 A találmány szerinti eljárásban a pentaklór-piridin és az alkalmazandó ammónium-só tömegaránya 1:1 – 1:6, előnyösen 1:2 – 1:4.

A találmány szerinti eljárásban alkalmazható nyomás a légköri nyomás és az alkalmazott oldószer forráspontjához tartozó gőznyomás közötti.

A találmány szerinti eljárásban a cinket finoman aprított formában, például forgácsok, granulumok vagy előnyösen por formájában alkalmazzuk.

A kívánt 2,3,5,6-tetraklór-piridint a reakcióelegyből különböző eljárásokkal nyerhetjük ki, részben az alkalmazott oldószer típusától függően. Az ilyen eljárások közé tartoznak az egy vagy több desztillálás, extrahálás, fázis-szeparálás, kristályosítás és szűrés, előnyösen desztillálás és szűrés, ha oldószerként acetonitrilt alkalmazunk.

A továbbiakban a találmányt néhány jellemző példában mutatjuk be.

### 1. Példa

#### Acetonitril oldószer és ammónium-klorid alkalmazása

35 g (0,139 mól) pentaklór-piridint (PCP) és 199 g acetonitrilt lombikba mérünk. Az elegyet erőteljes keverés mellett visszafolyató hűtő alatt forralva (78 °C) feloldjuk a PCP-t. A reakcióelegyhez ezután 9,61 g (0,139 mól) 93,7%-os tisztaságú fémcink-port adunk [a cink (g atom):pentaklór-piridin (mól) arány bemérés mellett 1:1]. 15,08 g (0,282 mól) ammónium-kloridot 40,2 g vízben oldunk és az oldatot 45 perc alatt hozzákepegtetjük a fenti reakcióelegyhez. Az elegyet még 2,25 órán át keverjük, majd 17,74 g 12 n hidrogén-kloridot adunk hozzá, a reagáltató lombikra desztilláló feltétet helyezünk és 77–78 °C fejhőmérsékleten 164 g anyagot desztillálunk ki. A reakcióelegybe ezután 137,5 g 6,25 n hidrogén-kloridot adunk és az elegyet 1 órán át keverjük. A klór-piridinek fehér csapadék formájában csapódnak ki az oldatból. A terméket vákuumszűréssel választjuk el a reakcióelegyből, majd vákuum-száritószekrényben tömegállandóságig szárítjuk. A kapott termék gázkromatográfiás elemzés alapján az alábbi összetevőket tartalmazza:

99,35% (28,977 g) 2,3,5,6-tetraklór-piridin (kívánt termék);

0,22% (0,054 g) 2,3,5-triklór-piridin;

0,01% (0,003 g) 2,3,4,5-tetraklór-piridin és

0,42% (0,122 g) 2,3,4,6-tetraklór-piridin.

A fenti reakcióban a pentaklór-piridin átalakításának mértéke 96,75%. A reakcióban alkalmazott fém cink 95,61%-a reagál a klór-piridinnel, 91,71% vesz részt a 2,3,5,6-tetraklór-piridin képződésében.

### 2. Példa

#### Acetonitril oldószer és ammónium-acetát alkalmazása

35 g (0,139 mól) pentaklór-piridint, 21,5 g (0,28 mól) ammónium-acetátot, 40 g vizet és 200 g acetonitrilt mérünk lombikban és a reakcióelegyet erőteljes keverés mellett visszafolyató hűtő alatt forraljuk (78 °C). Ezután 9,75 g (0,140 mól) 93,7%-os cinkport adunk a reakcióelegyhez [a cink (g atom):pentaklór-piridin (mól) arány 1:1], és az elegyet 3,58 órán át visszafolyató hűtő alatt forraljuk. A reakció lejátszódása után a lombikra desztillálófeltétet helyezünk és 188 g anyagot desztillálunk ki belőle. A lombikba vizet és perklór-etilén adunk és megosztjuk a szerves (341,2 g) és vizes (336,2 g) fázist. A szerves fázisban

lévő klór-piridinek aránya gázkromatográfiás meghatározás alapján a következő:

96,90% (27,899 g) 2,3,5,6-tetraklór-piridin;

0,19% (0,037 g) 3,5-diklór-piridin;

0,46% (0,111 g) 2,3,5-triklór-piridin;

0,15% (0,036 g) 2,3,6-triklór-piridin;

0,07% (0,020 g) 2,3,4,5-tetraklór-piridin és

2,23% (0,642 g) 2,3,4,6-tetraklór-piridin.

A pentaklór-piridin átalakulási foka 95,07%, 98,13% vesz részt a végtermék képzésében. A reakcióba bevitt cink (a vizes fázis nedves módszerekkel való vizsgálata szerint) 95,61%-a reagál a klór-piridinekkel, 91,72%-a vesz részt a 2,3,5,6-tetraklór-piridin képződésében.

### 3. Példa

#### Víz oldószer és ammónium-klorid alkalmazása

115 g (0,458 mól) pentaklór-piridint, 31,61 g (0,453 mól) 93,7%-os fémcink-port [cink (g atom):pentaklór-piridin (mól) arány 1:1], 49 g (0,906 mól) ammónium-kloridot és 125 g vizet lombikba mérünk és a reakcióelegyet erőteljes keverés mellett 6,0 órán át visszafolyató hűtő alatt forraljuk (100 °C). A reakciót ezután 250 g toluol és 280 g víz hozzáadásával leállítjuk. A reakcióelegyben visszamaradó szilárd anyagot (0,03 g) kiszűrjük, majd az elegyhez 15 g 12 n hidrogén-kloridot adunk és megosztjuk a vizes és a szerves fázist. A szerves fázisban lévő klór-piridinek összetétele gázkromatográfiás elemzés alapján a következő:

96,88% (90,073 g) 2,3,5,6-tetraklór-piridin;

0,12% (0,076 g) 3,5-diklór-piridin;

0,96% (0,751 g) 2,3,5-triklór-piridin;

0,23% (0,180 g) 2,3,6-triklór-piridin;

0,06% (0,056 g) 2,3,4,5-tetraklór-piridin és

1,75% (1,627 g) 2,3,4,6-tetraklór-piridin.

A pentaklór-piridin átalakulásának mértéke 93,60%, a pentaklór-piridin 97,12%-a vesz részt a végtermék képzésében. A reakcióban felhasznált, klór-piridinnel reagáló cink mennyisége – a vizes fázis nedves módszerekkel való vizsgálata alapján – 95,76%, 91,47%-a vesz részt a 2,3,5,6-tetraklór-piridin képződésében.

### 4. Példa

#### Dimetil-szulfoxid oldószer és ammónium-klorid alkalmazása

220 g dimetil-szulfoxid oldott 35,01 g (0,139 mól) pentaklór-piridint 100 °C-ra melegítünk. A reakcióelegyhez 9,62 g (0,139 mól) 93,7%-os fémcink-port adunk [a cink (g atom):pentaklór-piridin (mól) arány 1:1]. A reakcióelegyhez erős keverés mellett 40 perc alatt hozzácsöpögtetjük 9,73 g (0,182 mól) ammónium-klorid 29,6 g vízben készült oldatát. A reakcióelegyet további 1,75 órán át 100 °C-on tartjuk, majd kiszűrjük belőle a szilárd anyagot (0,2 g), és az oldatból 360 g víz és 300 g 6 n hidrogén-klorid elegyének hozzáadásával kicsapjuk a klór-piridineket. A csapadékot kiszűrjük és vákuum száritószekrényben tömegállandóságig (30,0 g) szárítjuk.

A klór-piridinek gázkromatográfiás elemzésével az alábbi termékösszetétel adódik:

94,6% (27,585 g) 2,3,5,6-tetraklór-piridin,

0,29% (0,071 g) 2,3,5-triklór-piridin,

3,29% (0,956 g) 2,3,4,5-tetraklór-piridin és

1,46% (0,424 g) 2,3,4,6-tetraklór-piridin.

A pentaklór-piridin átalakulásának mértéke 96,18%, 99,66% fordítódik a végtermék képződésére. A reakcióba bevitt fém cink 97,37%-a reagál a klór-piridinnel, 92,20%-a vesz részt a végtermék képződésében.

#### 5. Példa

##### *Izobutanol oldószer és ammónium-klorid alkalmazása*

40,0 g (0,159 mól) pentaklór-piridin, 11,03 g (0,159 mól) 93,7%-os fémcink por [a cink (g atom):pentaklór-piridin (mól) arány 1:1] és 135 g izobutanol elegyét erős keverés mellett visszafolyató hűtő alatt forraljuk (92 °C). A reakcióelegyhez 30 perc alatt hozzácsépegtetjük 17,03 g (0,32 mól) ammónium-klorid 48,67 g vízben készült oldatát. A reakcióelegyet 4,42 órán át visszafolyató hűtő alatt forraljuk, majd 170 g toluolt és 227 g vizet adunk hozzá. A reakcióelegyben lévő szilárd anyagot kiszűrjük, majd szétválasztjuk a szerves és a vizes fázist. A szerves fázis gázkromatográfiás elemzése a következő termékösszetételt mutatja:

97,02% (31,418 g) 2,3,5,6-tetraklór-piridin,  
0,19% (0,34 g) 3-klór-piridin,  
0,54% (0,127 g) 3,5-diklór-piridin,  
5,13% (1,490 g) 2,3,5-triklór-piridin,  
0,26% (0,075 g) 2,3,6-triklór-piridin,  
0,33% (0,114 g) 2,3,4,5-tetraklór-piridin és  
2,54% (0,877 g) 2,3,4,6-tetraklór-piridin.

A pentaklór-piridin átalakulása 92,21%-os, 98,94% pentaklór-piridin fordítódik a végtermék képződésére. A reakcióba bevitt fém cink 99,45%-a reagál klór-piridinnel, 84,57% fordítódik a végtermék képződésére.

#### 6. Példa

##### *Tetrametilén-szulfon oldószer és ammónium-klorid alkalmazása*

35,01 g (0,139 mól) pentaklór-piridin, 9,62 g (0,139 mól) 93,7%-os fémcink por [cink (g atom):pentaklór-piridin (mól) arány 1:1] és 249,1 g tetrametilén-szulfon (szulfolán) elegyét erőteljes keverés közben 90 °C-ra melegítjük. Az elegyhez 35 perc alatt hozzáadjuk 9,68 g (0,181 mól) ammónium-klorid 29,2 g vízben készült oldatát, és a reakcióelegy hőmérsékletét további 65 percen át 90 °C-on tartjuk. A reakcióelegyből a szilárd anyagot kiszűrjük (0,74 g) (76,9% cink és 53,9% fémcink mellett). A reakcióelegyhez 694 g vizet és 7 g 12 n hidrogén-kloridot adunk és az elegyet 1 órán át keverjük. Ezután a kicsapódott klór-piridineket vákuumszűréssel elkülönítjük, majd vákuum-száritószekrényben szárítjuk. A klór-piridinek gázkromatográfiás elemzés révén mért összetétele a következő:

89,23% (23,911 g), 2,3,5,6-tetraklór-piridin,  
5,18% (1,168 g) 2,3,5-triklór-piridin,  
0,99% (0,223 g) 2,3,6-triklór-piridin,  
0,32% (0,086 g) 2,3,4,5-tetraklór-piridin és  
4,27% (1,144 g) 2,3,4,6-tetraklór-piridin.

A pentaklór-piridin konverziója 88,70%, 96,10% pentaklór-piridin vesz részt a végtermék képződésében. A fémcink 99,47%-a reagál a klór-piridinnel, 83,59% vesz részt a 2,3,5,6-tetraklór-piridin képződésében.

#### 7. Példa

##### *Acetonitril oldószer és ammónium-klorid alkalmazása*

35,2 g (0,140 mól) pentaklór-piridin, 15,0 g (0,28 mól) ammónium-klorid, 56,5 g víz és 201,3 g acetonitril elegyét erős keverés közben visszafolyató hűtő alatt forrásig melegítjük (78 °C). A reakcióelegyhez ezután 7,26 g (0,104 mól) 93,7% fémcink port adunk [cink (g atom):pentaklór-piridin (mól) arány 0,74:1] és az elegyet 4,40 órán át visszafolyató hűtő alatt forraljuk. A felmelegített reakcióelegyből kiszűrjük a szilárd anyagot (0,17 g ennek elemzése 75,0% cinktartalmat mutat). A lombikra desztillálófeltétet helyezünk és 222,1 g anyagot kidesztillálunk. A visszamaradó anyaghoz vizet és toluolt adunk, majd a szerves és vizes fázist elkülönítjük. A szerves fázis klór-piridin-tartalmának gázkromatográfiás elemzése és a vizes fázis cinktartalmának nedves módszerekkel való meghatározása révén a következő eredményeket kapjuk:

97,27% (20,868 g) 2,3,5,6-tetraklór-piridin;  
0,05% (0,007 g) 3,5-diklór-piridin;  
0,33% (0,060 g) 2,3,5-triklór-piridin;  
0,04% (0,007 g) 2,3,6-triklór-piridin;  
0,05% (0,011 g) 2,3,4,5-tetraklór-piridin és  
2,25% (0,483 g) 2,3,4,6-tetraklór-piridin.

A pentaklór-piridin átalakulása 70,63%, 98,23% vesz részt a végtermék képződésében. A fémcink 97,41%-a reagál a klór-piridinnel, 94,30% vesz részt a 2,3,5,6-tetraklór-piridin képződésében.

#### 8. Példa

##### *Acetonitril oldószer és ammónium-klorid alkalmazása 60 °C reakcióhőmérséklet mellett*

35,0 g (0,139 mól) pentaklór-piridin, 9,62 g (0,139 mól) 93,7%-os fémcink-por [cink (g atom):pentaklór-piridin (mól) arány 1:1], 14,9 (0,278 mól) ammónium-klorid, 41,7 g víz és 202 g acetonitril elegyét keverés közben 60 °C hőmérsékletre melegítjük és 7,0 órán át ezen a hőmérsékleten tartjuk. A klór-piridinek gázkromatográfiás elemzése és a cink nedves módszerrel való meghatározása révén az alábbi eredményeket nyertük:

99,68% (30,106 g) tetraklór-piridinek és  
0,32% (0,081 g) 2,3,5-triklór-piridin,  
a pentaklór-piridin átalakulása 73,4%.

#### 9. Példa

##### *Acetonitril oldószer és ammónium-klorid alkalmazása 145 °C reakcióhőmérséklet mellett*

2 literes Parr reaktorba 190,09 g (0,760 mól) pentaklór-piridint, 80,97 g (1,52 mól) ammónium-kloridot, 260 g vizet, 52,89 g (0,760 mól) 93,7%-os fémcink-por [cink (g atom):pentaklór-piridin (mól) arány 1:1] és 814 g acetonitrilt mérünk. A reaktort lezárjuk, a reakcióelegyet keverjük, és az elegy hőmérsékletét 24 perc alatt 145 °C-ra emeljük, és 64 percig ezen a hőmérsékleten tartjuk. Ezután a reaktort hagyjuk szobahőmérsékletre hűlni, tartalmát desztilláló feltétellel ellátott lombikba vesszük át, majd 964 g anyagot kidesztillálunk belőle. A lombikba ezután 500 g toluolt adunk, majd a vizes fázist a szerves fázistól elválasztjuk. A vizes fázis cinktartalmát nedves módszerekkel, a szerves fázis klór-piridin-tartalmát gázkromatográfiás eljárással határozzuk meg. A termék összetétele a következő:

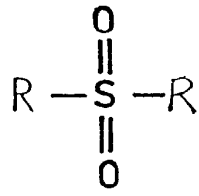
88,67% (130,541 g) 2,3,5,6-tetraklór-piridin;  
 1,34% (1,346 g) 3,5-diklór-piridin;  
 0,01% (0,012 g) 2,4,6-triklór-piridin;  
 3,20% (3,963 g) 2,3,5-triklór-piridin;  
 1,23% (1,523 g) 2,3,6-triklór-piridin;  
 0,11% (0,162 g) 2,3,4,5-tetraklór-piridin;  
 2,31% (3,401 g) 2,3,4,6-tetraklór-piridin;  
 0,05% (0,079 g) 2-amino-tetraklór-piridin és  
 3,08% (4,848 g) 4-amino-tetraklór-piridin.  
 89,75%-os pentaklór-piridin konverzió mellett  
 95,90% pentaklór-piridin vesz részt a végtermék képződésében. Az oxidált fém cink 93,04%-a reagál klór-piridinnel, 79,34% vezs részt a 2,3,5,6-tetraklór-piridin képződésében.

Az 1–9. példában ismertetett eljárások bármely más, az előzőekben ismertetett alkalmas ammónium-sóval és oldószerrel való megismétlése esetén lényegében azonos kitűnő eredménnyel állíthatjuk elő a 2,3,5,6-tetraklór-piridint.

#### SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás 2,3,5,6-tetraklór-piridin előállítására pentaklór-piridinek cinkkel, oldószerben, ammónium-halogenid-só jelenlétében való reagáltatásával, *azzal jellemezve*, hogy oldószerként 1–5 szénatomos alkil-nitrilt, vizet, 1–5 szénatomos alkil-sulfoxidot,

- 5 tetrametilén-szulfont egy 1–5 szénatomos alkoholt vagy ezek elegyét alkalmazzuk, és a cinket legfeljebb 1,2 g atom cink/mól pentaklór-piridin mennyiségben alkalmazzuk, és az elegyet 60–145 °C-ra melegítjük.
2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy oldószerként acetonitrilt alkalmazunk.
3. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy oldószerként vizet alkalmazunk.
- 10 4. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy oldószerként dimetil-sulfoxidot alkalmazunk.
- 15 5. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy oldószerként tetrametilén-szulfont alkalmazunk.
6. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy oldószerként izobutanolt alkalmazunk.
- 20 7. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy ammóniumsóként ammónium-kloridot alkalmazunk.
8. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy 0,7–1,1 g atom cinket alkalmazunk 1 mól pentaklór-piridinre számítva.
- 25 9. Az 8. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy 1,0 g atom cinket alkalmazunk 1 mól pentaklór-piridinre számítva.



(I)