

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

78 749

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 28.11.1972 (P. 159146)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.09.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1975

Kl. 12p, 10/10

MKP C07d 39/10

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Jerzy Wielgat, Zbigniew Domagała

Uprawniony z patentu tymczasowego: Polska Akademia Nauk Instytut
Chemii Organicznej, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania sześciochloronaftyrydyn

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania sześciochloronaftyrydyn, takich jak 2,3,4,5,6,7-sześciochloro-1,8-naftyrydyna, 2,3,4,6,7,8-sześciochloro-1,5-naftyrydyna, 2,3,4,5,7,8-sześciochloro-1,6-naftyrydyna oraz 1,3,4,5,6,8-sześciochloro-2,7-naftyrydyna.

Znany sposób wytwarzania 2,3,4,5,6,7-sześciochloro-1,8-naftyrydyny, opisany w niemieckim opisie wyłóżeńiowym nr 2024908, polega na chlorowaniu chlorem gazowym produktu β -cyjanoetylowania 3-metylopiperydiny lub 3,5-dwumetylopiperydiny tj. 1-(3-metylopiperydino)-propionitrylu lub 1-(3,5-dwumetylopiperydino)-propionitrylu. Proces chlorowania według tego znanego sposobu prowadzi się w temperaturze 25–60°C podczas naświetlania promieniami nadfioletowymi. W wyniku reakcji otrzymuje się sześciochloronaftyrydynę z bardzo małą wydajnością 5–15%.

Celem wynalazku było opracowanie prostej technicznie metody wytwarzania sześciochloronaftyrydyn, zapewniającej uzyskiwanie produktu końcowego z dobrą wydajnością do około 55%.

Stwierdzono, że cel ten uzyskuje się, jeżeli odpowiednią niepodstawioną naftyrydynę lub jej niższą pochodną chlorową poddaje się chlorowaniu za pomocą pięciochloru fosforu w temperaturze 180–260°C pod ciśnieniem autogennym.

Według wynalazku na 1,8-naftyrydynę, 1,5-naftyrydynę lub 1,6-naftyrydynę bądź 1,3,6,8-czterochloro-2,7-naftyrydynę działa pięciochlorkiem fosforu użytym w nadmiarze w stosunku do naftyrydyny. Reakcję prowadzi się w autoklawie pod ciśnieniem autogennym utrzymując temperaturę 180–260°C w ciągu 20–24 godzin. Otrzymane sześciochloronaftyrydyny wyodrębnia się w prosty sposób z mieszaniny poreakcyjnej, przy czym otrzymany produkt posiada wysoki stopień czystości.

Poniższe przykłady wyjaśniają bliżej istotę wynalazku nie ograniczając jego zakresu.

Przykład I. W reaktorze stalowym o pojemności 250 ml umieszczono 5,5 g 1,8-naftyrydyny, 100 g pięciochloru fosforu i całość ogrzewano w ciągu 24 godzin w temperaturze 180–260°C pod ciśnieniem autogennym, które wynosiło 32 atm. Po ochłodzeniu i odgazowaniu reaktora zawartość wylano do wody z lodem. Surowy produkt odsączono a osad ekstrahowano około 300 ml czterochloru węgla, ekstrakt suszono chlorkiem

wapnia, po czym zatężono i przekrystalizowano z czterochlorku węgla i chloroformu 2,3,4,5,6,7-sześciocloro-1,8-naftyrydynę, która topi się w temperaturze 257–262°C. Produkt ten otrzymano z wydajnością 31% wydajności teoretycznej.

Analiza elementarna wzoru $C_8N_2Cl_6$ (336,80)

Obliczono: N – 8,31% Cl – 63,16%

Znaleziono: N – 8,17% Cl – 63,41%

Postępując tak jak w przykładzie I, stosując jako produkt wyjściowy odpowiednią naftyrydynę lub 1,3,6,8-czterochloro-2,7-naftyrydynę, otrzymano pochodne chlorowe wymienione w niżej podanej tabeli.

Przykład nr.	Produkt końcowy	Temperatu- ra topnie- nia °C	Analiza chemiczna				Wydaj- ność %
			Obliczono		znaleziono		
			N %	Cl %	N %	Cl %	
II.	2,3,4,6,7, 8-sześć chloro-1,5- naftyrydyna	237—239	8,31	63,16	8,00	63,41	35
III	2,3,4,5,7,8- sześciocchloro-1,6-nafty- rydyna	136—137	8,31	63,16	7,80	63,30	22
IV	1,3,4,5,6,8- sześciocchloro-2,7-naftyry- dyna	144—146	8,31	63,16	8,22	63,72	55

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania sześciocloronaftyrydyn, takich jak 2,3,4,5,6,7-sześciocloro-1,8-naftyrydyna, 2,3,4,6,7,8-sześciocloro-1,5-naftyrydyna, 2,3,4,5,7,8-sześciocloro-1,6-naftyrydyna oraz 1,3,4,5,6,8-sześciocloro-2,7-naftyrydyna, znamienny tym, że odpowiednią niepodstawioną naftyrydynę lub jej niższą pochodną chlorową poddaje się chlorowaniu za pomocą pięciocloroku fosforu, w temperaturze 180–260°C, pod ciśnieniem autogennym a otrzymany produkt wyodrębnia się w znany sposób.