



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

r 47892

Kl. 12 p, I
Kl. internat. C 07 d

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Spółób wytwarzania 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjanopirydyn podstawionych w pozycji 4

Patent trwa od dnia 7 czerwca 1962 r.

2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjanopirydyn, podstawione w pozycji 4 są związkami dotychczas mało znanymi. Znany sposób otrzymywania pochodnej metylowej i etylowej polega na traktowaniu odpowiednich soli amonowych 2,6-dwuhydroksy-3,5-dwucyjanopirydyn pięciochlorkiem fosforu lub — z mniejszą wydajnością — mieszaniną pięciochlorku i tlenochlorku fosforu. Jest to sposób mało wygodny z uwagi na konieczność stosowania pięciochlorku fosforu i nie zapewnia przy tym dobrych wydajności. Podana wydajność dla metylowej pochodnej wynosi 45% teorii.

Stwierdzono, że można otrzymywać 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjanopirydy podstawione w pozycji 4 o wzorze przedstawionym na rysunku, gdzie R oznacza alkil, aryl lub aralkil, z wydajnością 80–90%, jeżeli na 2,6-dwuhydroksy-

-3,5-dwucyjanopirydynę, podstawioną w pozycji 4, lub na jej sól działa się tlenochlorkiem fosforu wobec trzeciorzędowej aminy, na przykład N,N-dwumetyloaniliny.

Przykład I. 12,0 g 2,6-dwuhydroksy-3,5-dwucyano-4-fenylopirydyny miesza się z 20 ml świeżo destylowanej N,N-dwumetyloaniliny i oziębia do temperatury 0°C. Do mieszaniny dodaje się stopniowo przy mieszaniu 30 ml tlenochlorku fosforu, ogrzewa pod chłodnicą zwrotną 45 minut do zaniku wydzielania się chlorowodoru, oziębia do 0°C i wylewa na 100 g drobno tłuczonego lodu. Wydzielony jasny sad odsącza się i wymywa zimną wodą. Po wysuszeniu otrzymuje się 14 g produktu o temperaturze topnienia 200–204°C.

Przykład II. Na 7,5 g 2,6-dwuhydroksy-3,5-dwucyano-4-metylopirydyny działa się 21,5 ml N,N-dwumetyloaniliny i 26,0 ml tlenochlorku fosforu, podobnie jak w przykładzie I. Otrzymuje się 7,2 g 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyano-4-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Czesław Sosnowski i mgr Jerzy Walens.

metrylopirydyny (80% teorii) o temperaturze topnienia 157–160°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjanopirydyn podstawionych w pozycji 4, znamieny tym, że na 2,6-dwuhydroksy-3,5-dwucyjanopirydynę podstawioną w pozycji 4 alki-

lem, aryłem lub aralkilem, lub na jej sól działa się tlenochlorkiem fosforu w obecności trzyciorzędowej aminy.

Instytut Przemysłu Organicznego

Zastępca: mgr inż. Aleksander Zetel
rzecznik patentowy

