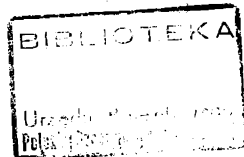


12 lutego 1932 r.

CO7d 31/40

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOŚPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15210.

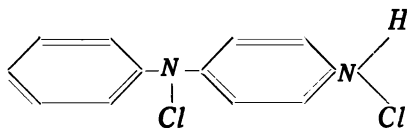
Kl. 12 p 1.

Ernst Koenigs
(Wrocław, Niemcy)
i Heinz Greiner
(Canth, Niemcy).

Sposób otrzymywania pochodnych pirydyny.

Zgłoszono 22 lipca 1930 r.
Udzielono 4 grudnia 1931 r.

Wykryto, że można otrzymać cenne pod względem technicznym pochodne pirydyny, działając chlorkiem tionylowym na pirydynę. Częsteczka molowa pirydyny łączy się przytem z drugą częsteczką w ten sposób, iż między γ atomem węgla jednej częsteczki a atomem azotu drugiej powstaje związek. Otrzymany związek, któremu przypisuje się wzór:

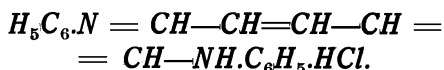


należy nazwać dwuchlorkiem 4-pirydylo-pirydyniowym.

Skoro dwuchlorek 4-pirydylo-pirydynio-

wy poddać działaniu środków reagujących alkalicznie, jako to ługów alkalicznych, wówczas rozszczepia się on na 4-amino-pirydynę i aldehyd glutakonowy. Aldehyd glutakonowy może być poddany w środkach reagujących alkalicznie dalszym przemianom. Przy zastosowaniu, np., do rozszczepiania gorących ługów alkalicznych, aldehyd kondensuje się na żywicę.

Przy użyciu aniliny tworzy się chlorowodorek glutakonodwuaniłowy o wzorze:



Rozszczepianie dwuchlorku 4-pirydylo-pirydyniowego na aminopirydynę można również skutecznie w ten sposób, iż po-

czątkowo działa się nań alkalkjami na zimno, a następnie ogrzewa z kwasami.

Z mieszaniny reakcyjnej można otrzymać aminopirydynę zapomocą ekstrahowania zwykłemi rozpuszczalnikami, zapomocą destylacji z parą wodną lub zapomocą suchej destylacji.

Przykład. 100 cz. wagowych pirydyny ogrzewa się z 300 cz. wagowemi chlorku tionylu w ciągu 5 godzin na kąpieli wodnej a nadmiar chlorku tionylu oddestylowuje pod ciśnieniem zmniejszonym. Produkt reakcji przedstawia ciastowatą masę ciemnego koloru, które zarabia się nieznaczną ilością alkoholu etylowego i odsąca, utrzymując mieszaninę w temperaturze około 0°C.

Takiż sam produkt można otrzymać, zastępując ogrzewanie w ciągu 5 godzin na kąpieli wodnej pozostawieniem mieszaniny reakcyjnej w temperaturze zwykłej w ciągu 2—3 dni.

Można również chlorkiem tionylu działać na pirydynę, najkorzystniej ogrzewając ją w rozpuszczalniku, np. w benzenie.

Zapomocą przekrystalizowania utworzonego dwuchlorku 4-pirydylo-pirydyniowego można otrzymać jedną odmianę o punkcie topliwości 171—172°C i drugą odmianę o punkcie topliwości 151—152°C. Ta ostatnia postać przechodzi w pierwszą postać trwałą przez przekrystalizowanie z gorącego kwasu solnego.

Skoro surowy, jasnobrunatny dwuchlorek 4-pirydyno-pirydyniowy ogrzewać ze stężonym wodnym amonjakiem w autoklawie w ciągu 8 godzin do 150—160°C, wówczas produkt reakcji wyparowuje się do sucha i destyluje po dodaniu nieznacznej ilości alkalkjów z przegrzaną parą; otrzymuje się po odparowaniu destylatu surową 4-aminopirydynę, z której zapomocą przekrystalizowania otrzymuje się około 25 cz. czystej 4-aminopirydyny.

4-aminopirydynę można również otrzymać, skoro, np., dwuchlorek 4-pirydylo-pirydyniowy ogrzewać w ciągu około 15 minut do 200°C z równą ilością wagową wodorotlenku potasowego i nieznaczną ilością wapna palonego i następnie oddestylować jak powyżej parą przegrzaną.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania pochodnych pirydyny, znamienny tem, że działaniem chlorku tionylu pirydynę przeprowadza się w chlorek 4-pirydylo-pirydyniowy i tenże ewentualnie poddaje obróbce środkami alkalkicznymi, jak np. alkalkjami, ziemiami alkalkicznymi, amonjakiem i aminami.

Ernst Koenigs.

Heinz Greiner.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.