(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3850930号
(P3850930)
(45)発行日　平成18年11月29日(2006.11.29)　(24)登録日　平成18年9月8日(2006.9.8)

(51)Int.Cl.　F I
C07D 213/85　(2006.01)　C07D 213/85

請求項の数 4　(全 11 頁)

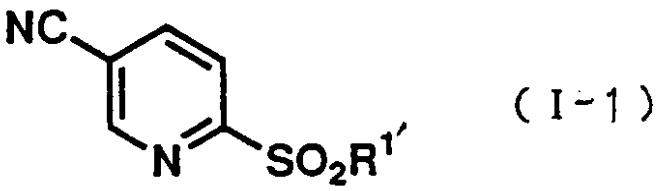
(21)出願番号　特願平8-238958
(22)出願日　平成8年9月10日(1996.9.10)
(65)公開番号　特開平10-87626
(43)公開日　平成10年4月7日(1998.4.7)
審査請求日　平成14年5月23日(2002.5.23)

(73)特許権者　000001085
株式会社クラレ
岡山県倉敷市酒津１６２１番地
(72)発明者　濱崎　高史
岡山県倉敷市酒津２０４５番地の１　株式会社クラレ内
(72)発明者　桑山　知也
岡山県倉敷市酒津２０４５番地の１　株式会社クラレ内
(72)発明者　浅沼　五朗
岡山県倉敷市酒津２０４５番地の１　株式会社クラレ内
(72)発明者　塩野　万蔵
岡山県倉敷市酒津２０４５番地の１　株式会社クラレ内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】５－シアノ－２－スルホニルピリジンおよびその製造方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
一般式（Ｉ－１）
【化１】



（Ｉ-１）

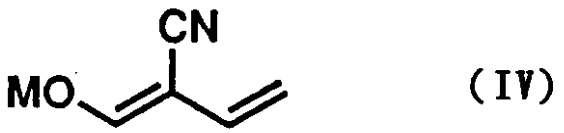
（式中、$R^{1'}$は置換されていてもよいアリール基を表す）で示される５－シアノ－２－スルホニルピリジン。
【請求項２】
３－ブテンニトリルとギ酸エステルとを、一般式（Ｖ）
【化２】



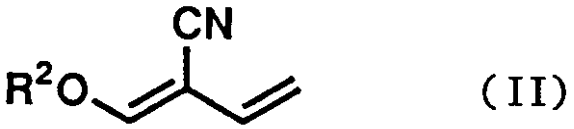
（Ｖ）

（式中、R^3はアルキル基を表し、Ｍはアルカリ金属原子を表す）

で示されるアルカリ金属アルコラートの存在下に反応させることにより一般式（ＩＶ）
【化３】



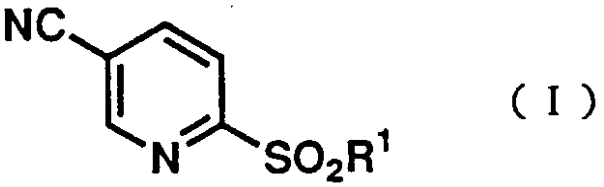
（式中、Ｍは前記定義のとおりである）
で示される２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリルを得、得られた２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリルにアシル化剤、アルキル化剤、アラルキル化剤またはシリル化剤を反応させることにより一般式（ＩＩ）
【化４】



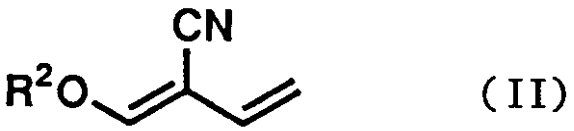
（式中、R^2はアシル基、アルキル基、置換されていてもよいアラルキル基またはシリル基を表す）
で示されるジエン化合物を得、次いで得られたジエン化合物と一般式（ＩＩＩ）
【化５】



（式中、R^1はアルキル基、シクロアルキル基、置換されていてもよいアリール基または置換されていてもよいアラルキル基を表す）で示されるスルホニルシアニドとを反応させることを特徴とする一般式（Ｉ）
【化６】

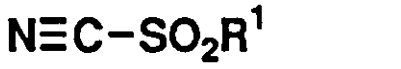


（式中、R^1は前記定義のとおりである）
で示される５－シアノ－２－スルホニルピリジンの製造方法。
【請求項３】
一般式（ＩＩ）
【化７】

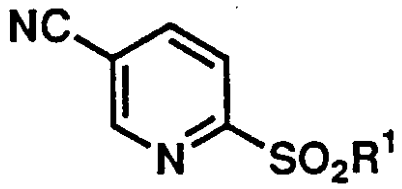


（式中、R^2はアシル基、アルキル基、置換されていてもよいアラルキル基またはシリル基を表す）
で示されるジエン化合物と一般式（ＩＩＩ）

【化８】

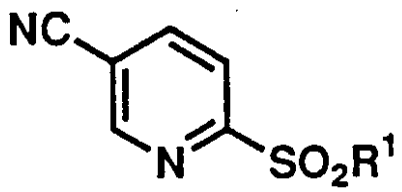


（式中、R^1 はアルキル基、シクロアルキル基、置換されていてもよいアリール基または置換されていてもよいアラルキル基を表す）
で示されるスルホニルシアニドとを反応させることを特徴とする一般式（Ｉ）
【化９】



（Ｉ）

（式中、R^1 は前記定義のとおりである）
で示される５－シアノ－２－スルホニルピリジンの製造方法。
【請求項４】
一般式（Ｉ）
【化１０】



（Ｉ）

（式中、R^1 はアルキル基、シクロアルキル基、置換されていてもよいアリール基または置換されていてもよいアラルキル基を表す）で示される５－シアノ－２－スルホニルピリジンをラジカル発生条件下、塩素化剤と反応させることを特徴とする２－クロロ－５－シアノピリジンの製造方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、２－クロロ－５－シアノピリジンを製造するために有用な中間体、該中間体の製造方法および該中間体から２－クロロ－５－シアノピリジンを製造する方法に関する。本発明により得られる２－クロロ－５－シアノピリジンは医薬、農薬分野において重要な各種ピリジン化合物の出発原料として有用である。
【０００２】
【従来の技術】
２－クロロ－５－シアノピリジンの製造方法としては、５－シアノピリジンを塩素化する方法（特開平５－４３５４９号公報参照）、５－シアノピリジン－１－オキシドを塩素化する方法（ケミカル　ファーマシューティカル　ブルティン（Chemical Pharmaceutical Bulletin）、３６巻、２２４４頁（１９８８年）および特開平６－３０６０４９号公報参照）、２－ヒドロキシ－５－シアノピリジンを塩素化する方法（特開平８－５３４１８号公報および特開平６－３１９５７５号参照）等が知られている。
【０００３】
【発明が解決しようとする課題】
しかしながら、上記の５－シアノピリジンまたは５－シアノピリジン－１－オキシドを塩素化する方法では、目的とする２－クロロ－５－シアノピリジンの他に３位、４位または

６位が塩素化された副生成物が生成し、反応の選択性は低く、その結果、反応生成物が異性体の混合物となり、目的物を得るためには異性体の分離操作が必要となるという問題があった。また、２－ヒドロキシ－５－シアノピリジンを塩素化する方法は、原料となる２－ヒドロキシ－５－シアノピリジンを微生物変換により製造しており、かかる工程の生産効率は低い。したがって、これらの方法は、２－クロロ－５－シアノピリジンの工業的に有利な製造方法とは言い難い。

しかして、本発明の目的は、入手容易な原料から、高収率で２－クロロ－５－シアノピリジンを製造することにある。

【０００４】

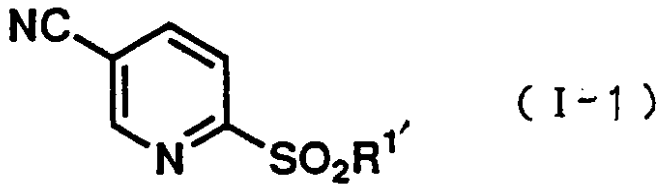
【課題を解決するための手段】

本発明によれば、上記の目的は、

〔１〕一般式（Ｉ－１）

【０００５】

【化１１】



（Ｉ－１）

【０００６】

（式中、$R^{1'}$は置換されていてもよいアリール基を表す）

で示される５－シアノ－２－スルホニルピリジン、

〔２〕３－ブテンニトリルとギ酸エステルとを、一般式（Ｖ）

【０００７】

【化１２】



（Ｖ）

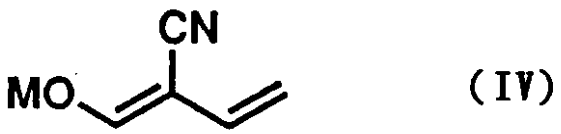
【０００８】

（式中、R^3はアルキル基を表し、Ｍはアルカリ金属原子を表す）

で示されるアルカリ金属アルコラート［以下、アルカリ金属アルコラート（Ｖ）と略記する］の存在下に反応させることにより一般式（IV）

【０００９】

【化１３】



（IV）

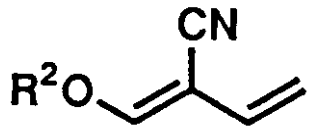
【００１０】

（式中、Ｍは前記定義のとおりである）

で示される２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル［以下、２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル（IV）と略記する］を得、得られた２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル（IV）にアシル化剤、アルキル化剤、アラルキル化剤またはシリル化剤を反応させることにより一般式（II）

【００１１】

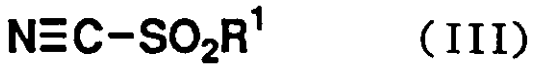
【化１４】



（II）

【００１２】
（式中、R^2 はアシル基、アルキル基、置換されていてもよいアラルキル基またはシリル基を表す）
で示されるジエン化合物［以下、ジエン化合物（II）と略記する］を得、次いで得られたジエン化合物（II）と一般式(III)

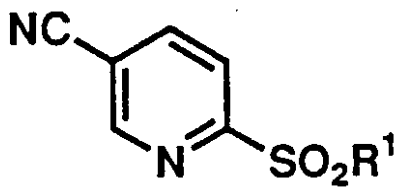
【００１３】
【化１５】



（III）

【００１４】
（式中、R^1 はアルキル基、シクロアルキル基、置換されていてもよいアリール基または置換されていてもよいアラルキル基を表す）
で示されるスルホニルシアニド［以下、スルホニルシアニド（ＩＩＩ）と略記する］とを反応させることを特徴とする一般式（Ｉ）

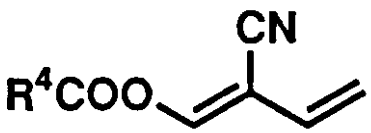
【化１６】



（Ｉ）

（式中、R^1 は前記定義のとおりである）
で示される５－シアノ－２－スルホニルピリジン［以下、５－シアノ－２－スルホニルピリジン（Ｉ）と略記する］の製造方法、
〔３〕ジエン化合物（ＩＩ）とスルホニルシアニド（ＩＩＩ）とを反応させることを特徴とする５－シアノ－２－スルホニルピリジン（Ｉ）の製造方法、
〔４〕一般式（ＩＩ－１）

【００１５】
【化１７】



（II-1）

【００１６】
（式中、R^4 はアルキル基、シクロアルキル基、置換されていてもよいアリール基または置換されていてもよいアラルキル基を表す）
で示されるジエン化合物、
〔５〕２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル（ＩＶ）にアシル化剤、アルキル化剤、アラルキル化剤またはシリル化剤を反応させることを特徴とするジエン化合物（ＩＩ）の製造方法、
〔６〕２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル（ＩＶ）、
〔７〕３－ブテンニトリルとギ酸エステルとを、アルカリ金属アルコラート（Ｖ）の存在

下に反応させることを特徴とする２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル（ＩＶ）の製造方法、および
〔８〕５－シアノ－２－スルホニルピリジン（Ｉ）をラジカル発生条件下、塩素化剤と反応させることを特徴とする２－クロロ－５－シアノピリジンの製造方法を提供することにより達成される。
【００１７】
【発明の実施の形態】
上記一般式中、R^1 が表すアルキル基は直鎖状、分岐鎖状のいずれでもよく、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、ｓｅｃ－ブチル基、ｔｅｒｔ－ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基等が挙げられる。R^1 が表すシクロアルキル基としては、例えばシクロプロピル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロオクチル基等が挙げられる。また、R^1 および$R^{1'}$が表すアリール基としては、例えばフェニル基、ナフチル基等が挙げられる。R^1 が表すアラルキル基としては、例えばベンジル基、フェネチル基等が挙げられる。これらのアリール基およびアラルキル基は、メチル基、エチル基、プロピル基、ｔｅｒｔ－ブチル基等のアルキル基；メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等のアルコキシ基；フッ素原子、塩素原子、臭素原子等のハロゲン原子；シアノ基；ニトロ基等の置換基を有していてもよい。
【００１８】
上記一般式中、R^2 が表すアシル基としては、例えばアセチル基、プロパノイル基、ブタノイル基、ピバロイル基等の脂肪族アシル基；ベンゾイル基等の芳香族アシル基等が挙げられる。R^2 が表すシリル基としては、例えばトリメチルシリル基、トリエチルシリル基、トリイソプロピルシリル基、ｔｅｒｔ－ブチルジメチルシリル基、ｔｅｒｔ－ブチルジフェニルシリル基等が挙げられる。また、R^2 が表すアルキル基および置換されていてもよいアラルキル基としては、R^1が表すと同様の基が挙げられる。
【００１９】
上記一般式中、R^3 が表すアルキル基としては、R^1 が表すと同様の基が挙げられる。また、Ｍが表すアルカリ金属原子としては、例えばナトリウム、カリウム等が挙げられる。
【００２０】
上記一般式中、R^4 が表すアルキル基、シクロアルキル基、置換されていてもよいアリール基および置換されていてもよいアラルキル基としては、R^1 が表すと同様の基が挙げられる。
【００２１】
以下、本発明の製造方法を各工程ごとに詳細に説明する。
【００２２】
工程１［３－ブテンニトリルとギ酸エステルとを、アルカリ金属アルコラート（Ｖ）の存在下に反応させることにより２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル（IV）を得る工程］
【００２３】
本工程で用いられるギ酸エステルとしては、ギ酸メチル、ギ酸エチル、ギ酸プロピル等のギ酸アルキルエステル等が挙げられる。また、アルカリ金属アルコラート（Ｖ）としては、ナトリウムメチラート、カリウムメチラート、ナトリウムエチラート、カリウムエチラート、ナトリウムプロピラート、カリウムプロピラート、ナトリウムブチラート、カリウムブチラート等が挙げられる。
【００２４】
原料となる３－ブテンニトリルの使用量は、アルカリ金属アルコラート（Ｖ）１モルに対して０．１～１００モルの範囲が好ましく、１～１０モルの範囲がより好ましい。また、ギ酸エステルの使用量は、アルカリ金属アルコラート（Ｖ）に対して０．１～１００モルの範囲が好ましく、１～１０モルの範囲がより好ましい。
【００２５】
かかる反応は、溶媒の存在下または不存在下に行うことができる。溶媒としては、反応に

関与しないものであれば特に制限されないが、例えばヘキサン、ヘプタン、ベンゼン、トルエン等の炭化水素；テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル等が使用される。溶媒の使用量は、３－ブテンニトリルに対して０．１～３００重量倍の範囲が好ましく、１～１００重量倍の範囲がより好ましい。

【００２６】

反応温度は－２０～２００℃の範囲が好ましく、０～１２０℃の範囲がより好ましい。反応は、常圧、減圧または加圧下に行うことができる。

【００２７】

反応はバッチ式、連続式のいずれでも可能である。反応終了後、目的生成物はスラリー状で得られるため、濾過、洗浄、乾燥等の操作を適宜採用することにより容易に得ることができる。

【００２８】

工程２［２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル（IV）にアシル化剤、アルキル化剤、アラルキル化剤またはシリル化剤を反応させることによりジエン化合物（II）を得る工程］

【００２９】

アシル化剤としては、例えば塩化アセチル、塩化ベンゾイル等の酸塩化物；無水酢酸等の酸無水物が挙げられる。アルキル化剤としては、例えば塩化メチル、塩化エチル、塩化プロピル、塩化ブチル、臭化メチル、ヨウ化メチル等のハロゲン化アルキル；トリフルオロメタンスルホン酸メチル、トルエンスルホン酸メチル等のスルホン酸アルキルエステル；硫酸ジメチル等が挙げられる。アラルキル化剤としては、例えば塩化ベンジル、臭化ベンジル、ヨウ化ベンジル等のハロゲン化アラルキル；トリフルオロメタンスルホン酸ベンジル、トルエンスルホン酸ベンジル等のスルホン酸アラルキルエステル等が挙げられる。シリル化剤としては、例えば塩化トリメチルシリル、塩化ｔｅｒｔ－ブチルジメチルシリル等のハロゲン化シリル等が挙げられる。これらのアシル化剤、アルキル化剤、アラルキル化剤またはシリル化剤の使用量は、２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル（IV）１モルに対して０．１～１００モルの範囲が好ましく、１～１０モルの範囲がより好ましい。

【００３０】

かかる反応は、溶媒の存在下または不存在下に行うことができる。溶媒としては、反応に関与しないものであれば特に制限されないが、例えばジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素、１，２－ジクロロエタン、１，１，２，２－テトラクロロエタン、クロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素；ベンゼン、トルエン、キシレン、クメン、ヘプタン、オクタン等の炭化水素；ジエチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、ジブチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジメトキシエタン等のエーテル；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン；酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル；アセトニトリル、プロピオニトリル等のニトリル；ジメチルホルムアミド等のアミド；ジメチルスルホキシド等が使用される。溶媒の使用量は２－アルカリホルミル－３－ブテンニトリル（IV）に対して０．１～３００重量倍の範囲が好ましく、１～１００重量倍の範囲がより好ましい。

【００３１】

反応温度は－２０～２００℃の範囲が好ましく、０～１００℃の範囲がより好ましい。反応は、常圧、減圧または加圧下に行うことができる。

【００３２】

反応はバッチ式、連続式のいずれでも可能である。反応終了後、目的生成物の単離精製は通常の方法により容易に行われる。例えば、反応混合物を濃縮乾固することにより粗生成物を得、得られた粗生成物を蒸留、カラムクロマトグラフィーまたは再結晶することにより行う。

【００３３】

工程３［ジエン化合物（II）とスルホニルシアニド(III）とを反応させることにより５－シアノ－２－スルホニルピリジン（Ｉ）を得る工程］

【００３４】
スルホニルシアニド（ＩＩＩ）としては、メタンスルホニルシアニド、プロパンスルホニルシアニド等のアルカンスルホニルシアニド；シクロヘキサンスルホニルシアニド、シクロオクタンスルホニルシアニド等のシクロアルカンスルホニルシアニド；ベンゼンスルホニルシアニド、ｐ－トルエンスルホニルシアニド、ｐ－クロロベンゼンスルホニルシアニド等のアリールスルホニルシアニド；フェニルメタンスルホニルシアニド等のアラルキルスルホニルシアニド等が挙げられる。スルホニルシアニド（ＩＩＩ）は、対応するスルフィン酸ナトリウムよりオーガニック　シンセシス（Ｏｒｇａｎｉｃ　Ｓｙｎｔｈｅｓｉｓ）、５７巻、８８頁（１９７７年）記載の方法にしたがって得ることができる。スルホニルシアニド（ＩＩＩ）の使用量は、ジエン化合物（ＩＩ）１モルに対して０．０１～１００モルの範囲が好ましく、０．１～１０モルの範囲がより好ましい。
【００３５】
かかる反応は、溶媒の存在下または不存在下に行うことができる。溶媒としては、反応に関与しないものであれば特に制限されないが、例えば工程２で使用される溶媒として列挙したものが同様に使用される。溶媒の使用量は、スルホニルシアニド(III）に対して０．１～３００重量倍の範囲が好ましく、０．１～３０重量倍の範囲がより好ましい。
【００３６】
反応温度は－２０℃～２００℃の範囲が好ましく、５０℃～２００℃の範囲がより好ましい。
【００３７】
反応は、重合禁止剤の存在下または不存在下に行うことができる。重合禁止剤としては、４－メトキシフェノール、２，６－ジｔｅｒｔ－ブチル－４－メチルフェノール等のフェノール；Ｎ，Ｎ－ジメチルヒドロキシアミン等のヒドロキシアミン；ヒドロキノン、ジｔｅｒｔ－ブチルヒドロキノン等のヒドロキノン；１－ナフトール、２－ナフトール等のナフトール；カテコール、ｐ－ｔｅｒｔ－ブチルカテコール等のカテコール；フェノチアジン、ジフェニルアミン、４－アセトキシ－２，２，６，６－テトラメチルピペリジン等のアミン等が使用される。重合禁止剤の使用量は、ジエン化合物（II）の重量の１０ｐｐｍ～２０００ｐｐｍの範囲が好ましく、１００ｐｐｍ～５００ｐｐｍの範囲がより好ましい。
【００３８】
反応はバッチ式、連続式のいずれでも可能である。反応終了後、目的生成物の単離精製は通常の方法により容易に行われる。例えば、反応混合物を濃縮乾固することにより粗生成物を得、得られた粗生成物を蒸留、カラムクロマトグラフィーまたは再結晶することにより行う。
【００３９】
工程４［５－シアノ－２－スルホニルピリジン（Ｉ）をラジカル発生条件下、塩素化剤と反応させることにより２－クロロ－５－シアノピリジンを得る工程］
【００４０】
塩素化剤としては、ラジカル発生条件下で塩素ラジカルを発生するものであればいかなるものであってもよいが、反応効率およびコストの点で、塩素または塩化スルフリルが好適である。塩素化剤は、反応中に連続的または逐次的に加えるのが好ましい。
【００４１】
塩素ラジカルを発生させるためには、ラジカル開始剤を使用することができる。ラジカル開始剤としては、２，２’－アゾビス（イソブチロニトリル）、１，１’－アゾビス（シクロヘキサンカルボニトリル）等のニトリル；過酸化ベンゾイル、過酸化アセチル等の過酸化物等が挙げられる。ラジカル開始剤は、反応前または反応中に連続的または逐次的に添加することができる。該ラジカル開始剤の添加量は、０．００１～３．０モル当量の範囲が好ましく、０．０５～１．０モル当量の範囲がより好ましい。また、光照射によっても、塩素ラジカルを発生させることができる。
【００４２】

反応は、溶媒の存在下または不存在下に行うことができるが、溶媒の存在下に行うのが好ましい。溶媒としては、反応に関与しないものであれば特に制限されないが、例えばアセトニトリル、酢酸、二硫化炭素、テトラクロロエタン、四塩化炭素、クロロベンゼン等が使用される。

【００４３】

反応は２０℃から溶媒還流温度で行うことが好ましく、６０℃～１００℃で行うことがより好ましい。

【００４４】

反応混合物からの生成物の単離精製は、常法により行うことができる。例えば、反応混合物を濃縮乾固することにより粗生成物を得、得られた粗生成物を蒸留、カラムクロマトグラフィーまたは再結晶することにより行う。

【００４５】

このようにして得られた２－クロロ－５－シアノピリジンは、接触水素還元等の一般的な還元反応により、２－クロロ－５－アミノメチルピリジンに容易に変換することができる。２－クロロ－５－アミノメチルピリジンは、殺虫剤として有用なＮ－シアノアセトアミジン誘導体の合成中間体として有用である（特開平５－１７８８３４号公報参照）。

【００４６】

【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【００４７】

実施例１　２－ソジオホルミル－３－ブテンニトリルの合成

撹拌機、蒸留装置、滴下漏斗、温度計を備えた反応器に２８％ナトリウムメチラートメタノール溶液１０．０２ｇ（５２．０ミリモル）およびヘプタン２７．６０ｇを入れ、メタノールを共沸留去した。得られたスラリーを氷冷し、ヘプタン１３．７０ｇ、ギ酸メチル３．２０ｇ（５３．３ミリモル）および３－ブテンニトリル３．６０ｇ（５３．７ミリモル）を加え、室温で２時間撹拌した。反応混合物を濾過し、濾集物をギ酸メチルで洗浄、乾燥し、下記の物性値を示す２－ソジオホルミル－３－ブテンニトリル３．８４ｇ（３２．８ミリモル、収率６３．１％）を得た。

【００４８】

ＮＭＲ（２７０ＭＨｚ、$CDCl_3$）δ：８．１９（ｓ，１Ｈ），６．１９（ｄｄ，１Ｈ），４．２６（ｄ，１Ｈ），４．０７（ｄ，１Ｈ）

【００４９】

実施例２　１－アセトキシ－２－シアノ－１，３－ブタジエンの合成

撹拌機、温度計、滴下漏斗を備えた反応器に塩化アセチル８．２６ｇ（０．１０５モル）およびトルエン１００ｍｌを入れ、氷冷した。２－ソジオホルミル－３－ブテンニトリル８．４２ｇ（０．０５７６モル）を３０分間で加え、１時間撹拌した。反応混合物を濾過し、濾液を水および５％炭酸水素ナトリウム水溶液で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥したのち、減圧下に濃縮した。得られた残査を減圧下に蒸留し、沸点６５～６７℃（３ｍｍＨｇ）の留分として、下記の物性を示す１－アセトキシ－２－シアノ－１，３－ブタジエン５．９４ｇ（０．０４３６モル、２－ソジオホルミル－３－ブテンニトリルに対する収率７５．３％）を得た。

【００５０】

ＮＭＲ（２７０ＭＨｚ、$CDCl_3$）δ：７．８７（ｓ，１Ｈ），６．２４（ｄｄ，１Ｈ），５．６９（ｄ，１Ｈ），５．４０（ｄ，１Ｈ）

【００５１】

実施例３　２－ベンゼンスルホニル－５－シアノピリジンの合成

撹拌機、還流冷却機、温度計、滴下漏斗を備えた反応器にトルエンを入れ、１００℃に加熱した。１－アセトキシ－２－シアノ－１，３－ブタジエン６８．５ｇ（０．５００モル）とベンゼンスルホニルシアニド６０．０ｇ（０．３５９モル）の混合物を１時間で滴下

したのち、１００℃で２時間撹拌した。冷却後、反応混合物を減圧下に濃縮し、得られた残査をトルエンから再結晶し、下記の物性値を示す２－ベンゼンスルホニル－５－シアノピリジン６４．０ｇ（０．２６２モル、ベンゼンスルホニルシアニドに対する収率７３．０％）を得た。

【００５２】

ＮＭＲ（２７０ＭＨｚ、ＣＤＣｌ$_3$）δ：８．８９（ｄ，１Ｈ，Ｊ＝２．２Ｈｚ），８．３３（ｄ，１Ｈ，Ｊ＝８．１Ｈｚ），８．２２（ｄｄ，１Ｈ，Ｊ＝２．２Ｈｚ，８．１Ｈｚ），８．０４－８．０８（ｍ，２Ｈ），７．５４－７．６８（ｍ，３Ｈ）

【００５３】

実施例４　２－クロロ－５－シアノピリジンの合成

撹拌機、還流冷却機、温度計、ガス導入管を備えた反応器に２－ベンゼンスルホニル－５－シアノピリジン１．００ｇ（４．１０ミリモル）およびアセトニトリル１０ｍｌを入れ、８０℃に加熱した。２，２’－アゾビスイソブチロニトリル６．０ｍｇ（０．０３７ミリモル）を３０分毎に加えながら、塩素（毎分４．０ｍｌ）を反応液に３時間導入した。冷却後、反応液に窒素を吹き込み過剰の塩素を除去し、減圧下に濃縮した。得られた残査を再結晶し、２－クロロ－５－シアノピリジン０．５１０ｇ（３．６８ミリモル、収率８９．８％）を得た。このものはＮＭＲ分析において標品と一致した。

【００５４】

【発明の効果】

本発明によれば、２－クロロ－５－シアノピリジンを、入手容易な原料から、高収率で製造することができる。

フロントページの続き

審査官　今村　玲英子

(56)参考文献　国際公開第９５／００７９０１（WO，Ａ１）
Yakugaku Zasshi，１９７８年，Vol.98，No.1，pp.95-99
Journal of the Chemical Society，１９４８年，pp.1939-45

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C07D213/
CAplus(STN)
REGISTRY(STN)