Союз Советских Социалистических Республик

Государственный комитет СССР по делам изобретений и открытий

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 1004372

(61) Дополнительное к авт. свид-ву –

(22) Заявлено 23.12.81 (21) 3370459/23-04

с присоединением заявки № –

(23) Приоритет –

Опубликовано 15.03.83. Бюллетень № 10

Дата опубликования описания 15.03.83.

(51) М. Кл.[3] C 07 D 213/50
C 07 C 63/06

(53) УДК 547.581.2.07 (088.8)

Всесоюзная патентно-техническая библиотека 13

(72) Авторы изобретения: Г. А. Карливан и Р. Э. Валтер

(71) Заявитель: Рижский ордена Трудового Красного Знамени политехнический институт

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 2-(2-ПИРИДИЛКАРБОНИЛ)БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

1

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения 2-(2-пиридилкарбонил)бензойной кислоты, которая может найти применение для синтеза различных ее производных с целью изыскания новых физиологически активных веществ в ряду пиридина.

Известен способ получения 2-(2-пиридилкарбонил)бензойной кислоты путем окисления бромида акридизиния перманганатом калия. Выход продукта 36% [1].

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ получения 2-(2-пиридилкарбонил)бензойной кислоты взаимодействием 2-триметилсилилпиридина с фталевым ангидридом. Реакция проводится при 100°С без растворителя в течение 3 ч [2].

Недостатком данного способа является трудоемкий и сложный синтез исходного 2-триметилсилилпиридина, который получают из 2-хлорпиридина при взаимодействии его с магнием и триметилхлорсиланом в растворе тетрагидрофурана. Таким образом, данный метод требует отдельной стадии получения 2-триметилсилилпиридина, выход 2-(2-пиридилкарбонил)бензойной кислоты при расчете на доступное исходное соединение – 2-хлорпиридин составляет 36%.

2

Целью изобретения является упрощение технологического процесса получения 2-(2-пиридилкарбонил)бензойной кислоты.

Указанная цель достигается тем, что согласно способу получения 2-(2-пиридилкарбонил)бензойной кислоты, фталевый ангидрид подвергают взаимодействию с пиколиновой кислотой в высококипящем органическом растворителе при 160-165°С.

В качестве высококипящего растворителя могут быть использованы нитробензол, бензонитрил или диэтиловый эфир диэтиленгликоля.

Выбор температурного режима проведения процесса обусловлен температурой

декарбоксилирования пиколиновой кислоты, происходящей при 160–165°С.

Пример. 12 г пиколиновой кислоты, 30 г фталевого ангидрида в 100 мл нитробензола при перемешивании нагревают при 100°С до получения гомогенного раствора. Затем температуру реакционной смеси повышают до 160–165°С и при этой температуре при перемешивании выдерживают 3–4 ч до прекращения выделения углекислого газа. После охлаждения до комнатной температуры реакционную массу экстрагируют в делительной воронке 100 мл 6 н. соляной кислоты, водный слой отделяют, обесцвечивают активированным углем и нейтрализуют 10%-ным раствором карбоната натрия до pH = 4–5, затем насыщают хлоридом натрия. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают на фильтре водой и высушивают. Получают 2-(2-пиридилкарбонил)бензойную кислоту в виде бесцветных кристаллов. Выход 8,5 г (39%), т.пл. 229–231 (разложение из этанола).

В литературных данных т.пл. 229–232°С, разложение [3]. ИК и ПМР спектры соответствуют литературным данным.

При получении целевого соединения предлагаемым способом достигается упрощение технологического процесса за счет одностадийности синтеза и использования доступных исходных соединений и реагентов. Этим достигается сокращение времени проведения процесса и экономия реагентов и растворителей, применяемых в многоступенчатых синтезах известных решений. Кроме того, предлагаемый способ позволяет вместо пиколиновой кислоты использовать в реакции и карбоновые кислоты других азотистых гетероциклов, расширяя таким образом ассортимент труднодоступных целевых продуктов – 2-гетероилбензойных кислот.

Формула изобретения

1. Способ получения 2-(2-пиридилкарбонил)бензойной кислоты из фталевого ангидрида при нагревании, отличающийся тем, что, с целью упрощения технологического процесса, фталевый ангидрид подвергают взаимодействию с пиколиновой кислотой в высококипящем органическом растворителе при 160–165°С.

2. Способ по п. 2, отличающийся тем, что в качестве высококипящего органического растворителя используют нитробензол.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Bradsher C.K., Braion L.L. Nitration of the acridizinium ion and its 6,11-dyhydroderibatives. - "J. Org. Chem.", 1974, vol. 39 (8), p.1157.

2. Pinkerton F., Thames S.E. Organosilicon compounds. - "J. Organometal. chem.", 1970, vol. 24 (3), p. 623-627 прототип

3. Anderson D.G., Bradney M.A., Webster D.E. The solvolysis of 2-Trimethylsilylpyridine by alkohols anb water. - "J. Chem. Soc.", B. 1968. p. 450-452.

Составитель М. Борин
Редактор О. Персиянцева Техред С. Мигунова Корректор М. Шароши

Заказ 1789/30 Тираж 416 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж–35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4